



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดสปิเนลเซรามิกใส

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

2 ธันวาคม 2559

สัญญาเลขที่ MRG5680111

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เซรามิกใส

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG5680111

ชื่อโครงการ : การพัฒนาแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลเซรามิกใส

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

ระยะเวลาโครงการ : 3 มิถุนายน 2556 ถึง 2 ธันวาคม 2559

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นทำการศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลที่ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีตกตะกอนเพื่อใช้ในการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลเซรามิกใส โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลได้แก่ ชนิดของตัวทำละลายตกตะกอน ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน และชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอน และศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลเซรามิกใสจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลที่เตรียมได้ จากผลการทดลองพบว่า การตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำละลายตกตะกอน สามารถเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง 74.61 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสูงกว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลทางการค้าอยู่ถึง 3 เท่า อย่างไรก็ตามผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลที่เตรียมได้มีปริมาณอะลูมิเนียมมากกว่าปริมาณอะลูมิเนียมตามทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนล

การปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อสัดส่วนโดยของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนล โดยเมื่อปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายในช่วง 7.7-8.0 ตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีค่า n มากกว่า 1 เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสไปตั้งแต่ 9.0 ถึง 10.8 จะส่งผลให้ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่า n ใกล้เคียง 1 อย่างไรก็ตามตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกันไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยพบเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลเพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนลนั้นมีช่วงที่ของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่เกิดเป็นสารละลายของแข็งได้กว้าง นอกจากนี้ความเป็น

กรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการเผาผลาญของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเป็นผลมาจากค่า n ที่แตกต่างกันนั้นจะทำให้เกิดความบกพร่องในแบบต่างๆ เพิ่มขึ้น ทำให้เกิดทั้งการแพร่ภายในเนื้อวัสดุและอัตราการเพิ่มของความหนาแน่นที่แตกต่างกัน โดยการลดลงของค่า n ส่งผลให้ความสามารถในการเผาผลาญและอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นเพิ่มขึ้น สำหรับการเผาผลาญชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ซึ่งมีค่า n น้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด

การล้างตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยน้ำส่งผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ จากเฟสแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์กลายเป็นกิบไซต์ แต่ถ้าทำการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ นอกจากนี้การล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ส่งผลทำให้ตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้มีการเกาะกลุ่มกันน้อยลง เมื่อนำอนุภาคที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์มาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิก สามารถเตรียมชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าร้อยละ 97 เมื่อทำการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน และปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเป็น 10.8 แล้วทำการล้างตะกอนด้วยเอทานอลซึ่งเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความสามารถในการเผาผลาญที่สูงที่สุด มาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิกแล้วนำไปเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนมีรูพรุนเปิดได้ใกล้เคียงศูนย์ เมื่อทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะปาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่ได้ลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น ยังไม่สามารถนำไปใช้งานเป็นเซรามิกใสได้ อย่างไรก็ตามเนื่องจากเครื่องอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทางที่ใช้ในงานวิจัยนี้ชำรุดระหว่างการดำเนินงานวิจัยจึงไม่สามารถดำเนินงานวิจัยในส่วนการขึ้นรูปเซรามิกใสได้เพิ่มเติม

คำหลัก : แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 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 $74.61 \text{ m}^2/\text{g}$ 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 .

$\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 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

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ	ค
Abstract	จ
สารบัญ	ช
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ถ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 เกราะใส	3
2.2 เซรามิกใส	3
2.3 การเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	5
2.3.1 การเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน	6
2.3.2 การเผาผนึก	14
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง	17
3.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน	17
3.1.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน	17
3.1.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน	17

3.2	การศึกษาผลของความเป็นกรดต่างของสารละลายตัวทำให้ตกตะกอนต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	18
3.3	การศึกษาผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้.....	19
3.4	การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้.....	21
3.4.1	การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค x-ray diffraction	21
3.4.2	การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy	24
3.4.3	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค inductive coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES)	24
3.4.4	การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง simultaneous thermal analyzer (STA).....	25
3.4.5	ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน (field emission scanning electron microscope, FE-SEM)	25
3.4.6	ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmittance electron microscope (TEM).....	26
3.5	การขึ้นรูปและการเผาขึ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก	26
3.6	การเผาขึ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing)	27
3.7	การวิเคราะห์สมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	27
3.7.1	ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกก่อนเผาขึ้นงาน.....	27
3.7.2	ทดสอบการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกหลังการเผาขึ้นงาน.....	27
3.7.3	ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกด้วยวิธีอะคิมีดีส (Archimedes's method).....	28
3.7.4	ทดสอบหาความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก.....	28
3.7.5	ทดสอบหาความแข็งและความเหนียวด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Vickers indentation).....	29
3.7.6	วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน.....	30
บทที่ 4	ผลการทดลอง	32

4.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	32
4.1.1 การวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	32
4.1.2 การศึกษาลักษณะรูปร่างของตะกอนที่เตรียมได้ และอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	34
4.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	35
4.2.1 การวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	35
4.2.2 ลักษณะของตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน.....	37
4.3 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	40
4.3.1 องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ.....	40
4.3.2 องค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	53
4.3.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	87
4.4 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก ที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	105
4.4.1 องค์ประกอบทางเคมี เฟส และสัณฐานวิทยาของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า (S30CR).....	106
4.4.2 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกก่อนเผา.....	108
4.4.3 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7.....	109
4.4.4 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0.....	113

4.4.5 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินาที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0.....	118
4.4.6 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินาที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0.....	123
4.4.7 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินาที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8.....	128
4.4.8 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินาทางการค้า	133
4.4.9 ผลเปรียบเทียบร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาทางการค้า.....	138
4.4.10 ผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาทางการค้า.....	139
4.4.11 ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาทางการค้า.....	140
4.4.12 ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาทางการค้า.....	142
4.4.13 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิก.....	144
4.5 ผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาที่เตรียมได้.....	145
4.5.1 เฟสและลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้และที่ผ่านการเผาแคลไซน์	145
4.6 การเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกด้วยวิธีอัดร้อนโดยใช้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing)	154
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	157
บทที่ 6 ปัญหา อุปสรรค และข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	159
6.1 ปัญหาและอุปสรรคของงานวิจัย	159

6.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	159
Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.	160
เอกสารอ้างอิง.....	161
ภาคผนวก	170

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 ลักษณะของเกราะใส	3
รูปที่ 2.2 (a) การแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน (b) การเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ	4
รูปที่ 2.3 ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์	8
รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์	9
รูปที่ 2.5 รูปถ่าย SEM ของ (a) ตะกอนที่เตรียมได้ และ (b) ตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน	10
รูปที่ 2.6 ภาพจำลองบริเวณ neck	12
รูปที่ 2.7 แผนภาพจำลองการล้างตะกอนเซอร์โคเนียด้วย (a) น้ำ และ (b) เอทานอล	13
รูปที่ 2.8 กลไกการแพร่ในกระบวนการเผาผืนึก	14
รูปที่ 2.9 ระยะต่างๆของการเผาผืนึก	15
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยตัวทำละลายต่างๆ	20
รูปที่ 4.1 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD	33
รูปที่ 4.2 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมโดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนเมื่อเผาแคลไซน์อุณหภูมิ 600 ถึง 1100 องศาเซลเซียสที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR	33
รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน	34
รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	34
รูปที่ 4.5 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD	36
รูปที่ 4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR	36
รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน	37
รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยโซลูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	37
รูปที่ 4.9 พื้นที่ผิวของอนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	38

รูปที่ 4.10 เฟสไดอะแกรมของระบบ $MgO-Al_2O_3$	39
รูปที่ 4.11 ความเข้มข้นของ H_2CO_3 HCO_3^- และ CO_3^{2-} ในสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ที่ความเป็นกรด-เบส ต่าง ๆ	45
รูปที่ 4.12 ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ที่ความเป็นกรด- เบสต่าง ๆ	48
รูปที่ 4.13 ความสามารถในการละลายของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมคาร์บอเนต ที่ความเป็น กรด-เบสต่าง ๆ	50
รูปที่ 4.14 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับค่าที่ได้จากการคำนวณจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน	53
รูปที่ 4.15 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	54
รูปที่ 4.16 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	56
รูปที่ 4.17 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	57
รูปที่ 4.18 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	59
รูปที่ 4.19 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	60
รูปที่ 4.20 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	62
รูปที่ 4.21 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	63

รูปที่ 4.22 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	64
รูปที่ 4.23 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ	66
รูปที่ 4.24 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	68
รูปที่ 4.25 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	70
รูปที่ 4.26 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ	71
รูปที่ 4.27 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	72
รูปที่ 4.28 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส	74
รูปที่ 4.29 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ	75
รูปที่ 4.30 กราฟ XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ ความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7.7-10.8.....	77
รูปที่ 4.31 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311).....	79
รูปที่ 4.32 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อ ตำแหน่งพีค XRD (311) แลตทิซพารามิเตอร์ และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม	80
รูปที่ 4.33 การเปลี่ยนแปลงของแลตทิซพารามิเตอร์ต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม.....	82
รูปที่ 4.34 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8	84

รูปที่ 4.47 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่าง กันเมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM.....	102
รูปที่ 4.48 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่าง กันทั้งก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ เมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEMและขนาดที่ได้จากการคำนวณ ด้วยสมการ Scherrer	104
รูปที่ 4.49 ผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	107
รูปที่ 4.50 ภาพถ่าย FE-SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	107
รูปที่ 4.51 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ก่อนนำมาเผา.....	108
รูปที่ 4.52 รูปพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงาน P7 ที่ผ่านการเผา..... อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	109
รูปที่ 4.53 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชั้นงาน P7 ที่เผา..... อุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	111
รูปที่ 4.54 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชั้นงาน P7 ที่เผา..... อุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	112
รูปที่ 4.55 ความแข็งแรงด้วยวิธีวิกเกอร์สของชั้นงาน P7 ที่เผา..... อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	113
รูปที่ 4.56 รูปพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงาน P8 ที่ผ่านการเผา..... อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	114
รูปที่ 4.57 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชั้นงาน P8 ที่เผา..... อุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	116
รูปที่ 4.58 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชั้นงาน P8 ที่เผา..... อุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	117
รูปที่ 4.59 ความแข็งแรงด้วยวิธีวิกเกอร์สของชั้นงาน P8 ที่เผา..... อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	118
รูปที่ 4.60 รูปพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงาน P9 ที่ผ่านการเผา..... อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	119
รูปที่ 4.61 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชั้นงาน P9 เผา..... อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	120
รูปที่ 4.62 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชั้นงาน P9 ที่เผา..... อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	121

รูปที่ 4.63 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P9 เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	122
รูปที่ 4.64 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	123
รูปที่ 4.65 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	125
รูปที่ 4.66 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P10 เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	126
รูปที่ 4.67 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	127
รูปที่ 4.68 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนิกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	128
รูปที่ 4.69 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	130
รูปที่ 4.70 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	131
รูปที่ 4.71 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนิกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	132
รูปที่ 4.72 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนิกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	133
รูปที่ 4.73 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตสปีเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนิกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	135
รูปที่ 4.74 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	136
รูปที่ 4.75 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	137
รูปที่ 4.76 ร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนิกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	138

รูปที่ 4.77 ร้อยละการหดตัวของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	139
รูปที่ 4.78 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	141
รูปที่ 4.79 ความแข็งแรงของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงผ่านการทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัม.....	143
รูปที่ 4.80 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง (a) XRD และ (b) FT-IR ของตะกอนที่เตรียมได้.....	146
รูปที่ 4.81 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง (a) XRD และ (b) FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์.....	148
รูปที่ 4.82 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่ผ่านการล้างด้วย (a, d) น้ำ (b, e) เอทานอล และ (c, f) ATA โดยใช้กำลังขยาย 1000 เท่า และ 20000 เท่า ตามลำดับ	149
รูปที่ 4.83 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วย (a) น้ำ (b) เอทานอล และ (c) ATA	150
รูปที่ 4.84 ผลการวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธี DLS ของ (a) ตะกอนที่เตรียมได้ และ (b) ตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์	152
รูปที่ 4.85 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของวัสดุสปีเนลเซรามิกที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	154
รูปที่ 4.86 ลักษณะชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดเซรามิกที่ผ่านการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	155
รูปที่ 4.87 รูปจำลองการกำจัดรูพรุนปิดออกจากโครงสร้างด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง.....	156

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 สมบัติต่างๆของวัสดุที่นิยมใช้เป็นเกราะใส	5
ตารางที่ 2.2 แสดงถึงเฟสที่ได้จากการตกตะกอนและสัดส่วนอะตอมของ Mg : Al ของเฟสที่ได้	11
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้ Baikalox S30CR และ TSP-20	39
ตารางที่ 4.2 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ ที่ก่อนและหลังการเผาแคลไซน์	41
ตารางที่ 4.3 สมการเคมีและค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย	42
ตารางที่ 4.4 สมการเคมีและค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวไอออนของน้ำและค่าคงที่ของสมดุล ระหว่างคาร์บอเนตไอออน	43
ตารางที่ 4.5 ค่าความสามารถในการละลายและความเข้มข้นที่เกิดขึ้นของตะกอนที่เป็น สารประกอบอะลูมิเนียมที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ	49
ตารางที่ 4.6 ค่าความสามารถในการละลายของระบบที่มีอะลูมิเนียมและปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น	51
ตารางที่ 4.7 สัดส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่ได้จากการคำนวณโดยค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมและตะกอนแมกนีเซียม	52
ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบของธาตุของตะกอนที่สังเคราะห์ได้	81
ตารางที่ 4.9 ปริมาณองค์ประกอบของธาตุของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และเฟสของตะกอน ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ	87
ตารางที่ 4.10 ผลของความเป็นกรด-เบสต่อองค์ประกอบเฟสและสัณฐานของตะกอน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์	105
ตารางที่ 4.11 ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และความหนาแน่นทางทฤษฎีของผง แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างๆ	106
ตารางที่ 4.12 องค์ประกอบทางเคมีและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า	106
ตารางที่ 4.13 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียส	144

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เกราะใส (transparent armors) คือวัสดุที่มีลักษณะใส สามารถมองผ่านทะลุได้ และมีความแข็งแรงสูง นิยมนำไปใช้เป็นการจกกันกระสุนสำหรับยานพาหนะทางการทหารและตำรวจ เกราะใสโดยทั่วไปจะประกอบด้วยกระจกนำมาเรียงสลับกับฟิล์มพอลิเมอร์เป็นชั้นๆ เพื่อดูดซับแรงกระแทกจากหัวกระสุน ทำให้กระสุนไม่สามารถเจาะผ่านเกราะใสไปได้ อย่างไรก็ตามหากต้องการเพิ่มประสิทธิภาพของเกราะใสให้ทนทานต่อกระสุนที่มีอำนาจทะลุทะลวงเพิ่มมากขึ้น จำเป็นต้องใช้จำนวนชั้นและความหนาของกระจกและฟิล์มพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกราะใสมีความหนาและมีน้ำหนักมาก ทำให้ติดตั้งเกราะใสกับยานพาหนะต่างๆได้ยาก

เซรามิกใส (transparent ceramics) เป็นวัสดุเซรามิกที่กำลังเริ่มเป็นที่สนใจในการนำมาใช้งานแทนกระจกสำหรับการผลิตเป็นเกราะใส เนื่องจากมีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อแรงกระแทกได้ดี และทนทานต่อการกัดกร่อนต่างๆได้ดีกว่ากระจก ทำให้เมื่อนำมาผลิตเป็นเกราะใสแล้ว จะทำให้ได้เกราะใสที่มีความแข็งแรงสูง บาง และมีน้ำหนักเบา โดยวัสดุเซรามิกที่นิยมนำมาใช้ในการผลิตเกราะใสได้แก่ อะลูมินา (Al_2O_3) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (AlON) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ (MgAl₂O₄)

ในกลุ่มของวัสดุที่กล่าวมาข้างต้น แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เป็นวัสดุที่น่าสนใจในการนำไปผลิตเป็นเซรามิกใส เนื่องจากมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (cubic) ทำให้ไม่เกิดการกระเจิงแสงเมื่อแสงเดินทางผ่านจากผลึกหนึ่งไปอีกผลึกหนึ่ง อย่างไรก็ตามการเตรียมวัสดุเซรามิกใสจำเป็นต้องเตรียมจากสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ เพื่อช่วยให้เกิดความโปร่งใสได้เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่ำ และหลีกเลี่ยงการเกิดการขยายตัวของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ (abnormal grain growth) ซึ่งจะทำให้เกิดรูพรุนค้างอยู่ในโครงสร้าง ส่งผลทำให้ความโปร่งใสของชิ้นงานลดลง การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์โดยทั่วไปสามารถเตรียมได้โดยนำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซียม (MgO) มาทำการบดผสม จากนั้นนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1500 ถึง 1600 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ จากนั้นนำไปบดย่อยเพื่อให้ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีความละเอียดสูง อย่างไรก็ตามผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีขนาดอยู่ในช่วงระดับไมโครเมตร และมีสิ่งเจือปนจากกระบวนการบดย่อย ซึ่งเมื่อนำไปใช้ในการผลิตเซรามิกใสจะส่งผลให้เกิดการกระเจิงแสงในชิ้นงานเซรามิกใส ทำให้ความโปร่งใสของชิ้นงานลดลง

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นการศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีตกตะกอน โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของผงนาโน

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอน รวมถึงศึกษาการนำผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้ไปใช้ในการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใส

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอน
2. ศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใสจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาผลของชนิดของตัวทำให้ตกตะกอนได้แก่ ยูเรีย และแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้
2. ศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้
3. ศึกษาผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนได้แก่ น้ำ เอทานอล อะซีโตน-โทลูอิน-อะซีโตน ต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้
4. ศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใสจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

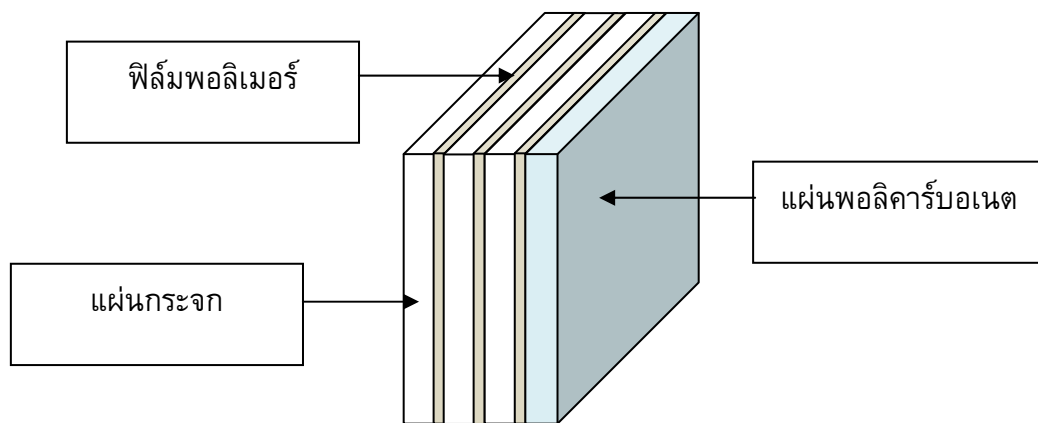
1. ได้ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สามารถนำไปผลิตเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใสได้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เกราะใส

เกราะใสโดยทั่วไปจะประกอบด้วยกระจกวางเรียงสลับกับฟิล์มพอลิเมอร์เป็นชั้นๆ โดยกระจกจะทำหน้าที่รับแรงกระแทก ป้องกันการเจาะผ่านของหัวกระสุน ส่วนฟิล์มพอลิเมอร์ที่กั้นอยู่ระหว่างชั้นจะทำหน้าที่ลดแรงเค้นที่เกิดขึ้นในกระจกระหว่างถูกยิง นอกจากนี้ยังมีแผ่นพอลิคาร์บอเนตปิดท้ายเพื่อกันเศษกระจกที่แตกหลังจากถูกยิง ลักษณะของเกราะใสแสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ลักษณะของเกราะใส

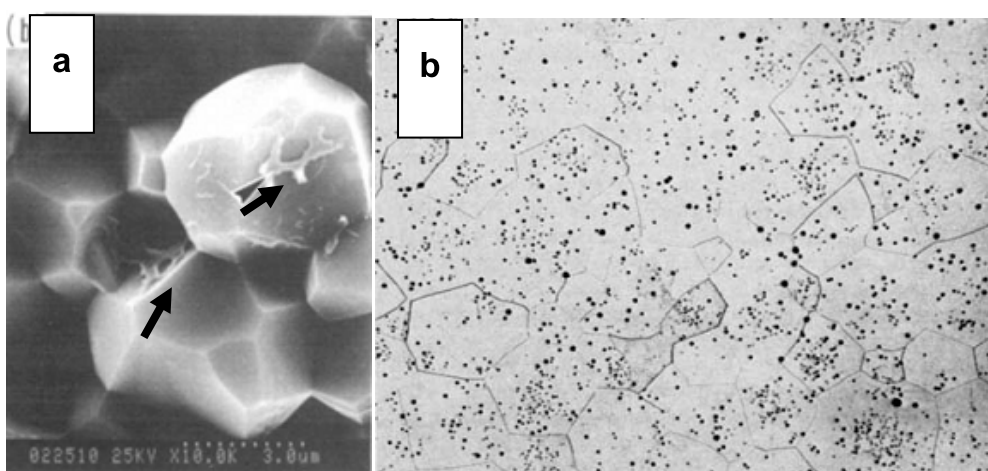
หากต้องการเพิ่มประสิทธิภาพของเกราะใสดังกล่าวให้มีความทนทานต่อกระสุนที่มีอำนาจทะลุทะลวงเพิ่มมากขึ้น สามารถทำได้โดยเพิ่มจำนวนชั้นและความหนาของกระจกและฟิล์มพอลิเมอร์ ซึ่งในทางปฏิบัติสามารถทำได้ยากเนื่องจากการเพิ่มจำนวนชั้นและความหนาของกระจกและฟิล์มพอลิเมอร์ส่งผลให้ขนาดและน้ำหนักของเกราะใสเพิ่มขึ้น ทำให้ติดตั้งบนพาหนะต่างๆ ได้ยาก รวมถึงทำให้ทัศนวิสัยลดลง[1] ดังนั้นเพื่อที่จะแก้ปัญหาดังกล่าวจึงจำเป็นต้องใช้วัสดุที่มีลักษณะใส มีความแข็งแรงสูง และมีน้ำหนักเบา แทนกระจกธรรมดา

2.2 เซรามิกใส

เซรามิกเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูง และมีน้ำหนักเบา จึงมีคุณสมบัติที่เหมาะสมในการนำมาใช้งานเป็นเกราะกันกระสุน อย่างไรก็ตามวัสดุเซรามิกส่วนใหญ่มีลักษณะทึบแสง เนื่องจากโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะเป็นพหุผลึก (polycrystalline) และมีรูพรุนแทรกอยู่ในโครงสร้างเป็นจำนวนมาก ซึ่งรูพรุนนี้เองจะทำให้เกิดการกระเจิงแสง ทำให้วัสดุมีลักษณะทึบแสง ดังนั้นหากต้องการทำให้วัสดุเซรามิกมีลักษณะ

โปร่งใส จึงจำเป็นต้องกำจัดรูพรุนในโครงสร้างออกไปจนมีความหนาแน่นมากกว่าร้อยละ 99.95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี[2]

ในการผลิตวัสดุเซรามิกให้มีความโปร่งใส จำเป็นต้องควบคุมกระบวนการผลิตอย่างเหมาะสม โดยสารตั้งต้นที่ใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง เพื่อป้องกันการเกิดการแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน (grain boundary) ดังรูปที่ 2.2 (a) ซึ่งทำให้เกิดการกระเจิงแสงบริเวณขอบเกรน นอกจากนี้สารตั้งต้นควรมีขนาดอนุภาคเล็กและมีการกระจายขนาดของอนุภาคอย่างสม่ำเสมอ[3] เพื่อที่จะสามารถเผาผนึก (sintering) ชิ้นงานให้มีความหนาแน่นสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำ หลีกเลี่ยงการเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ (abnormal grain growth) ซึ่งมักเกิดเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง และทำให้เกิดรูพรุนตกค้างอยู่ภายในเกรนซึ่งไม่สามารถกำจัดออกไปได้ดังรูปที่ 2.2 (b)



