โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย

Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel by Molten Salt Method

ชื่อนิสิต นางสาวณัฐวิกานต์ ปิ่นสุวรรณ **เลขประจำตัว** 5833224923

นางสาวณิชกานต์ หาญอนุพงศ์ **เลขประจำตัว** 5833225523

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ปีการศึกษา 2561

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของโครงงานทางวิชาการที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของโครงงานทางวิชาการที่ส่งผ่านทางคณะที่สังกัด

The abstract and full text of senior projects in Chulalongkorn University Intellectual Repository(CUIR)

are the senior project authors' files submitted through the faculty.

โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

1. นางสาวณัฐวิกานต์ ปิ่นสุวรรณ 5833224923
2. นางสาวณิชกานต์ หาญอนุพงศ์ 5833225523

อนุมัติโดย

.....

(ผศ.ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2561

หัวข้องานวิจัย การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย

โดย นางสาวณัฐวิกานต์ ปิ่นสุวรรณ

นางสาวณิชกานต์ หาญอนุพงศ์

สาขาวิชา เซรามิกและวัสดุศาสตร์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

ปีการศึกษา 2561

บทคัดย่อ

แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเป็นวัสดุที่มีการนำมาใช้งานอย่างแพร่หลายในหลายด้าน เช่น ใช้เป็นวัสดุทนไฟ เกราะใสกันกระสุน เป็นต้น เนื่องจากมีสมบัติโดดเด่นหลายประการ เช่น จุดหลอมเหลวสูง ความแข็งแรงสูง ทนต่อการกัดกร่อนได้ดี การขยายตัวทางความร้อนต่ำ งานวิจัยนี้ได้ทำศึกษาการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย และศึกษาผลของชนิดและอัตราส่วนของเกลือที่มีผลต่อสารที่สังเคราะห์ได้ โดยในการสังเคราะห์วิธีนี้ใช้สารตั้งต้นคือ อะลูมินาและแมกนีเซียผสมกันในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ใช้ลิเทียมคลอไรด์ โซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ที่หลอมละลายเป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา ใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 โดยมวล เผาที่อุณหภูมิ 800 – 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อหาอุณหภูมิที่เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์เปรียบเทียบกับวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง จากผลการวิจัยพบว่าลิเทียมคลอไรด์เป็นเกลือที่สามารถทำให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ที่อุณหภูมิต่ำที่สุดที่ 1150 องศาเซลเซียส ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งพบว่าใช้อุณหภูมิต่ำกว่าประมาณ 150 องศาเซลเซียส ผลของอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นก็ส่งผลต่อการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยเช่นกัน โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นจาก 3:1 เป็น 5:1 อะลูมินาและแมกนีเซียจะทำปฏิกิริยาได้ดีขึ้น แต่เมื่อเพิ่มจาก 5:1 เป็น 10:1 มีเพียงลิเทียมคลอไรด์และเกลือผสมโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์เท่านั้นที่มีส่วนช่วยในการทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามการเพิ่มเกลือส่งผลให้สารมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มกันของสาร

Title Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel by Molten Salt Method

Authors Nattawikarn Pinsuwan
Nichakan Hananupong
Department Materials Science
Advisor Asst. Prof. Dr. Karn Serivalsatit

Academic Year 2018

Abstract

Magnesium aluminate spinel ($MgAl_2O_4$) is widely used in many fields, such as refractories, and transparent armor, because of its excellent properties high melting point, high strength, good corrosion resistance, high thermal shock resistance. This research studied on the synthesis of magnesium aluminate spinel by molten salt method and the effects of type and ratio of molten salts to oxides on the formation temperature and microstructure of magnesium aluminate spinel were also investigated. Equimolar composition of magnesia (MgO) and alumina (Al_2O_3) was mixed with different salts, i.e., lithium chloride (LiCl), sodium chloride (NaCl), potassium chloride (KCl) or a mixture of NaCl-and KCl, in the salt to oxides weight ratio of 3:1. The powder mixture was placed in an alumina crucible and heated to 800-1250°C for 4 hours to evaluate the spinel formation temperature compared to that of the powder synthesized by solid-state reaction method. The results showed that the lowest synthesized temperature to obtain pure magnesium aluminate spinel was 1150 °C for the use of LiCl. While, the powder synthesized by solid-state reaction must be calcined at temperature over 1300°C to obtain pure magnesium aluminate spinel. The salt to oxides weight ratio was also affected properties of the synthesized powders. As increasing the salt to oxides ratio from 3:1 to 5:1, the formation of magnesium aluminate spinel could be enhanced. However, as increasing the salt to oxides ratio from 5:1 to 10:1, only LiCl and the mixture of NaCl and KCl could increase the formation of magnesium aluminate spinel. Unfortunately, increasing the salt to oxides ratio led to the formation of agglomerated particles.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จไปได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับการสนับสนุน ช่วยเหลือทั้งด้านวิชาการ ด้านการดำเนินงาน และได้รับกำลังใจอย่างมากมาย โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ ที่เป็นที่ปรึกษาโครงการวิจัยนี้ เป็นผู้ให้ความรู้ เป็นผู้แนะแนวทางทั้งด้านวิชาการ รวมทั้งแนวทางในการใช้ชีวิต ซึ่งเป็นบุคคลสำคัญที่ทำให้เกิดวิทยานิพนธ์เล่มนี้

ขอขอบพระคุณคณาอาจารย์ประจำสาขาเซรามิกและวัสดุศาสตร์ ที่ให้ความรู้ แนวคิด และช่วยชี้แนะเกี่ยวกับงานวิจัยที่ข้าพเจ้าในมุมมองอื่นๆ ที่ก่อให้เกิดประโยชน์ และช่วยให้งานวิจัยเล่มนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ประจำภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทุกๆ ท่านที่ให้ความรู้มาตลอดระยะเวลา 4 ปี

ขอขอบพระคุณ ศูนย์ความเป็นเลิศด้านปิโตรเคมีและเทคโนโลยีวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับงบประมาณและทุนสนับสนุนโครงการวิจัย

ขอขอบพระคุณคุณวิรพงษ์ ครพนม เจ้าหน้าที่ประจำเครื่องมือ x-ray diffractometer และ particle size analyzer รวมถึงเครื่องมืออื่นๆ ที่ใช้ในการทดลอง ที่ให้ความรู้ และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณครอบครัวของข้าพเจ้าที่คอยสนับสนุน ให้กำลังใจ และแบ่งปันประสบการณ์ในการใช้ชีวิตตลอดมา

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ สมาชิกบ้านสีเทาที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือมาตลอด

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ก

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ข

กิตติกรรมประกาศ ..... ค

สารบัญ ..... ง

สารบัญตาราง ..... ซ

สารบัญรูปภาพ ..... ฌ

บทที่ 1 บทนำ 1

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการดำเนินงานวิจัย 1

1.2 วัตถุประสงค์ของการดำเนินงานวิจัย 2

1.3 ขอบเขตงานวิจัย 2

บทที่ 2 ความรู้พื้นฐานและงานที่เกี่ยวข้อง 3

2.1 แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 3

2.1.1 โครงสร้างและลักษณะของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 3

2.1.2 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลและการใช้งาน 4

2.2 วิธีการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 5

2.2.1 วิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction) 5

2.2.2 วิธีเกลือหลอมละลาย (molten salt) 6

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 8

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน 13

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 13

3.1.1 อะลูมินา 13

3.1.2 แมกนีเซีย 14

3.1.3 เกลือ 15

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.1.3.1 โซเดียมคลอไรด์ 15
3.1.3.2 โพแทสเซียมคลอไรด์ 15
3.1.3.3 ลิเทียมคลอไรด์ 15
3.2 วิธีการทดลอง 15
3.2.1 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีการการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง 15
3.2.2 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายในการทดสอบ ผลของชนิดเกลือต่ออุณหภูมิการสังเคราะห์ 15
3.2.3 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายในการทดสอบ ผลของอัตราส่วนเกลือ 16
3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้ 18
3.3.1 การวัดขนาดอนุภาค 18
3.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (X-ray Diffractometer: XRD) 18
3.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM(..... 18
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง 19
4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์และสัณฐานของสารที่สังเคราะห์ได้ 19
4.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง 19
4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย 20
4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ 20
4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ 21

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.1.2.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ 22

4.1.3 สัณฐานของวัตถุดิบที่เป็นสารตั้งต้น 24

4.1.3.1 อะลูมินา 24

4.1.3.2 แมกนีเซีย 24

4.1.4 สัณฐานของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการสังเคราะห์ในสถานะของแข็ง 25

4.1.5 สัณฐานของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลโดยวิธีการเกลือหลอมละลาย 26

4.1.5.1 ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ โดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 26

4.1.5.2 ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 26

4.1.5.3. ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 27

4.1.5.4 แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 27

4.2 ผลของอัตราส่วนเกลือต่อการเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 28

4.2.1 ผลของการเพิ่มอัตราส่วนของเกลือต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 28

4.2.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ 28

4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ 29

4.2.1.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ 30

4.2.1.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือลิเทียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ 31

4.2.2 ผลของอัตราส่วนเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ 32

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.2.1 ผลของอัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 32

4.2.2.2 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 33

4.2.2.3 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 34

4.2.2.4 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง 35

บทที่ 5 สรุปผล อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ 36

5.1 สรุปผล 36

5.2 ข้อเสนอแนะ 37

เอกสารอ้างอิง 38

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล 4
ตารางที่ 2.2 สมบัติของเกลือชนิดต่างๆ..... 7
ตารางที่ 2.3 ผลของสารตั้งต้น และอุณหภูมิต่อเฟสที่เกิดขึ้นที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย 10
ตารางที่ 3.1 สรุปสภาวะที่ทำการทดลอง 17

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างของสปิเนล 3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของ FCC..... 3
รูปที่ 2.3 (ก) การเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น AO และ BO_2 เมื่อเกิดการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง
(ข) ผลของขนาด อนุภาคของสารตั้งต้น มีผลต่ออัตราการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง.....5
รูปที่ 2.4 ขั้นตอนในการเตรียมสารด้วยวิธีเกลือหลอม.....6
รูปที่ 2.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของสารที่สังเคราะห์โดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง
ระหว่างอะลูมินากับแมกนีเซียม เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ให้อุณหภูมิ 900-1300 องศาเซลเซียส.....8
รูปที่ 2.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของการสังเคราะห์โดยเกลือหลอมละลาย
ให้เวลา 3 ชั่วโมง ให้อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส โดยใช้เกลือต่างชนิดกัน.....9
รูปที่ 2.7 รูปจากกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราดของ
(ก) อะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น (ข) แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ที่สังเคราะห์ได้
ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในเกลือลิเทียมคลอไรด์.....9
รูปที่ 2.8 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ
(ก) แอลฟาอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้นและรูปของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล
(ข) ใช้แมกนีเซียผสมลิเทียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส
(ค) ใช้แมกนีเซียผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส
(ง) ใช้แมกนีเซียมไนเตรตผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส
ใช้เวลาการเผา 3 ชั่วโมง 11
รูปที่ 2.9 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ อัตราส่วนระหว่างเกลือต่อสารตั้งต้น
(ก) 20:1 (ข) 30:1 (ค) 50:1 (ง) 100:1 และ (จ) 200:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส.....12
รูปที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น.....13
รูปที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของอะลูมินา 13
รูปที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียที่เป็นสารตั้งต้น.....14
รูปที่ 3.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของแมกนีเซีย.....14
รูปที่ 3.5 เฟสไดอะแกรมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์.....16
รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....19

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยโซเดียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1
ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....20
รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1
ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....21
รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยเกลือผสมโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์
ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1
ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....22
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยลิเทียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1
ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....23
รูปที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ของผงอะลูมินา (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) กำลังขยาย 500 เท่า.....24
รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซีย (ก) กำลังขยาย 500 เท่า (ข) กำลังขยาย 10,000 เท่า.....24
รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ของสารตั้งต้นหลังจากทำการบดผสม ประกอบด้วย
(ก) อนุภาคอะลูมินา (ข) อนุภาคแมกนีเซีย.....25
รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง.....25
รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย
โดยใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า
(ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.10 (ก).....26
รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย
โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า
(ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.11 (ก).....26
รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย
โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง
(ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.12 (ก).....27

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย
โดยใช้ลิเทียมคลอไรด์ ตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า
(ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.13 (ก) 27
รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น
3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 28
รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น
3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 29
รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์
ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 5:1 และ 10:1
ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 30
รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยลิเทียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น
3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 31
รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์
ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น
(ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 32
รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย
ด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1
ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 33
รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย
ด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์ เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น
(ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 34

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย โดยใช้ลิเทียมคลอไรด์ เป็นตัวกลาง เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 35

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการดำเนินงานวิจัย

แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล (Magnesium Aluminate Spinel ;$MgAl_2O_4$) เป็นวัสดุที่มีการนำมาใช้งานอย่างแพร่หลายในหลายด้าน เช่น ใช้เป็นวัสดุทนไฟ เป็นวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst support) ในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี และเกราะใสกันกระสุน เป็นต้น เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติโดดเด่นหลากหลาย ได้แก่ มีจุดหลอมเหลวสูง มีความแข็งแรงที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง มีความต้านทานการขยายตัวเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงความร้อนฉับพลันที่ดี มีการนำความร้อนต่ำ และต้านทานการกัดกร่อนที่ดี แต่แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลมีจำนวนน้อยในธรรมชาติ จึงทำให้มีนักวิจัยจำนวนมากที่สนใจพยายามสังเคราะห์และพัฒนาวัสดุชนิดนี้โดยใช้วิธีที่แตกต่างกัน

วิธีการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ได้แก่ การทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เป็นวิธีทางกายภาพ ซึ่งเตรียมได้จากใช้ผงแมกนีเซีย (MgO) กับผงอะลูมินา (Al_2O_3) มาบดผสมกันและเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ให้เกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ข้อดีของวิธีนี้ คือสามารถเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลได้ในปริมาณมาก ใช้ต้นทุนการผลิตต่ำ แต่อนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่ได้มีขนาดใหญ่ เนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคระหว่างเผาแคลไซน์ จึงอาจมีการเกิดสิ่งเจือปนจากกระบวนการบดย่อย นอกจากนี้ยังไม่สามารถควบคุมลักษณะของอนุภาคได้

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่ได้รับความนิยม เนื่องจากสามารถเตรียมวัสดุที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้นโดยใช้อุณหภูมิที่ต่ำลงมาเรียกว่า “Wet chemical synthesis” เช่น วิธีการโซล-เจล (Sol-gel) วัสดุที่ได้จะมีความเป็นเนื้อเดียวกัน เหมาะแก่การเตรียมชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูง แต่มีข้อเสีย คือ ต้นทุนในการผลิตสูง ทั้งในเรื่องของสารตั้งต้นที่ใช้ ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม หรือวิธีการสังเคราะห์โดยการตกตะกอน (Precipitation) ซึ่งสามารถเตรียมอนุภาคที่มีขนาดเล็กมากได้เช่นเดียวกับวิธีการโซล-เจล แต่ใช้ต้นทุนในการผลิตไม่สูง และไม่เป็นพิษ

การสังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย (Molten salt synthesis) เป็นอีกวิธีการหนึ่งที่ปัจจุบันเริ่มเป็นที่สนใจมากขึ้นเนื่องจากใช้อุณหภูมิไม่สูงมาก และขั้นตอนไม่ซับซ้อน โดยวิธีนี้มีหลักการคล้ายกับการสังเคราะห์โดยตกตะกอน แต่ต่างกันที่วิธีสังเคราะห์ด้วยเกลือหลอมละลาย ใช้เกลือหลอมเป็นตัวกลางแทนการทำให้อยู่รูปสารละลายและไม่ต้องเติมสารละลายตัวอื่นในการปรับความเข้มข้นเพื่อให้เกิดการตกตะกอน โดยมีขั้นตอน คือเตรียมวัตถุดิบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบ และวัตถุดิบที่มีอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบมาผสมกับเกลือ แล้วนำไปให้ความร้อนจนเกลือหลอมจนมีสภาพเป็นของเหลว Mg^{2+} และ Al^{3+} จะละลาย

เข้าไปอยู่ในเกลือหลอม และตกผลึกออกมาเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล จากนั้นนำไปล้างเกลือออกด้วยน้ำกลั่น ทำให้ได้แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่มีความบริสุทธิ์สูง สามารถควบคุมสัณฐานและขนาดของอนุภาคได้ ซึ่งสัณฐานและขนาดของอนุภาคขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ เช่น ชนิดของเกลือหลอม และสารตั้งต้นที่ใช้ เป็นต้น

