บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG5680111

ชื่อโครงการ : การพัฒนาแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเซรามิกใส

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

E-mail Address : karn.s@chula.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 3 มิถุนายน 2556 ถึง 2 ธันวาคม 2559

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นทำการศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีตกตะกอนเพื่อใช้ในการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเซรามิกใส โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลได้แก่ ชนิดของตัวทำให้ตกตะกอน ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน และชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอน และศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเซรามิกใสจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมได้ จากผลการทดลองพบว่า การตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน สามารถเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง 74.61 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสูงกว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลทางการค้าอยู่ถึง 3 เท่า อย่างไรก็ตามผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมได้มีปริมาณอะลูมินามากกว่าปริมาณอะลูมินาตามทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล

การปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อสัดส่วนโดยของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล โดยเมื่อปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายในช่วง 7.7-8.0 ตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีค่า n มากกว่า 1 เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสไปตั้งแต่ 9.0 ถึง 10.8 จะส่งผลให้ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่า n ใกล้เคียง 1 อย่างไรก็ตามตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ความเป็นกรด-เบสต่างกันไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยพบเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลเพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลนั้นมีช่วงที่ของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่เกิดเป็นสารละลายของแข็งได้กว้าง นอกจากนี้ความเป็น

กรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล โดยเป็นผลมาจากค่า n ที่แตกต่างกันนั้นจะทำให้เกิดความบกพร่องในแบบต่างๆ เพิ่มขึ้น ทำให้เกิดทั้งการแพร่ภายในเนื้อวัสดุและอัตราการเพิ่มของความหนาแน่นที่แตกต่างกัน โดยการลดลงของค่า n ส่งผลให้ความสามารถในการเผาผนึกและอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นเพิ่มขึ้น สำหรับการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ซึ่งมีค่า n น้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด

การล้างตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยน้ำส่งผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ จากเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์กลายเป็นกิ๊บไซต์ แต่ถ้าทำการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ นอกจากนี้การล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ส่งผลทำให้ตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมได้มีการเกาะกลุ่มกันน้อยลง เมื่อนำอนุภาคที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์มาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิก สามารถเตรียมชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าร้อยละ 97 เมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน และปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเป็น 10.8 แล้วทำการล้างตะกอนด้วยเอทานอลซึ่งเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่มีความสามารถในการเผาผนึกสูงที่สุด มาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิกแล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนมีรูพรุนเปิดได้ใกล้เคียงศูนย์ เมื่อทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่ได้ลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น ยังไม่สามารถนำไปใช้งานเป็นเซรามิกใสได้ อย่างไรก็ตามเนื่องจากเครื่องอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทางที่ใช้ในงานวิจัยนี้ชำรุดระหว่างการดำเนินงานวิจัยจึงไม่สามารถดำเนินงานวิจัยในส่วนการขึ้นรูปเซรามิกใสได้เพิ่มเติม

คำหลัก : แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนล เซรามิกใส วิธีตกตะกอน อนุภาคนาโน

Abstract

Project Code : MRG5680111

Project Title : Development of Transparent Magnesium Aluminate Spinel Ceramics

Investigator : Assistant Professor Dr.Karn Serivalsatit

E-mail Address : karn.s@chula.ac.th

Project Period : 3 June 2013 - 2 December 2016

The present work focuses on the synthesis of magnesium aluminate spinel ($MgAl_2O_4$) nanoparticles for the fabrication of transparent ceramics. The effects of parameters, including type of precipitants, pH of precipitant solution, and type of washing solvent, on the synthesis of $MgAl_2O_4$ particles were investigated. The fabrication of transparent ceramics using the synthesized particles were also studied. The result showed that the $MgAl_2O_4$ nanoparticles with surface area as high as 74.61 m^2/g can be synthesized by using ammonium hydrogen carbonate as a precipitant. The surface area of the particles was 3 times higher than that of commercially available $MgAl_2O_4$ powder. However, the synthesized particles were Al_2O_3-rich $MgAl_2O_4$.

MgO/Al_2O_3 mole ratio (n) of $MgAl_2O_4$ can be controlled by adjusting the pH value of precipitant solution. For the use of precipitant solution pH 7.7-8.0, the n value of the precipitated precursors was >1. As increasing the precipitant solution pH up to 10.8, the n value of the precipitated precursors was approximately 1. Although, the chemical composition of all precursors were different depending on the precipitant solution pH, all powders calcined at 1100 °C for 2 hours were found to be $MgAl_2O_4$. Furthermore, the pH value of precipitant solution also affected sinterability of the $MgAl_2O_4$ particles. Altering chemical composition could create intrinsic defects, hence, bulk diffusion and densification rate were also increased. As the precipitant solution pH increased, the n value decreased resulting in an increase of sinterability of the $MgAl_2O_4$ particles.

The $MgAl_2O_4$ ceramic, prepared from the precipitant solution pH of 10.8, exhibited the highest sinterability in sintering temperature of 1450-1500 °C.

Washing the precipitated precursor with water converted ammonium dawsonite to gibbsite, while washing the precursor with organic solvent did not have any effect on phase transformation. In addition, washing the precursor with organic solvent could reduce the formation of hard agglomerate. The $MgAl_2O_4$ particles, prepared by washing the precursor with organic solvent could be sintered to obtain relative density >97% at 1500 °C for 2 hours.

By sintering at 1600 °C for 4 hours, the $MgAl_2O_4$ ceramic with opened porosity <0% could be fabricated using the $MgAl_2O_4$ particles, synthesized using ammonium hydrogen carbonate as a precipitant, adjusting precipitant pH of 10.8, and washing the precursor with ethanol. The sintered ceramics were hot isostatically pressed at 1500 °C and 200 MPa for 2 hours. The hot isostatically pressed ceramics were only translucent not transparent. Unfortunately, this research part could not be studied further due to hot isostatically pressed equipment breakdown.

Keywords : magnesium aluminate spinel, transparent ceramics, precipitation, nanoparticles