รูปที่ 2.2 (a) การแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน[4] (b) การเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ[5]

ในปัจจุบันเซรามิกใสกำลังเป็นที่สนใจในการนำไปใช้งานเป็นเกราะใส ซึ่งวัสดุที่เป็นที่สนใจได้แก่ อะลูมินา (Al_2O_3) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (AlON) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตราไฮไดรด์ (MgAl_2O_4) สมบัติต่างๆของวัสดุดังกล่าวแสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติต่างๆของวัสดุที่นิยมใช้เป็นเกราะใส[1,6,7]

สมบัติ	หน่วย	AION	Al ₂ O ₃	MgAl ₂ O ₄
Density	(g/cm ³)	3.69	3.97	3.59
Young's Modulus	(GPa)	315-334	400	260-275
Knoop Hardness	(GPa)	13.8-17.7	19.6	12.1-14.9
Bending Strength	(MPa)	228	600-700	200-250

ในกลุ่มของวัสดุเหล่านี้อะลูมินาเป็นวัสดุที่มีความแข็งและความแข็งแรงสูงสุด อย่างไรก็ตาม อะลูมินามีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล ทำให้มีดรรชนีหักเหในแต่ละแกนของผลึกไม่เท่ากัน เมื่อนำมาผลิตเป็นเซรามิกใสจะเกิดการกระเจิงแสง ทำให้ความโปร่งใสลดลง ดังนั้นการเตรียมอะลูมินาเซรามิกใสจึงเตรียมได้ยาก

อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรต์ เป็นวัสดุอีกชนิดที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี นอกจากนี้อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรต์ มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก ทำให้ดรรชนีหักเหเท่ากันในทุกแกนของผลึก จึงไม่เกิดการกระเจิงแสงเหมือนอะลูมินา อย่างไรก็ตามในกระบวนการผลิตอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรต์เซรามิกใส จำเป็นต้องเผาผืนที่อุณหภูมิสูงถึง 1950 ถึง 2050 องศาเซลเซียส จึงทำให้ต้นทุนในการผลิตค่อนข้างสูง[1,8]

งานวิจัยนี้จึงให้ความสนใจกับแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนล เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก ทำให้สามารถเตรียมแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนลเซรามิกใสให้มีความโปร่งใสสูงได้ นอกจากนี้แมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนลเซรามิกใสสามารถเตรียมได้โดยการเผาผืนที่อุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 1450 ถึง 1700 องศาเซลเซียส[9-11] จึงทำให้ต้นทุนการผลิตต่ำกว่าการผลิตอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรต์เซรามิกใส

2.3 การเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนล

การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนลโดยทั่วไปสามารถเตรียมได้โดยนำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซีย มาทำการบดผสม จากนั้นนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิประมาณ 1600 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนล[12] จากนั้นนำไปบดย่อยเพื่อให้ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนลที่มีความละเอียดสูง อย่างไรก็ตามผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตตสปิเนลที่ได้มีขนาดใหญ่อยูในช่วงระดับไมโครเมตร และมีสิ่งเจือปนมาจากกระบวนการบดย่อยซึ่งส่งผลให้เกิดการกระเจิงแสงในชิ้นงาน

เซรามิกใส ลดความโปร่งใสของชิ้นงาน ทำให้การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีดั้งเดิมไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกใส

การเตรียมสารตั้งต้นให้มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนเมตรมีความสำคัญอย่างยิ่งในการผลิตเซรามิกใส นอกจากหลีกเลี่ยงการเกิดการแยกชั้นของสิ่งเจือปนที่บริเวณขอบเกรนแล้ว อนุภาคที่มีขนาดเล็กยังช่วยลดอุณหภูมิเผาผนึก หลีกเลี่ยงการเกิดเกรนโตอย่างไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังส่งผลทำให้ขนาดของเกรนที่ได้หลังเผามีขนาดเล็กลง ทำให้ชิ้นงานเซรามิกใสมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น[13]

ปัจจุบันได้มีการศึกษาการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีต่าง ๆ ซึ่งสามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ เช่น วิธีตกตะกอน[12,14] วิธีโซล-เจล[15] วิธีสเปรย์ไพโรไลซิส (spray pyrolysis)[16,17] และวิธีเผาไหม้ (combustion)[18] เป็นต้น

ถึงแม้ว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีสเปรย์ไพโรไลซิส และวิธีเผาไหม้จะมีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร แต่ลักษณะอนุภาคมีการจับตัวกันเป็นก้อน (agglomeration) เนื่องจากอุณหภูมิระหว่างการเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ทำให้พื้นที่ผิวของอนุภาคลดลง ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการเผาผนึก ซึ่งผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีสเปรย์ไพโรไลซิส เมื่อทำการเผาผนึกที่ 1590 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นเพียงร้อยละ 93 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี[17] ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล มีอนุภาคขนาดเล็ก และมีการกระจายตัวที่ดี ไม่รวมกลุ่มกันเป็นก้อน อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นที่ใช้มีราคาแพง และตัวทำละลายที่ใช้มีความเป็นพิษต่อร่างกาย

2.3.1 การเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน

การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน เป็นวิธีที่น่าสนใจที่จะนำมาใช้ในการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้อุปกรณ์ที่ไม่ซับซ้อน และสารเคมีที่ใช้มีราคาไม่แพง สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ อย่างไรก็ตามยังมีปัจจัยอื่นอีกมากมายที่ส่งผลต่อการรวมตัวกันของไอออน ทำให้เกิดอนุภาคในรูปแบบที่แตกต่างกัน เช่น เฟสของตะกอนที่ได้ ขนาดของตะกอน ไปจนถึงเกิดการโตในบางทิศทางได้ ซึ่งได้สรุปตัวแปรต่างๆในการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน และผลต่อสมบัติต่อผงที่สังเคราะห์ได้ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 [19]

ตารางที่ 2.1 ผลของตัวแปรในวิธีตกตะกอนที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

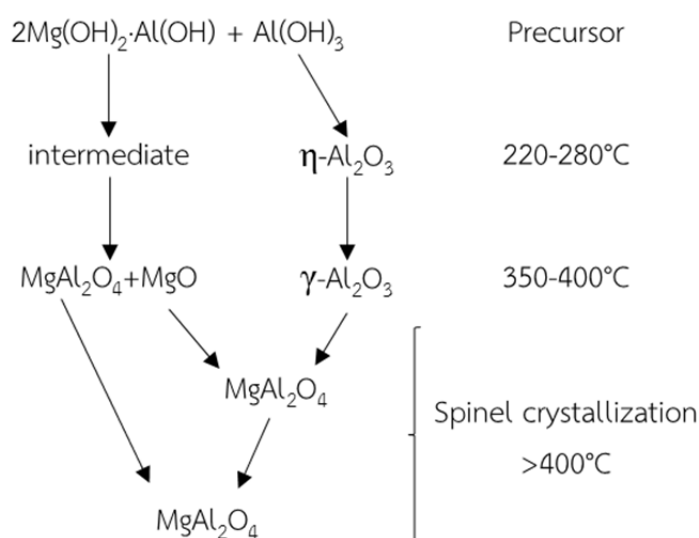
ตัวแปร	ผลต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้
ชนิดไอออนลบ	รูปร่างและพื้นผิวของตะกอน
สารตัวเติม	พื้นผิวของตะกอน
อุณหภูมิการบ่ม	เฟสและพื้นผิวของตะกอน
ชนิดตัวทำละลาย	ความเป็นผลึกและพื้นผิวของตะกอน
เวลาในการบ่ม	ความเป็นผลึก ความบริสุทธิ์และพื้นผิวของตะกอน
องค์ประกอบของสารละลาย	เฟส ความบริสุทธิ์และองค์ประกอบของตะกอน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

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน เช่น ความเข้มข้นของสารละลาย [20] ชนิดของตัวทำให้ตกตะกอน [21] ความเป็นกรด-เบสในการตกตะกอน [22] อุณหภูมิการบ่ม [23] ไปจนถึงขั้นตอนการล้างตะกอนที่สังเคราะห์ [24,25] เป็นต้น

2.3.1.1 ผลของชนิดตัวทำให้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

M.F. Zawrah และคณะ [26] สังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์และอะลูมิเนียมคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น และใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นตัวทำให้ตกตะกอน พบว่าเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ เป็นเฟสผสมระหว่างกิบไซต์ (gibbsite, $\text{Al}(\text{OH})_3$) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Mg/Al hydroxide, $2\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$) เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 220 ถึง 280 องศาเซลเซียส ตะกอนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟส แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เป็นเฟส intermediate และเฟสกิบไซต์เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟสอีตาอะลูมินา ($\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$) ต่อมาเมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 350-400 องศาเซลเซียส เฟส

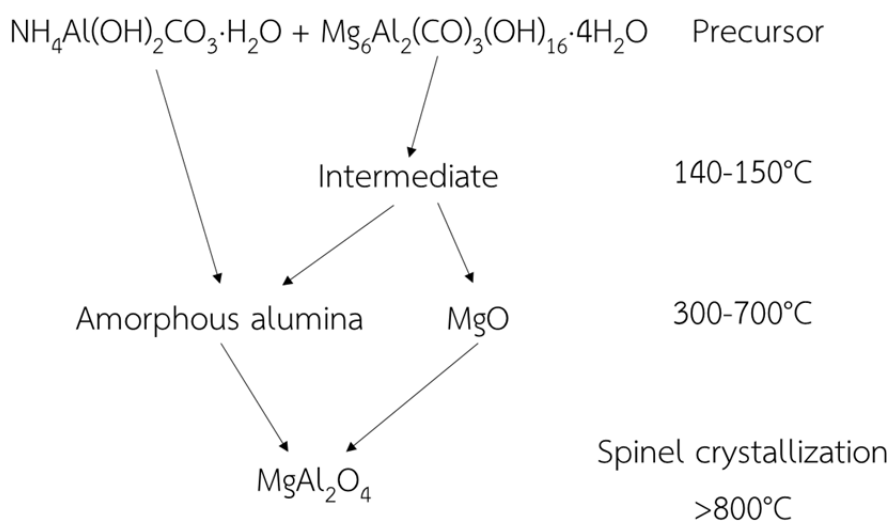
intermediate ที่เกิดจากเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล และเพอริเคลส (periclase, MgO) และเฟสอีตาอะลูมินาเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟสแกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) โดยเฟสเพอริเคลสและเฟสแกมมาอะลูมินาเกิดปฏิกิริยากันเปลี่ยนเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล และเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลมากขึ้นเมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆสรุปดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์ [26]

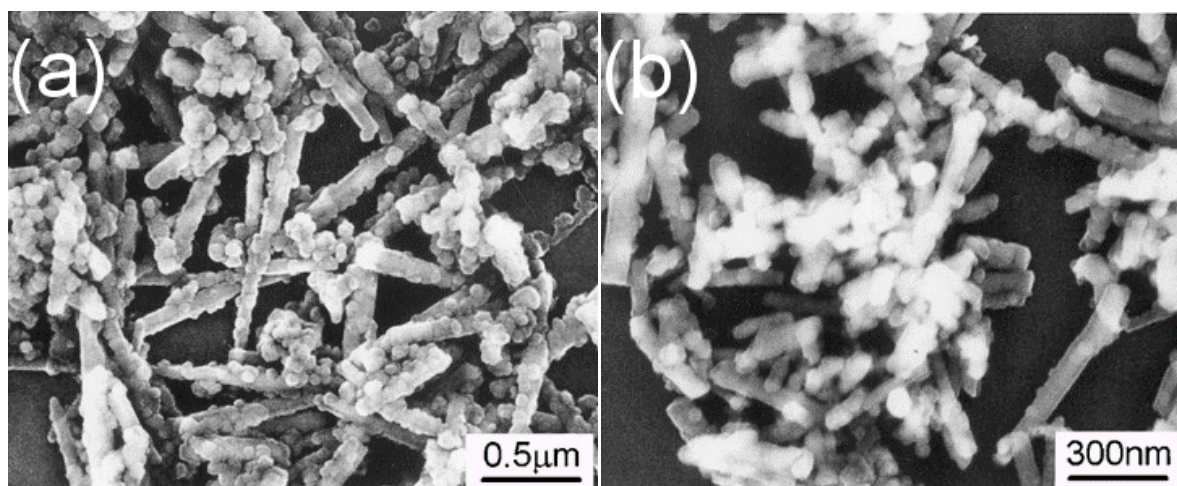
อย่างไรก็ตาม J. G. Li และคณะ [27] อธิบายว่าการเกิดของเฟสอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เช่น โบห์ไมต์ (boehmite) ชูโดโบห์ไมต์ (pseudo-boehmite) และกิบส์ไซต์ (gibbsite) ก่อให้เกิดการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคเป็นตะกอนก้อนแข็งหลังอบแห้ง โดยเฟสอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้น จะขึ้นกับความเข้มข้นของสารละลายและชนิดของตัวทำให้งอกตะกอนที่ใช้ ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดเฟสอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ J. G. Li และคณะ จึงทำการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้งอกตะกอน โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และปรับความเป็นกรดต่างเป็น 11.5 ซึ่งเป็นสภาวะที่เกิดสารประกอบคาร์บอเนตไฮเดรตแทนที่การเกิดสารประกอบไฮดรอกไซด์ พบว่าเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นเฟสผสมระหว่าง เฟสแอมโมเนียมดอว์สันไต์ (ammonium dawsonite, $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และเฟสไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite, $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_{16} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยไฮโดรทัลไซต์เป็นสารประกอบที่อยู่ในกลุ่มของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเกิดจากการแทนที่ของอะลูมิเนียมไอออนในโครงสร้างของบรูไซต์ (brucite, $\text{Mg}(\text{OH})_2$) โดยประจุที่ผิวสุทธิมีค่าเป็นบวก จึงเกิดการแทนที่ของ CO_3^{2-} ซึ่งเกิดจากการละลายของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศเข้าไปในโครงสร้างเพื่อให้ประจุสมดุล

จากงานวิจัยของ A. Wajler และคณะ [28] สังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน โดยใช้สภาวะเดียวกันกับ J. G. Li และคณะ พบว่าเมื่อให้ความร้อนแก่ตะกอนที่อุณหภูมิ 140 ถึง 150 องศาเซลเซียส เฟสแอมโมเนียมดอโรไซด์เกิดการสลายตัวเป็นอะลูมินาที่มีโครงสร้างออสตรูอันและเฟสไฮโดรทัลไซต์เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟส intermediate จากนั้นเฟส intermediate ที่เกิดจากเฟสไฮโดรทัลไซต์เกิดการสลายตัวเป็นเพอร์เคลสเมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 และ 700 องศาเซลเซียส เฟสแอมโมเนียมดอโรไซด์และเฟสไฮโดรทัลไซต์เกิดการสลายตัว และเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงเป็นอะลูมินาที่มีโครงสร้างออสตรูอัน และเพอร์เคลส ตามลำดับ เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เฟสแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์จะเกิดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่างเพอร์เคลสและอะลูมินาที่เป็นโครงสร้างออสตรูอันเมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส แมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์มีความเป็นผลึกสูงขึ้น เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงมีพลังงานเพียงพอสำหรับการเกิดการผนึกกันระหว่างอนุภาคส่งผลให้ผลึกสปีเนลมีขนาดใหญ่ขึ้น เทียบกับขนาดของผลึกแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์ที่เผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆสรุปดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟสของตะกอนระหว่างการเผาแคลไซน์

ตะกอนที่เตรียมได้ และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปถ่าย SEM และ TEM ดังรูปที่ 2.5(a) และ 2.5(b) ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมที่เรียงตัวกันเป็นแท่ง โดยตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีขนาดอนุภาคที่เป็นทรงกลมต่ำกว่า 100 นาโนเมตร

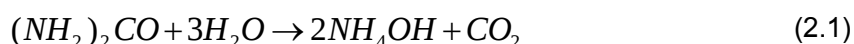


รูปที่ 2.5 ภาพถ่าย SEM ของ (a) ตะกอนที่เตรียมได้ และ (b) ตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน [27]

อย่างไรก็ตามการตกตะกอนโดยการหยดสารละลายตัวทำให้ตกตะกอนลงในสารละลายตั้งต้นหรือหยดสารละลายตั้งต้นลงในสารละลายตัวทำให้ตกตะกอนจะทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างฉับพลัน บางส่วนเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การตกตะกอนอย่างไม่สม่ำเสมอนี้ ส่งผลทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของสารที่เตรียมได้

วิธีตกตะกอนอย่างสม่ำเสมอ (homogeneous precipitation) เป็นวิธีตกตะกอนที่สามารถควบคุมความเข้มข้นของตัวทำให้ตกตะกอนในสารละลายให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น โดยเลือกใช้ตัวทำให้ตกตะกอนที่มีการสลายตัวอย่างช้าๆ เมื่อมีการให้ความร้อน เช่น ยูเรีย (Urea, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) [29] และเฮกซะเมทิลีนเตทราอะมีน (Hexamethylenetetramine, $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$) [30] เป็นต้น

เมื่อเติมยูเรียลงในสารละลายที่มีไอออนบวกของโลหะ (metal cation) และให้ความร้อน ยูเรียจะเกิดการสลายตัวกลายเป็น NH_4^+ และ OH^- ดังสมการที่ (2.1) และ (2.2)



เมื่อความเข้มข้นของ OH^- เพิ่มขึ้นจะรวมตัวกับไอออนบวกของโลหะในสารละลาย จนเกิดการตกตะกอนเกิดขึ้น

นอกจากชนิดของตัวทำให้ตกตะกอนแล้ว ชนิดของสารตั้งต้น และความเป็นกรดต่างของตัวทำให้ตกตะกอนก็มีผลต่อเฟสและรูปร่างของตะกอนที่เกิดขึ้น ดังนั้นเมื่อนำตะกอนที่เตรียมได้มาทำการเผาแคลไซน์จะทำให้ตะกอนเกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อลักษณะของอนุภาคที่เตรียมได้หลังเผาแคลไซน์ [31]

2.3.1.2 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของตะกอนที่เตรียมได้

หากมองค่าความเป็นกรด-เบสต่างๆเป็นความเข้มข้นของ OH^- แล้ว ก็จะเป็นปัจจัยที่สำคัญที่จะมองข้ามไปไม่ได้ เนื่องจากการตกตะกอนของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมล้วนต้องมี OH^- เป็นส่วนประกอบ ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจึงส่งผลกระทบต่อองค์ประกอบทางเคมีของเฟสไฮโดรทัลไซต์ที่ได้ โดยมีงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้ทำการสังเคราะห์ผงไฮโดรทัลไซต์พบว่า เมื่อปรับความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 6.5 ถึง 9 แล้วอัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 เป็น 2.3 ดังสรุปไว้ในตารางที่ 2.2 ทั้งนี้เนื่องจากแมกนีเซียมในสารละลายตั้งต้นนั้นตกตะกอนได้บางส่วน และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 10 ไปจนถึง 14 พบว่าอัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมของไฮโดรทัลไซต์อยู่ที่ประมาณ 3.1 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของไฮโดรทัลไซต์[32] ซึ่งหากองค์ประกอบทางเคมีของตะกอนไฮโดรทัลไซต์มีการเปลี่ยนแปลงไปก็ย่อมส่งผลกระทบต่อองค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วย

ตารางที่ 2.2 แสดงถึงเฟสที่ได้จากการตกตะกอนและสัดส่วนอะตอมของ Mg : Al ของเฟสที่ได้

ความเป็นกรด-เบส ของสารละลายที่ใช้ ตกตะกอน	เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้	สัดส่วนอะตอม Mg : Al
6.5	$\gamma\text{-AlOOH} + \text{Mg}_x\text{Al}_1\text{-NO}_3$	0.5
7.0	$\gamma\text{-AlOOH} + \text{Mg}_x\text{Al}_1\text{-NO}_3$	0.6
8.0	$\gamma\text{-AlOOH} + \text{Mg}_x\text{Al}_1\text{-NO}_3 / \text{Mg}_x\text{Al}_1\text{-HCO}_3$	1.5
9.0	$\text{Mg}_{2.3}\text{Al}_1\text{-HCO}_3$	2.3
10.0	$\text{Mg}_3\text{Al}_1\text{-CO}_3$	3.1
11.0	$\text{Mg}_3\text{Al}_1\text{-CO}_3$	3.1
12.0	$\text{Mg}_3\text{Al}_1\text{-CO}_3$	3.2
13.0	$\text{Mg}_3\text{Al}_1\text{-CO}_3$	3.2
14.0	$\text{Mg}_3\text{Al}_1\text{-CO}_3$	3.2

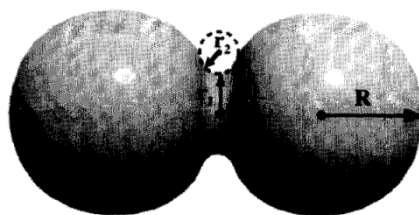
2.3.1.3 ผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน

การสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนส่วนมากใช้น้ำเป็นตัวกลางในการละลายไอออน ดังนั้นตะกอนที่เกิดขึ้นจึงมีลักษณะการเกาะกลุ่มกันเป็นเจลเนื่องจากพันธะไฮโดรเจน เมื่อกำจัดน้ำส่วนเกินออกด้วยการอบแห้ง ตะกอนที่มีลักษณะเป็นเจลจะถูกดึงเข้าหากันเนื่องจากแรงแคปิลลารี (capillary force) ทำให้เกิดการเกาะกันระหว่างตะกอน เกิดเป็นสะพานของเหลวขึ้น (liquid bridge) ซึ่งระยะห่างวิกฤตระหว่างสองอนุภาคที่เกิดเป็นสะพานของเหลว (r_c) สามารถอธิบายได้โดยสมการที่ (2.3)

$$r_k = \frac{\gamma V}{RT \ln(p/p_0)} \quad (2.3)$$

โดยที่ γ คือแรงตึงผิว V คือปริมาตรโดยโมล R คือค่าคงที่ของก๊าซ และ p/p_0 คืออัตราส่วนความดันไอของของเหลว ซึ่ง p คือความดันไอขณะใดๆ และ p_0 คือความดันไอที่จุดอิ่มตัว ดังนั้นเมื่อแรงตึงผิวของสารละลายมีค่ามาก ส่งผลให้ระยะห่างวิกฤตระหว่างสองอนุภาคที่เกิดขึ้นสะพานของเหลวมากขึ้น ทำให้มีระยะของการดึงเข้าหากันเนื่องจากแรงแคปิลารี และเกิดการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคได้มากขึ้น

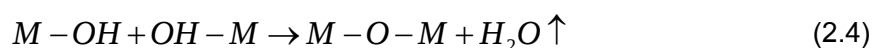
นอกจากนี้เมื่ออบแห้งตะกอนที่เตรียมได้ จะเกิดการตกตะกอนกลับบนบริเวณรอยต่อของตะกอน หรือเรียกว่าบริเวณ neck ทำให้ตะกอนมีการเกาะกลุ่มกันมากขึ้น เห็นได้ชัดจากงานวิจัยของ S. Kwon และคณะ [33] ได้ศึกษาพฤติกรรมของการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคที่มีเฟสเป็นโพลิเมอร์ พบว่าการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคที่เกิดขึ้นระหว่างการอบแห้ง สามารถเกิดขึ้นได้จากการตกผลึกกลับของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเกาะอยู่บริเวณ neck ซึ่งเป็นบริเวณผิวสัมผัสระหว่างอนุภาค แสดงดังรูปที่ 2.6 ส่งผลให้อนุภาคเกาะกันเป็นก้อนแข็ง และมีขนาดใหญ่



รูปที่ 2.6 ภาพจำลองบริเวณ neck [33]

นอกเหนือจากกรณีที่เกิดขึ้นดังกล่าว การเผาแคลไซน์ตะกอนที่เตรียมได้ที่มีลักษณะเกาะกันเนื่องจากแรงแคปิลารีจะเกิดการแพร่ของสารไปยังบริเวณ neck ในช่วงเริ่มต้นของการเผาแคลไซน์ ทำให้อนุภาคที่เตรียมได้ที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีขนาดใหญ่เช่นกัน