1.2 วัตถุประสงค์ของการดำเนินงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยเทคนิคเกลือหลอมละลาย
2. เพื่อศึกษาผลของสารตั้งต้นและเกลือที่ใช้ต่อสมบัติของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

ศึกษาวิธีการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีเกลือหลอมละลายโดยทำการศึกษาสารตั้งต้นและเกลือที่ใช้สังเคราะห์ ได้แก่ อะลูมินา และแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยากับ โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) และลิเทียมคลอไรด์ (LiCl) ซึ่งเป็นเกลือหลอม ทำการสังเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 800-1250 องศาเซลเซียส และทำการศึกษาเฟสของสารที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffraction, XRD) และศึกษาสัณฐานของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการดำเนินงานวิจัย

ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย

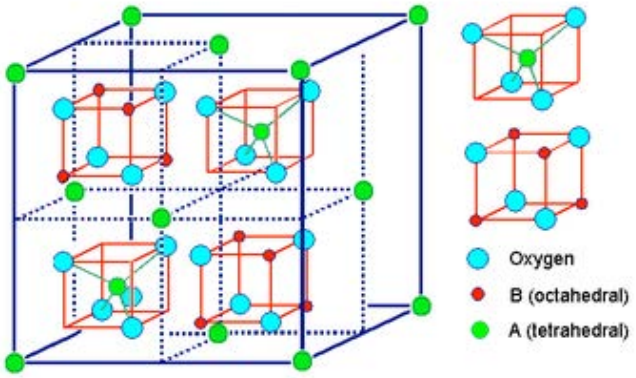
บทที่ 2

ความรู้พื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

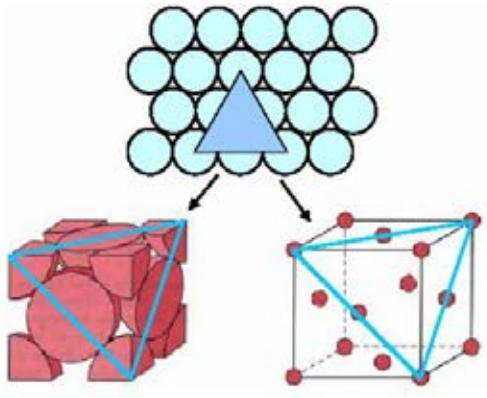
2.1 แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

2.1.1 โครงสร้างและลักษณะของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

สปิเนล (spinel) เป็นแร่ชนิดหนึ่งที่มีสูตรโครงสร้างเป็น AB_2X_4 ดังรูปที่ 2.1 โดยที่มี A เป็นธาตุที่มีไอออนประจุ 2+ เช่น Mg^{2+}, Cr^{2+}, Cu^{2+}, Zn^{2+} เป็นต้น และ B เป็นธาตุที่มีไอออนประจุ 3+ เช่น Al^{3+}, Cr^{3+}, Mn^{3+}, Fe^{3+} เป็นต้น ซึ่งมีการจัดเรียงตัวอยู่ในระบบโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก โดยโครงสร้างสปิเนลมีการจัดเรียงหน่วยเซลล์ (unit cell) ในรูปแบบ Face centered cubic (FCC) ดังรูปที่ 2.2 ทำให้สปิเนลประกอบไปด้วยธาตุได้หลากหลายรูปแบบ เช่น $MgAl_2O_4$, Mn_3O_4, $ZnFe_2O_4$ เป็นต้น แต่โครงสร้างที่เป็นที่รู้จักอย่างแพร่หลายอยู่ในรูปของ $MgAl_2O_4$



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของสปิเนล[1,2]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของ FCC[1,2]

แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเป็นสปิเนลที่ส่วนมากพบในลักษณะเป็นแร่รัตนชาติ ซึ่งในโครงสร้างประกอบด้วยโมเลกุลของแมกนีเซียม (Mg) และ อะลูมิเนียม (Al) โดยแมกนีเซียมจะอยู่ในช่องว่างที่เป็นเตตระฮีดรอล (tetrahedral) ส่วนอะลูมิเนียมจะอยู่ในช่องว่างที่เป็นออกตะฮีดรอล (octahedral)

2.1.2 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลและการใช้งาน

แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เป็นวัสดุที่นำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีคุณสมบัติโดดเด่นหลากหลาย เช่น มีจุดหลอมเหลวสูง มีความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูงและอุณหภูมิห้อง มีการขยายตัวทางความร้อนต่ำ ต้านทานการนำความร้อน และต้านทานการกัดกร่อนได้ดี ดังตารางที่ 2.1 จึงสามารถนำแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลไปพัฒนาเป็น วัสดุทนไฟ วัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา และเกราะกันกระสุนใส เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล[3]

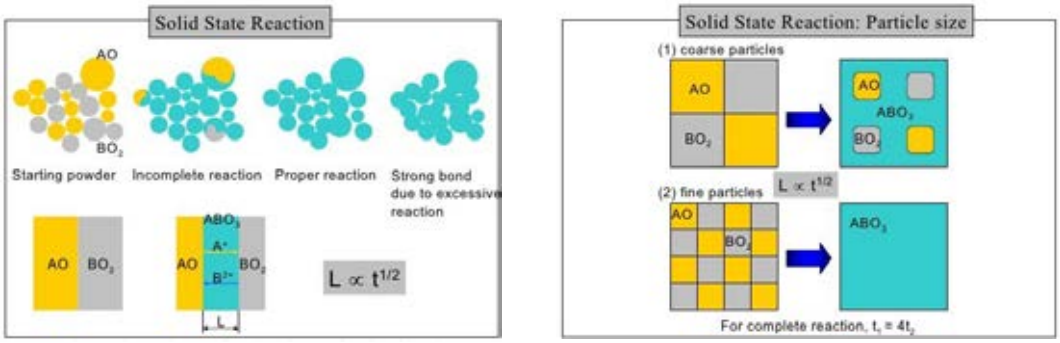
สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล		
ความหนาแน่น	(g/cm^3)	3.58
จุดหลอมเหลว	(°C)	2135
สมบัติการนำความร้อน	(W/m K)	5.9
สมบัติการขยายตัวทางความร้อน ในช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 1500 °C	(10^{-6}/°C)	8.5-9.5
ความแข็งแกร่ง	(MPa)	70-100
ความแข็ง	(Moh)	7.5-8.0
ค่ามอดูลัสของยังก์	(GPa)	260-280
ความต้านทานต่อการแตกร้าว	($MPa•m^{1/2}$)	1.5-2.2
ช่วงความโปร่งแสง	(nm)	250-6500

2.2 วิธีการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

2.2.1 วิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction)

วิธีนี้เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ได้รับความนิยมมากที่สุด เนื่องจากสามารถใช้เตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่มีปริมาณมาก ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำ เหมาะสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมพวกวัสดุทนไฟ เช่น เป็นส่วนหยาบในส่วนผสมของอิฐทนไฟ เป็นต้น

โดยมีหลักการ คือ ใช้สารตั้งต้นที่มีสถานะเป็นของแข็งทั้งหมด ในที่นี้ได้แก่ ผงแมกนีเซียและผงอะลูมินามาบดผสมกันแล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1500 องศาเซลเซียส[4] เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยากัน และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล สำหรับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวสัมผัสของอนุภาคของสารตั้งต้นที่ใช้ กล่าวคือ ในกระบวนการนี้อนุภาคของตั้งต้นทั้งสองชนิดต้องมีบริเวณที่สัมผัสกันเพื่อทำปฏิกิริยาระหว่างกันและเกิดเป็นชั้นของผลิตภัณฑ์แทรกตรงกลางของสารตั้งต้นทั้งสอง ดังรูปที่ 2.3 (ก) ดังนั้น สารตั้งต้นที่มีพื้นผิวสัมผัสมากจะช่วยให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น และอนุภาคที่มีลักษณะละเอียดจะเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าอนุภาคที่มีลักษณะหยาบ ดังรูปที่ 2.3 (ข)



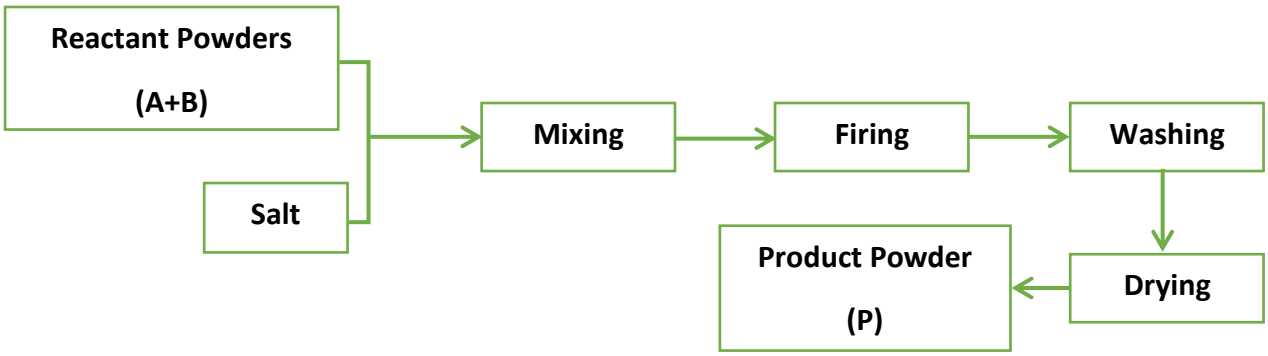
รูปที่ 2.3 (ก) การเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น AO และ BO_2 เมื่อเกิดการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง (ข) ผลของขนาด อนุภาคของสารตั้งต้น มีผลต่ออัตราการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง[5]

แต่วิธีนี้มีข้อเสีย คือ อนุภาคที่ได้มีความบริสุทธิ์ต่ำเนื่องจากมีสิ่งเจือปนจากขั้นตอนการบดขนาดอนุภาคที่เตรียมได้ไม่สม่ำเสมอ และใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงทำให้อนุภาคมักมีขนาดใหญ่ เมื่อนำผงที่เตรียมได้ไปเตรียมได้ชิ้นงานเซรามิก ส่งผลให้เผาผนึก (sintering) ได้ยาก ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการเผาผนึก

2.2.2 วิธีเกลือหลอมละลาย (molten salt)

วิธีนี้เป็นการสังเคราะห์สารโดยใช้อุณหภูมิที่ต่ำลงมา สารที่เตรียมมีความบริสุทธิ์มากขึ้น เหมาะสำหรับใช้ในงานเซรามิกขั้นสูง (advanced ceramics) นอกจากนี้ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีนี้สามารถควบคุมลักษณะของอนุภาคที่เกิดได้ เช่น สามารถเตรียมอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่มีรูปร่างเป็นแท่งเล็กๆ (micro-rod)[6] หรือแผ่นเล็กๆ (microplatelet)[7] ซึ่งส่งผลต่อสมบัติของวัสดุและการนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานต่างๆ การเตรียมสารด้วยวิธีนี้ในปัจจุบันจึงได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายมากขึ้น

หลักการคือการนำวัตถุดิบที่มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบ เช่น แมกนีเซีย แมกนีเซียมคาร์บอเนต ($MgCO_3$) แมกนีเซียมไนเตรต ($Mg(NO_3)_2$) เป็นต้น และวัตถุดิบที่มีอะลูมิเนียมเป็นส่วนประกอบ เช่น อะลูมินา มาผสมกับเกลือ เพื่อให้เกลือช่วยลดอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา ควบคุมขนาดและรูปร่างอนุภาคที่เกิดขึ้น โดยหลักการเลือกเกลือดังกล่าว คือ ต้องมีจุดหลอมเหลวต่ำ แต่อยู่ในช่วงอุณหภูมิที่เหมาะในการทำปฏิกิริยาให้เกิดเฟสที่ต้องการ มีความสามารถในการล้างออกง่ายด้วยน้ำหลังทำปฏิกิริยา ความดันไอต่ำที่อุณหภูมิที่ให้ความร้อน และจะต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นหรือผลิตภัณฑ์ที่เกิดในกระบวนการ จากนั้นนำส่วนผสมทั้งหมดใส่ถ้วยครูซิเบิลอะลูมินา (crucible) ที่มีฝาปิด แล้วนำไปเผาในเตาที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวของเกลือ จนเกลือกลายสภาพจากของแข็งเป็นของเหลว ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลาย ทำให้ Mg^{2+} และ Al^{3+} ถูกละลายเข้าไปในเกลือหลอมด้วย เกิดการทำปฏิกิริยากันและตกผลึกออกมา จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำหรือสารละลายที่เหมาะสม นำไปอบแห้ง ได้เป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ตามกระบวนการ ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งรูปร่างของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะถูกกำหนดด้วยชนิดของเกลือ อัตราส่วนของเกลือต่อสารตั้งต้นที่ใช้ อุณหภูมิที่ให้ และช่วงเวลาในการให้ความร้อน เป็นต้น[8]



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนในการเตรียมสารด้วยวิธีเกลือหลอม

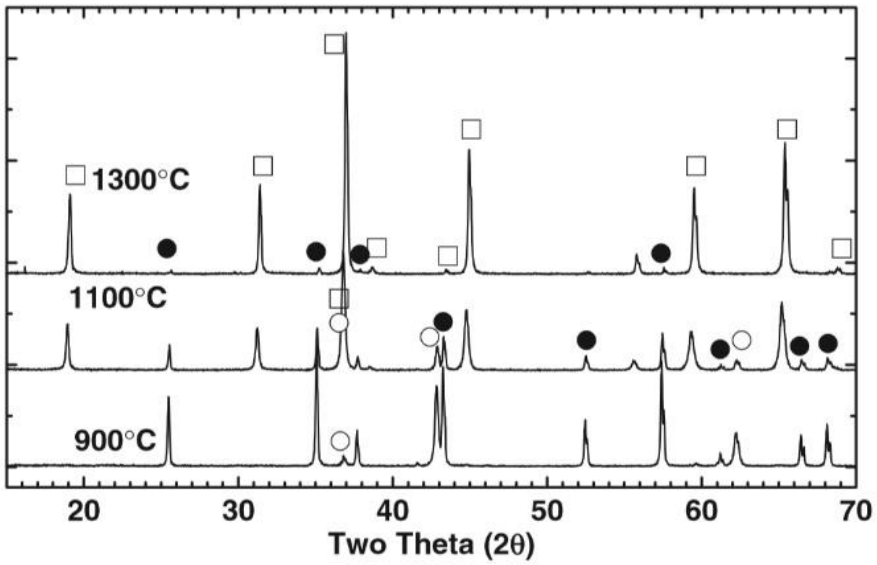
จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเกลือที่นิยมใช้ในวิธีเกลือหลอมละลาย ได้แก่ ลิเทียมคลอไรด์[7] โซเดียมคลอไรด์[7] และโพแทสเซียมคลอไรด์[7] ซึ่งมีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 600 ถึง 801 องศาเซลเซียส เนื่องจากการเตรียมสารแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจากอะลูมินากับแมกนีเซียมออกไซด์ด้วยวิธีการเกลือหลอมละลาย สามารถทำให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของเกลือหลอมเหลว ทำให้เกิดการก่อตัวเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลได้ในขณะที่เกลือหลอมเหลวยังไม่ระเหยเป็นไอ จึงใช้เกลือทั้งสามชนิดนี้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาได้ นอกจากนี้เกลือทั้งสามมีความสามารถในการละลายด้วยน้ำสูง จึงสามารถล้างออกได้ง่าย หลังจากสังเคราะห์ สมบัติโดยทั่วไปของเกลือทั้ง 3 ชนิด แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สมบัติของเกลือชนิดต่างๆ [9-11]

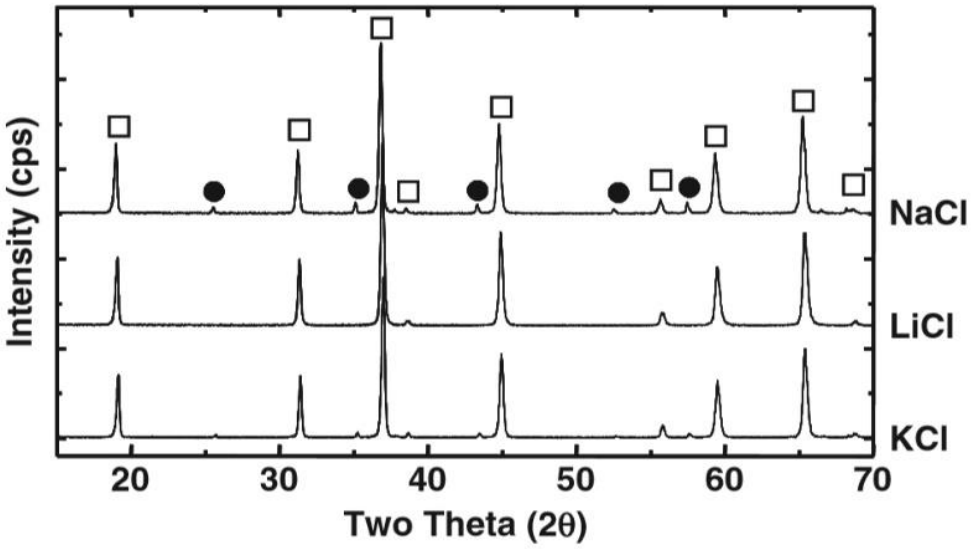
สมบัติของเกลือ				
ชนิดของเกลือ		LiCl	NaCl	KCl
มวลโมเลกุล	(g/mol)	42.39	58.44	74.548
จุดหลอมเหลว	(°C)	605-614	801	770
จุดเดือด	(°C)	1,382	1,413	1,420
ความหนาแน่น	(g/mL)	2.068	1.199	1.984
สมบัติการละลาย	(g/kg of solvent)	ละลายน้ำ 830 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิ 20 °C	ละลายน้ำ 360 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิ 20 °C	ละลายน้ำ 360 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิ 25°C
pH		5.5-7.5	5.5 – 6.5	7

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

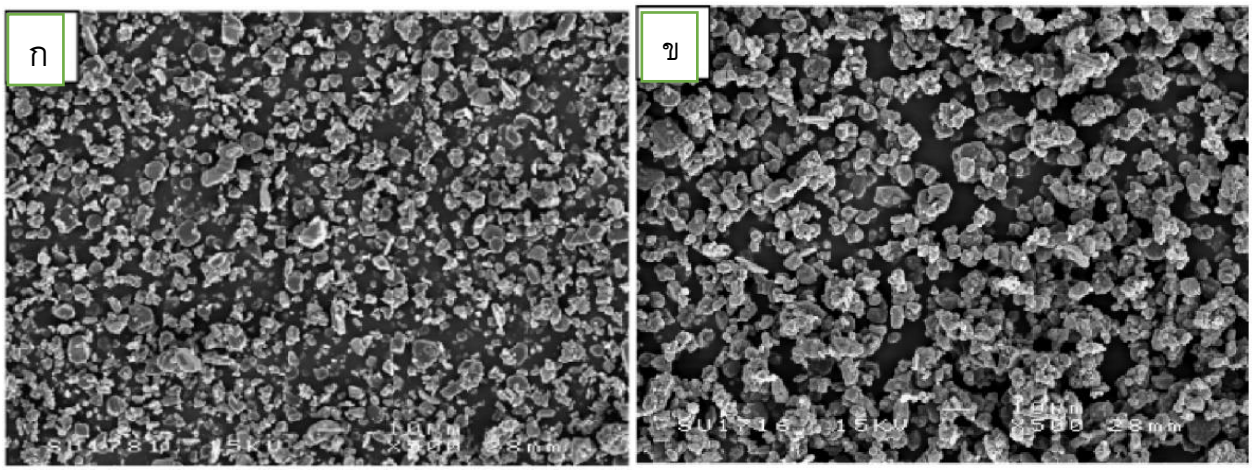
การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลโดยวิธีเกลือหลอมละลาย เป็นที่นิยมมากขึ้น สังเกตจากผลงานวิจัยที่มีมากขึ้นในปัจจุบัน จากงานวิจัยของ Shaowei Zhang และคณะ[12] ศึกษา การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลโดยวิธีเกลือหลอมละลาย โดยใช้อะลูมินา และแมกนีเซีย สังเคราะห์ในเกลือ 3 ชนิด ได้แก่ เกลือลิเทียมคลอไรด์ เกลือโพแทสเซียมคลอไรด์ และเกลือโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วนน้ำหนักของเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 และนำไปเปรียบเทียบกับการสังเคราะห์โดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction) จากผลการทดลองพบว่า การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลโดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งจะได้แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.5 ส่วนวิธีเกลือหลอมละลายจะเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำกว่าประมาณ 200 องศาเซลเซียส และวิธีเกลือหลอมละลายที่ใช้เกลือต่างชนิดกัน จะเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ที่อุณหภูมิต่างกันโดยลิเทียมคลอไรด์ จะเร่งให้เกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิต่ำสุด โดยจะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แต่ยังปรากฏเฟสของอะลูมินาอยู่ เมื่อให้อุณหภูมิถึง 1100 องศาเซลเซียสจะไม่พบเฟสของอะลูมินาเหลืออยู่เลย ในขณะที่โพแทสเซียมคลอไรด์ และโซเดียมคลอไรด์ จะได้แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล จะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส แต่ยังปรากฏเฟสของอะลูมินาอยู่ ดังรูปที่ 2.6 เมื่อให้อุณหภูมิถึง 1300 องศาเซลเซียส จะพบเพียงเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว จากการทดลองดังกล่าวแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่ได้มีลักษณะอนุภาคคล้ายกับอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของสารที่สังเคราะห์โดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งระหว่างอะลูมินากับแมกนีเซียม เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ให้อุณหภูมิ 900-1300 องศาเซลเซียส (□ Spinel,○ MgO, ● Al_2O_3)[12]



รูปที่ 2.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของการสังเคราะห์โดยเกลือหลอมละลาย ให้เวลา 3 ชั่วโมง ให้อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส โดยใช้เกลือต่างชนิดกัน (□ Spinel, ● Al_2O_3)[12]



รูปที่ 2.7 รูปจากกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราดของ (ก) อะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น และ (ข) แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ที่สังเคราะห์ได้ ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในเกลือลิเทียมคลอไรด์[12]

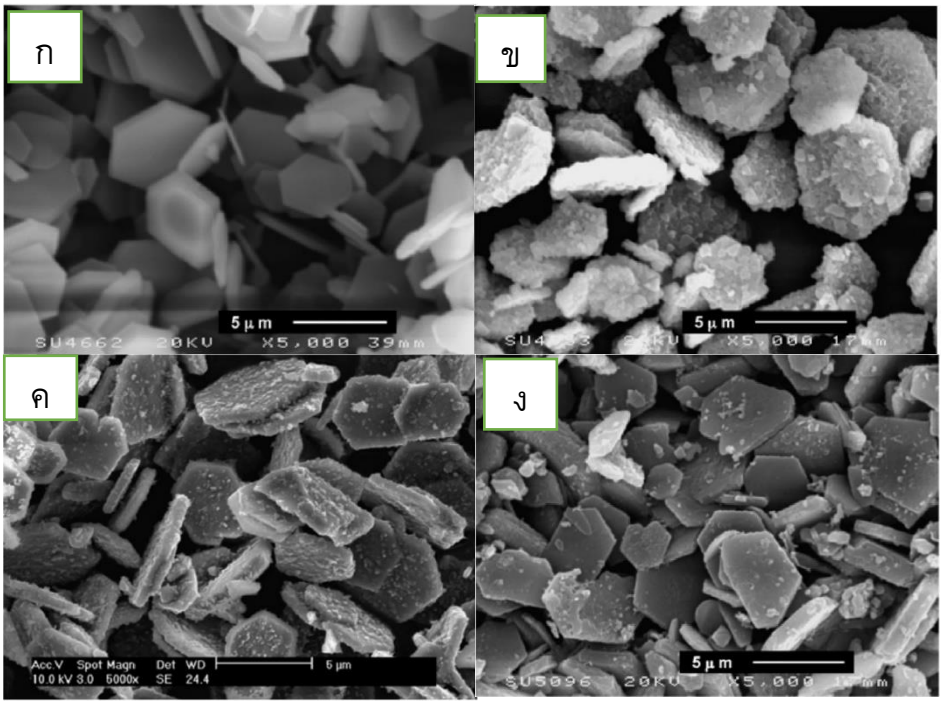
จากงานวิจัยของ Daniel Doni Jayaseelan และคณะ[7] ศึกษาการก่อตัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลได้รูปร่างเป็นแผ่น โดยวิธีเกลือหลอมละลาย วัตถุดิบให้อะลูมินา ได้แก่ แอลฟาอะลูมินาที่มีลักษณะเป็นแผ่น วัตถุดิบให้แมกนีเซียมมี 2 ชนิด ได้แก่ แมกนีเซีย และแมกนีเซียมไนเตรต ผสมกับเกลือซึ่งในที่นี้มี 4 ชนิดได้แก่ ลิเทียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ โซเดียมคลอไรด์ และโพแทสเซียมซัลเฟต จากผลการทดลองพบว่า เมื่อใช้อะลูมินาและแมกนีเซียเป็นสารตั้งต้น ผสมกับลิเทียมคลอไรด์ จะพบแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว ที่อุณหภูมิต่ำสุดคือ 1100 องศาเซลเซียส ในขณะที่โพแทสเซียมคลอไรด์ โซเดียมคลอไรด์ และโพแทสเซียมซัลเฟต จะพบแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียวที่ 1150 องศาเซลเซียส ส่วนเมื่อใช้อะลูมินาและแมกนีเซียมไนเตรต ผสมกับโพแทสเซียมคลอไรด์ จะพบแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ในขณะที่เมื่อใช้โพแทสเซียมซัลเฟต จะพบแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ผลของสารตั้งต้นและอุณหภูมิต่อเฟสที่เกิดขึ้นที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย[7]

S.ID.	Tempature (°C)	Reactants		Molten salt	Salt to oxide ratio	Crystalline phases
MA-21	800	Al_2O_3	MgO	LiCl	3:1	C, P, $MA_{(m)}$
MA-1	900	Al_2O_3	MgO	LiCl	3:1	C, P, $MA_{(m)}$
MA-2	1000	Al_2O_3	MgO	LiCl	3:1	C, P, MA
MA-3	1100	Al_2O_3	MgO	LiCl	3:1	MA
MA-30	800	Al_2O_3	MgO	NaCl	3:1	C, P
MA-31	900	Al_2O_3	MgO	NaCl	3:1	C, P, $MA_{(m)}$
MA-4	1100	Al_2O_3	MgO	NaCl	3:1	MA, $C_{(m)}$
MA-22	1150	Al_2O_3	MgO	NaCl	3:1	MA
MA-32	800	Al_2O_3	MgO	KCl	3:1	C, P
MA-33	900	Al_2O_3	MgO	KCl	3:1	C, P, $MA_{(m)}$
MA-12	1100	Al_2O_3	MgO	KCl	3:1	MA, $C_{(m)}$
MA-23	1150	Al_2O_3	MgO	KCl	3:1	MA
MA-11	1100	Al_2O_3	MgO	K_2SO_4	3:1	MA, $C_{(m)}$
MA-24	1150	Al_2O_3	MgO	K_2SO_4	3:1	MA
MA-6	1100	Al_2O_3	$Mg(NO_3)_2$	KCl	3:1	MA
MA-5	1100	Al_2O_3	$Mg(NO_3)_2$	K_2SO_4	3:1	MA, $C_{(m)}$
MA-25	1150	Al_2O_3	$Mg(NO_3)_2$	K_2SO_4	3:1	MA

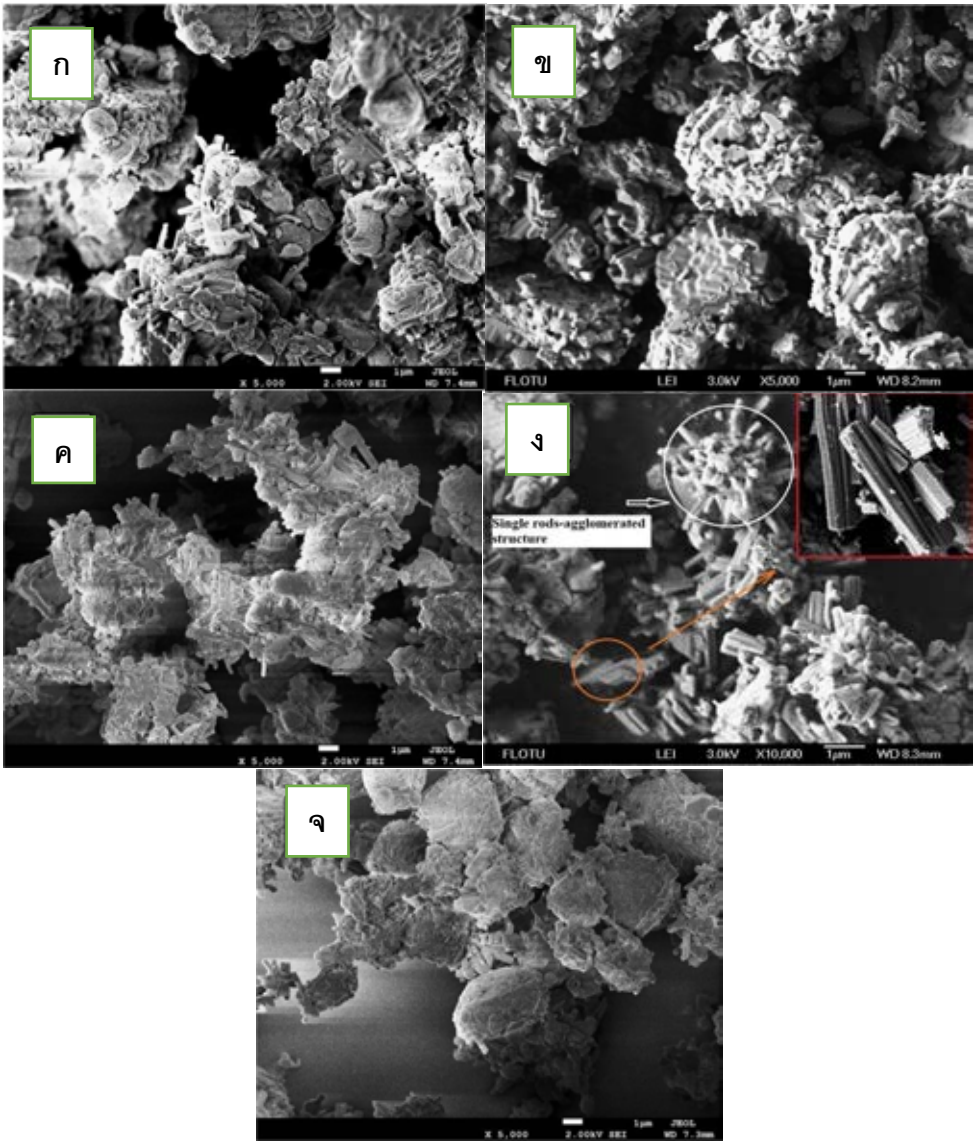
MA, $MgAl_2O_4$; C, corundum; P, periclase; m, minor phase.