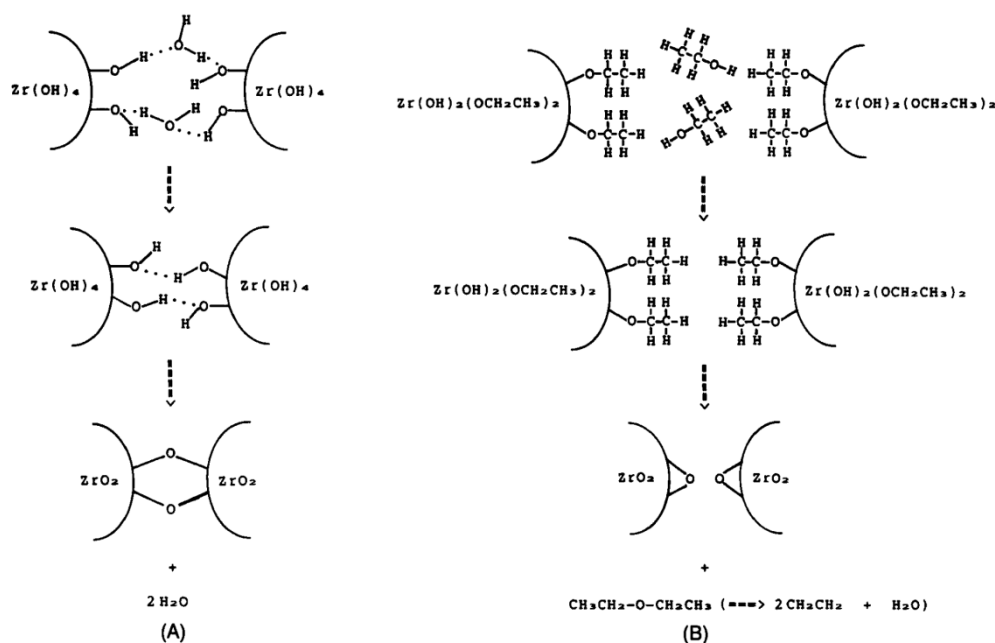
สาเหตุของการเกิดตะกอนที่มีลักษณะเป็นก้อนแข็งเนื่องจากแรงแคปิลารีระหว่างการอบแห้ง ยังมีสาเหตุที่มาจากปฏิกิริยาการควบแน่น ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิล ส่งผลให้เกิดพันธะออกซิเจนระหว่างตะกอน และเกิดการสลายตัวของน้ำ 1 โมเลกุล หรือเรียกว่า solid bridge ดังสมการที่ (2.4)



ดังนั้นการเกิดตะกอนที่มีลักษณะเป็นก้อนแข็ง ส่งผลต่อสมบัติของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ทำให้มีการกระจายขนาดอนุภาคกว้าง และมีขนาดใหญ่ ถึงแม้ว่าผงที่มีการกระจายขนาดอนุภาคกว้าง ช่วยในการไหลตัว และทำให้การอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานมีความหนาแน่นสูง แต่ทำให้เกิดความผิดปกติของการโตของเกรน (abnormal grain growth) เมื่อเผาผืนักขึ้นงาน โดยส่งผลต่อ

สมบัติของการนำไปใช้งานเป็นวัสดุเซรามิก การเกาะกลุ่มกันระหว่างตะกอนที่เกิดขึ้นเนื่องจากการอบแห้ง สามารถเลี่ยงได้โดยการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น เมทานอล [34] เอทานอล [35,36] บิวทานอล [37] อะซีโตน โทลูอิน [35,38] ที่มีแรงดึงดูดต่ำกว่าน้ำมาใช้ในการล้างตะกอนแทนน้ำ ซึ่งจะส่งผลทำให้แรงแคปิลลารีที่เกิดขึ้นระหว่างตะกอนลดลง และเพื่อแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนผิวของตะกอนเป็นรูปแบบอื่นๆ

W. L. Luan และคณะ [37] สังเคราะห์แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) ด้วยวิธีตกตะกอน และใช้บิวทานอลล้างตะกอน BaTiO_3 ส่งผลให้เกิดการแทนที่ของหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวตะกอนเป็นหมู่ $-\text{OC}_4\text{H}_9$ ทำให้ลดการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาค M. S. Kaliszewski และคณะ [36] สังเคราะห์เซอร์โคเนีย (ZrO_2) ด้วยวิธีตกตะกอนและล้างตะกอนเซอร์โคเนียด้วยเอทานอล เพื่อแทนที่หมู่เอทอกซิล (ethoxyl) แทนหมู่ไฮดรอกซิลเดิมบนผิวของตะกอนเซอร์โคเนีย การเกิดขึ้นของหมู่เอทอกซิลบนผิวของตะกอนเซอร์โคเนีย ไม่ส่งผลให้อนุภาคแต่ละตัวเกิดการเกาะกลุ่มกัน เนื่องจากผลของ steric stabilization ขัดขวางไม่ให้อนุภาคแต่ละอนุภาคเข้ามาใกล้กัน และเมื่ออบแห้งให้หมู่เอทอกซิลหลุดออกจากผิวของตะกอนเซอร์โคเนีย หมู่เอทอกซิล 2 หมู่เกิดการฟอร์มตัวเป็นไดเอทิลอีเทอร์ (diethyl ether) และสลายตัวเป็นเอทิลีน (ethylene) 2 โมเลกุล และน้ำ 1 โมเลกุล ระบายออกจากระบบ ส่งผลให้ไม่เกิดพันธะระหว่างตะกอนและไม่เกิดการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคเซอร์โคเนีย แผนภาพการจำลองการแทนที่ของหมู่เอทอกซิลแสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 แผนภาพจำลองการล้างตะกอนเซอร์โคเนียด้วย (a) น้ำ และ (b) เอทานอล [36]

นอกจากนี้ S. L. Dole และคณะ [38] ใช้ตัวทำละลาย อะซีโตน โทลูอิน อะซีโตน ในการล้างตะกอนออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน โดยให้เหตุผลว่าอะซีโตนที่ใช้ล้างตะกอนในครั้งแรก มีผลทำให้เกิดการแทนที่ของหมู่ไฮดรอกซิลที่เกิดจากการล้างตะกอนด้วยน้ำเป็นหมู่เออร์แกนิก และเป็น

ตัวกลางสำหรับการล้างตะกอนด้วยโหลอื่น การล้างด้วยโหลอื่นครั้งต่อมา ทำให้เกิดการกำจัดน้ำส่วนอื่นที่ยังคงเหลืออยู่บนตะกอนจนหมด และเกิดเป็นตัวกลางที่สามารถละลายออกจากผิวของตะกอนได้ง่าย การล้างอะซิโตนครั้งสุดท้าย มีผลให้เกิดการกำจัดพันธะที่เกิดจากโหลอื่นที่เกาะอยู่บนตะกอน และเกิดเป็นตัวกลางที่สามารถทำให้ตะกอนแห้งได้เร็ว

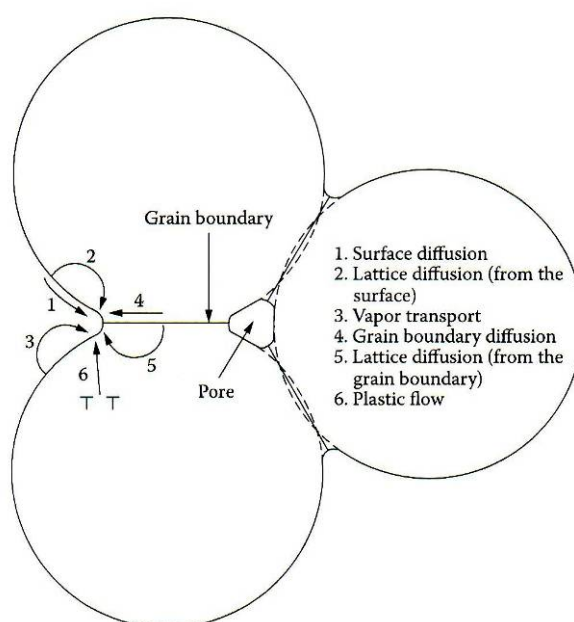
2.3.2 การเผาผนึก

การเผาผนึกคือกระบวนการให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงขึ้น ซึ่งการที่จะทำให้ชิ้นงานเซรามิกเกิดความโปร่งใสขึ้น จะต้องมีความพรุนในโครงสร้างน้อยกว่า 100 ppm[39] ดังนั้นการเผาผนึกจึงมีความสำคัญอย่างมากในกระบวนการผลิตเซรามิกใส

การเผาผนึกทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงขึ้นโดยอาศัยการแพร่ของสสารจากบริเวณที่มีศักย์เคมี (chemical potential) สูงไปยังบริเวณที่มีศักย์เคมีต่ำ ซึ่งกลไกการแพร่ดังกล่าวสามารถเกิดขึ้นได้ 6 แบบได้แก่

1. การแพร่ผ่านพื้นผิว (surface diffusion)
2. การแพร่ผ่านแลตทิซ (lattice diffusion)
3. การเกิดการเคลื่อนที่ของไอ (vapor transport)
4. การแพร่ผ่านขอบเกรน (grain boundary diffusion)
5. การแพร่ผ่านแลตทิซจากขอบเกรน (lattice diffusion from the grain boundary)
6. การแพร่ผ่านแนวบกพร่อง (plastic flow by dislocation)

กลไกการแพร่ทั้ง 6 แบบสามารถแสดงสรุปได้ดังรูปที่ 2.8

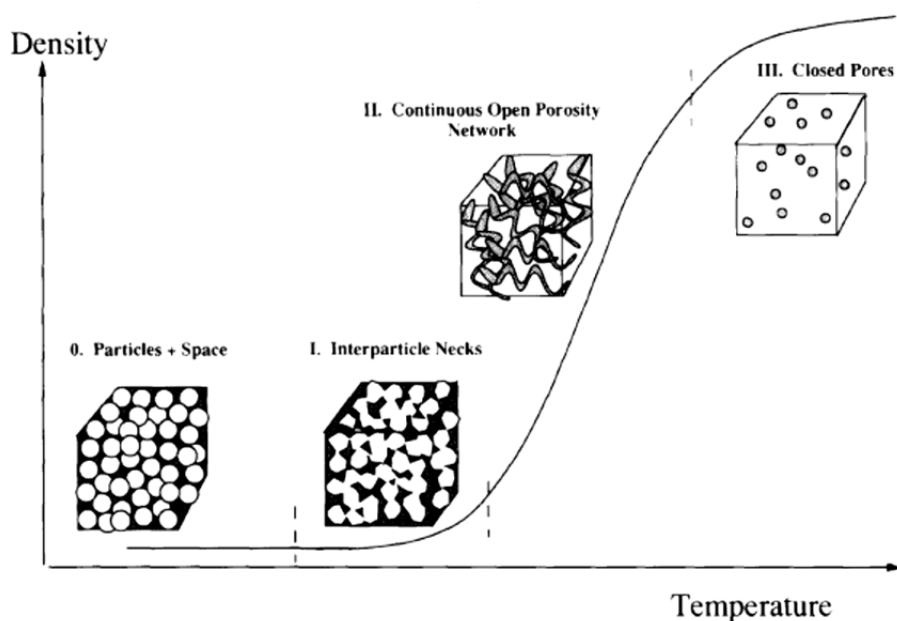


รูปที่ 2.8 กลไกการแพร่ในกระบวนการเผาผนึก[40]

การเผาผนึกสามารถแบ่งออกเป็น 3 ช่วงดังนี้

1. ช่วงแรก (initial stage) ช่วงแรกของการเผาผนึกจะเกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างอนุภาค (neck) ทำให้อนุภาคเริ่มยึดเกาะกัน และมีความหนาแน่นประมาณร้อยละ 65 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี
2. ช่วงกลาง (intermediate stage) ในช่วงนี้จะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อรูพรุนเริ่มอยู่ในสภาวะสมดุล โดยโครงสร้างของรูพรุนมีลักษณะเป็นรูพรุนต่อเนื่อง (continuous pores channels) ไปตามขอบเกรน ความหนาแน่นของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นเมื่อรูพรุนเริ่มหดตัวเล็กลงและกำลังจะกลายเป็นรูพรุนที่แยกออกจากกัน (isolated pores) ช่วงนี้ร้อยละ 65 ถึง 90 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี
3. ช่วงสุดท้าย (final stage) ช่วงนี้จะเริ่มเมื่อรูพรุนต่อเนื่องตามขอบเกรนสลายกลายเป็นรูพรุนที่แยกออกจากกันทำให้เกิดเกรนโต (grain growth) อย่างรวดเร็ว จะเกิดการหดตัวและการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นได้เพียงเล็กน้อย

ลักษณะโครงสร้างของชิ้นงานในแต่ละช่วงของกระบวนการเผาผนึกแสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ระยะต่างๆของการเผาผนึก[41]

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีการศึกษาการเตรียมเซรามิกโดยใช้การเผาผนึกเทคนิคต่างๆ เช่น การเผาผนึกโดยควบคุมบรรยากาศ การเผาผนึกโดยให้แรงดันทิศทางเดียว (uniaxial hot pressing) และการเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing) และการเผาผนึกสปาร์คพลาสมา (spark plasma sintering) เป็นต้น

2.3.2.1 การเผาผนึกโดยควบคุมบรรยากาศ

ในการเตรียมเซรามิกใส บรรยากาศระหว่างการเผาผนึกมีผลอย่างมากต่อความหนาแน่นและโครงสร้างจุลภาคที่เกิดขึ้น เนื่องจากในช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก รูพรุนต่อเนื่องจะสลายกลายเป็นรูพรุนที่แยกออกจากกัน ดังนั้นก๊าซในบรรยากาศระหว่างการเผาผนึกจะถูกกักไว้ภายในรูพรุนปิด และแรงดันของก๊าซภายในรูพรุนปิดจะมีแรงดันเท่ากับบรรยากาศของการเผาผนึก แต่เมื่อการเผาผนึกดำเนินต่อไป รูพรุนจะมีขนาดเล็กลงทำให้แรงดันของก๊าซภายในรูพรุนเพิ่มขึ้น ถ้าก๊าซไม่สามารถละลายในเนื้อวัสดุเซรามิกได้ รูพรุนจะไม่สามารถหดตัวเพิ่มขึ้นได้ถ้าแรงดันของก๊าซเท่ากับแรงผลักดัน (driving force) ที่ได้จากการเผาผนึก ทำให้รูพรุนยังคงค้างอยู่ในโครงสร้าง และชิ้นงานมีความหนาแน่นต่ำเดิม

ดังนั้นการเผาผนึกภายใต้สุญญากาศ (vacuum sintering) จึงเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมเซรามิกใส เนื่องจากสามารถดูดก๊าซต่างๆระหว่างการเผาผนึกออกไป ทำให้ลดปัญหาการตกค้างของก๊าซภายในรูพรุนได้

2.3.2.2 การเผาผนึกโดยให้แรงดันทิศทางเดียว

การเผาผนึกโดยให้แรงดันทิศทางเดียวระหว่างการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกโดยให้แรงดันในทิศทางเดียวกับผงเซรามิกในแม่แบบระหว่างการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง ซึ่งการให้แรงดันระหว่างการเผาผนึกจะช่วยเร่งอัตราการทำให้เกิดความหนาแน่น (densification rate) ทำให้สามารถเผาผนึกให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงและมีขนาดเกรนเล็กที่อุณหภูมิต่ำ อย่างไรก็ตามเตาเผาที่ใช้ในการเผาผนึกโดยให้แรงดันทิศทางเดียวระหว่างการเผาผนึกมีราคาสูง และมีข้อจำกัดในการขึ้นรูปชิ้นงานขนาดใหญ่หรือชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อน

2.3.2.3 การเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทาง

การเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทางจะใช้ก๊าซเช่น อาร์กอน เป็นตัวกลางส่งผ่านแรงดัน ส่วนใหญ่จะทำการขึ้นรูปชิ้นงานดิบก่อน จากนั้นนำชิ้นงานดิบมาทำการเผาผนึกเพื่อให้รูพรุนในชิ้นงานมีลักษณะเป็นรูพรุนปิด แล้วจึงนำชิ้นงานไปทำการเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทางอีกครั้ง ถ้าชิ้นงานยังคงมีรูพรุนเปิด (open pores) อยู่ ชิ้นงานจะไม่สามารถเผาให้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นได้ เนื่องจากก๊าซแรงดันสูงจะเข้าไปในรูพรุน ทำให้รูพรุนไม่สามารถหดเล็กลงได้ ดังนั้นถ้าหากชิ้นงานยังมีรูพรุนเปิดอยู่ อาจทำการหุ้ม (encapsulation) ด้วยกระป๋องโลหะ เช่น โมลิบดีนัม (Mo) แทนทาลัม (Ta) หรือแก้วก่อน แล้วจึงนำไปทำการเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทาง หลังจากเผาผนึกเสร็จจึงกำจัดวัสดุที่หุ้มชิ้นงานออก

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน

3.1.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน

เตรียมสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรดโดยละลายแมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 98.0%, Ajax Finechem) 0.015 โมล และอะลูมิเนียมไนเตรดโนนาไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 98.0%, Qrec) 0.03 โมลลงในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นเติมยูเรีย 0.6 โมลลงในสารละลายเกลือคลอไรด์เพื่อให้อัตราส่วนโมลระหว่าง ยูเรีย ต่อ Mg^{2+} ต่อ Al^{3+} มีค่าเท่ากับ 20 ต่อ 1 ต่อ 2 ให้ความร้อน 85 องศาเซลเซียสแล้วกวนทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นตะกอนที่เกิดขึ้นจะถูกแยกออกจากสารละลายด้วยวิธีปั่นเหวี่ยง (centrifugation) นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำกลั่น 2 รอบ และล้างด้วยเอทานอล 2 รอบ นำตะกอนที่ผ่านการล้างมาอบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 ถึง 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์สมบัติ

3.1.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน

เตรียมสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรดโดยละลายอะลูมิเนียมไนเตรดโนนาไฮเดรต และแมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรตในน้ำกลั่น โดยกำหนดอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมไอออนต่อแมกนีเซียมไอออนเป็น 2 ต่อ 1 ให้ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนและความเข้มข้นของแมกนีเซียมไอออนเป็น 0.15 โมลาร์ และ 0.075 โมลาร์ ตามลำดับ เตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3 , AHC, 98.0%, Ajax Finechem Pty. Ltd., ประเทศออสเตรเลีย) ความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ เป็นตัวทำให้เกิดตะกอน โดยนำแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตไปละลายในน้ำกลั่น กำหนดปริมาตรของสารละลายเกลือไนเตรดต่อสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็น 2 ต่อ 3 ปรับความเป็นกรดเบสของสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็น 10.5 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH , 30.0%, บริษัท Panreac Quimica Sau, ประเทศสเปน) แล้วหยดสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรดลงในสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตรต่อนาที โดยให้ความร้อนแก่สารละลายเป็น 50 องศาเซลเซียส หลังตกตะกอนแยกสารแขวนลอยที่เตรียมได้เป็น 2 ส่วน ส่วนแรกทำการกวนสาร

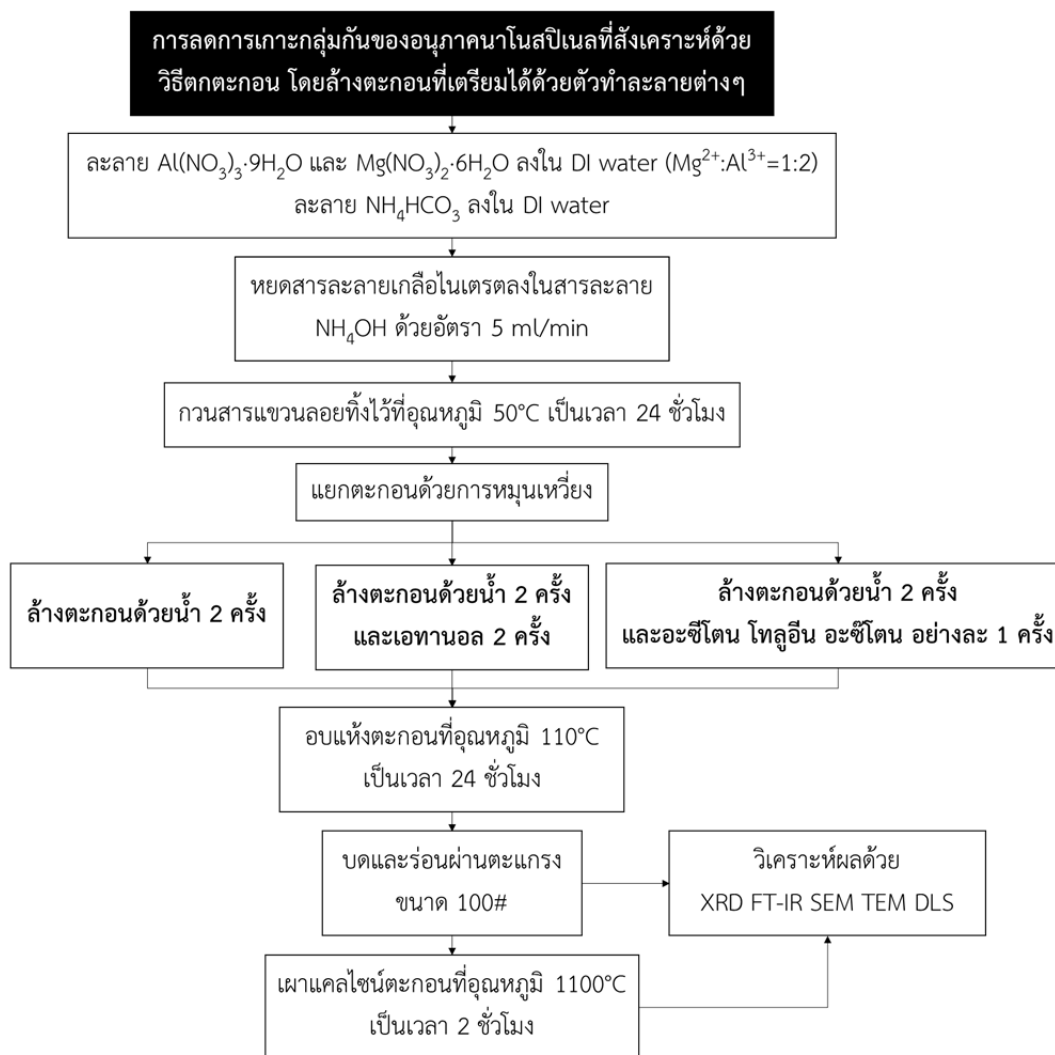
แขวนลอยทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และอีกส่วนหนึ่งทำการกวนสารแขวนลอยทิ้งไว้เป็นเวลา เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นแยกตะกอนจากสารแขวนลอยด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 5500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยน้ำและเอทานอลอย่างละ 2 ครั้ง อบตะกอนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บดตะกอนที่ผ่านการอบแห้งด้วยโกร่งและสากอะลูมินาแล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช นำตะกอนที่เตรียมได้มาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 ถึง 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์สมบัติ

3.2 การศึกษาผลของความเป็นกรดต่างของสารละลายตัวทำให้ตกตะกอนต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

เตรียมสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรต โดยละลายอะลูมิเนียมไนเตรตในน้ำไฮเดรต และแมกนีเซียมไนเตรตหกซึ่ไฮเดรตในน้ำกลั่น โดยให้ความเข้มข้นของแมกนีเซียมไอออนและความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนเป็น 0.075 โมลาร์ และ 0.15 โมลาร์ตามลำดับ เตรียมสารละลายที่ใช้ตกตะกอนโดยละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์บอเนตในน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ โดยมีความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นประมาณ 7.7 ที่ 50 องศาเซลเซียส และปรับความเป็นกรด-เบสด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH₄OH, 28%, บริษัท Panreac Quimica Sau, ประเทศสเปน) จนได้ความเป็นกรด-เบสที่ 8 9 10 และ 10.8 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส สำหรับสารละลายที่มีความเป็นกรด-เบส 10.8 จะทำการละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์บอเนตในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์โดยไม่มีการเติมน้ำกลั่น ปริมาตรของสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตต่อสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ใช้เป็น 2 ต่อ 3 ส่วนตามลำดับ วิธีตกตะกอนจะนำสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตหยดลงในสารละลายที่ใช้ตกตะกอน โดยอุ่นสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไว้ที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วหยดสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตลงในสารละลายที่ใช้ตกตะกอนด้วยอัตราเร็ว 10 มิลลิลิตรต่อนาทีจนหมดจะได้สารแขวนลอยของตะกอน ปิดฝาและกวนสารแขวนลอยต่อที่ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารแขวนลอยของตะกอนที่ได้ไปทำแยกตะกอนด้วยวิธีการกรอง (กระดาษกรองเบอร์ 1, บริษัท Whatman, ประเทศอังกฤษ) โดยล้างตะกอนด้วยน้ำ 2 ครั้ง และเอทานอล (Ethanol, C₂H₅OH, 95%, บริษัท Unilab, ประเทศฟิลิปปินส์) อีก 2 ครั้ง นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนมาบดให้ละเอียดด้วยโกร่งอะลูมินาและมาร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 150 เมช (106 ไมครอน) จะได้ผงตะกอนสีขาว นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสจากความร้อนของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

3.3 การศึกษาผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

เตรียมสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ในน้ำกลั่น โดยกำหนดอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ต่อแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เป็น 2 ต่อ 1 ใช้ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และความเข้มข้นของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เป็น 0.15 โมลาร์ และ 0.075 โมลาร์ ตามลำดับ เตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนต ความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ เป็นตัวทำละลายตะกอน โดยนำแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตไปละลายในน้ำกลั่น กำหนดปริมาตรของสารละลายเกลือไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็น 2 ต่อ 3 ปรับความเป็นกรดเบสของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็น 10.5 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ หยดสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตรต่อนาที โดยให้ความร้อนแก่สารละลายเป็น 50 องศาเซลเซียส หลังตกตะกอนกวานสารแขวนลอยทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นแยกตะกอนจากสารแขวนลอยด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 5500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยน้ำ 2 ครั้ง จากนั้นนำตะกอนที่ได้มาทำการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ได้แก่ เอทานอล (C_2H_5OH , 100%, บริษัท Merck, ประเทศเยอรมัน) อะซีโตน (CH_3COCH_3 , 99.5%, บริษัท Labscan Ltd., ประเทศไทย) และโทลูอีน ($C_6H_5CH_3$, 99.5%, บริษัท Labscan Ltd., ประเทศไทย) โดยการล้างด้วยเอทานอล จะทำการล้างตะกอนที่ผ่านการล้างน้ำแล้วด้วยเอทานอลจำนวน 2 ครั้ง และสำหรับการล้างด้วยอะซีโตนกับโทลูอีน (ATA) จะทำการล้างตะกอนที่ผ่านการล้างน้ำแล้วด้วยอะซีโตน 1 ครั้ง แล้วนำไปล้างด้วยโทลูอีน 1 ครั้ง และกลับไปล้างด้วยอะซีโตนอีก 1 ครั้ง เป็นครั้งสุดท้าย อบแห้งตะกอนที่ล้างด้วยตัวทำละลายต่างๆที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง บดตะกอนที่ผ่านการอบแห้งด้วยโกร่งและสากอะลูมินาแล้วนำมาบดผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช นำตะกอนที่เตรียมได้มาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีดังกล่าวสรุปดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอนโดยล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยตัวทำละลายต่างๆ

3.4 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

3.4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค x-ray diffraction

วิเคราะห์เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD, รุ่น Bruker AXS Model D8 Discover, บริษัท Bruker, ประเทศเยอรมัน) โดยใช้รังสีทดสอบจากกำเนิดแสงเอ็กซ์เรย์ของ Cu K α ที่มีความยาวคลื่น 0.15406 นาโนเมตร ที่ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแสไฟฟ้า 25 มิลลิแอมแปร์ ที่อัตราเร็วเชิงมุม 2 องศาต่อนาที กำหนดช่วงวิเคราะห์ผลของมุม (2-theta) 10 ถึง 80 องศา โดยผลที่ได้จะเป็นปริมาณสัญญาณที่วัดได้ที่มุมต่างๆที่เกิดจากการสะท้อนและเกิดการแทรกสอดกันของคลื่นระหว่างระนาบทั้งสอง โดยสามารถอธิบายมุมที่จะเกิดได้จากสมการที่ (3.1)

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

โดยที่ d_{hkl} คือ ระยะห่างของอะตอมระหว่างระนาบขนานที่ติดกัน (d-spacing, นาโนเมตร)
 θ คือ มุมรีตต้า
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์เรย์ (Cu K α = 0.15406 นาโนเมตร)

นำผลผลการวิเคราะห์ของข้อมูลไปเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดย joint committee on powder diffraction standards (JCPDS) เพื่อยืนยันโครงสร้างของผลึก และคำนวณหาขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

3.4.1.1 การคำนวณขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

จากผลวิเคราะห์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ 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) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่มีพีคของรังสีเอกซ์เรย์สูงสุด โดยการคำนวณจะนำสมการที่ (3.1) และ (3.2) มารวมกันจะได้ สมการที่ (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

3.4.1.2 การคำนวณความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ในการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนนั้น การใช้ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อทั้งขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม ซึ่งทั้งสองปัจจัยนี้ส่งผลต่อโครงสร้างและความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ การคำนวณหาความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณหาได้จากน้ำหนักอะตอมใน 1 ยูนิตเซลล์ต่อปริมาตรใน 1 ยูนิตเซลล์ โดยโครงสร้างทางทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นจะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมเท่ากับ 1 ซึ่งใน 1 ยูนิตเซลล์จะประกอบไปด้วย 8 อะตอมของแมกนีเซียม 16 อะตอมของอะลูมิเนียมและ 32 อะตอมของออกซิเจน 8MgAl₂O₄ สำหรับปริมาณอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างนั้นจะมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างสปิเนล ซึ่งเป็นรูปแบบเดียวกันกับโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาซึ่งมีสูตรโมเลกุลเป็น Al_{8/3}O₄ ซึ่งจะมีสัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อออกซิเจนเท่ากับโครงสร้างของอะลูมินา ในการจัดเรียงตัวของแกมมาอะลูมินานั้นจะมีการจัดเรียงตัวแบบ Fd3m [42-45] และสามารถเขียนสูตรโครงสร้างได้เป็น Al_{8/3}O₄ โดยการจัดเรียงตัวแบบ Fd3m นั้นออกซิเจนอะตอมจะมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างลูกบาศก์แบบเฟซเซ็นเตอร์ โดยที่จะมี 1 อะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างเตตระฮีดรอล และมี 5/3 อะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างออกตะฮีดรอล หากนำ 1 โมลของอะลูมินามาจัดเรียงโครงสร้างให้เป็นแกมมาอะลูมินาแล้วนั้นจะสามารถจัดเรียงตัวได้เป็น 0.75 โมลของแกมมาอะลูมินา (Al₂O₃ ↔ 0.75 Al_{8/3}O₄) ยกตัวอย่างเช่น แมกนีเซียม

อะลูมิเนียมสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่ n เท่ากับ 5 จะประกอบไปด้วยโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล 1 โมล และจะมีปริมาณอะลูมินาส่วนเกินอยู่ 4 โมล (หรือเท่ากับ $n-1$ โมล) ซึ่งปริมาณของอะลูมินา 4 โมลนั้นจะสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างแกมมาอะลูมินาได้ 3 โมล (หรือเท่ากับ $3(n-1)/4$ โมล) ดังนั้นจะมีจำนวนโมลของโครงสร้างสปีเนลที่เกิดขึ้นทั้งหมดเท่ากับโมลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล (1) รวมกับโมลของแกมมาอะลูมินา ($3(n-1)/4$) ซึ่งเท่ากับ 4 โมลและสามารถจัดเป็นโครงสร้างได้ทั้งหมด 4 ยูนิตเซลล์ (หรือเท่ากับ $(3n+1)/4$ ยูนิตเซลล์) นั้นเอง ซึ่งสามารถสรุปการคำนวณหาความหนาแน่นได้จากมวลรวมระหว่างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลกับมวลของแกมมาอะลูมินา เทียบกับปริมาตรรวมของโครงสร้างของสปีเนลที่เกิดขึ้นดังสมการที่ (3.4)

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

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

สำหรับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลใน 1 ยูนิตเซลล์นั้นประกอบด้วย $8 \times \text{MgAl}_2\text{O}_4$ อะตอมซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 1138.12 : ซึ่งเป็นน้ำหนักสัมพัทธ์เปรียบเทียบกับ 1/12 ของน้ำหนักอะตอมคาร์บอน โดยมีค่าประมาณ 1.6726×10^{-27} กิโลกรัม ทำให้สามารถคำนวณหาน้ำหนักของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลใน 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

3.4.1.3 การคำนวณหาขนาดของอนุภาคผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ นอกจากจะสามารถหาค่าประกอบเฟสและขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์แล้ว ยังสามารถคำนวณหาขนาดของอนุภาคได้จากสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5)[46] ซึ่งขนาดของอนุภาคที่ทำการวัดและคำนวณควรมีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร เพื่อลดความคลาดเคลื่อนจากการวัดของค่า β

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

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

3.4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR, Thermo Nicolet 6700 FT-IR, บริษัท Thermo Fisher Scientific, ประเทศไทย) ใช้โหมดการวิเคราะห์แบบ attenuated total reflection (ATR) ใช้ผลึกเพชร (diamond crystal) เป็นตัวกลางในการหักเหแสงอินฟราเรดที่มีมุมตกกระทบ 45 องศา และใช้ช่วงวิเคราะห์ 4000 ถึง 400 เซนติเมตร⁻¹

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

เนื่องจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีความเสถียร ยากต่อการเตรียมสารละลาย จึงได้นำตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆที่ก่อนทำการเผาแคลไซน์มาทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมด้วยเครื่อง ICP-OES (รุ่น Optima 7000 DV, บริษัท Perkin Elmer, ประเทศไทย) แทนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES นั้นจำเป็นต้องเตรียมตัวอย่างการวิเคราะห์ในรูปของสารละลาย ซึ่งเตรียมจากนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการละลายด้วยกรดไนตริก (HNO₃) และนำมาทำการเจือจางก่อนทำการวิเคราะห์ต่อไป

3.4.4 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง simultaneous thermal analyzer (STA)

โครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นประกอบไปด้วยไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) และแอมโมเนียมไอออน (NH_4^+) ซึ่งไอออนเหล่านี้จะเกิดการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อน ปริมาณของเฟสในแต่ละเฟสของตะกอนส่งผลต่อมวลสารที่หายไปหลังการเผาแคลไซน์ การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA (รุ่น STA490C, บริษัท netzsch, ประเทศเยอรมัน) จะทำให้ทราบถึงน้ำหนักที่เกิดการสลายตัวของตะกอนในแต่ละอุณหภูมิได้ นอกจากนี้ยังทราบถึงการดูดคายพลังงานในแต่ละช่วงการเผาแคลไซน์ได้อีกด้วย

เนื่องจากตะกอนมีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวมากและผิวของตะกอนมีความเป็นประจุ จึงไวต่อการดูดซับความชื้นเป็นอย่างมาก จึงจำเป็นต้องนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาเก็บในตู้ดูดความชื้น 48 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำที่ถูกดูดซับที่ผิวถูกกำจัดออกก่อนการทดสอบ การทดสอบจะใช้ตะกอนประมาณ 30 มิลลิกรัมใส่ลงในถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) ทำการเผาตั้งแต่อุณหภูมิห้องไปจนถึง 1100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที อัตราการไหลเวียนอากาศ 20 มิลลิลิตรต่อนาที จะได้ข้อมูลความเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและการดูดคายพลังงานทางความร้อนของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการเผา

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

ในการศึกษาสัณฐานวิทยาของผงที่สังเคราะห์ได้จากวิธีตกตะกอนด้วยกล้อง FE-SEM นั้นจะศึกษาบนแผ่นรองที่เป็นกระจก โดยเตรียมจากการนำกระจกปิดสไลด์ (glass slide) มาทำการตัดให้มีขนาดประมาณ 5x5 มิลลิเมตร นำแผ่นกระจกที่ตัดได้ไปล้างและทำความสะอาดด้วยอะซิโตน เพื่อกำจัดคราบไขมัน นำแผ่นกระจกไปอบแห้งที่ 110 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำผงตัวอย่างที่จะศึกษามาทำการกระจายตัวลงในเอทานอล โดยใช้ผงประมาณ 0.02 กรัมต่อเอทานอล 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารดังกล่าวไปทำการอัลตราโซนิก (ultrasonic) เป็นเวลา 15 นาที จะได้เป็นสารแขวนลอยของผงและนำไปหยดลงบนแผ่นกระจกที่ทำการเตรียมไว้ รอจนผิวกระจกแห้ง เก็บแผ่นกระจกไว้ในตู้ดูดความชื้น อย่างน้อย 1 คืนก่อนทำการวิเคราะห์ นำชิ้นกระจกติดบนฐานรองด้วยเทปคาร์บอนและก่อนนำไปเคลือบผิวด้วยแพลททินัมด้วยเครื่อง 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

3.4.5.1 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

3.4.6 ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmittance electron microscope (TEM)

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

3.5 การขึ้นรูปและการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ทำการขึ้นรูปผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เพื่อศึกษาความสามารถในการเผาผนึกของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้รวมถึงศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่นของชิ้นงาน การหดตัวของชิ้นงาน ปริมาณรูพรุนเปิด ขนาดเกรนและความแข็งแรงของชิ้นงานที่ได้หลังจากการเผาผนึก การขึ้นรูปจะเริ่มจากนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เก็บควบคุมในตู้ดูดความชื้น มาทำการอัดขึ้นรูปโดยให้แรงดันในทิศทางเดียว ใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 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

3.6 การเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing)

นำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาผนึกจนมีรูพรุนเปิดใกล้เคียงศูนย์มาทำการอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง โดยนำชิ้นงานใส่ในถ้วยอะลูมินา แล้วนำใส่เตาอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง ทำการดูดอากาศออกให้บรรยากาศภายในเตาเป็นสุญญากาศ จากนั้นอัดแก๊สอาร์กอนเข้าไปในเตาจนมีความดันเท่ากับ 60 เมกะพาสคัล จากนั้นเริ่มให้ความร้อนไปที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 5 องศาต่อนาที เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นถึง 1500 องศาเซลเซียส ความดันภายในเตาจะเพิ่มขึ้นเป็น 200 เมกะพาสคัล เนื่องจากการขยายตัวของแก๊สอาร์กอน ยืนอุณหภูมิไว้ที่ 1500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงให้เตาเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วนำชิ้นงานออก

3.7 การวิเคราะห์สมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

3.7.1 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกก่อนเผาผนึก

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)

3.7.2 ทดสอบการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกหลังการเผาผนึก

หลังการเผาผนึก ชิ้นงานจะเกิดการหดตัวซึ่งเป็นผลจากการแพร่ ทำให้รูพรุนของชิ้นงานลดลง ชิ้นงานที่ได้มีความหนาแน่นมากขึ้น โดยสามารถหาการหดตัวของชิ้นงานได้จากสมการที่ (3.7)

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

โดยที่	% Shrinkage	คือ การหดตัวของชิ้นงานแบบเชิงเส้น (%)
	d_o	คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบก่อนเผา (มิลลิเมตร)
	d_s	คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบหลังเผา (มิลลิเมตร)

3.7.3 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ วิธีอะคิมิดีส (Archimedes's method)

การหาความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อบอกถึงความสามารถในการเผา (sinterability) ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยจะอาศัยการแทนที่น้ำซึ่งเรียกว่า “วิธีอะคิมิดีส” การเตรียมชิ้นงานที่ใช้ทดสอบการแทนที่น้ำเริ่มจากนำชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ แชลงในน้ำกลั่น นำภาชนะที่ใส่ชิ้นงานที่ท่วมน้ำไปใส่ในตู้ดูดอากาศ (vacuum oven, MODEL282A, บริษัท Fisher Scientific, ประเทศสหรัฐอเมริกา) ดูดอากาศจนเหลือความดันเกจที่ -27 นิ้วปรอท ประมาณ -0.902 บรรยากาศ (atm) และคงที่ความดันดังกล่าวไว้ 24 ชั่วโมง เพื่อไล่อากาศในรูพรุนเปิดและให้น้ำเข้าไปแทนที่ได้สมบูรณ์ นำชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำไปชั่งน้ำหนักในอากาศ 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 น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักในอากาศ (กรัม)
	W_{sus}	คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักแบบแขวนในน้ำ (กรัม)
	ρ_w	คือ ความหนาแน่นของน้ำที่ใช้ทดสอบ โดยเท่ากับ 0.9965 g/cm^3 ที่ 1 บรรยากาศ 25 องศาเซลเซียส

3.7.4 ทดสอบหาความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ความพรุนตัวของชิ้นงานเป็นสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานที่แปรผันกับความหนาแน่น อีกทั้งยังสัมพันธ์กับสมบัติการเผาไหม้ได้อีกด้วย ซึ่งปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกนั้นสามารถบอกถึงช่วงของการเผาไหม้ของชิ้นงานเซรามิก โดยการหาความพรุนตัวของชิ้นงานนั้นสามารถนำค่าที่ได้จากการวัดของวิธีอะคิมิดีส มาใช้คำนวณได้ดังสมการที่ (3.9)

$$porosity = \frac{W_{wet} - W_{dry}}{W_{wet} - W_{sus}} \times 100 \quad (3.9)$$

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

3.7.5 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)

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

โดยที่	Hv	คือ ค่าความแข็งของวัสดุด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Hv)
	F	คือ แรงที่ใช้ในการกด (Kgf)
	d	คือ เส้นทแยงมุมของฐานพีระมิด (มิลลิเมตร)

และยังสามารถนำผลการทดสอบด้วยวิธีการกดแบบวิกเกอร์สมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุได้ดังสมการที่ (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 นั้นคำนวณหาได้จากความแข็งของวิธีวิกเกอร์ส H_v โดยที่มีความสัมพันธ์เชิงมิติกับกิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร โดยสามารถหาแรงกระทำจากน้ำหนักที่ใช้กดด้วยค่าสนามโน้มถ่วงและได้เป็นค่าความแข็งต่อหน่วยพื้นที่ H_a ซึ่งดังสมการที่ (3.12)

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

เมื่อได้ค่าความแข็งต่อหน่วยพื้นที่ H_a ก็สามารถนำมาทำการคำนวณหาความเหนียวของวัสดุได้ โดยใช้ค่ามอดูลัสของยังก์ E ในการคำนวณเท่ากับ 259 จิกะพาสคัล

3.7.6 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกด้วยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน

สำหรับการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกที่ขึ้นรูปด้วยผงขนาดระดับนาโนเมตรนั้น จำเป็นต้องใช้กล้องที่มีกำลังขยายสูง โดยทั่วไปจะทำการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนด้วยกำลังขยายที่สูงของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนทำให้ระยะโฟกัสของกล้องจะอยู่ในช่วงระยะที่เล็กกว่าระดับไมครอน (sub micron) ทำให้หลังการขึ้นรูปจึงจำเป็นต้องทำการปรับผิวให้เรียบก่อนทำการศึกษา ทำให้หลังการปรับผิวให้เรียบ บริเวณรอยต่อระหว่างเกรนของชิ้นงานเซรามิกก็จะหายไป จึงจำเป็นต้องทำการกัด (etching) เพื่อให้เห็นเป็นร่องขอบเกรนได้ชัดเจนยิ่งขึ้นโดยทั่วไปการกัด เพื่อทำให้เห็นขอบเกรนสามารถทำได้ 2 วิธี โดยอาจใช้สารเคมีในการกัด (chemical etching) หรืออาจเรียกว่าการกัดแบบเปียก (wet etching) ซึ่งจะใช้สารที่สามารถละลายกับพื้นผิววัสดุเป็นตัวกัด โดยบริเวณที่ผิวของเกรนจะมีความเสถียรและทนต่อปฏิกิริยาเคมีสูงกว่าบริเวณขอบเกรน ทำให้หลังการกัดผิวบริเวณขอบเกรนถูกละลายออกไปบางส่วน อีกวิธีนิยมอย่างมากในทางเซรามิกคือการกัดด้วยความร้อน (thermal etching) โดยวิธีนี้จะอาศัยหลักของพลังงานพื้นผิวเกิดเป็นมุมสัมผัสจากสมดุลของพลังงานระหว่างขอบเกรนและอากาศ ซึ่งบริเวณขอบเกรนมีความเสถียรทางโครงสร้างที่ต่ำกว่าบริเวณเนื้อเกรนทำให้เกิดการแพร่ของขอบเกรนสูงกว่า และเกิดการยุบตัวลงของขอบเกรน

ขั้นตอนการปรับผิวให้เรียบนั้นจะอาศัยการขัดโดยจะทำการขัดหยาบด้วยจานขัดเพชร เบอร์ 80 220 400 800 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อให้ผิวชิ้นงานมีความเรียบ จากนั้นจึงทำการขัดละเอียดด้วยผงเพชรบนผ้ากำมะหยี่ที่ขนาด 6 3 และ 1 ไมครอน จนผิวที่ได้มีความมันวาว จากนั้นจึงนำชิ้นงานที่ผ่านการขัดไปทำการกัดเพื่อทำให้เห็นขอบเกรนของวัสดุได้ชัดเจน เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นมีความทนต่อปฏิกิริยาเคมีสูง จึงนิยมนำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มาทำการกัดด้วยความร้อน

โดยอุณหภูมิที่เลือกใช้ในการกัดจะเลือกอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิเผาผนึกของชิ้นงาน 100 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิไว้ 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

3.7.6.1 การหาขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก

การวัดขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก เนื่องจากการปรับพื้นผิวด้วยการขัด ทำให้ภาพที่ทำการศึกษาคือเป็นเพียงการศึกษาจากกระนาบสองมิติ (planimetric) โดยภาพที่เห็นไม่สามารถแทนถึงขนาดเกรนที่แท้จริงได้เนื่องจากการตัดของแผ่นระนาบที่เป็นการสุ่ม ซึ่งอาจตัดผ่านศูนย์กลางเกรนที่ทำให้ขนาดในภาพถ่ายใหญ่ หรืออาจตัดโดนเพียงขอบนอกของเกรนซึ่งทำให้ขนาดในภาพถ่ายเล็ก เพื่อให้การหาค่าได้ค่าใกล้เคียงขนาดจริงมากที่สุด M.Mendelson [47] จึงได้กำหนดรูปแบบเป็นแบบจำลองทางรูปทรงเรขาคณิต โดยให้เกรนมีขนาดเท่าๆกันเป็นรูปทรงแปดหน้าปลายตัด (tetrakaidecahedral) ซึ่งเป็นรูปทรงที่มีความกลมและสามารถจัดเรียงกันได้โดยไม่มีช่องว่าง ซึ่งวิธีการดังกล่าวเรียกว่าการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้น (linear intercept method) และมาคำนวณและทดลองจนได้สมการที่ (3.13)

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

โดยที่	$\overline{D}_{avg}$	คือ ขนาดเฉลี่ยของเกรน (ไมครอน)
	L_{line}, L_{pore}	คือ ระยะของเส้นที่กำหนดและระยะของเส้นในช่วงผ่านรูพรุน (ไมครอน)
	N_i	คือ จำนวนจุดที่ตัดผ่านเกรน