เมื่อสังเกตลักษณะของแมกนีเซียมอะลูมิเนตที่เกิดขึ้นจากการทดลองที่ใช้ วัตถุดิบที่ให้อะลูมินาที่เป็นแผ่นเล็กๆ ดังรูปที่ 2.8 (ก) ส่งผลให้ผลึกที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นแผ่นเล็กๆเช่นเดียวกัน ดังรูปที่ 2.8 (ก-ง) เมื่อเปรียบเทียบการใช้เกลือต่างชนิดพบว่ามีลักษณะคล้ายกันดังรูปที่ 2.8 (ข) และ 2.8 (ค) และเมื่อเปรียบเทียบวัตถุดิบที่ให้แมกนีเซียมต่างชนิดกันพบว่าลักษณะเป็นแผ่นเช่นเดียวกัน ดังรูปที่ 2.8 (ค) และ 2.8 (ง)



รูปที่ 2.8 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ
(ก) แอลฟาอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น และรูปของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล
(ข) ใช้แมกนีเซียผสมลิเทียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส
(ค) ใช้แมกนีเซียผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส
(ง) ใช้แมกนีเซียมไนเตรตผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส
ใช้เวลาการเผา 3 ชั่วโมง [7]

แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ นอกจากรูปร่างของอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้นส่งผลต่อรูปร่างแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลแล้วยังขึ้นอยู่กับอัตราส่วนระหว่างเกลือและสารตั้งต้นอีกด้วย จากงานวิจัยของ De-long Zhang และคณะ[8] ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลให้ได้ลักษณะเป็นแท่งด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย โดยใช้อะลูมินาและแมกนีเซีย ผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ด้วยอัตราส่วนของเกลือต่อสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน คือ 20:1 30:1 50:1 100:1 และ 200:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองพบว่า อัตราส่วนของเกลือมีผลต่อการเกิดรูปร่างของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ดังรูปที่ 2.9 (ก-ค) เมื่อใช้อัตราส่วนของเกลือต่อสารตั้งต้น ซึ่งตั้งแต่ 20:1 30:1 50:1 อนุภาคที่ได้จะเป็นกลุ่มก้อนทรงกลม และค่อยๆเปลี่ยนรูปร่างมีคล้ายกลุ่มก้อนของแท่ง จนถึงอัตราส่วน 100:1 ดังรูปที่ 2.9 (ง) จะสังเกตเห็นว่ามีลักษณะเป็นแท่งที่ค่อนข้างชัดเจน เมื่ออัตราส่วนของเกลือมากขึ้นขนาดของแท่งก็จะเพิ่มขึ้นจนถึงขนาด 1 ไมครอน และเมื่ออัตราส่วนของเกลือต่อสารตั้งต้นเพิ่มจนเป็นอัตราส่วน 200:1 ความยาวของแท่งเริ่มลดลง เปลี่ยนไปมีลักษณะคล้ายกระดองปู (crab-shell-like structure)



รูปที่ 2.9 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ อัตราส่วนระหว่างเกลือต่อสารตั้งต้น (ก) 20:1 (ข) 30:1 (ค) 50:1 (ง) 100:1 และ (จ) 200:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส[7]

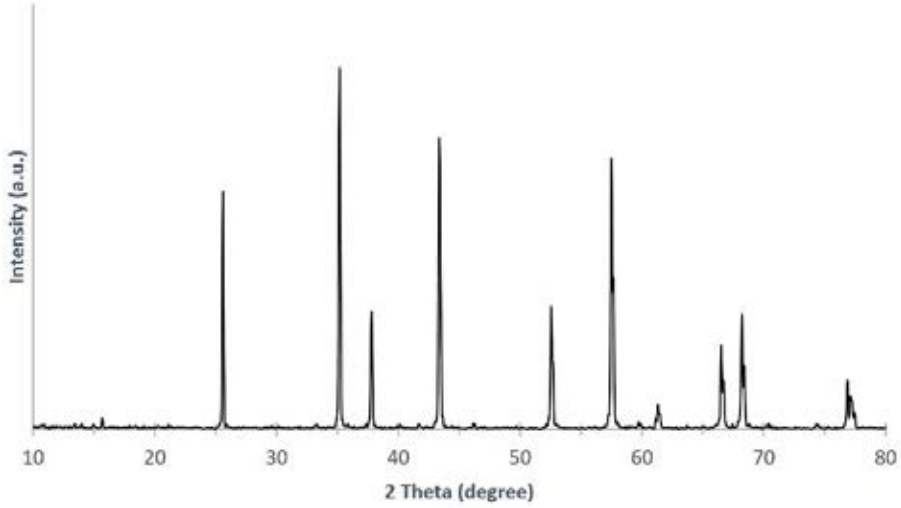
บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

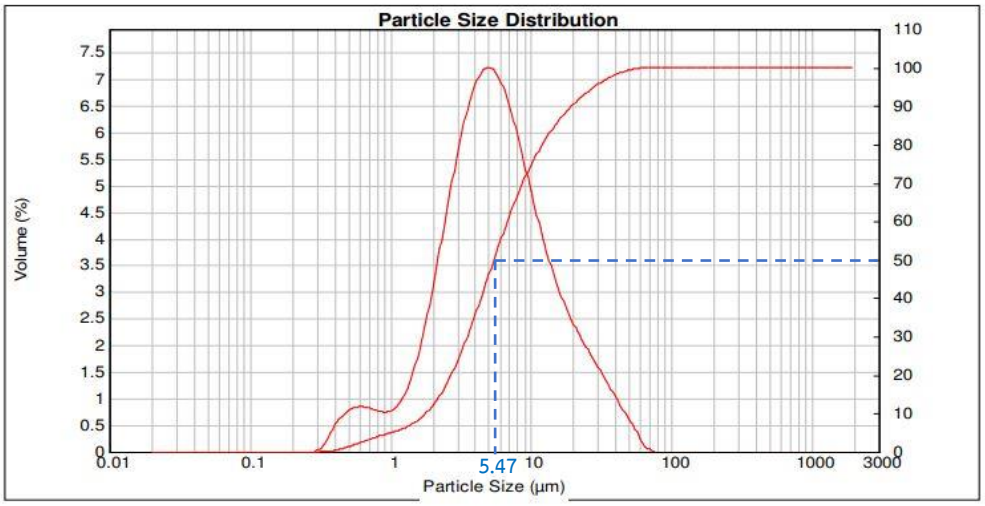
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อะลูมินา

งานวิจัยนี้ใช้อะลูมินาที่ผ่านการบดและแคลไซน์ (ground calcined alumina) AC34B4 จากบริษัท Alteo มีผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 3.1 พบว่าเป็นอะลูมินาที่มีเฟสคอรันดัมเป็นเฟสหลัก เมื่อเทียบกับ JCPDs card co. 00-042-1468 และผลการวิเคราะห์การวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค static light scattering ดังแสดงรูปที่ 3.2 พบว่าอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้นมีขนาดอนุภาค d_{50} อยู่ที่ 5.47 ไมครอน



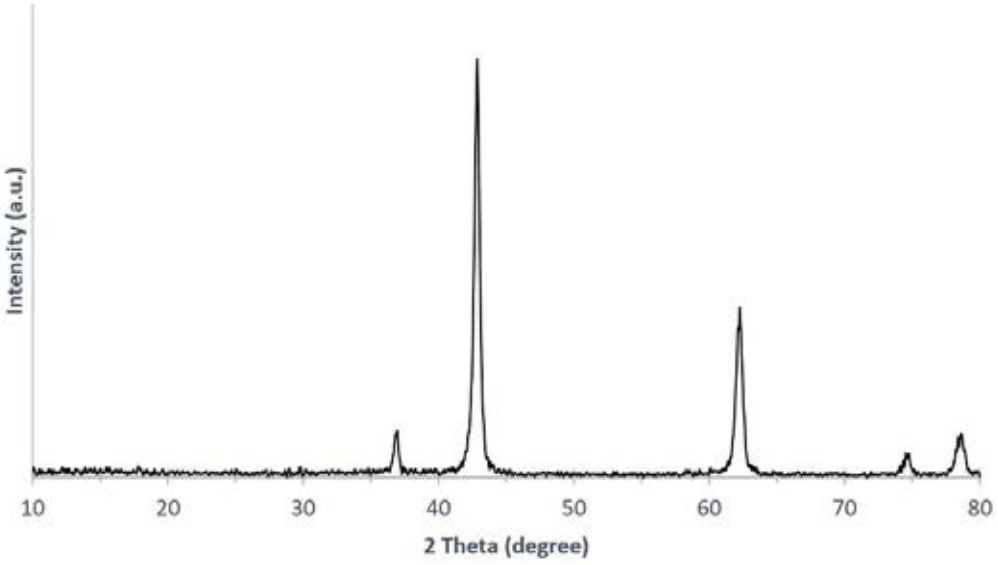
รูปที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น



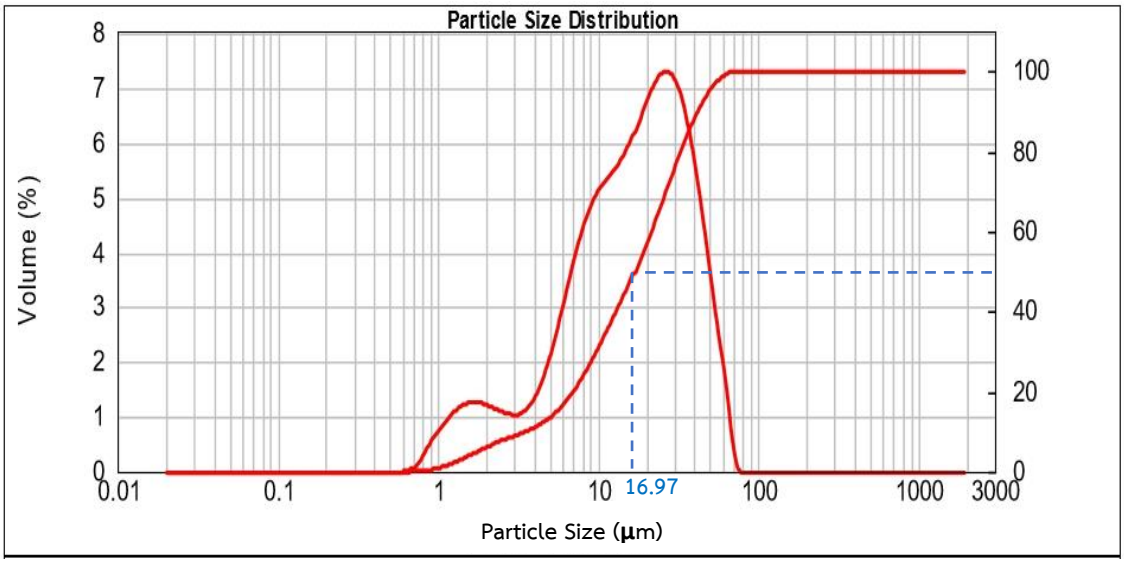
รูปที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของอะลูมินา

3.1.2 แมกนีเซีย

งานวิจัยนี้ใช้ light MgO > 98.0% ของบริษัท Fluka จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส ด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 3.3 พบว่าเป็นแมกนีเซียที่มีเฟสเพอริเคลสเป็นเฟสหลัก เมื่อเทียบกับ JCPDs card no. 01-078-0430 และผลการวิเคราะห์การวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค static light scattering แสดงดังรูปที่ 3.4 พบว่าแมกนีเซียที่เป็นสารตั้งต้นมีขนาดอนุภาค d_{50} อยู่ที่ 16.97 ไมครอน



รูปที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียที่เป็นสารตั้งต้น



รูปที่ 3.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของแมกนีเซีย

3.1.3 เกลือ

3.1.3.1 โซเดียมคลอไรด์

งานวิจัยนี้ใช้โซเดียมคลอไรด์ >99.9% โดยน้ำหนัก เป็นสารเคมีเกรดงานวิเคราะห์ (AR grade) ของยี่ห้อ Ajax Finechem

3.1.3.2 โพแทสเซียมคลอไรด์

งานวิจัยนี้ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ >99.8% โดยน้ำหนัก เกรดสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ (Lab grade) ของยี่ห้อ Ajax Finechem

3.1.3.3 ลิเทียมคลอไรด์

งานวิจัยนี้ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ >98% โดยน้ำหนัก เกรดสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ (Lab grade) ของยี่ห้อ Kemaus

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีการการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง

นำแมกนีเซียไปแคลไซน์เพื่อไล่หมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวแมกนีเซียซึ่งเกิดจากความชื้นออก โดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำไปผสมกับอะลูมินาผสมกันในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ลงในถ้วยครูซิเบิลอะลูมินา แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 900 1000 1100 1150 1200 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

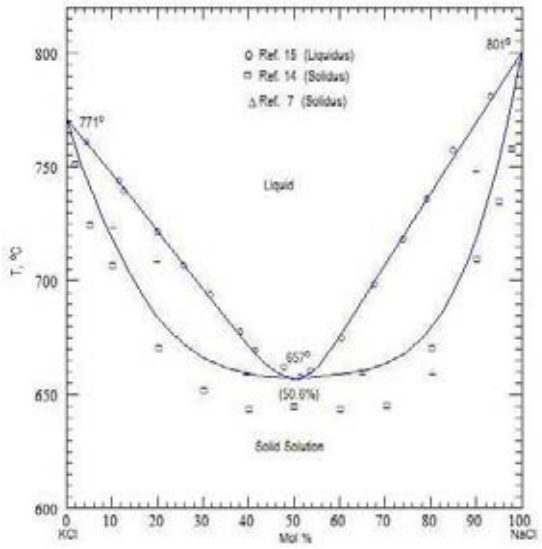
3.2.2 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายในการทดสอบผลของชนิดเกลือต่ออุณหภูมิการสังเคราะห์

นำแมกนีเซียไปแคลไซน์เพื่อไล่หมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวแมกนีเซียซึ่งเกิดจากความชื้นออก โดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำไปผสมกับอะลูมินาผสมกันในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล นำไปใส่ลงในถ้วยครูซิเบิลอะลูมินาแล้วนำไปผสมกับเกลือ 3 ชนิด แต่เป็น 4 รูปแบบ ได้แก่ ลิเทียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ โซเดียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่เกลือทั้งสองชนิดเกิดการหลอมตัวที่อุณหภูมิต่ำ (อัตราส่วนที่จุดยูเทคติก) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 900 1000 1100 1150 1200 และ 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำวัตถุดิบที่สังเคราะห์ได้มาล้างเกลือออกด้วยน้ำกลั่น 3 รอบ แล้วล้างด้วยเอทานอล (ethanol) 1 รอบ โดยใช้เครื่องผสมสารละลาย (vortex mixer) ช่วยละลายเกลือออกจากสารที่สังเคราะห์ได้ และแยกน้ำเกลือกับสาร

ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge) เทน้ำเกลือออก แล้วจึงนำไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เพื่อไล่น้ำออกจากผงวัตถุดิบ

3.2.3 การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายในการทดสอบผลของอัตราส่วนเกลือ

นำแมกนีเซียไปแคลไซน์เพื่อไล่หมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวแมกนีเซียซึ่งเกิดจากความชื้นออก โดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำไปผสมกับอะลูมินาผสมกันในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล นำไปใส่ลงในถ้วยครูซิเบิลอะลูมินาแล้วนำไปผสมกับเกลือ 3 ชนิด แต่เป็น 4 รูปแบบ ได้แก่ ลิเทียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ โซเดียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่เกลือทั้งสองชนิดเกิดการหลอมตัวที่อุณหภูมิต่ำ (อัตราส่วนที่จุดยูเทคติก) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 5:1 และ 10:1 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1100 และ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำวัตถุดิบที่สังเคราะห์ได้มาล้างเกลือออกด้วยน้ำกลั่น สำหรับสารที่ใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 ล้างน้ำกลั่น 3 รอบ สำหรับอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 5:1 ล้างน้ำกลั่น 5 รอบ สำหรับสารที่ใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 10:1 ล้างน้ำกลั่น 6 รอบ แล้วล้างสารที่สังเคราะห์ได้ทุกสภาวะด้วยเอทานอล 1 รอบ โดยใช้เครื่องผสมสารละลาย ช่วยละลายเกลือออกจากสารที่สังเคราะห์ได้ และแยกน้ำเกลือกับสารที่สังเคราะห์ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง เทน้ำเกลือออก แล้วจึงนำไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เพื่อไล่น้ำออกจากผงวัตถุดิบ



รูปที่ 3.5 เฟสไดอะแกรมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์

จากวิธีการทดลองที่ 3.2.2 และ 3.2.3 สามารถแสดงสภาวะที่ทำการทดลองได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สรุปสภาวะที่ทำการทดลอง

สารตั้งต้น		**ชนิดของเกลือที่ใช้**	**อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์**	**อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้น**		
Alumina	Magnesia	NaCl	800	3:1		
			900	3:1		
			1000	3:1		
			1100	3:1	5:1	10:1
			1150	3:1	5:1	10:1
			1200	3:1		
			1250	3:1		
Alumina	Magnesia	KCl	800	3:1		
			900	3:1		
			1000	3:1		
			1100	3:1	5:1	10:1
			1150	3:1	5:1	10:1
			1200	3:1		
			1250	3:1		
Alumina	Magnesia	NaCl+KCl	800	3:1		
			900	3:1		
			1000	3:1		
			1100	3:1	5:1	10:1
			1150	3:1	5:1	10:1
			1200	3:1		
			1250	3:1		
Alumina	Magnesia	LiCl	800	3:1		
			900	3:1		
			1000	3:1		
			1100	3:1	5:1	10:1
			1150	3:1	5:1	10:1
			1200	3:1		

3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 การวัดขนาดอนุภาค

วิเคราะห์ขนาดของอนุภาคสารตั้งต้นและสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค static light scattering โดยการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลใส่ในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่น แล้วนำไปผ่านการอัลตราโซนิก เพื่อให้ผงของสารไม่จับตัวกัน จากนั้นจึงใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (particle analyzer) รุ่น MASTERSIZER 2000 จากบริษัท Malvern ทำการวิเคราะห์ขนาด โดยอาศัยหลักการกระเจิงของแสง