บทที่ 4

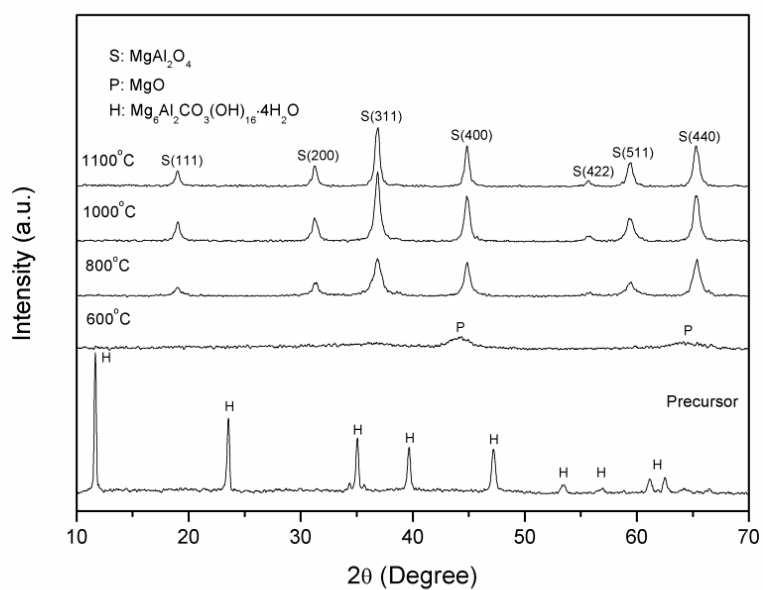
ผลการทดลอง

4.1 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

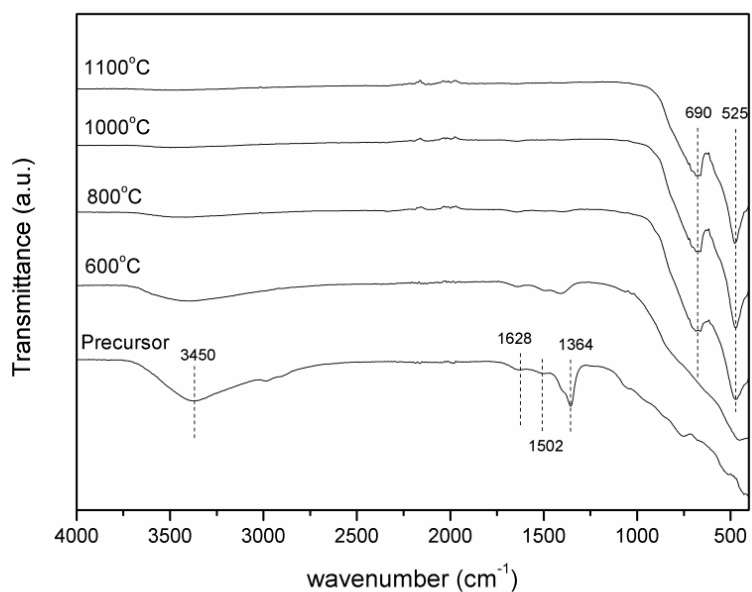
4.1.1 การวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

ผลวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 ถึง 1100 องศาเซลเซียสแสดงดังรูปที่ 4.1 ตะกอนที่เตรียมได้พบเฟสไฮโดรทัลไซต์ (Hydrotalcite, $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_{16}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$; JCPDS card no. 89-0460) เพียงเฟสเดียว เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงพบว่าเฟสไฮโดรทัลไซต์เกิดการสลายตัวกลายเป็นเพอริเคลส (Periclase, MgO ; JCPDS card no. 45-0946) และเฟสอสังฐาน เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เพอริเคลสจะทำปฏิกิริยากับเฟสอสังฐานเกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (MgAl_2O_4 ; JCPDS card no. 21-1152) เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นความสูงของพีคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์แสดงถึงความเป็นผลึกที่มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.2 ตะกอนมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องมาจากการสั่นของพันธะ O-H ที่ 3450 cm^{-1} และมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องมาจากการสั่นของโมเลกุลน้ำที่ 1628 cm^{-1} [48] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1502 cm^{-1} และ 1364 cm^{-1} แสดงการดูดกลืนเนื่องมาจากการสั่นของพันธะ CO_3^{2-} [49] ซึ่งการดูดกลืนแสงเนื่องจาก O-H H_2O และ CO_3^{2-} สอดคล้องกับโครงสร้างทางเคมีของเฟสไฮโดรทัลไซต์ เมื่อนำตะกอนมาเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส การดูดกลืนแสงของพันธะ O-H H_2O และ CO_3^{2-} ลดลงเนื่องจากเกิดการสลายตัวทางความร้อน เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ไม่พบการดูดกลืนแสงของพันธะ O-H H_2O และ CO_3^{2-} แสดงว่าเกิดการสลายตัวของ O-H H_2O และ CO_3^{2-} ออกจากโครงสร้างอย่างสมบูรณ์ และพบการดูดกลืนแสงของพันธะ AlO_6 ที่ 690 cm^{-1} และ 525 cm^{-1} ซึ่งเป็นโครงสร้างหลักของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ยืนยันถึงการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์[48]



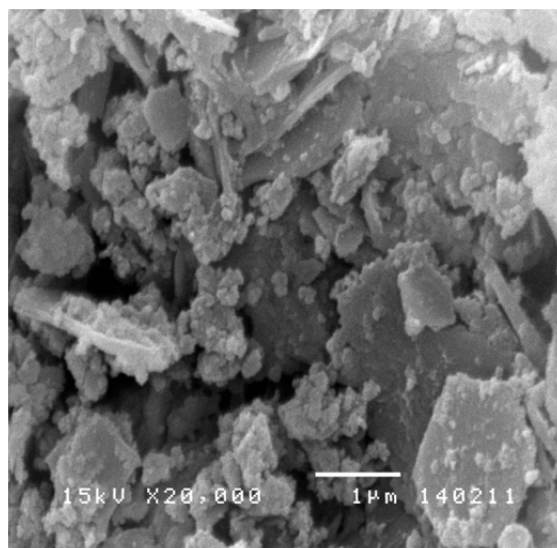
รูปที่ 4.1 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD



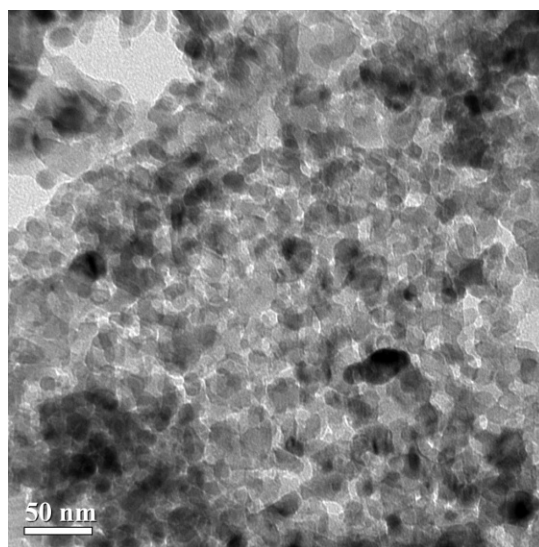
รูปที่ 4.2 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนเมื่อเผาแคลไซน์อุณหภูมิ 600 ถึง 1100 องศาเซลเซียสที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR

4.1.2 การศึกษาลักษณะรูปร่างของตะกอนที่เตรียมได้ และอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้อัลยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

ตะกอนที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นแผ่น ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสไฮโดรทัลไซต์ โดยมีขนาดอยู่ในช่วง 1-10 ไมครอนดังรูปที่ 4.3 เมื่อทำการเผาตะกอนที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เฟส Hydrotalcite เกิดการสลายตัวจากลักษณะที่เป็นแผ่นกลายเป็นอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดประมาณ 10 ถึง 30 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้อัลยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน



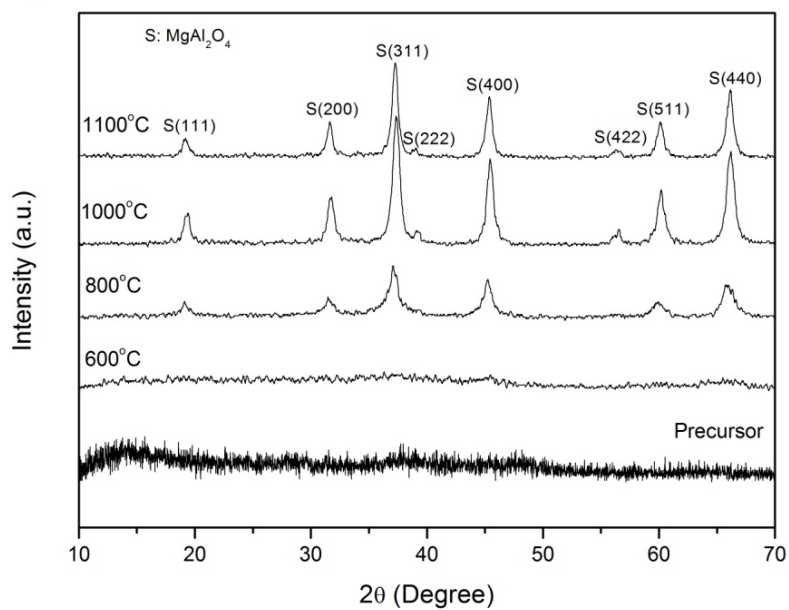
รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้อัลยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน

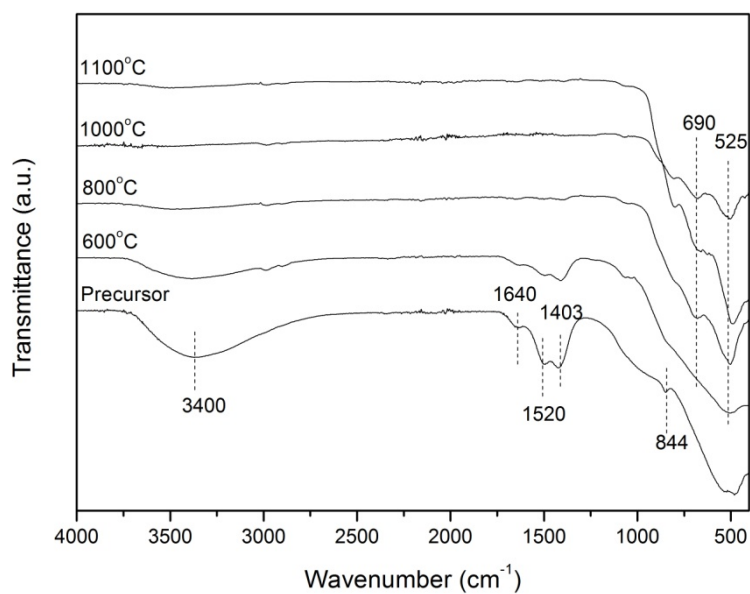
4.2.1 การวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน

เมื่อนำตะกอนที่ได้ไปอบแห้ง พบว่าตะกอนมีการเกาะตัวกันแต่สามารถบดได้ง่าย จากรูปที่ 4.5 แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ถูกนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเทคนิค XRD ตะกอนที่ได้หลังจากการอบมีพีคกว้าง แสดงถึงความเป็นผลึกต่ำ โดยไม่สามารถระบุเฟสที่เกิดขึ้นได้ เมื่อนำไปเผาที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นโครงสร้าง อสัณฐาน เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โครงสร้างอสัณฐานเกิดปฏิกิริยากลายเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (S): MgAl_2O_4 (JCPDS Card No.21-1152) จะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีความเป็นผลึกมากขึ้น สังเกตได้จากฐานของพีคมีความแคบลง

จากรูปที่ 4.6 แสดงผลการดูดกลืนแสงอินฟราเรดโดยเทคนิค FT-IR ของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ถูกนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าตะกอนที่ได้มีพีคจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ O-H แบบ Stretching และ bending ที่ 3400 cm^{-1} และ 1630 cm^{-1} ตามลำดับ และพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจาก CO_3^{2-} แบบ ν_3 asymmetric และ symmetric stretching ที่ 1520 cm^{-1} และ 1403 cm^{-1} ตามลำดับ และ ν_2 deformation mode ที่ 844 cm^{-1} [50] ซึ่งหมายความว่าตะกอนที่ได้หลังการตกตะกอน มีพันธะ O-H และ CO_3^{2-} อยู่ในโครงสร้าง เมื่อทำการเผาสูงขึ้นที่อุณหภูมิ 600 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส พบว่าพีคของพันธะ O-H และ CO_3^{2-} มีพีคขนาดเล็กลงเนื่องจากการสลายตัว และไม่พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ O-H และ CO_3^{2-} เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ Mg-O-Al อยู่ประมาณที่ 525 ถึง 690 cm^{-1} เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์[48]



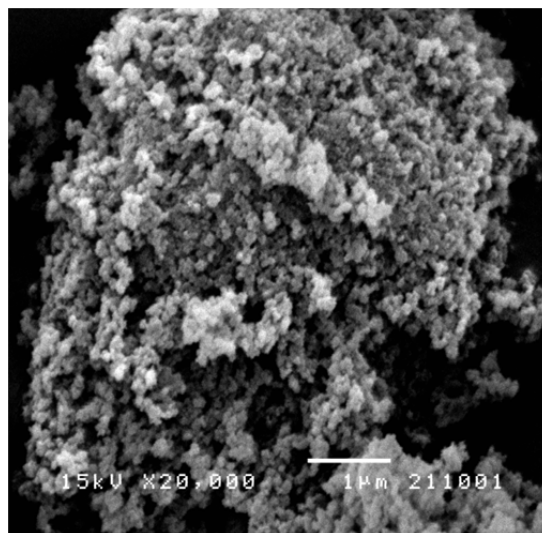
รูปที่ 4.5 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต
เป็นตัวทำให้เกิดตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD



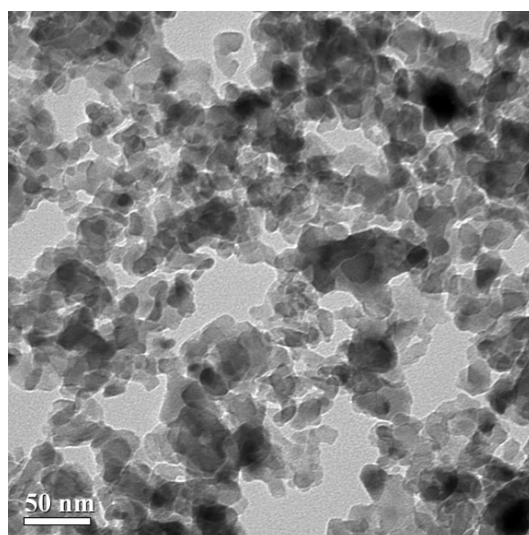
รูปที่ 4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต
เป็นตัวทำให้เกิดตะกอนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR

4.2.2 ลักษณะของตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

รูปที่ 4.7 และ รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมได้และภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าตะกอนที่ได้มีลักษณะเป็นก้อนกลมเท่ากัน โดยขนาดที่ได้มีขนาดเล็กกว่า 200 นาโนเมตร และมีการเกาะกลุ่มกันขึ้น และเมื่อเผาตะกอนที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าผงที่ได้มีลักษณะค่อนข้างกลมและมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10 ถึง 30 นาโนเมตร

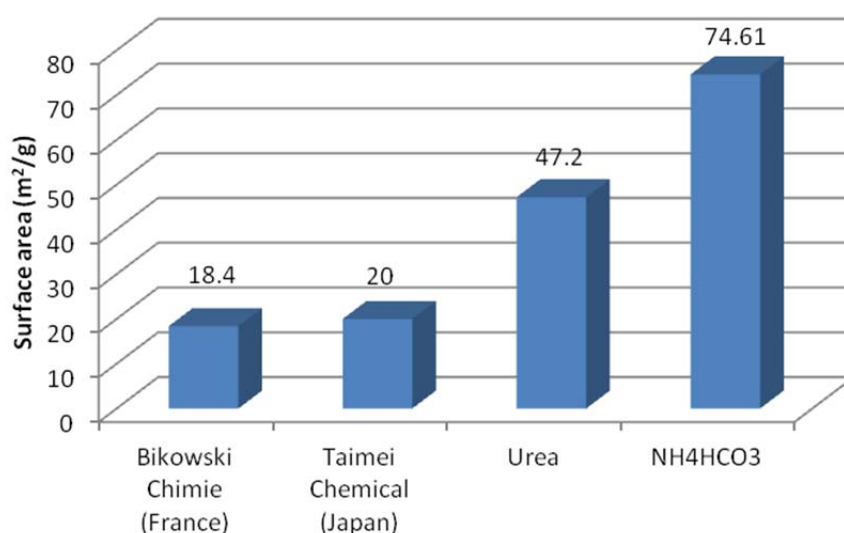


รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน



รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอน มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอน อย่างไรก็ตามผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอนมีพื้นที่ผิวสูงกว่า ซึ่งแสดงถึงการเกาะกลุ่มกันของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่น้อยกว่า นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขายในท้องตลาด ได้แก่ TSP-20 (Taimei Chemical Co., Ltd. ประเทศญี่ปุ่น) และ Baikalox S30CR (Baikowski Chimie ประเทศฝรั่งเศส) ซึ่งงานวิจัยต่าง ๆ นิยมใช้ในการเตรียมชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกใส[9,13,51] พบว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอนมีพื้นที่ผิวสูงกว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขายอยู่ท้องตลาดประมาณ 3 เท่าดังรูปที่ 4.9 ดังนั้นผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอน จึงน่าจะเป็นอนุภาคที่มีลักษณะที่เหมาะสมสำหรับการนำไปผลิตเป็นวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ใสต่อไป



รูปที่ 4.9 พื้นที่ผิวของอนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

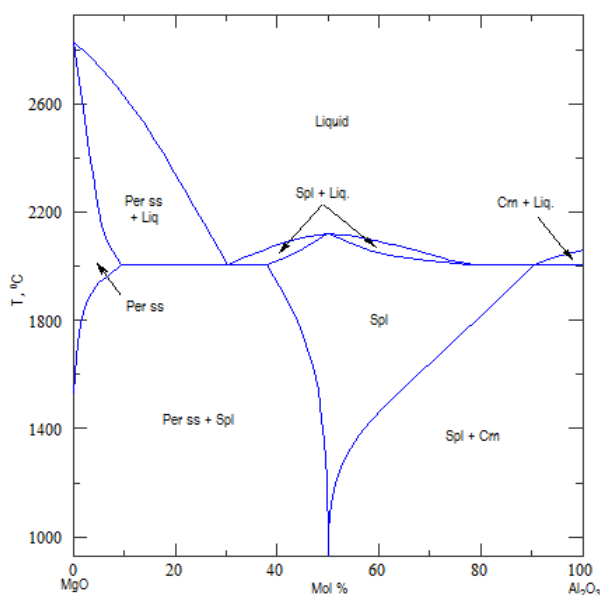
อย่างไรก็ตามเมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยทำให้ตกตะกอนเปรียบเทียบกับผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ TSP-20 และ Baikalox S30CR โดยใช้เทคนิค energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) ซึ่งผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของแมกนีเซียมอะลูมินาที่เตรียมได้

Baikalox S30CR และ TSP-20

MgO·Al ₂ O ₃	mol%	
	MgO	Al ₂ O ₃
Stoichiometry	50.00	50.00
NH ₄ HCO ₃	30.00	70.00
Baikalox S30CR	53.01	46.99
TSP-20	54.40	45.60

เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS พบว่า ถึงแม้ว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอนจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแมกนีเซียมอะลูมินา แต่เมื่อพิจารณาองค์ประกอบทางเคมีจะเห็นได้ว่า ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาที่เตรียมได้มีอัตราส่วนโมลของ MgO:Al₂O₃ อยู่ที่ 30:70 ซึ่งน้อยกว่าอัตราส่วนโมลตามทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมินาที่มีอัตราส่วนโมลเท่ากับ 50:50 แสดงว่าอนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาที่เตรียมได้มีปริมาณ Al₂O₃ มากกว่าปริมาณ Al₂O₃ ตามทฤษฎี ซึ่ง Al₂O₃ ส่วนเกินสามารถแทรกอยู่ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมินาเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (solid solution) ได้ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 เฟสไดอะแกรมของระบบ MgO-Al₂O₃ [52]

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าปริมาณ Al₂O₃ ที่มากเกินไปจะทำให้ความสามารถในการเผาผลาญ (sinterability) ลดลง[53,54] นอกจากนี้ปริมาณ Al₂O₃ ส่วนเกินอาจเกิดการแยกชั้นออกมาระหว่างการ

เป็นตัวของชิ้นงานหลังเผา ทำให้เกิดการกระเจิงของแสงเกิดขึ้นได้[55] เมื่อพิจารณาถึงสภาวะของการเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้เกิดตกตะกอนพบว่า ในระหว่างการตกตะกอน ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจะอยู่ที่ ~ 7.5 ในขณะที่สารประกอบของแมกนีเซียมจะชอบตกตะกอนในสภาวะที่มีความเป็นกรด-เบสสูง[12,56] ดังนั้นผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตที่เตรียมได้จึงมีปริมาณ MgO น้อยกว่าปริมาณ MgO ตามทฤษฎี จะเห็นได้ว่าสภาวะของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนระหว่างขั้นตอนการตกตะกอนจะส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตที่เตรียมได้ ซึ่งจะส่งผลต่อความสามารถในการเผาผลาญของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตที่เตรียมได้ด้วย ดังนั้นจึงทำการศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนระหว่างการตกตะกอนต่อองค์ประกอบทางเคมีและความสามารถในการเผาผลาญของอนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตที่เตรียมได้

4.3 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนต

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การบ่มสารแขวนลอยที่สังเคราะห์ได้ก่อนทำการแยกตะกอนออกจากสารแขวนลอยจะช่วยให้ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้น[56] ซึ่งจะทำให้ศึกษาผลของตะกอนที่เกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น ดังนั้นในการทดลองศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตจึงทำการบ่มสารแขวนลอยที่ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนทำการแยกตะกอนออกจากสารแขวนลอย

4.3.1 องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ

นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อหาปริมาณองค์ประกอบของธาตุ ซึ่งได้ค่าเชิงปริมาณในหน่วยของน้ำหนัก เพื่อให้ง่ายต่อการเปรียบเทียบโดยทั่วไปนิยมเปรียบเทียบกับโครงสร้างของแร่ในธรรมชาติ โดยจะทำการแปลงปริมาณน้ำหนักของธาตุที่ได้ให้อยู่ในหน่วยของโมล ซึ่งโมลของ MgO จะเท่ากับโมลของ Mg และโมลของ Al_2O_3 จะเท่ากับโมลของ 2Al ทำให้สามารถเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย n ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$) โดยทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตจะมีค่า n เท่ากับ 1 ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES และ EDS นั้นพบว่า ตะกอนที่ได้จากการเตรียมด้วยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-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 ขึ้นไปเนื่องจากแมกนีเซียไอออนในสารละลายแมกนีเซียและอะลูมิเนียม

ไนเตรตจะตกตะกอนออกมาได้น้อยที่ความเป็นกรด-เบสต่ำๆ และจะตกอนได้ดีเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายสูงขึ้น [32] ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ ที่ก่อนและหลังการเผาแคลไซน์

ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตะกอน (pH)		อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม Al_2O_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

4.3.1.1 สมดุลของตะกอนและไอออนภายในระบบ

ปริมาณตะกอนที่เกิดสามารถคำนวณได้จากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน (C_s) เทียบกับความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น โดยถ้าสารละลายตั้งต้นมีความเข้มข้นสูงกว่าค่าความสามารถในการละลายของตะกอน สารละลายจะเกิดความอิ่มตัวและตกตะกอนออกมาเป็นของแข็งเพื่อลดความเข้มข้นของระบบ ซึ่งสามารถคำนวณหาค่าความสามารถในการละลายของตะกอนได้จากค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย (solubility product constant, K_{sp}) ซึ่งไอออนที่สามารถเกิดเป็นตะกอนของแข็งด้วยวิธีการตกตะกอนในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นจะประกอบด้วยแมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) อะลูมิเนียมไอออน (Al^{3+}) คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) และไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) โดยไอออนในระบบจะสามารถเกิดปฏิกิริยาดังสมการเคมีในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 สมการเคมีและค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย

สมการของสมดุลระหว่างตะกอน-ไอออนของค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย				
$\text{Al(OH)}^{2+}_{(\text{aq})}$	$\leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + \text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$\log \beta_1 = 9.0$	aluminum hydroxo complexes [57]
$\text{Al(OH)}_2^{+}_{(\text{aq})}$	$\leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 2\text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$\log \beta_2 = 17.9$	
$\text{Al(OH)}_3 (\text{s})$	$\leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 3\text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$K_{\text{sp}} = 1.90 \times 10^{-33}$	
$\text{Al(OH)}_3 (\text{aq})$	$\leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 3\text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$\log \beta_3 = 26.0$	
$\text{Al(OH)}_4^{-}_{(\text{aq})}$	$\leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 4\text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$\log \beta_4 = 33.8$	
$\text{Mg(OH)}_2 (\text{s})$	$\leftrightarrow$	$\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{OH}^{-}_{(\text{aq})}$	$K_{\text{sp}} = 5.61 \times 10^{-12}$	[58]
$\text{MgCO}_3 (\text{s})$	$\leftrightarrow$	$\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})} + \text{CO}_3^{2-}_{(\text{aq})}$	$K_{\text{sp}} = 6.82 \times 10^{-6}$	[58]

โดยชนิดของไอออนที่ใช้ในส่งผลต่อชนิดของตะกอนที่เกิดขึ้นได้ โดยไฮดรอกไซด์ไอออนนั้นสามารถจับกับโลหะไอออนและเกิดเป็นตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Mg(OH)_2) และตะกอนของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Al(OH)_3) นอกจากนี้ไฮดรอกไซด์ไอออนยังสามารถจับกับอะลูมิเนียมไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่ละลายน้ำได้อีกด้วย สำหรับคาร์บอเนตไอออนนั้นสามารถจับกับโลหะไอออนและเกิดเป็นตะกอนของแมกนีเซียมคาร์บอเนต (MgCO_3) ยกเว้นโลหะอะลูมิเนียมไอออนที่ไม่สามารถเกิดเป็นตะกอนของอะลูมิเนียมคาร์บอเนตได้โดยตรง แต่จะเกิดเป็นตะกอนเชิงซ้อนร่วมกับแคทไอออนอื่น ๆ ที่มีประจุ +1 และยังไม่มียค่าคงที่ของสมดุลในการละลายที่แน่นอนอีกด้วย จากสมการการตกตะกอนในตารางที่ 4.3 จะพบว่าความเข้มข้นของแอนไอออนส่งผลต่อการเกิดตะกอนโดยการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของทั้ง OH^{-} และ CO_3^{2-} ส่งผลต่อความสามารถในการละลายและปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น ซึ่งความเข้มข้นของ OH^{-} นั้นสัมพันธ์โดยตรงกับความเป็นกรด-เบสของสารละลายในระบบ ซึ่งสามารถคำนวณได้จากค่าคงที่ของสมดุลในการแตกตัวไอออนของน้ำ สำหรับคาร์บอเนตไอออนนั้นสามารถเกิดได้ในรูปของ H_2CO_3 , HCO_3^{-} และ CO_3^{2-} โดยความเข้มข้นของไอออนแบบต่าง ๆ นั้นขึ้นกับความเป็นกรด-เบสของสารละลาย โดยค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวไอออนของน้ำและค่าคงที่ของสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออนในรูปแบบต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 สมการเคมีและค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวไอออนของน้ำและค่าคงที่ของสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออน

สมการของสมดุลของไอออนและค่าคงที่ของสมดุลไอออน (ที่ 50 องศาเซลเซียส)				
H_2O (l)	$\leftrightarrow$	$H^+_{(aq)} + OH^-_{(aq)}$	$\text{Log } (K_w) = -13.26$	[59]
H_2CO_3 (aq)	$\leftrightarrow$	$HCO_3^-_{(aq)} + H^+_{(aq)}$	$\text{Log } (K_{a1}) = -6.29$	[60]
HCO_3^- (aq)	$\leftrightarrow$	$CO_3^{2-}_{(aq)} + H^+_{(aq)}$	$\text{Log } (K_{a2}) = -10.17$	[61]

4.3.1.2 การคำนวณความเข้มข้นของไอออนชนิดต่าง ๆ ภายในระบบที่ความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ

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

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

โดยที่ $[H^+_{(aq)}]$ คือ ความเข้มข้นของไฮโดรเนียมไอออน

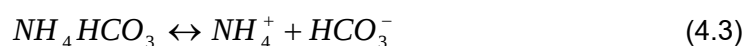
$[OH^-_{(aq)}]$ คือ ความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออน

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)



ซึ่งสารละลายที่ใช้ตะกอนเกิดการละลายและแตกตัวเป็นไฮโดรเจนคาร์บอเนตไอออนนั้นมีสมดุลที่สามารถเปลี่ยนเป็นสารประกอบรูปแบบอื่นได้ดังสมการที่ (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 ที่อยู่ในระบบจะมีเท่ากับความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ตะกอนโดย 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)

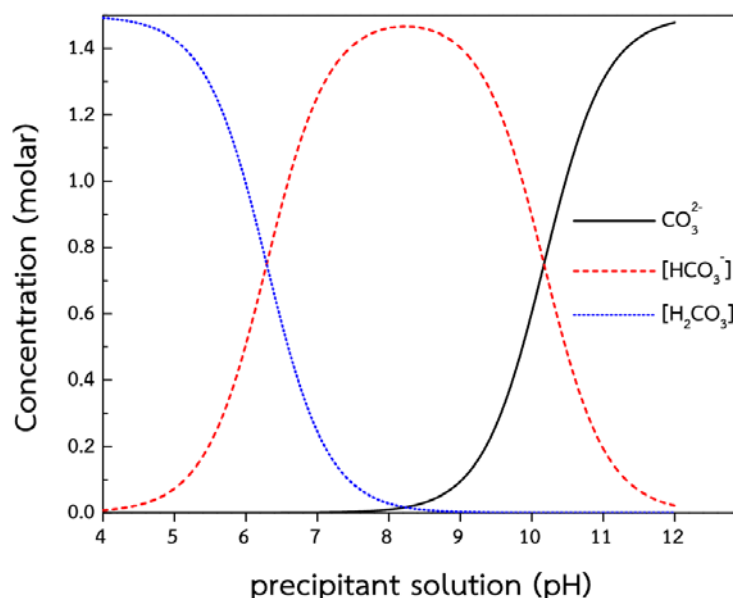
$$[HCO_3^-] = \frac{[AHC]}{\left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2\right)} \quad (4.11)$$

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

$$[H_2CO_3] = \frac{[AHC]}{A_1 \times \left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right)} \quad (4.12)$$

$$[CO_3^{2-}] = \frac{A_2 \times [AHC]}{\left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right)} \quad (4.13)$$

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 4.11



รูปที่ 4.11 ความเข้มข้นของ H_2CO_3 HCO_3^- และ CO_3^{2-} ในสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

4.3.1.3 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบของอะลูมิเนียมที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่าง ๆ

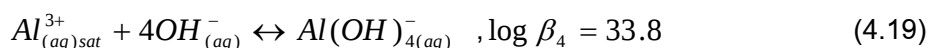
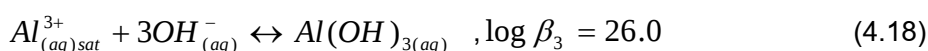
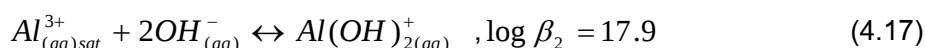
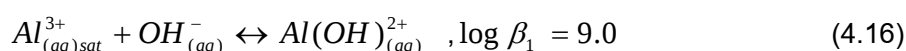
สำหรับอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นสามารถเกิดปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออนได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมได้หลายชนิด โดยเรียกกลุ่มสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมนี้ว่า “aluminum hydroxo complexes” ในขั้นต้นจะทำการพิจารณาเฟสที่เป็นของแข็งก่อน ซึ่งจากสมการในตารางที่ 4.3 จะพบเฟสของของแข็งที่สามารถเกิดเป็นตะกอนในรูปของ $Al(OH)_3$ 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)

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

ซึ่งอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นสามารถถูกเกาะได้ด้วยไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมซึ่งสามารถละลายน้ำได้ โดยสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นคู่กรด-เบส (conjugate acid-base pair) ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจากสมการในตารางที่ 4.3 สมดุลระหว่างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ Al^{3+} ไฮดรอกไซด์ไอออน OH^- และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมแสดงดังสมการที่ (4.16) (4.17) (4.18) และ (4.19)



ซึ่งสามารถคำนวณหาปริมาณของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นได้จากสมดุลของความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ด้วยค่าคงที่สมดุลของไอออน β_n โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมดุลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม จะสามารถสร้างสมการความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมจากการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสได้ดังสมการที่ (4.20) (4.21) (4.22) และ (4.23)

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

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

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

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

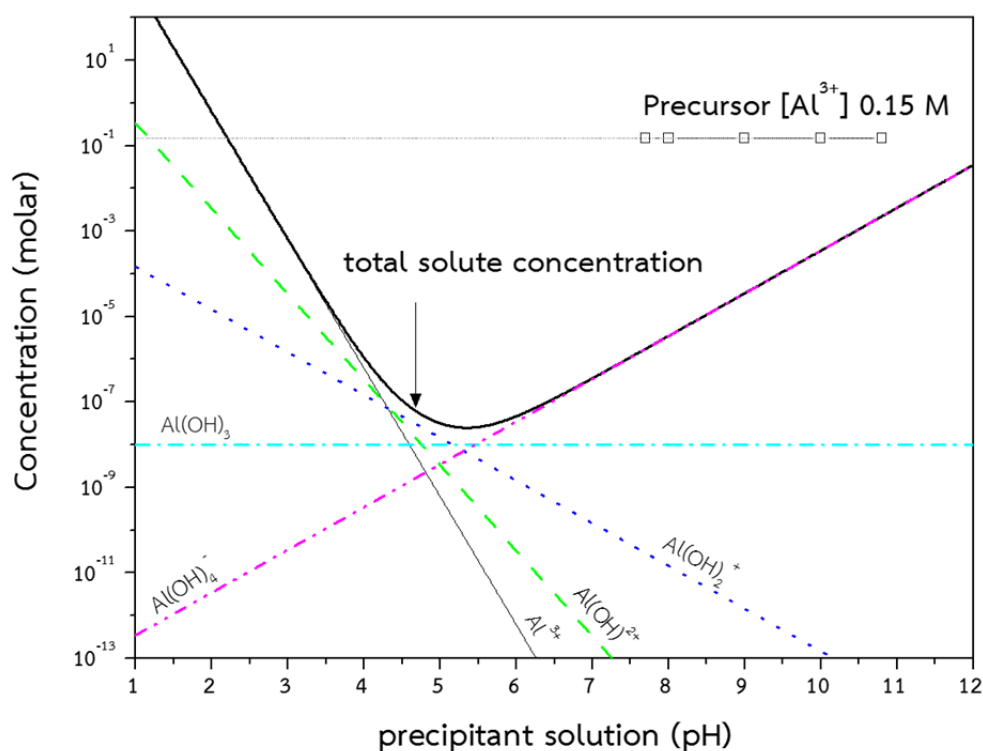
ซึ่งจากสมการความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมนั้นสามารถแทนค่าของ $\log[Al_{(aq)sat}^{3+}]$ ได้ด้วยสมการที่ (4.15) และแทนค่าของ $\log[OH_{(aq)}^-]$ ด้วยสมการที่ (4.2) แล้วจะสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่เป็นสารละลายได้ที่เป็นกรด-เบสต่างๆ

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 $Al(OH)_{(aq)}^{2+}$, $Al(OH)_{2(aq)}^+$, $Al(OH)_{3(aq)}$ และ $Al(OH)_{4(aq)}^-$ ได้ดังสมการที่ (4.20) (4.21) (4.22) และ (4.23) ตามลำดับ ซึ่งผลรวมความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนและความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมจะได้เป็นค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ $Al(OH)_{3(s)}$ โดยจากสมการที่ (4.15) และ (4.20) ถึง (4.23) สามารถเขียนความเข้มข้นของสารละลายในระบบในความสัมพันธ์เชิงกราฟได้ดังรูปที่ 4.12 โดยความเข้มข้นของของ Al^{3+} ที่ใช้ตกตะกอนเริ่มต้นนั้นอยู่ 0.15 โมลาร์ซึ่งสูงกว่าความสามารถในการละลาย ทำให้ Al^{3+} นั้นสามารถเกิดเป็นตะกอนได้



รูปที่ 4.12 ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

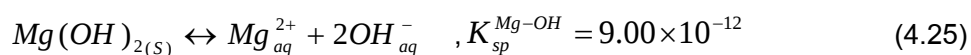
โดยเมื่อนำค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ 7.7 ถึง 10.8 มาเปรียบเทียบกับผลการคำนวณของความเข้มข้นของสารละลายชนิดต่างๆ และผลรวมความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ทั้งหมดที่สามารถละลายได้ จากรูปที่ 4.12 พบว่าไฮดรอกไซด์ที่สามารถละลายได้มากที่สุดนั้นจะอยู่ในรูปของ Al(OH)_4^- โดยผลจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นจะทำให้ความเข้มข้นของ Al(OH)_4^- เพิ่มขึ้น หรือกล่าวคือความสามารถในการละลายของสารประกอบอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นไปด้วย โดยแสดงค่าที่ได้จากการคำนวณ ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 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

4.3.1.4 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบของแมกนีเซียมที่มีความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่าง ๆ

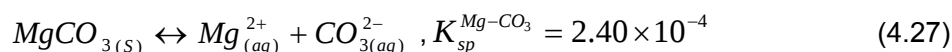
ความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออนจะส่งผลต่อปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น โดยนำสมการจากตารางที่ 4.3 สมดุลระหว่าง $Mg(OH)_2$, Mg^{2+} และ OH^- แสดงดังสมการที่ (4.25)



โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมดุลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม ซึ่งแทนค่าความเข้มข้นของ OH^- ด้วยสมการที่ (4.2) จะสามารถสร้างสมการความสามารถในการละลายของตะกอน $Mg(OH)_2$ จากการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสได้ดังสมการที่ (4.26)

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

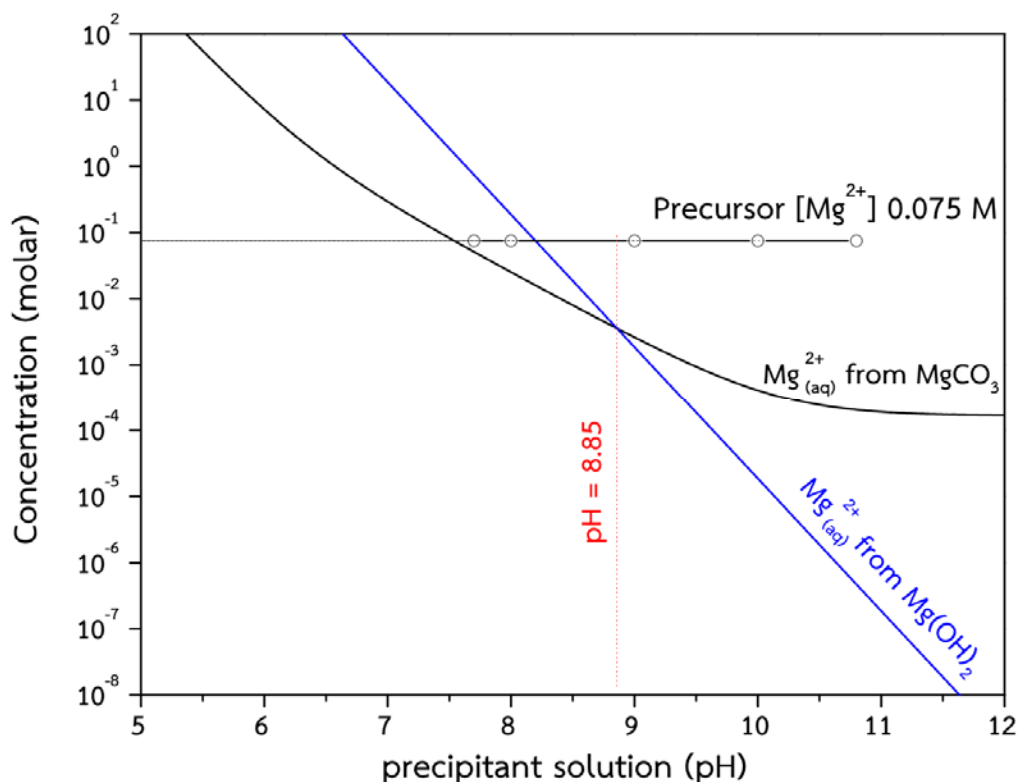
ในการเกิดตะกอนของคาร์บอเนตนั้น ความเข้มข้นของ CO_3^{2-} จะส่งผลต่อปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น การเกิดตะกอน MgCO_3 สามารถอธิบายได้จากตารางที่ 4.3 สมดุลระหว่าง MgCO_3 Mg^{2+} และ CO_3^{2-} แสดงดังสมการที่ (4.27)



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

$$\log[\text{Mg}_{(aq)}^{2+}] = \log(K_{sp}^{\text{Mg-CO}_3}) - \log[\text{CO}_{3(aq)}^{2-}] \quad (4.28)$$

เมื่อพิจารณาการเกิดตะกอนของแมกนีเซียม โดยการนำค่าความสามารถในการละลายของตะกอนของ Mg(OH)_2 และ MgCO_3 ที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการที่ (4.15) และ (4.28) ตามลำดับ มาเขียนความสัมพันธ์เชิงกราฟดังรูปที่ 4.13 โดยความเข้มข้นของของ Mg^{2+} ที่ใช้ตกตะกอนเริ่มต้นนั้นน้อยอยู่ 0.075 โมลาร์ซึ่งสูงกว่าความสามารถในการละลาย ทำให้ Mg^{2+} นั้นสามารถเกิดเป็นตะกอนได้



รูปที่ 4.13 ความสามารถในการละลายของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมคาร์บอเนต ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

โดยพบว่าค่าความสามารถในการละลายของตะกอนทั้งสองชนิดจะมีค่าเท่ากันที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.85 ซึ่งในช่วงความเป็นกรด-เบสที่น้อยกว่า 8.85 นั้นจะมีค่าความสามารถในการละลายของ 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 4.13 พบว่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ 7.7 และ 8.0 นั้น ตะกอนที่ได้จากการคำนวณจะอยู่ในรูปของ MgCO_3 และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 9.0 10.0 และ 10.8 แล้วนั้น ตะกอนที่ได้จากการคำนวณอยู่ในรูปของ Mg(OH)_2 ซึ่งค่าความสามารถในการละลายที่เกิดขึ้นสามารถคิดได้จากตะกอนที่มีค่าความสามารถในการละลายที่ต่ำที่สุด โดยพบว่าค่าความสามารถในการละลายที่ได้จะลดลง เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลาย ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 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 4.5 และ ตารางที่ 4.6 ตามลำดับ พบว่าที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ตะกอนของอะลูมิเนียมนั้นมีค่าการละลายที่ต่ำมากโดยมีค่าการละลายน้อยกว่า 0.01 มิลลิโมลซึ่งกล่าวได้ว่าไม่ละลาย ในขณะที่ตะกอนของแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่สูงถึง 44.5 มิลลิโมล ทำให้ช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ตะกอนที่ได้จะมีปริมาณอะลูมิเนียมสูงกว่าแมกนีเซียมเป็นอย่างมาก เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้พบว่า ตะกอนของ

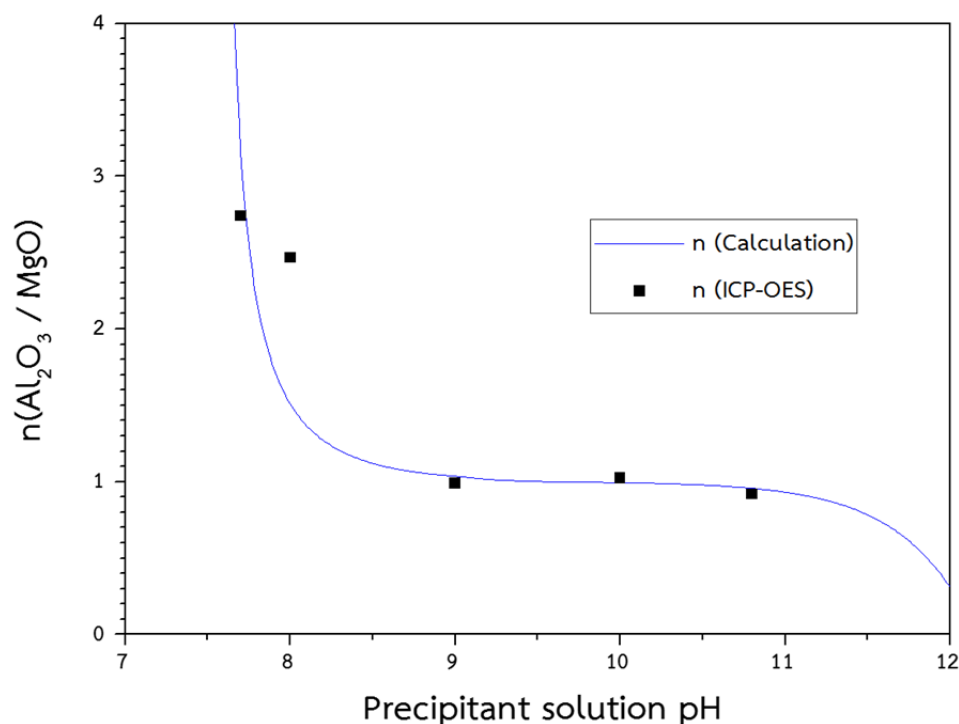
อะลูมิเนียมนั้นมีค่าการละลายที่เพิ่มขึ้นแต่ตะกอนแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่ลดลง โดยที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 9.0 นั้น ตะกอนของอะลูมิเนียมจะมีค่าการละลายอยู่ที่ 0.104 มิลลิโมลและที่ตะกอนของแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่สูงถึง 2.637 มิลลิโมล ซึ่งทำให้สัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ได้ลดลงเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายมากขึ้น โดยสัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมจะมีค่าประมาณ 1 โดยหากเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้สูงขึ้นอีกนั้นตะกอนของอะลูมิเนียมจะสามารถละลายได้เพิ่มขึ้นในขณะที่ตะกอนแมกนีเซียมจะไม่เกิดการละลาย โดยจากการคำนวณที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 10.8 นั้น ตะกอนของอะลูมิเนียมจะมีค่าการละลายอยู่ที่ 6.540 มิลลิโมล แต่ตะกอนของแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่น้อยกว่า 0.001 มิลลิโมล ทำให้สัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ได้มีค่าน้อยกว่า 1 โดยปริมาณของตะกอนที่เกิดขึ้นประมาณได้จากความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นที่เกินจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมและตะกอนของแมกนีเซียม โดยความเข้มข้นเริ่มต้นของอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมอยู่ที่ 0.150 และ 0.075 โมลาร์ตามลำดับ ซึ่งจะได้ปริมาณโดยโมลของตะกอนและคำนวณเป็นสัดส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมไอออนต่อแมกนีเซียมไอออน (x) เนื่องจากตะกอนที่เกิดขึ้นเมื่อเผาแคลไซน์จะเกิดเป็นโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสพิเนล จึงนิยมเทียบเป็นอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ดังตารางที่ 4.7 ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมตามทฤษฎีจะมีค่า n เท่ากับ 1

ตารางที่ 4.7 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 กับค่าสัดส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ได้จากการคำนวณโดย

สมมติฐานในการเกิดตะกอนของไอออนพบว่า แนวโน้มการเปลี่ยนแปลงค่า n ต่อการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสของสารละลายมีการเปลี่ยนแปลงในทิศทางเดียวกัน ดังรูปที่ 4.14