3.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (X-ray Diffractometer: XRD)

วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค x-ray diffraction โดยใช้เครื่อง x-ray diffractometer รุ่น D8 Advance จากบริษัท Bruker โดยใช้รังสีทดสอบเป็น Cu K_{α} ที่ความยาวคลื่น 0.15406 นาโนเมตร วัดในช่วงมุม (2 Theta) ตั้งแต่ 5 ถึง 80 องศา วัดค่าทุกๆ 0.02 องศา ด้วยอัตราเร็ว 0.5 วินาทีต่อสเตป ซึ่งวิธีการเตรียมสาร มีดังนี้ นำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลใส่ลงใน sample holder หลังจากนั้นทำให้ผิวหน้าเรียบแล้วจึงนำเข้าเครื่องวิเคราะห์ โดยอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหในมุมที่ต่างกัน จากนั้นนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานของ joint committee on powder diffraction standards (JCPDs) เพื่อระบุองค์ประกอบเฟสของสารที่สังเคราะห์ได้

3.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM)

วิเคราะห์รูปร่างและลักษณะของพื้นผิวของตัวอย่างที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค scanning electron microscopy โดยใช้เครื่อง Scanning electron microscope รุ่น JSM-6480LV จากบริษัท JEOL จำกัด ซึ่งมีหลักการคือการยิงลำอิเล็กตรอนด้วยศักย์เร่งอิเล็กตรอน 15 กิโลโวลต์ บนสารตัวอย่างที่ทำการเคลือบด้วยทอง ทำให้อิเล็กตรอนเกิดการกระเจิงเข้าสู่ตัวรับสัญญาณแล้วเกิดเป็นภาพ

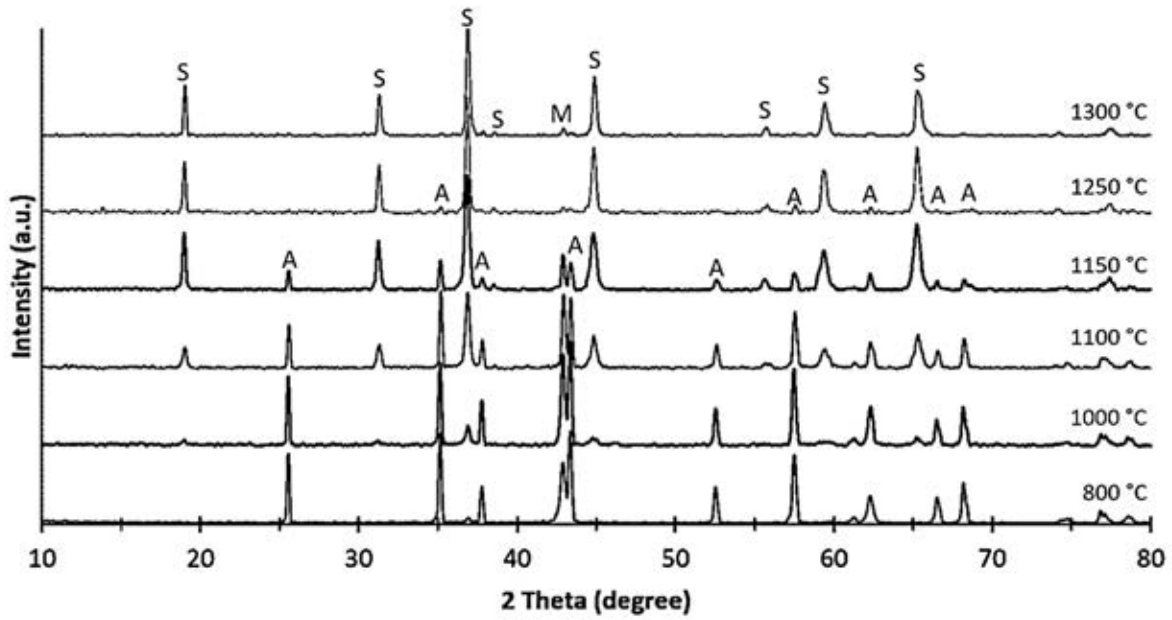
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์และสัณฐานของสารที่สังเคราะห์ได้

4.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะยังไม่เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล แต่จะเริ่มเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเรื่อยๆ เป็น 1100 1150 และ 1250 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซียค่อยๆ ลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จนอุณหภูมิสูงขึ้นถึง 1300 องศาเซลเซียส ถึงแม้มีแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเป็นเฟสหลัก ก็ยังคงเหลือแมกนีเซียปรากฏอยู่ด้วย จึงหมายถึงการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมินี้ยังเกิดเฟสของสปิเนลไม่สมบูรณ์



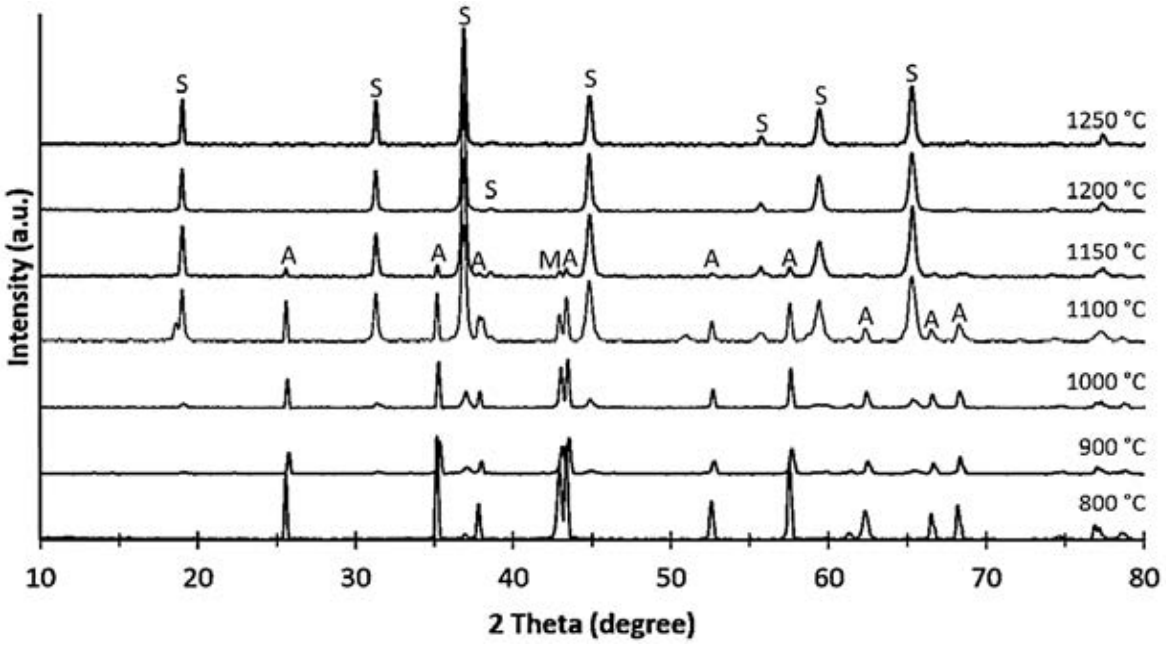
รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย

4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์

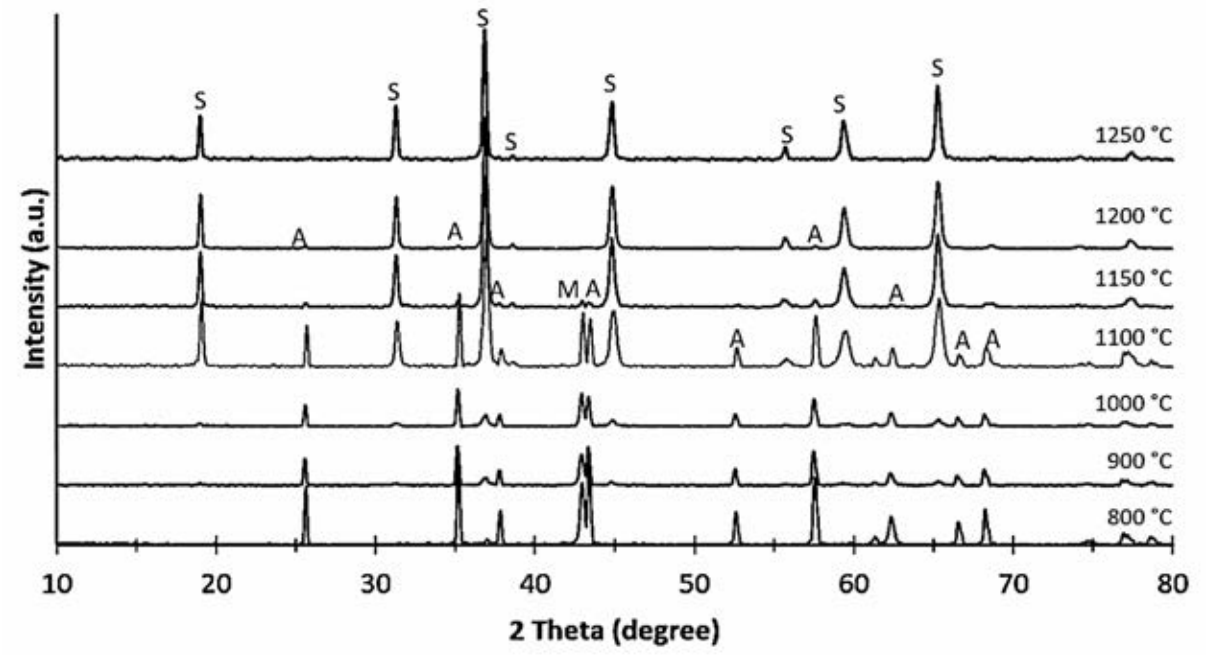
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่าเมื่อใช้โซเดียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 โดยมวล เผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ยังไม่พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 900 องศาเซลเซียส จะเริ่มเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลขึ้นปริมาณเล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพิ่มขึ้น และเฟสของสารตั้งต้นลดลงอย่างชัดเจน จนเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1200 องศาเซลเซียส ไม่พบเฟสของแมกนีเซียและอะลูมินาเหลืออยู่ ซึ่งหมายถึงการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สมบูรณ์



รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์

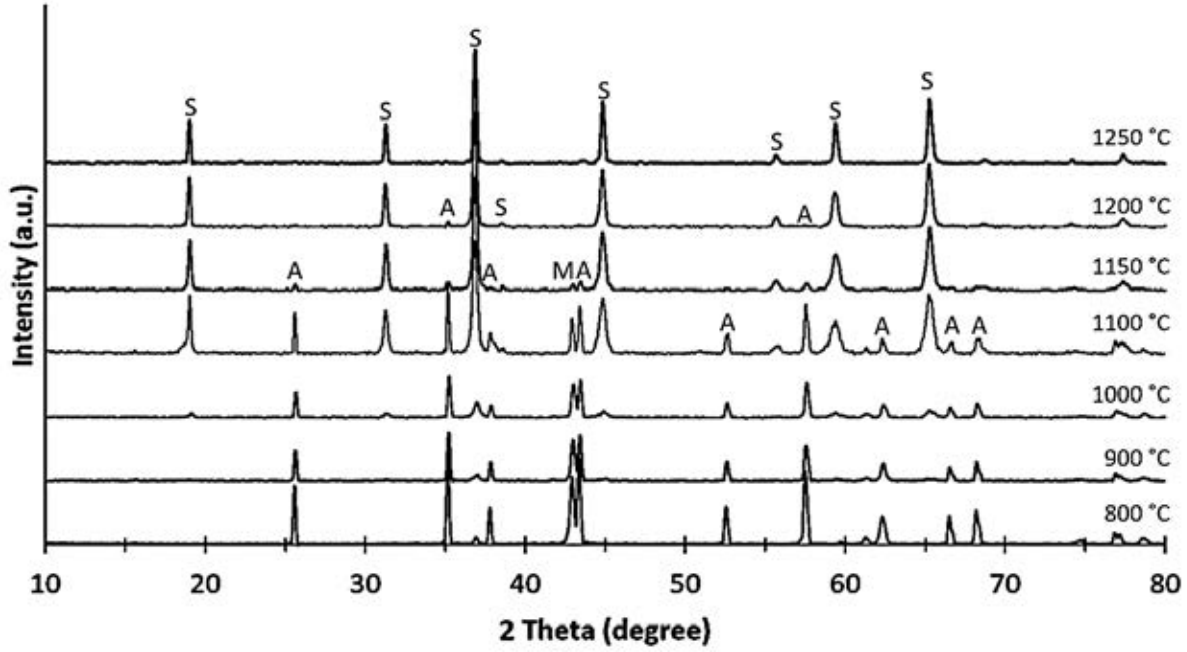
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าเมื่อใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 โดยมวล นำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ยังไม่ปรากฏเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 900 องศาเซลเซียส จะเริ่มเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลขึ้นปริมาณเล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 1150 องศาเซลเซียส จะมีเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพิ่มขึ้น แต่ยังคงเหลือเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซียอยู่ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1200 องศาเซลเซียส ปริมาณของอะลูมินาลดลงและแมกนีเซียหายไป และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปเป็น 1250 องศาเซลเซียส จึงจะเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว



รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.1.2.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์

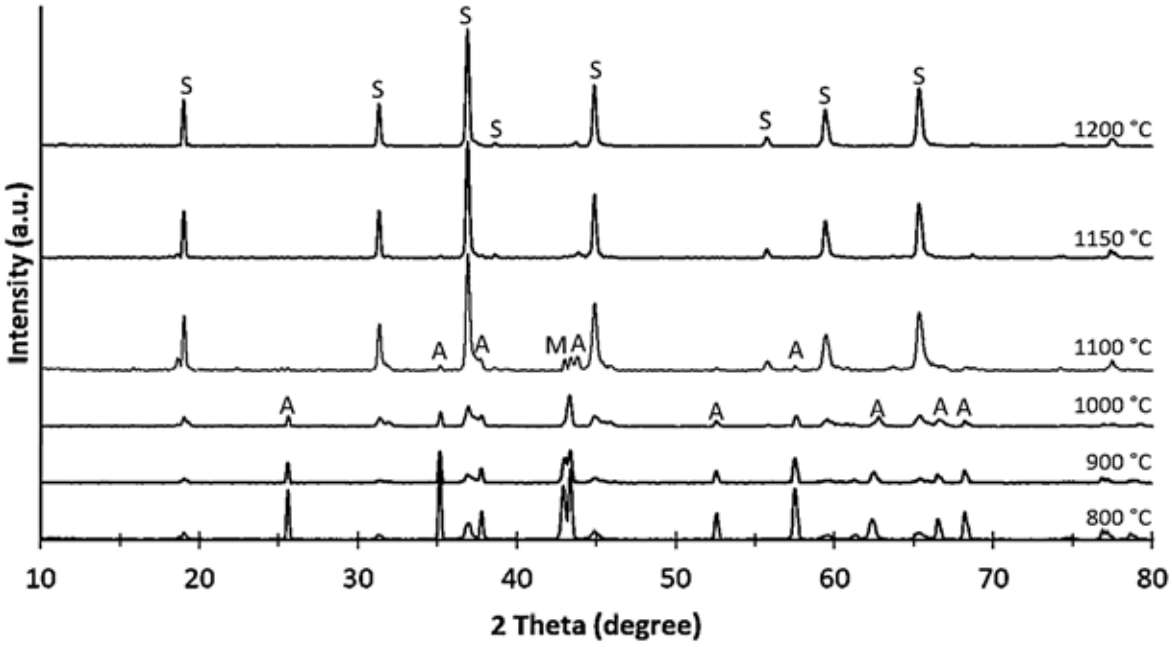
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าเมื่อใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 โดยมวล เผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะยังไม่พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 900 องศาเซลเซียส จะเริ่มพบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลขึ้นแต่ยังคงมีปริมาณเล็กน้อย ถึงแม้เพิ่มอุณหภูมิเป็น 1150 องศาเซลเซียส เฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจะเพิ่มขึ้นแต่ยังคงเหลืออะลูมินาและแมกนีเซียอยู่ ส่วนที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เฟสของแมกนีเซียหายไป แต่เฟสของอะลูมินาเหลือในปริมาณที่ค่อนข้างน้อย และเมื่อเพิ่มถึง 1250 องศาเซลเซียสจะเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว ไม่เหลือเฟสของสารตั้งต้นอยู่เลย



รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.1.2.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยลิเทียมคลอไรด์

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยลิเทียมเซียมคลอไรด์ โดยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าเมื่อใช้ลิเทียมคลอไรด์ช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 โดยมวล นำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเริ่มมีเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเกิดขึ้นแล้ว และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 900 องศาเซลเซียส เฟสของแมกนีเซียและอะลูมินาลดลง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1100 องศาเซลเซียส เฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจะเพิ่มสูงขึ้นแต่ยังคงเหลืออะลูมินาและแมกนีเซียอยู่เล็กน้อย และเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิไปถึง 1150 องศาเซลเซียส จะเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว และไม่พบเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซียเหลืออยู่



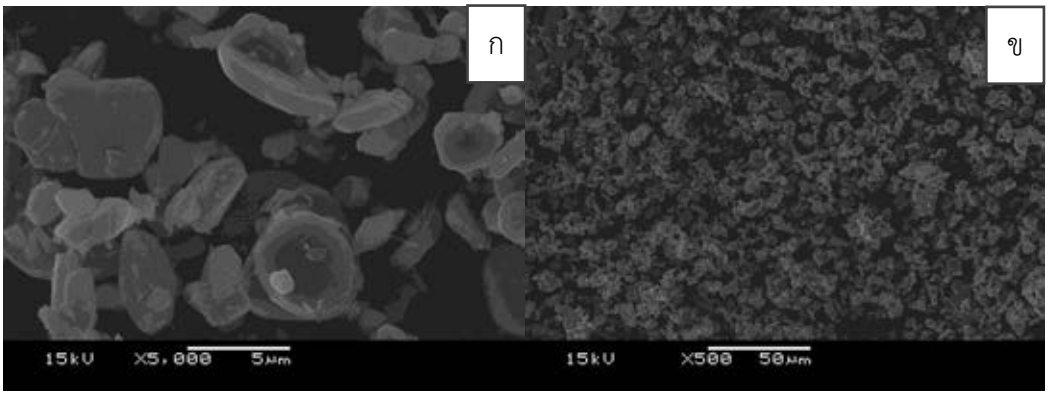
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยลิเทียมคลอไรด์และอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.1.3 สัณฐานของวัตถุดิบที่เป็นสารตั้งต้น

4.1.3.1 อะลูมินา

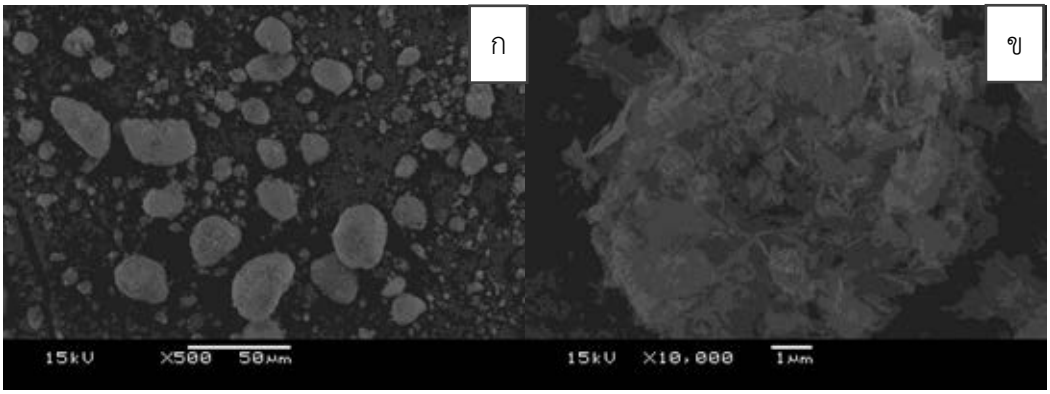
เมื่อนำอะลูมินาซึ่งเป็นสารตั้งต้นไปทำการวัดขนาดอนุภาคโดยเทคนิค static light scattering จะได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเป็น 5.47 ไมครอน ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้มาจากภาพ SEM โดยที่อะลูมินามีลักษณะเป็นแผ่นค่อนข้างกลม ผิวเรียบ มีขนาดประมาณ 1-5 ไมครอน ดังรูปที่ 4.6 (ก) กระจายตัวกันอยู่ และมีบางส่วนที่มีลักษณะเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดประมาณ 10-20 ไมครอน ดังรูปที่ 4.6 (ข)



รูปที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ของผงอะลูมินา (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) กำลังขยาย 500 เท่า

4.1.3.2 แมกนีเซีย

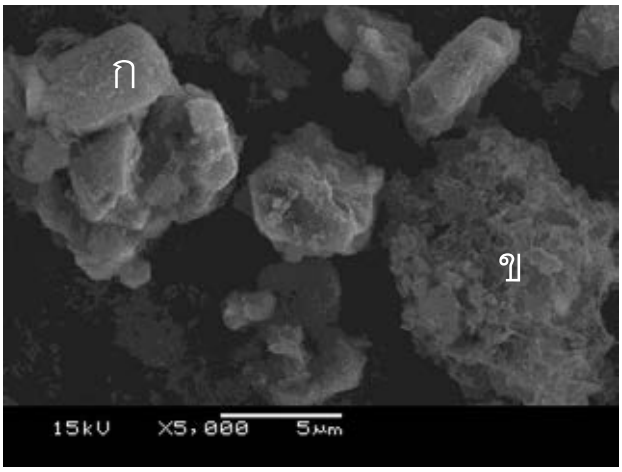
เมื่อนำแมกนีเซียที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสไปทำการวัดขนาดอนุภาคโดยเทคนิค static light scattering จะได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเป็น 16.97 ไมครอน เมื่อสังเกตภาพ SEM พบว่าแมกนีเซียมีรูปร่างกลมและมีขนาดที่ค่อนข้างแตกต่างกัน ตั้งแต่ขนาด 5 ไมครอน จนถึง 40 ไมครอน กระจายตัวกันอยู่ ดังรูปที่ 4.7 (ก) พื้นผิวของแมกนีเซียมีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ เกาะตัวกันเป็นจำนวนมาก ดังรูปที่ 4.7 (ข)



รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซีย (ก) กำลังขยาย 500 เท่า (ข) กำลังขยาย 10,000 เท่า

4.1.3.3 สัณฐานของสารตั้งต้นหลังจากทำการบดผสม

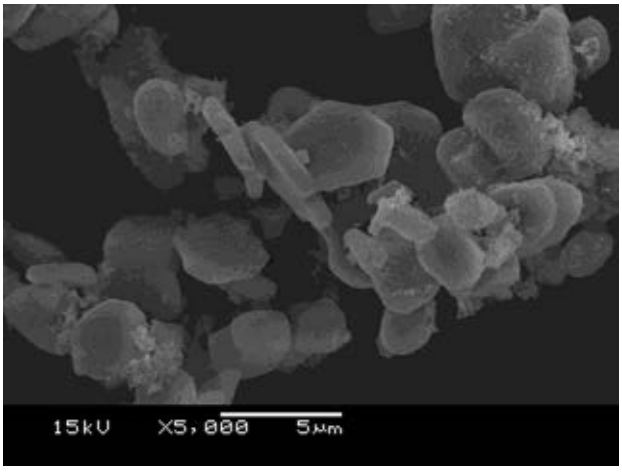
หลังบดผสมเปียกระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล พบว่ามีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 9.57 ไมครอน และมีลักษณะที่แตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัดของอะลูมินาและแมกนีเซีย เมื่อสังเกตจากภาพ SEM ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ของสารตั้งต้นหลังจากทำการบดผสม ประกอบด้วย (ก) อนุภาคอะลูมินา (ข) อนุภาคแมกนีเซีย

4.1.4 สัณฐานของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการสังเคราะห์ในสถานะของแข็ง

ลักษณะผงที่สังเคราะห์โดยวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส ผงที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะผิวเรียบและขนาดคล้ายกับผิวอะลูมินาซึ่งเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเกิดจากการแพร่ของแมกนีเซียเข้าสู่อะลูมินาในบริเวณที่มีการสัมผัสกันของแต่ละอนุภาค โดยที่อะลูมินาทำหน้าที่เป็นต้นแบบของการเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เนื่องจากมีอัตราการแพร่ที่ต่ำกว่า แต่จากผลการวิเคราะห์เฟสโดยเทคนิค x-ray diffraction พบว่ายังเหลือเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซียอยู่ ทำให้สังเกตเห็นลักษณะที่เป็นผงขนาดเล็กและเป็นขุยของแมกนีเซียอยู่ในปริมาณเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.9

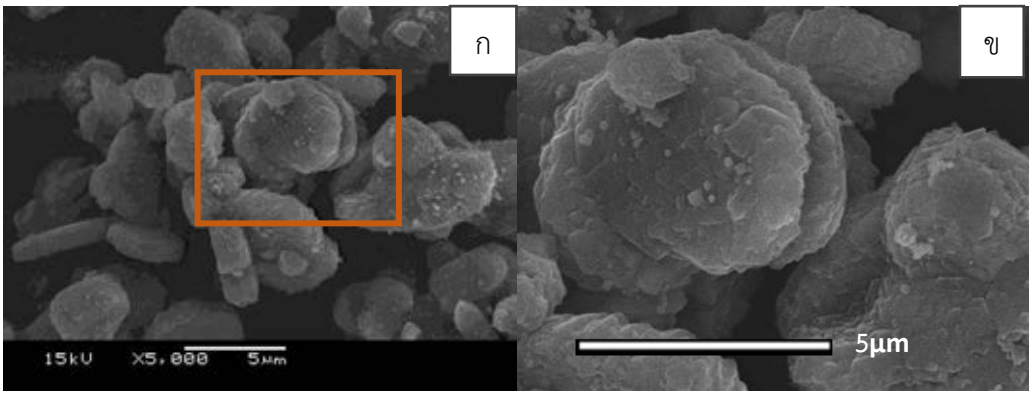


รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง

4.1.5 สัณฐานของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลโดยวิธีการเกลือหลอมละลาย

4.1.5.1 ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ โดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

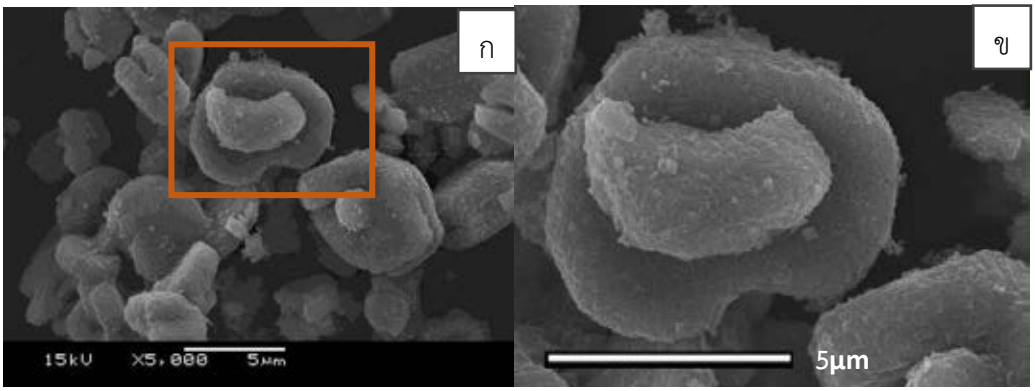
เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM พบว่าผงที่เตรียมได้มีลักษณะคล้ายอะลูมินาและมีความหนามากกว่าอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น บางส่วนเป็นก้อนติดกัน ดังรูปที่ 4.10 (ก) เมื่อดูที่ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจะพบว่ามีลักษณะเหมือนมุมของผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลกำลังก่อตัวขึ้นมา ดังรูปที่ 4.10 (ข) ทำให้ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสปิเนลไม่เรียบเหมือนผิวอะลูมินา



รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลายโดยใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.10 (ก)

4.1.5.2 ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

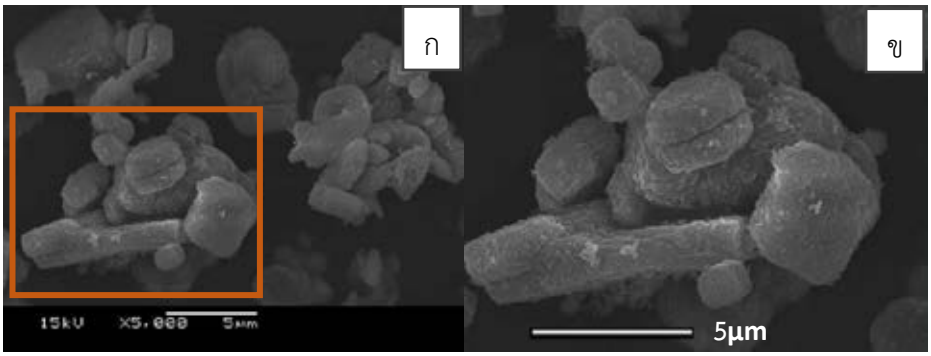
เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM พบว่าผงที่เตรียมได้มีลักษณะคล้ายอะลูมินาและมีความหนามากกว่าอะลูมินาที่เป็นสารตั้งต้น บางส่วนเป็นก้อนติดกัน ดังรูปที่ 4.11 (ก) เมื่อดูที่ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจะพบว่ามีลักษณะเหมือนมุมของผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลกำลังก่อตัวขึ้นมา ดังรูปที่ 4.11 (ข) ทำให้ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลไม่เรียบเหมือนผิวอะลูมินา แต่ไม่ชัดเจนเท่าผลึกที่เกิดบนผิวของสารที่ใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง อาจมีสาเหตุจากการที่โซเดียมคลอไรด์เกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิต่ำกว่าจึงมีเวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่าทำให้เกิดเป็นรูปผลึกที่สังเกตได้ชัดกว่า



รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลายโดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.11 (ก)

4.1.5.3. ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

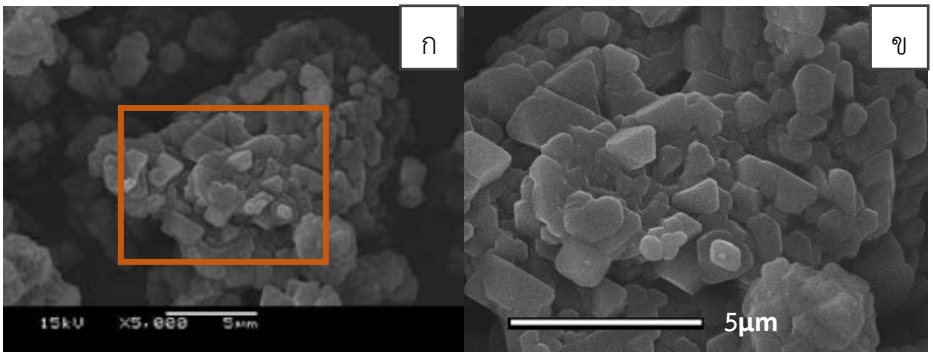
เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM พบว่าผงที่เตรียมได้ ดังรูปที่ 4.12 (ก) มีลักษณะคล้ายการสังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมละลายโดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ คือ มีลักษณะเหมือนผลึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลกำลังก่อตัวขึ้นมา ดังรูปที่ 4.12 (ข) ทำให้ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลไม่เรียบเหมือนผิวอะลูมินาแต่ไม่ชัดเจนเท่าผลึกที่เกิดบนผิวของการใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง



รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลายโดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.12 (ก)

4.1.5.4 แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ดังรูป 4.13 (ก) พบว่าผงที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะต่างจากการใช้โซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ คือ เกิดลักษณะแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่กำลังก่อตัวเป็นรูปทรงลูกบาศก์ขึ้นมาในแนวตั้งฉากกับผิวอะลูมินาที่ใช้เป็นต้นแบบ ดังรูป 4.13 (ข) อาจเกิดจากความสามารถในการละลายแมกนีเซียและอะลูมินาในลิเทียมคลอไรด์ดีกว่าเกลือชนิดอื่นๆ ทำให้อะลูมินาละลายออกทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียที่อยู่ในเกลือหลอมเกิดลักษณะลูกบาศก์แทนที่จะเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลบริเวณผิวเดิมของอะลูมินาได้ดีกว่าการใช้เกลือชนิดอื่นๆ ในการทดลอง



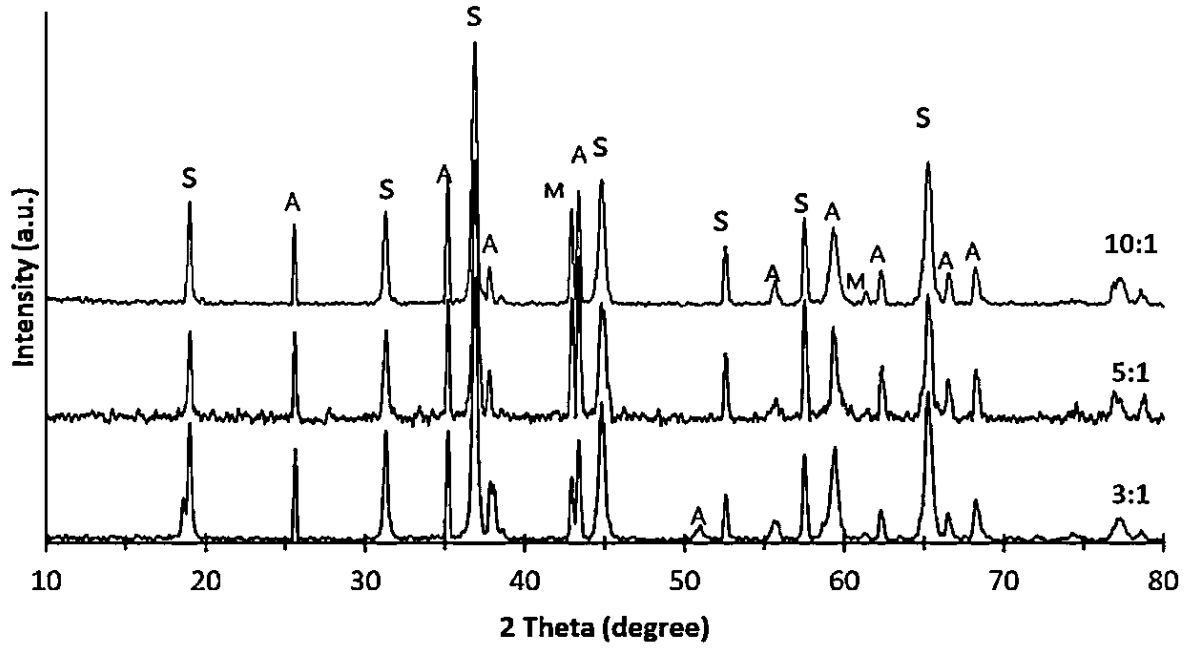
รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีการเกลือหลอมละลายโดยใช้ลิเทียมคลอไรด์ตัวกลาง (ก) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ภาพขยายบริเวณรูปสี่เหลี่ยมของภาพ 4.13 (ก)

4.2 ผลของอัตราส่วนเกลือต่อการเกิดแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

4.2.1 ผลของการเพิ่มอัตราส่วนของเกลือต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

4.2.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ

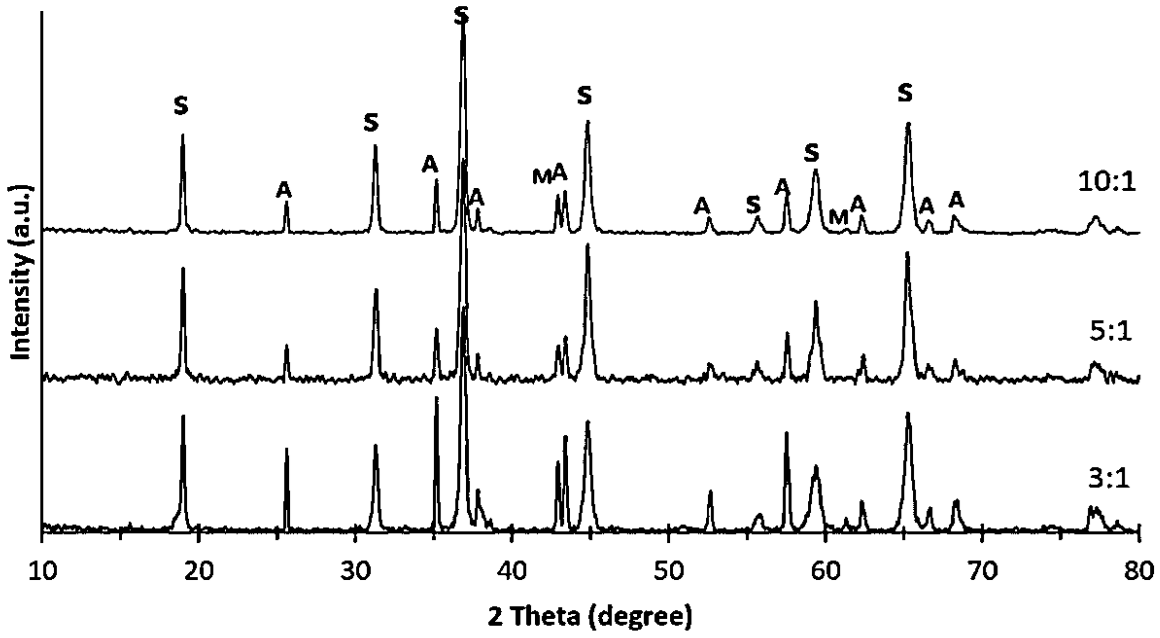
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ ด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.14 เมื่อใช้โซเดียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 5:1 และ 10:1 เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโซเดียมคลอไรด์ต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลปรากฏร่วมกับเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซีย เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 เฟสของแมกนีเซียและอะลูมินาลดลงเล็กน้อย และเมื่อเพิ่มเป็น 10:1 ไม่พบความแตกต่างกับสารที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้น 5:1



รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ

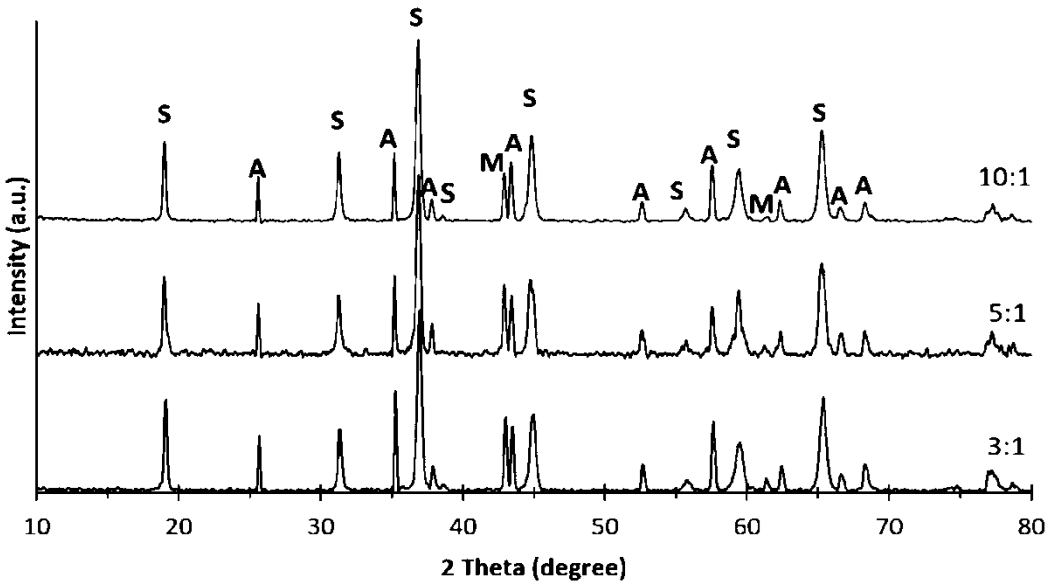
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ ด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.15 เมื่อใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 5:1 และ 10:1 เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโพแทสเซียมคลอไรด์ต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลปรากฏร่วมกับเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซีย เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 เฟสของแมกนีเซียและอะลูมินาลดลงอย่างเห็นได้ชัด แต่เมื่อเพิ่มเป็น 10:1 ไม่พบความแตกต่างกับสารที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้น 5:1



รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.2.1.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือ หลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ

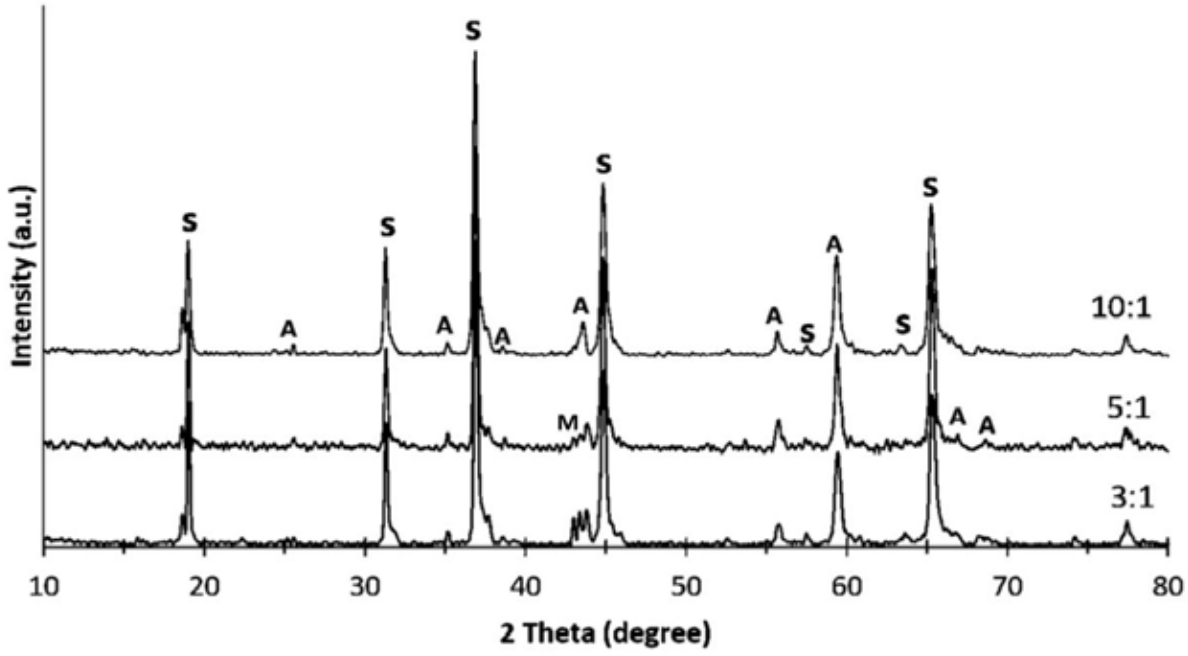
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ ด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.16 เมื่อใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 5:1 และ 10:1 เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลปรากฏร่วมกับเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซีย และเมื่อเพิ่มเป็น 5:1 และ 10:1 พบว่าเฟสของแมกนีเซียลดลงเมื่ออัตราส่วนเกลือเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือผสมโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.2.1.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือลิเทียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยเกลือลิเทียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นต่างๆ ด้วยเทคนิค x-ray diffraction แสดงดังรูปที่ 4.17 เมื่อใช้เกลือลิเทียมคลอไรด์ในการช่วยสังเคราะห์สารในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 5:1 และ 10:1 เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลปรากฏร่วมกับเฟสของอะลูมินาและแมกนีเซีย เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 5:1 เฟสของแมกนีเซียและอะลูมินาลดลงเล็กน้อย และเมื่อเพิ่มเป็น 10:1 เฟสของแมกนีเซียหายไป



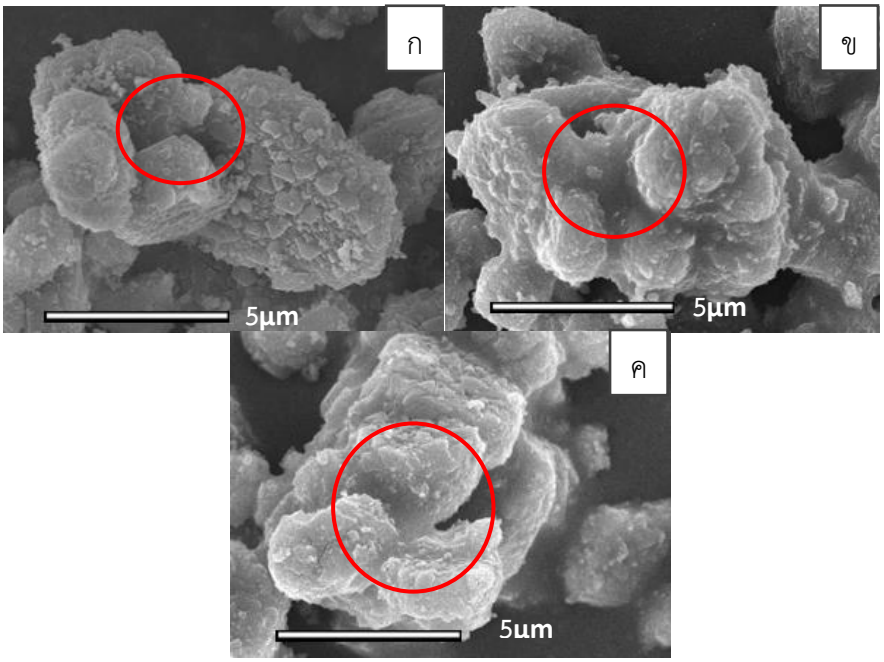
รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยลิเทียมคลอไรด์ โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 3:1 5:1 และ 10:1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ($MgAl_2O_4$: S Al_2O_3: A MgO : M)

4.2.2 ผลของอัตราส่วนเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้

ในการทดลองนี้ ได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ซึ่งที่อุณหภูมินี้มีเพียงลิเทียมคลอไรด์ที่สามารถทำให้เกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สมบูรณ์ เมื่อใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1

4.2.2.1 ผลของอัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

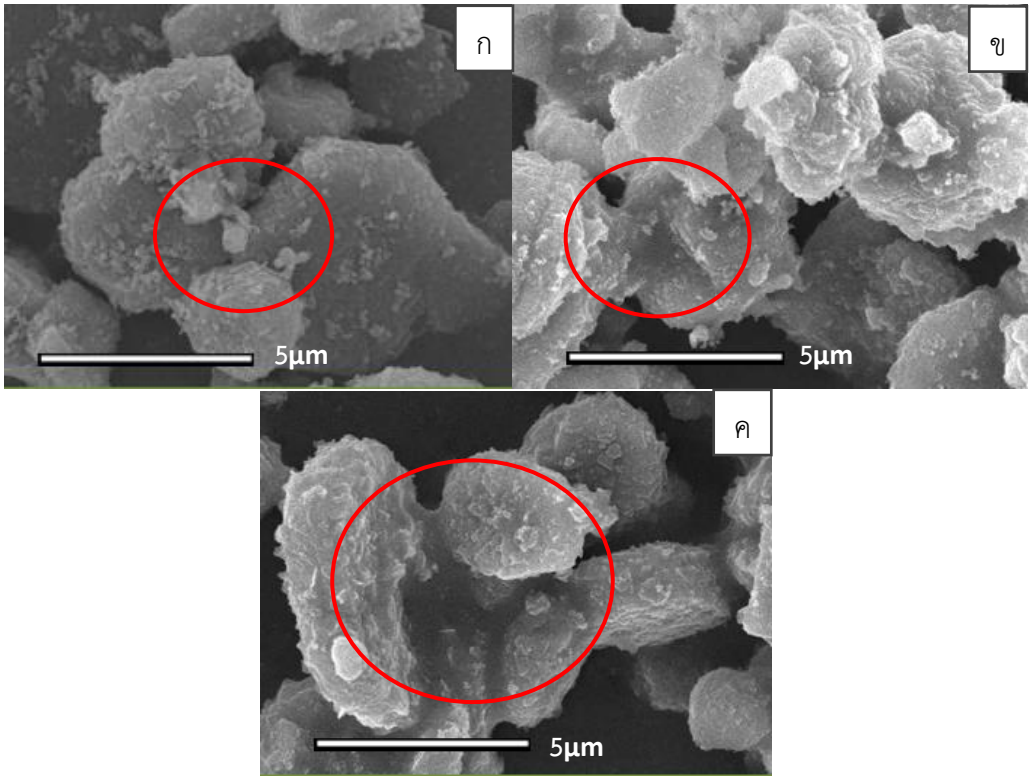
เมื่อใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง ในอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นคล้ายอะลูมินาแต่ขนาดค่อนข้างใหญ่กว่า สารที่สังเคราะห์ได้ไม่ได้ติดกันเป็นกลุ่มก้อน พื้นผิวมีผลึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเกิดขึ้นค่อนข้างชัดเจน ดังรูปที่ 4.18 (ก) เมื่อเพิ่มปริมาณเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 สารที่ได้จะมีลักษณะเป็นก้อนและแผ่นสะสมกัน บริเวณระหว่างแผ่นมีจุดที่เชื่อมต่อกัน ทำให้เกิดเป็นลักษณะเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังรูปที่ 4.18 (ข) สังเกตได้ที่บริเวณที่วงกลม ในส่วนของการเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 10:1 สารที่ได้จะจับตัวกันเป็นก้อนอย่างเห็นได้ชัดว่าหนึ่งกลุ่มก้อนของสารสังเคราะห์ประกอบไปด้วยแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เป็นแผ่นและลูกบาศก์เล็กหลายๆ ก้อน เนื่องมาจากอัตราส่วนเกลือที่เพิ่มขึ้นจะช่วยให้แมกนีเซียแพร่ไปทำปฏิกิริยากับอะลูมินาได้มากขึ้น ทำให้แมกนีเซียสามารถเคลื่อนที่ไปเกาะเชื่อมบริเวณระหว่างรอยต่อของแผ่นอะลูมินาได้ไวกว่า จึงกลายเป็นจุดเชื่อมต่อที่มีขนาดใหญ่กว่าสารที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 5:1 ทำให้เห็นเป็นลักษณะแผ่นที่มีจุดเชื่อมต่อกันหลายๆจุด ดังรูปที่ 4.18 (ค) ในบริเวณที่วงกลม



รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโซเดียมคลอไรด์ โดยอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.2.2 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

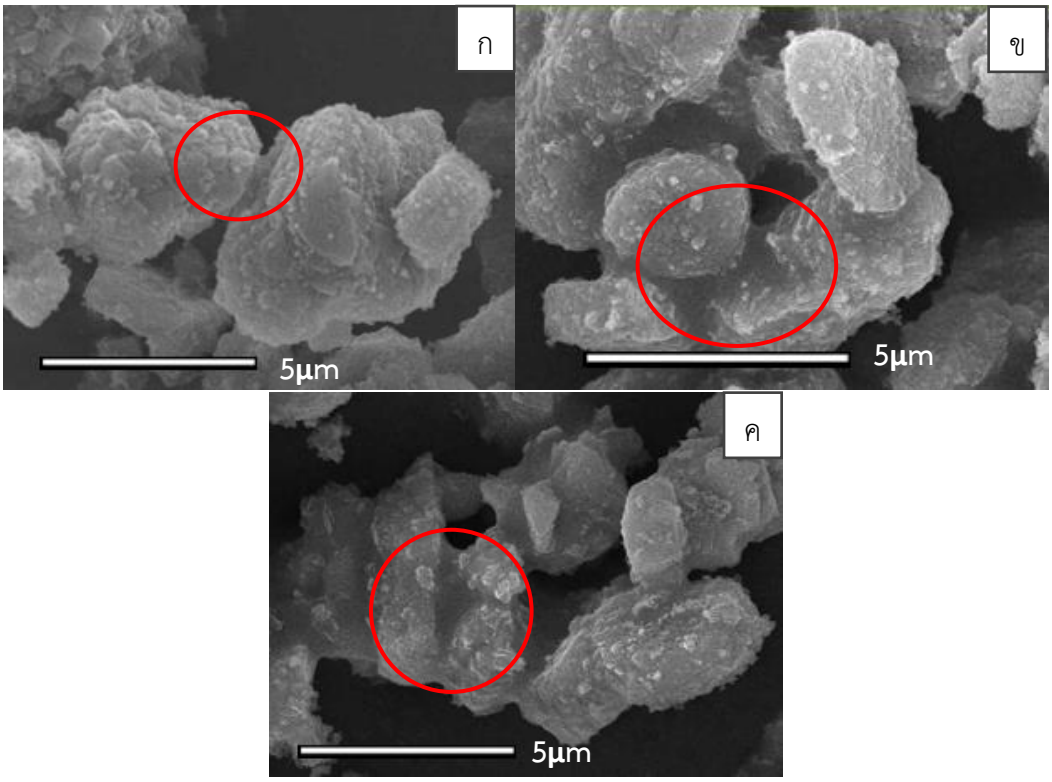
เมื่อใช้เกลือโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง สารที่เตรียมได้มีลักษณะคล้ายกันกับสารที่เตรียมโดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง เมื่อเตรียมด้วยอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 สารที่สังเคราะห์มีลักษณะเป็นแผ่นคล้ายอะลูมินาแต่ค่อนข้างใหญ่กว่า ไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน พื้นผิวมีผลึกที่กำลังก่อตัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเกิดขึ้นค่อนข้างชัดเจน ดังรูปที่ 4.19 (ก) เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 สารที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นก้อนจากการสะสมกันของแผ่นสารและบริเวณระหว่างแผ่นมีจุดที่เชื่อมต่อกันทำให้เกิดเป็นลักษณะเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังรูปที่ 4.19 (ข) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม ในส่วนของการเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 10:1 สารที่ได้จะจับตัวกันเป็นก้อนอย่างเห็นได้ชัด เนื่องมาจากอัตราส่วนเกลือที่เพิ่มขึ้นจะช่วยให้แมกนีเซียแพร่ไปทำปฏิกิริยากับอะลูมินาได้มากขึ้น ทำให้แมกนีเซียสามารถเคลื่อนที่ไปเกาะเชื่อมบริเวณระหว่างรอยต่อของแผ่นอะลูมินาได้ไวกว่า จึงกลายเป็นจุดเชื่อมต่อที่มีขนาดใหญ่กว่า 5:1 ทำให้เห็นเป็นลักษณะแผ่นที่มีจุดเชื่อมต่อกันหลายๆจุด ดังรูปที่ 4.19 (ค) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม



รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลายด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.2.3 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

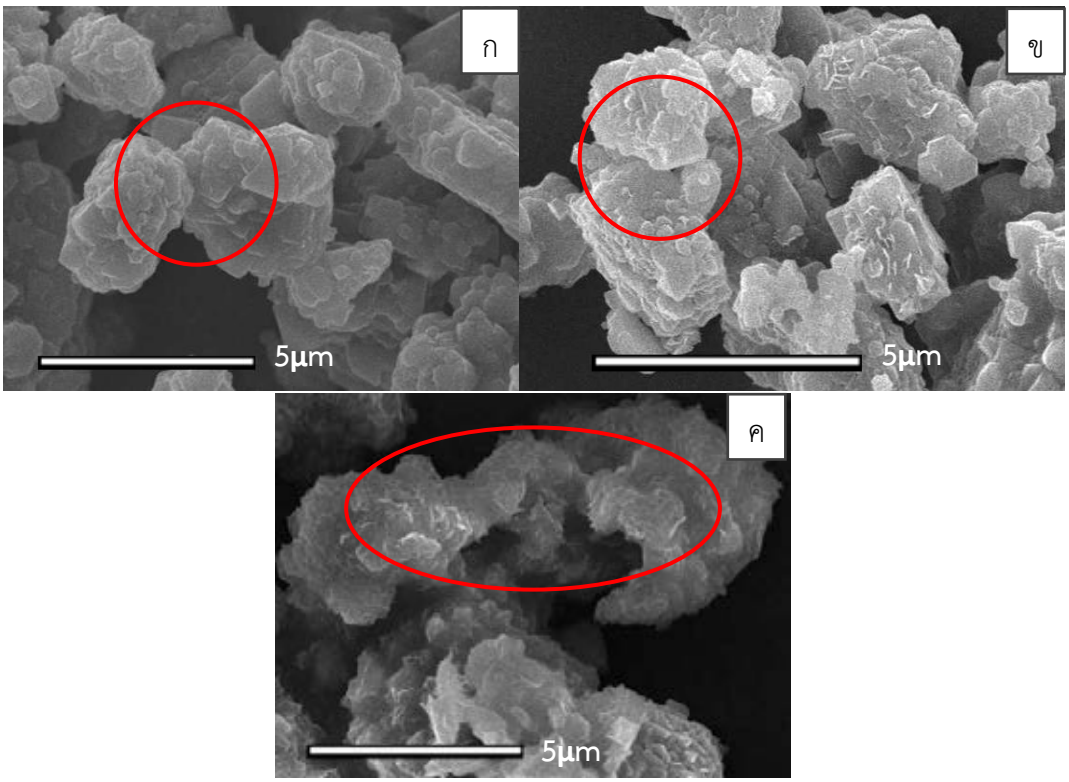
เมื่อใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง ลักษณะของสารที่ได้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้น พบว่ามีลักษณะคล้ายกับการใช้โซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยที่เมื่อใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นและเป็นรูปทรงก้อนกลมบางส่วน อาจเกิดจากการที่ระหว่างการทำปฏิกิริยา มีสารสังเคราะห์บางส่วนมาอยู่ชิดกัน ทำให้มีการเชื่อมติดกัน พื้นผิวมีเหลี่ยมของผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเกิดขึ้นเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.20 (ก) เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 สารที่ได้จะมีลักษณะเป็นการเกาะกลุ่มของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล ระหว่างอนุภาคมีจุดที่เชื่อมต่อกัน ทำให้เกิดเป็นลักษณะเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังรูปที่ 4.20 (ข) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม ในส่วนของการเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 10:1 สารที่ได้จะจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างเห็นได้ชัด ดังรูปที่ 4.20 (ค) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม



รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย ด้วยเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์ เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.2.4 อัตราส่วนของเกลือต่อสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง

เมื่อใช้เกลือลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง โดยการใช้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 สารที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นลูกบาศก์ขนาดเล็กเกาะกลุ่มกัน ดังรูปที่ 4.21 (ก) และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 5:1 สารที่ได้จะมีลักษณะเป็นลูกบาศก์ขนาดเล็กเชื่อมต่อกันมากขึ้น ทำให้ขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 5-10 ไมครอน ดังรูปที่ 4.21 (ข) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเป็น 10:1 สารที่ได้จะจับตัวกันเป็นก้อนอย่างเห็นได้ชัด จนสังเกตเห็นเหมือนเป็นก้อนเดียวกันขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 10-15 ไมครอน ดังรูปที่ 4.21 (ค) สังเกตได้ที่บริเวณวงกลม



รูปที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย โดยใช้ลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง เกลือต่อสารตั้งต้นเป็น (ก) 3:1 (ข) 5:1 และ (ค) 10:1 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง อภิปรายผล และข้อแสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการศึกษาการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีเกลือหลอมละลาย พบว่าชนิดของเกลือที่ใช้เป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันส่งผลต่ออุณหภูมิที่เริ่มเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล อุณหภูมิที่เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ รวมถึงสัณฐานของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นยังส่งผลต่อการสังเคราะห์สารและสัณฐานของสารเช่นกัน โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ ดังนี้

1. ชนิดของเกลือมีผลต่อการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

- การเริ่มเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล โดยการใช้เกลือลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลางเริ่มเกิดที่อุณหภูมิต่ำสุดคือ ต่ำกว่า 800 องศาเซลเซียส รองลงมาคือโซเดียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส โพแทสเซียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส สำหรับอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1

- การเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ โดยการใช้เกลือลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลางเกิดสมบูรณ์ที่อุณหภูมิต่ำสุดคือ 1150 องศาเซลเซียส รองลงมาคือโซเดียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นอันดับที่สอง ตามด้วยโพแทสเซียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส ซึ่งมีความสามารถช่วยในการสังเคราะห์เท่ากับเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกัน สำหรับอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นเท่ากับ 3:1

- ชนิดของเกลือที่ต่างกัน ส่งผลให้รูปร่างของสารที่สังเคราะห์ได้แตกต่างกัน โดยแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เกิดจากใช้ลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง จะมีลักษณะของการก่อตัวเป็นรูปทรงลูกบาศก์ตั้งฉากกับผิวอะลูมินาชัดเจน ส่วนสารที่ใช้โซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง ลักษณะสารจะเห็นเป็นเพียงมุมของผลึกที่กำลังก่อตัวขึ้นมาบนผิวอะลูมินา เนื่องจากความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นในลิเทียมคลอไรด์อาจจะมากกว่าโซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมคลอไรด์ และเกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์และโพแทสเซียมคลอไรด์ทำให้สารตั้งต้นมีอัตราการแพร่ไปทำปฏิกิริยาในเกลือแต่ละชนิดได้ไม่เท่ากัน

2. เมื่อเปรียบเทียบการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลด้วยวิธีต่างกัน พบว่าการสังเคราะห์วิธีเกลือหลอมละลายกับวิธีปฏิกิริยาในสถานะของแข็งทำให้ได้เฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส แต่เมื่อใช้วิธีเกลือหลอมละลายด้วยลิเทียมคลอไรด์ ซึ่งมีอัตราส่วนเกลือต่อ

สารตั้งต้นเท่ากับ 3:1 สามารถสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสทำให้ช่วยลดอุณหภูมิการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลสมบูรณ์ลงได้ประมาณ 150 องศาเซลเซียส

3. อัตราส่วนของเกลือมีผลต่อการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

- การเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นจาก 3:1 เป็น 5:1 ช่วยในการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเล็กน้อยในเกลือทุกชนิดที่ใช้ในการทดลองนี้

- การเพิ่มอัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นจาก 5:1 เป็น 10:1 พบว่าอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อการช่วยสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลน้อยมากหรือแทบไม่มีผลเลยในการสังเคราะห์สารที่ใช้โซเดียมคลอไรด์และสารที่ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นตัวกลาง แต่สำหรับสารที่สังเคราะห์โดยใช้เกลือผสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์กับโพแทสเซียมคลอไรด์ และสารที่ใช้ลิเทียมคลอไรด์ พบว่ามีส่วนช่วยในการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

- อัตราส่วนเกลือต่อสารตั้งต้นที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้สารมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากสารเกิดการเกาะกลุ่มกันระหว่างทำปฏิกิริยา

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. หากเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์สารมากขึ้น อาจช่วยให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิต่ำลงได้อีก

2. หากสารตั้งต้นมีขนาดเล็กลง อาจช่วยให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่อุณหภูมิต่ำลงได้อีก

3. ควรมีการพิสูจน์องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้หลังจากล้างเกลือออกเพื่อยืนยันว่าไม่มีเกลือเหลืออยู่

4. ควรมีการตรวจสอบความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นในเกลือชนิดต่างๆ เพิ่มเติมเพื่อยืนยันว่าความสามารถในการละลายมีผลต่อการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลจริง

5. ในการสังเคราะห์สารด้วยการใช้เกลือเป็นตัวกลาง มีปัญหาคือเกลือเกิดการระเหิดออกมาจากถ้วยครูซิเบิลอะลูมินา ซึ่งอาจทำให้เตาเผาเกิดความเสียหายได้ ควรปิดฝาให้มิดชิด

เอกสารอ้างอิง

[1] ฟิสิกส์ราชมงคล. โครงสร้างผลึก[ออนไลน์]. แหล่งที่มา: www.rmutphysics.com/charud/PDF-learning/2/material/3.pdf [8 พฤษภาคม 2018]

[2] Libretexts. 2016. 8.6: Spinel, Perovskite, and Rutile Structures[ออนไลน์]. แหล่งที่มา: https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry [8 พฤษภาคม 2018]

[3] อดิศร แซ่ลี้. 2559. ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[4] Sarkar, R. and Sachin, S. 2014. Effect of Raw Materials on Formation and Densification of Magnesium Aluminate Spinel. Ceramics International 40: 16719–16725.

[5] Langtudaikieu. Aem Lect2 [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: www.slideshare.net/langtudaikieu/aem-lect2 [8 พฤษภาคม 2018]

[6] Zhang, D., Li, B., Hu, Y., Li, J., and Guo, Y. 2015. Synthesis and Characterization of $MgAl_2O_4$ Micro-Rods by a Molten Salt Method. Ceramics International 41: 5881–5887.

[7] Jayaseelan, D. D., Zhang, S., Hashimoto, S., and Lee, W. E. 2007. Template formation of magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) spinel microplatelets in molten salt. Journal of the European Ceramic Society 27: 4745–4749.

[8] Hoglund, B. What Is Molten Salt? [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: moltensalt.org/whatIsMoltenSalt.html [8 พฤษภาคม 2018]

[9] ChemicalBook. Lithium Chloride [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: chemicalbook.com/ProductChemicalPropertiesCB9854200_EN.htm [8 พฤษภาคม 2018]

[10] ChemicalBook. Sodium Chloride [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB4104636.htm [8 พฤษภาคม 2018]

[11] ChemicalBook. Potassium Chloride [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: www.softschools.com/formulas/chemistry/potassium_chloride_uses_properties_structure_formula/257/ [8 พฤษภาคม 2018]

[12] Zhang, S., Jayaseelan, D. D., Bhattacharya, G., and Lee, W. E. 2006. Molten Salt Synthesis of Magnesium Aluminate ($MgAl_2O_4$) Spinel Powder. Journal of the American Ceramic Society 89: 1724-1726.