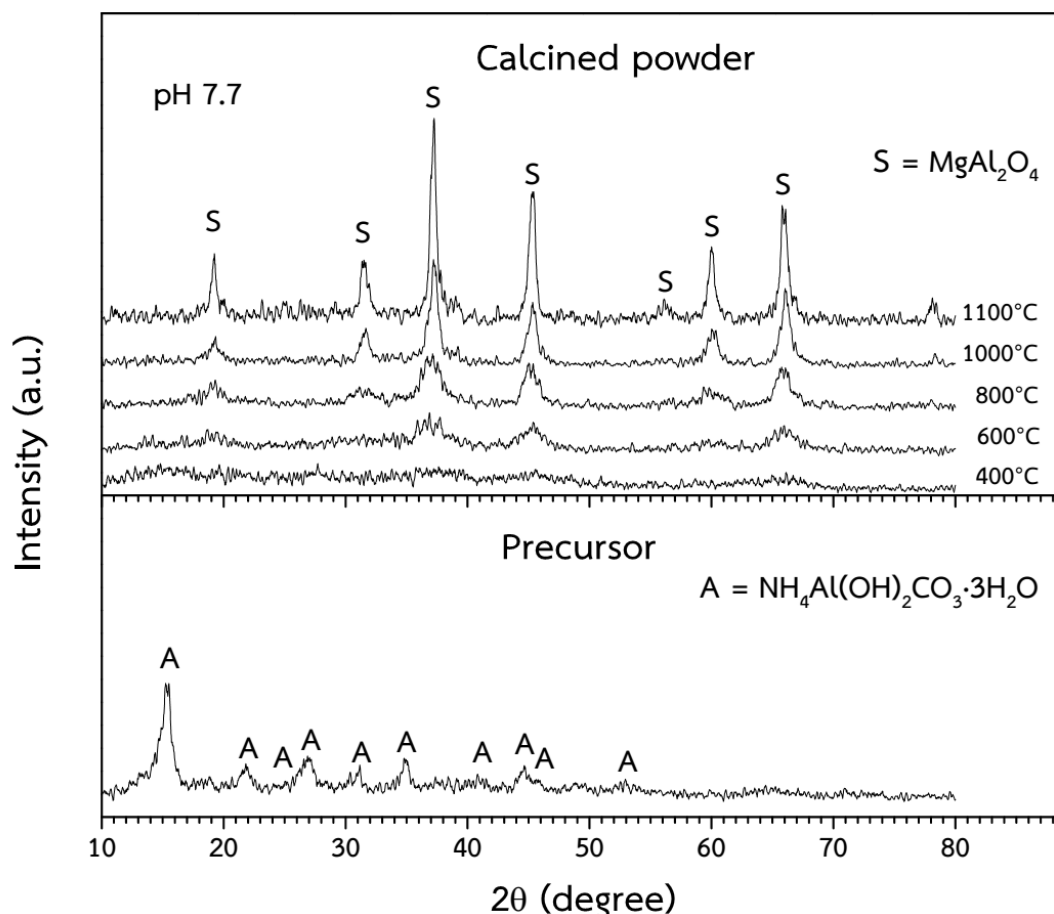


รูปที่ 4.14 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับค่าที่ได้จากการคำนวณจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน

4.3.2 องค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.3.2.1 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.15 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสแอมโมเนียมไดวสันไต์ไฮเดรต (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 อย่างไรก็ตามจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ด้วย แต่สารประกอบดังกล่าวมีความเป็นผลึกต่ำ จึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD



รูปที่ 4.15 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

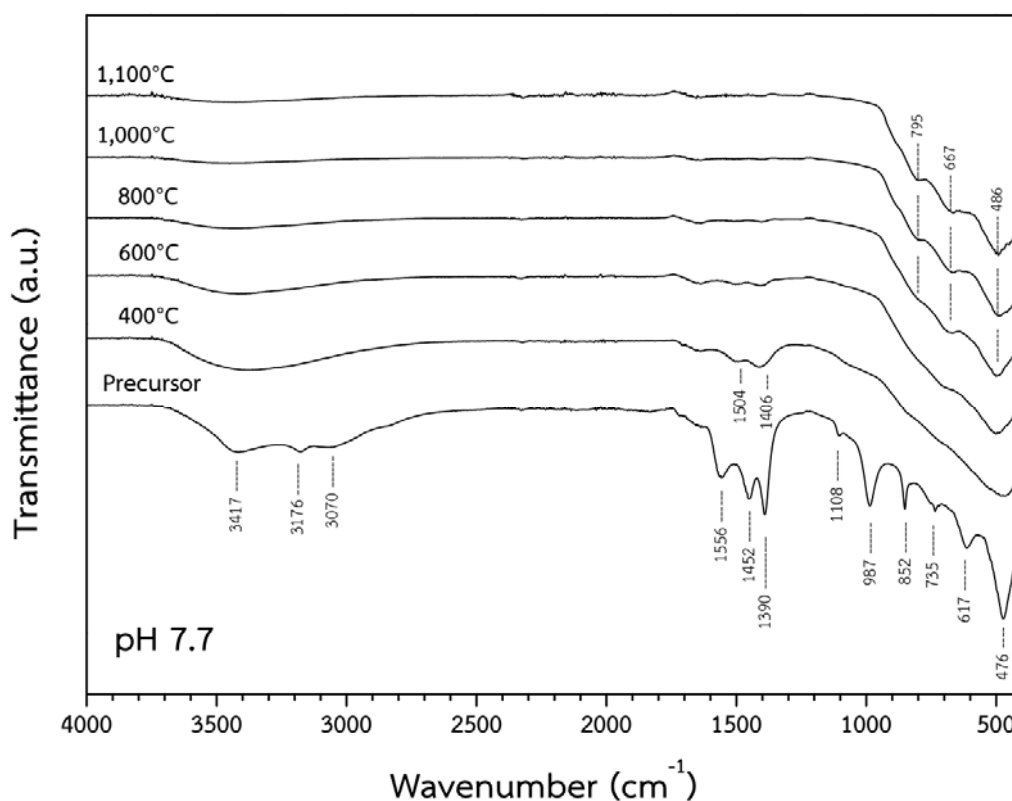
เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์เกิดการสลายตัว โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์ (MgAl_2O_4 , JCPDS Card No.021-1152) แต่ลักษณะพีกที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีกของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีกที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมินาไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.16 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [62-64] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3176 และ 3070 cm^{-1} [65,66] มีการดูดกลืนแสง

อินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1556 1452 และ 1390 cm^{-1} [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1108 cm^{-1} [65,66] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [62,66,67] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจาก การสั่นจากพันธะของ อะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} [67,68] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนต และพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง

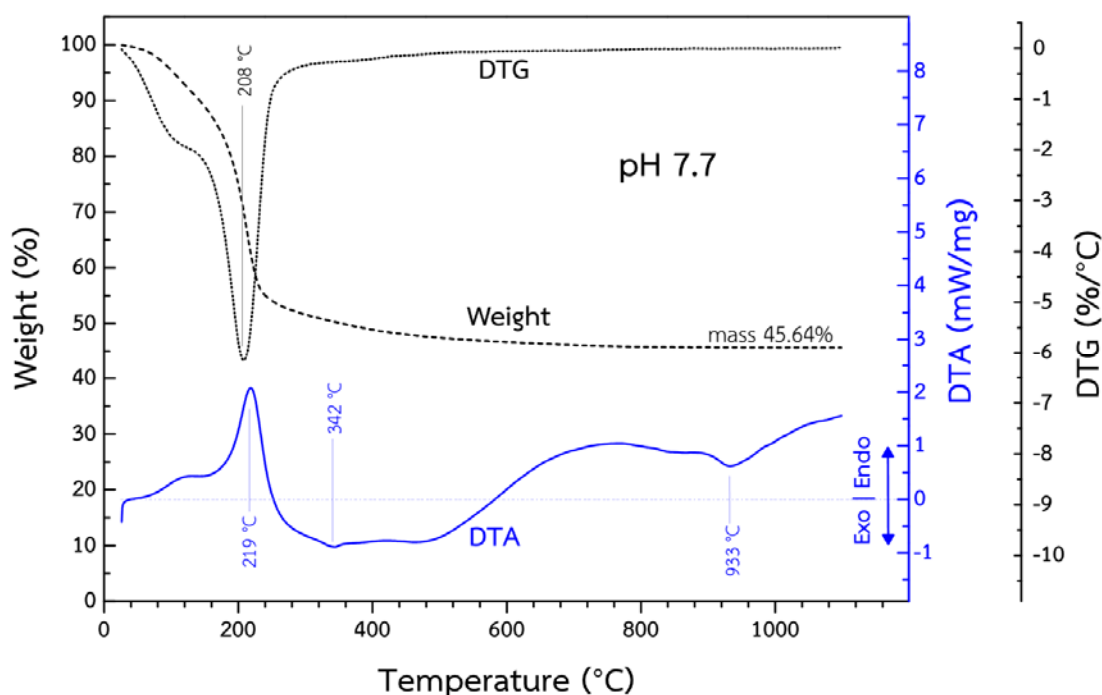
เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3176 และ 3070 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอเนตที่ 1556 1452 1390 1108 852 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} และจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และกลายสลายตัวของน้ำในสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการจับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [32] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 795 cm^{-1} [69] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 667 และการสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 494 cm^{-1} [69] ซึ่งเป็นพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตราไฮดรอกไซด์ โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดของ พันธะ Mg-O-Al และจากหมู่ AlO_4 ที่ได้จะชัดเจนขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์แสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่เพิ่มมากขึ้น การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตราไฮดรอกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD



รูปที่ 4.16 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.17 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ โดยเกิดเป็นสารประกอบออสฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 208 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 219 องศาเซลเซียส [28,70] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์



รูปที่ 4.17 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

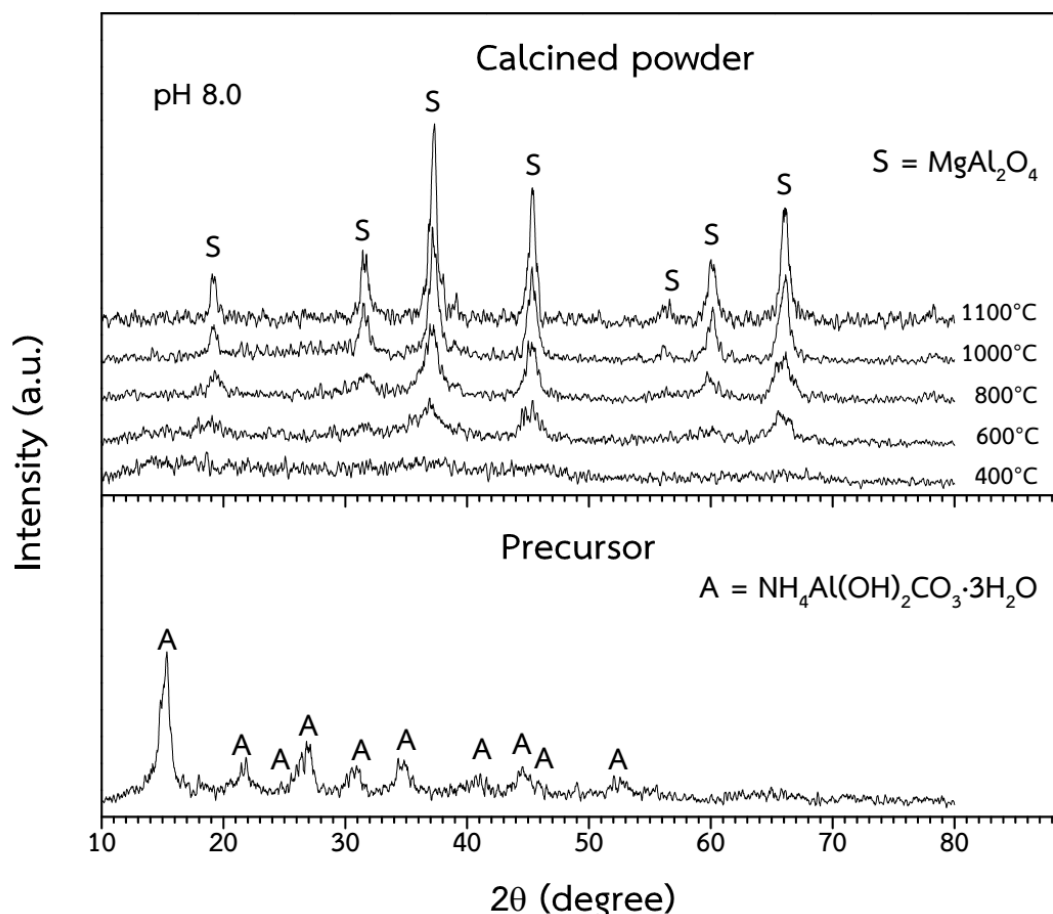
เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-550 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ซึ่งพบว่าน้ำหนักจะลดลงโดยเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบออสตรอนของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นโดย ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 342 องศาเซลเซียส [70] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [71] เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 550-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีพีคการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [12] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ (chemical kinetic) ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA

โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซต์อยู่ที่ร้อยละ 45.64

4.3.2.2 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.18 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตามจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 ด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ด้วย แต่สารประกอบดังกล่าวมีความเป็นผลึกต่ำ จึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD

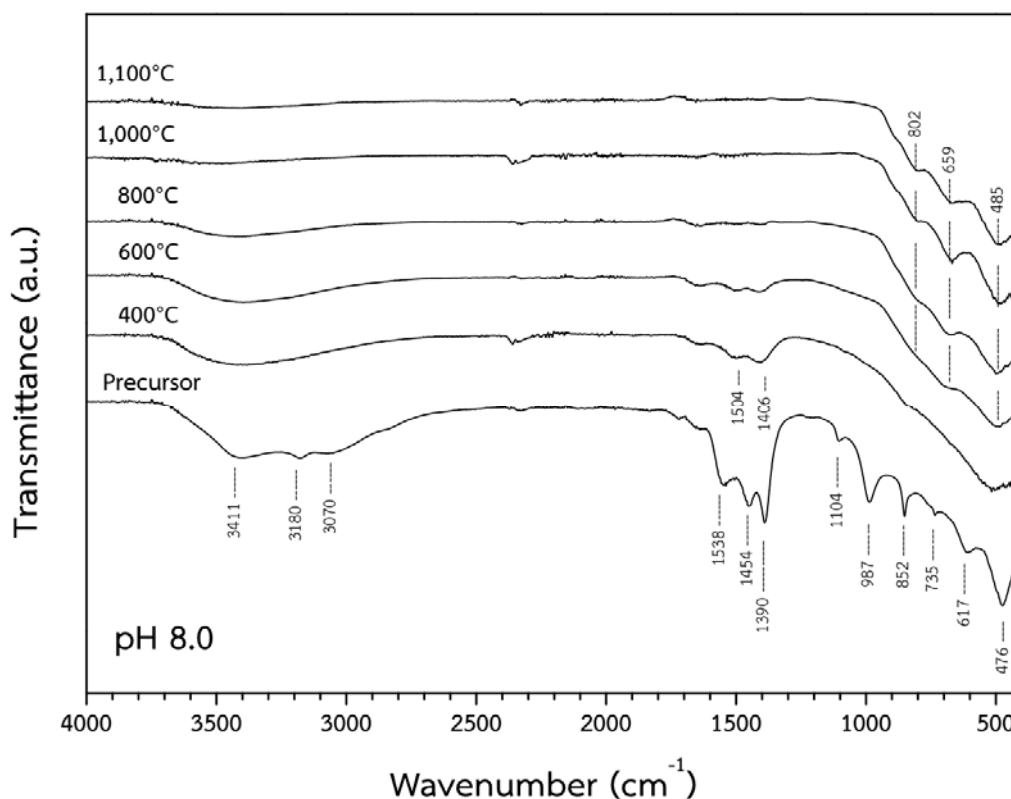
เมื่อทำการเผาแคลไซต์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์เกิดการสลายตัว โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซต์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น



รูปที่ 4.18 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.19 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3411 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [62-64] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3180 และ 3070 cm^{-1} [65,66] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1538 1454 และ 1390 cm^{-1} [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [65,66] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [62,66,67] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} [67,68] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนต และพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจาก

พันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ เป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง



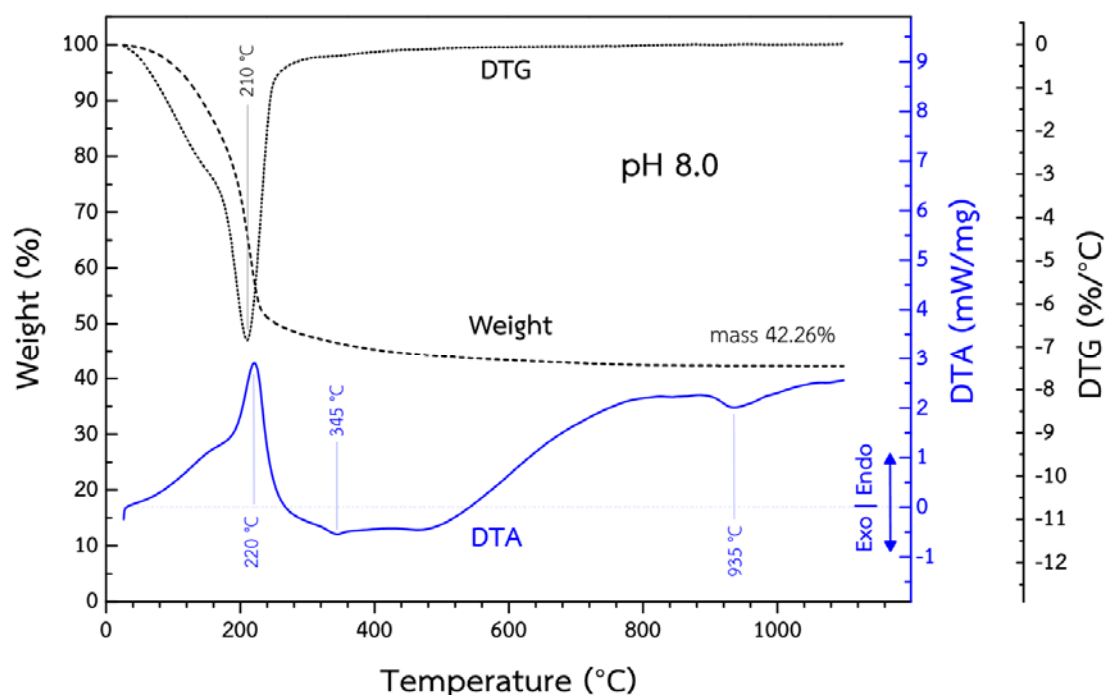
รูปที่ 4.19 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3180 และ 3070 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอนेटที่ 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 โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของไฮดรอกไซด์คาร์บอนेटไอออน และแอมโมเนียมไอออนของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และกลายสลายตัวของน้ำในสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการจับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [32] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 802 cm^{-1} [69] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 659 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [69] ซึ่งเป็นพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดของ พันธะ Mg-O-Al และจากหมู่ AlO_4 ที่ได้จะชัดเจนขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์แสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่เพิ่มมากขึ้น การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.20 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-270 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนีย ของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ โดยเกิดเป็นสารประกอบออสตรูนาของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 220 องศาเซลเซียส [28,70] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-550 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ซึ่งพบว่าน้ำหนักจะลดลงโดยเกิดจากการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบออสตรูนาของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นโดย ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 345 องศาเซลเซียส [70] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [71]

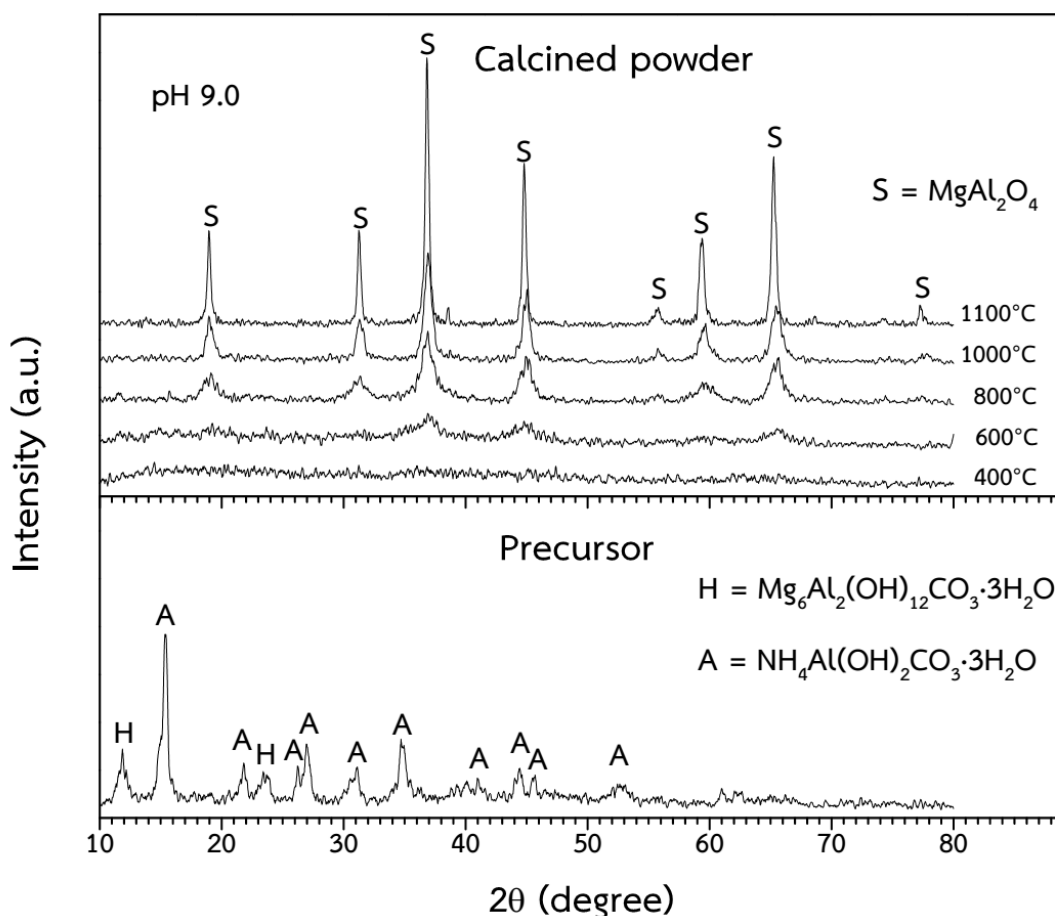


รูปที่ 4.20 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 550-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีพีคการคายพลังงานที่ 935 องศาเซลเซียส [12] 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

4.3.2.3 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.21 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

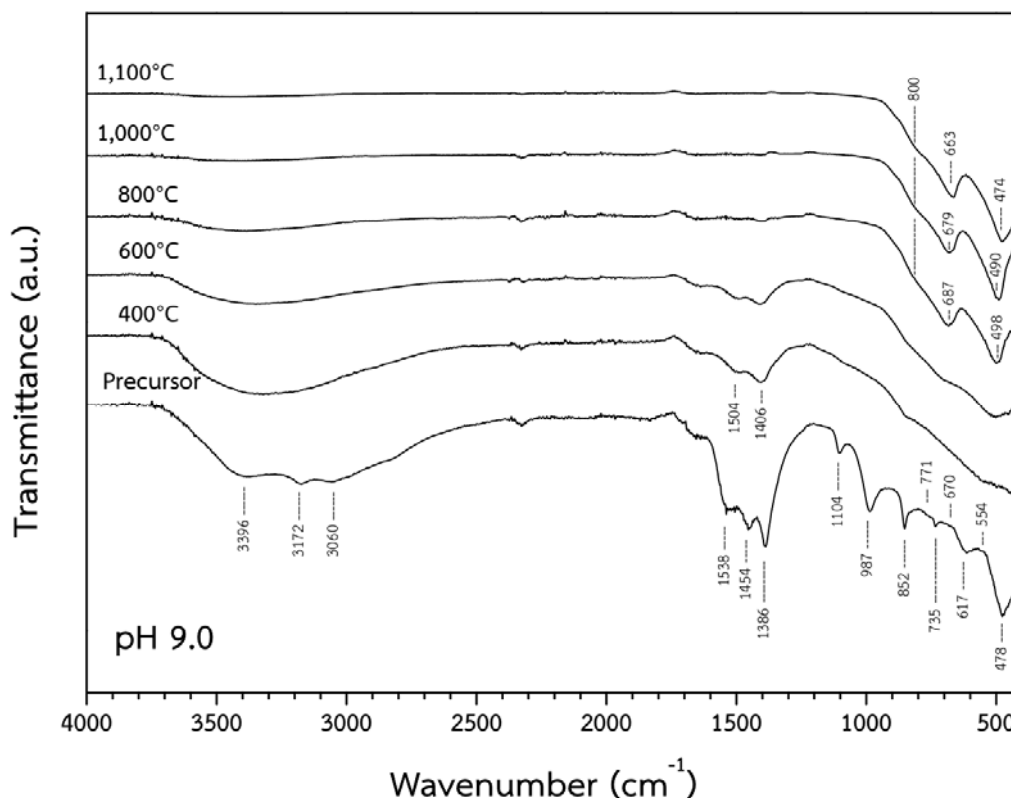


รูปที่ 4.21 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสของแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ (Hydrotalcite, $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_{16} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, JCPDS card no. 41-1428) และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนล แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนล โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะ

พบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.22



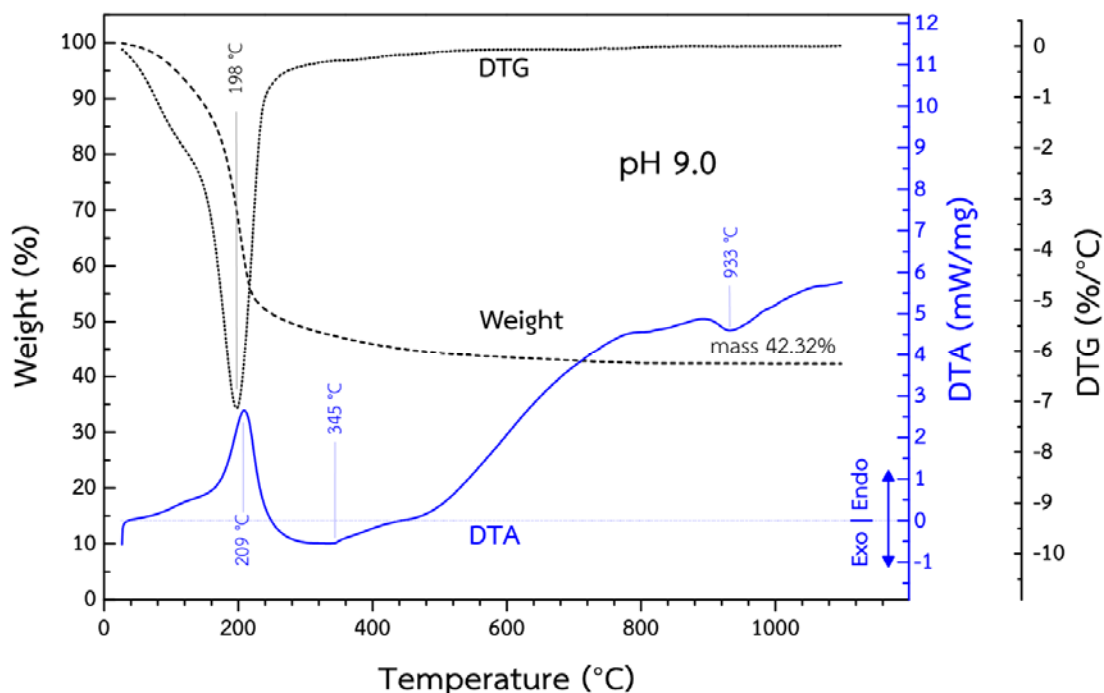
รูปที่ 4.22 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

โดยพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3396 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [62-64] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3172 และ 3060 cm^{-1} [65,66] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1538 , 1454 และ 1386 cm^{-1} [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [65,66] การสั่นโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [62,66,67] การสั่นโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจาก การสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 478 cm^{-1} [67,68] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 , 670 และ 554 cm^{-1} [67]

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 โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการจับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [32] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [69] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 687 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 498 cm^{-1} [69] โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเกิดการเลื่อนเล็กน้อยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ โดยตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะมีการสั่นโหมด ν_3 และ ν_4 ที่ 663 และ 474 ตามลำดับ การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.23 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสัณฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 198 องศาเซลเซียส และพีการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 209 องศาเซลเซียส [28,70] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์



รูปที่ 4.23 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-450 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ซึ่งพบว่าน้ำหนักจะลดลงโดยเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 345 องศาเซลเซียส [70] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [71]

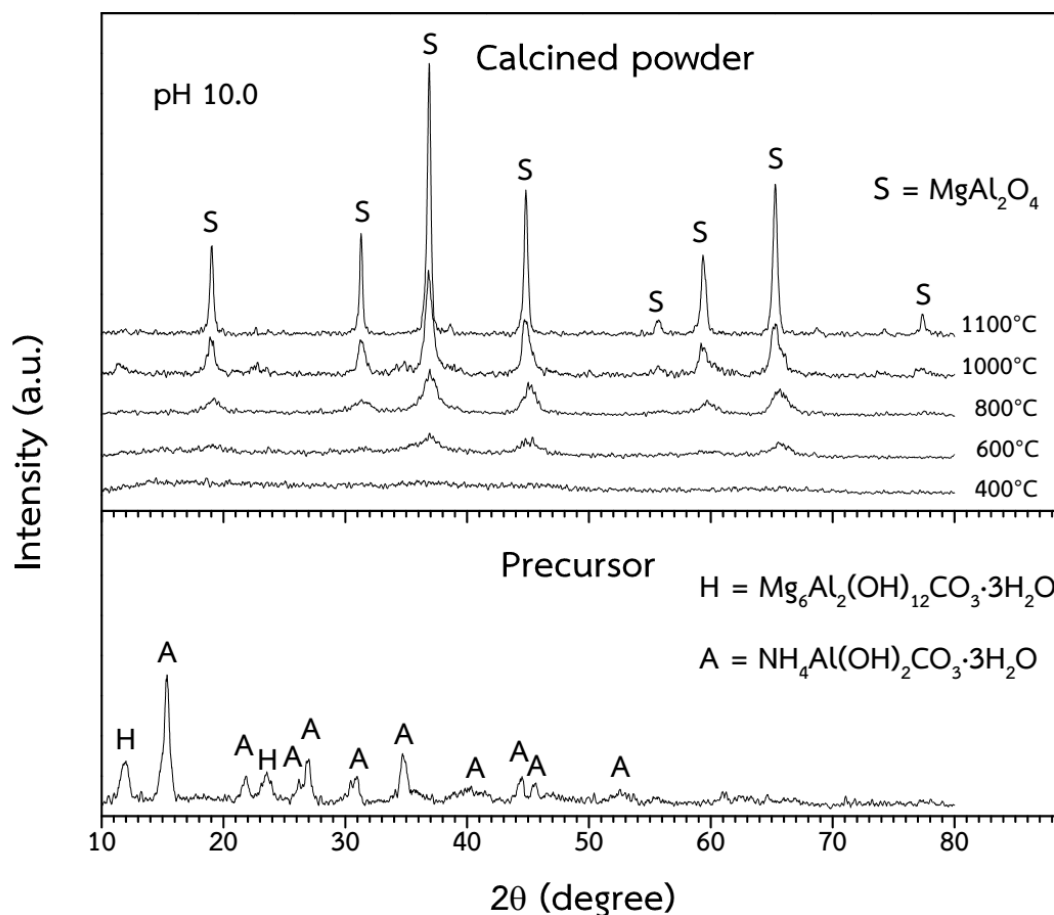
เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีพีคการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [12] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการ

เผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 42.32

4.3.2.4 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.24 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อหน้าที่ พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น



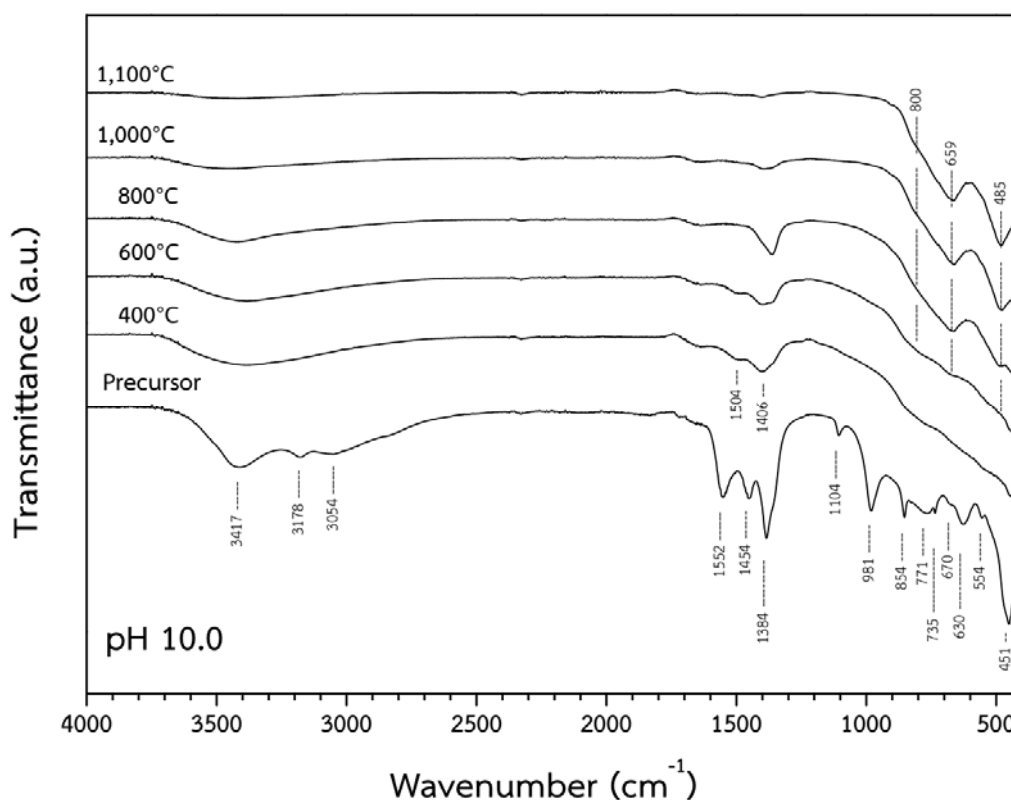
รูปที่ 4.24 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.25 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [62-64] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3178 และ 3054 cm^{-1} [65,66] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1552 1454 และ 1384 cm^{-1} [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [65,66] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [62,66,67] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 981 และ 630 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 451 cm^{-1} [67,68] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} [67] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ

ตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ 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} และจากพันธะของแมกนีเซียอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนต ไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการการดูดกลืนแก๊ส คาร์บอนไดออกไซด์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการจับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [32] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [69] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 659 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [69] และพีคการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเด่นชัดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800-1100 องศาเซลเซียส การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนล ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผลของ XRD

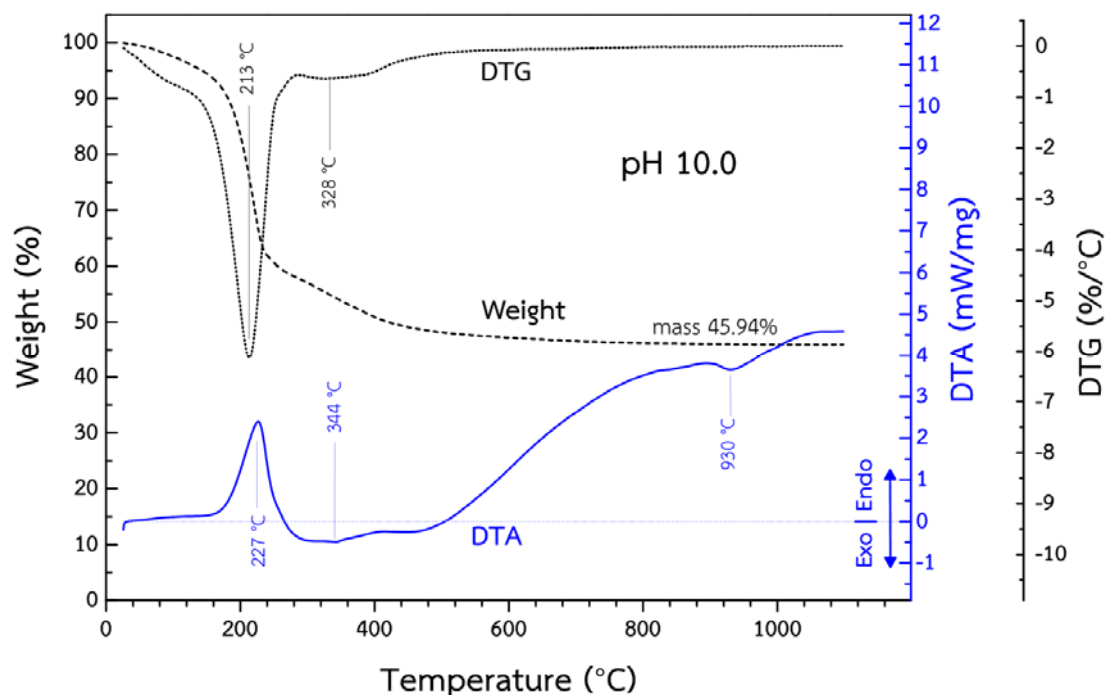


รูปที่ 4.25 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.26 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-270 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 213 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 227 องศาเซลเซียส [28] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-500 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ซึ่งพบว่าน้ำหนักจะลดลงโดยเกิดจากการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยมีพีคของการสลายตัวอยู่ที่อุณหภูมิ 328 องศาเซลเซียส [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่

อุณหภูมิ 344 องศาเซลเซียส [70] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [71]

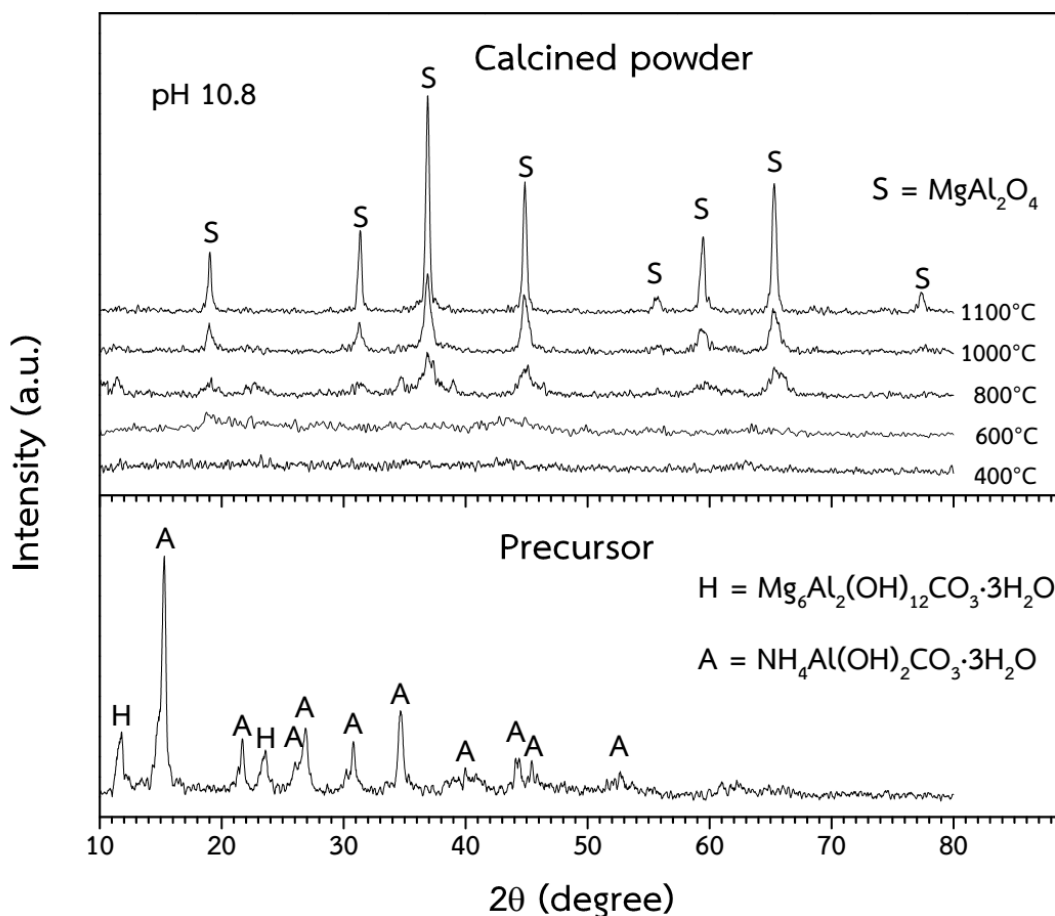


รูปที่ 4.26 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 800-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมินेटสปิเนล และมีพีคการคายพลังงานที่ 930 องศาเซลเซียส [12] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินेटสปิเนลในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 45.94

4.3.2.5 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.27 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์ และเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์



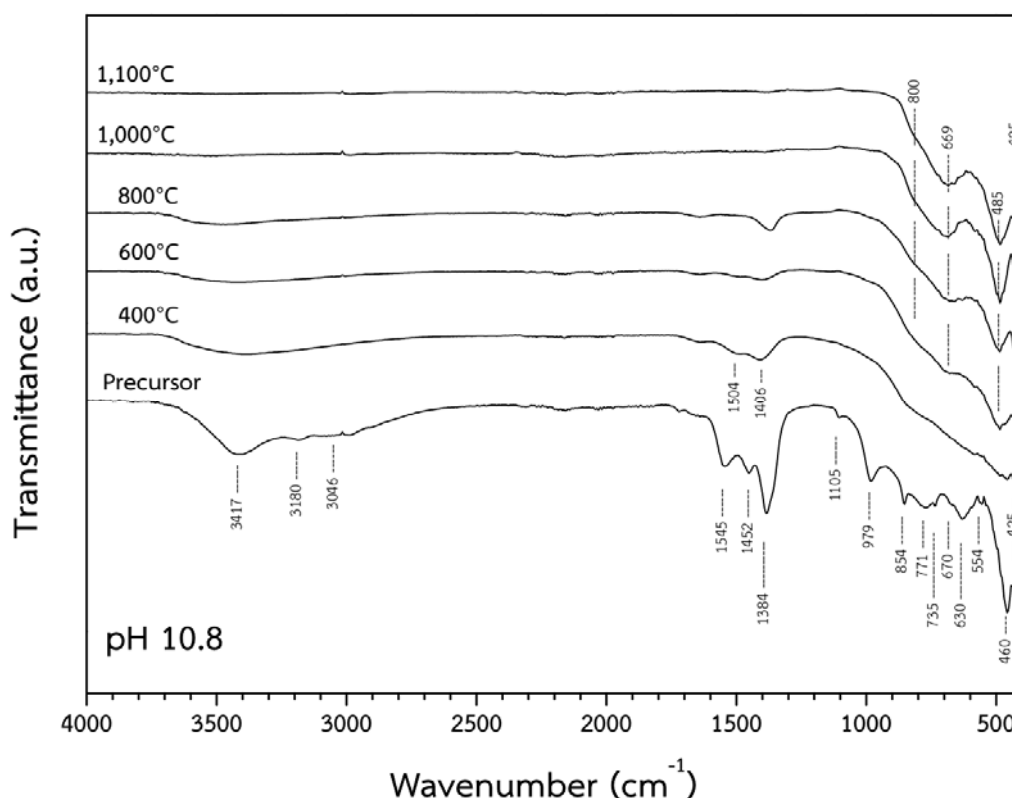
รูปที่ 4.27 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมโดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล แต่ลักษณะพิกที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.28 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [62-64] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียมจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3180 และ 3046 cm^{-1} [65,66] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1545 1452 และ 1384 cm^{-1} [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1105 cm^{-1} [65,66] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 854 cm^{-1} [62,66,67] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 979 และ 630 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 460 cm^{-1} [67,68] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} [67] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์

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} และจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนต ไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการจับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [32] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

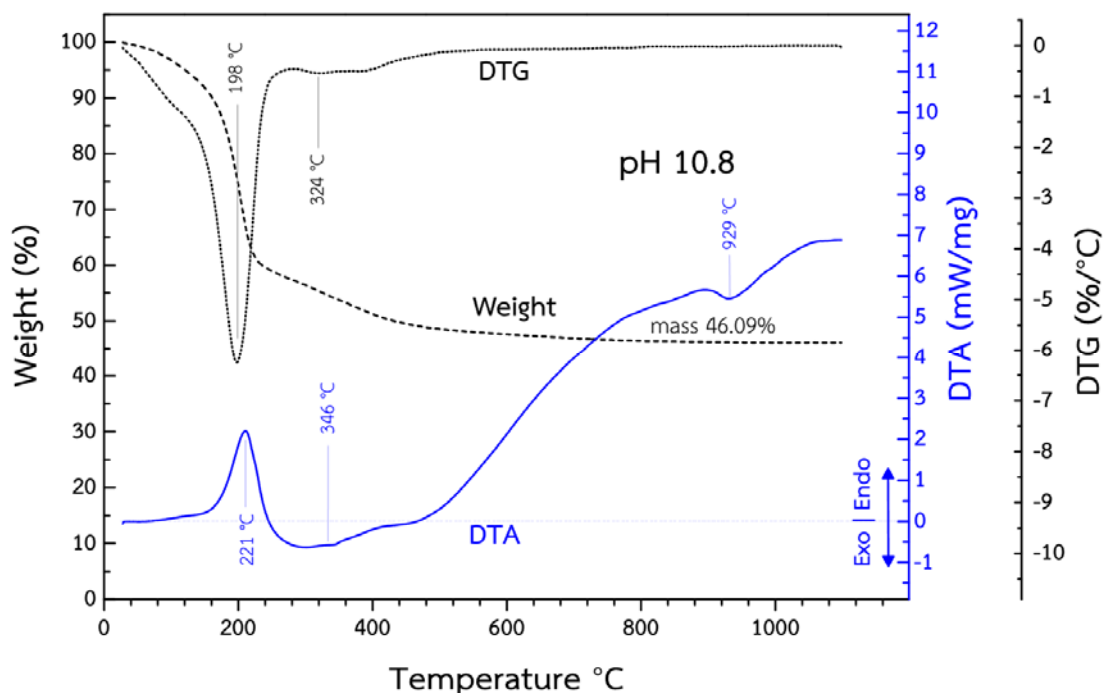


รูปที่ 4.28 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [69] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 669 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [69] และการดูดกลืนจากการสั่นในแลตทิซ (T_{1u}) ที่ 425 cm^{-1} [73] ซึ่งจากผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD นั้นจะพบเพียงแต่เฟสของแมกนีเซียมเกิดขึ้นเล็กน้อยเท่านั้น ไม่พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งอาจเกิดจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ไดยังมีความเป็นผลึกต่ำ โดยพีคการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเด่นชัดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800-1100 องศาเซลเซียสซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผลของ XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.29 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำคาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบออสฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 198 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 211 องศาเซลเซียส [28] โดย

สอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมตอร์วไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์



รูปที่ 4.29 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

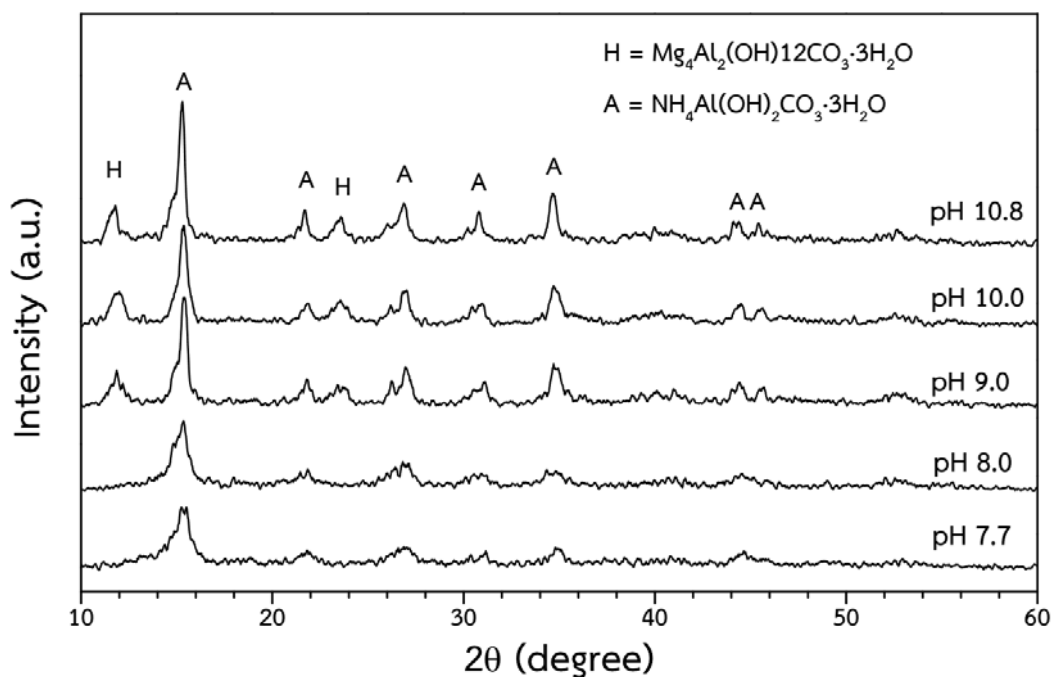
เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-500 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ซึ่งพบว่าน้ำหนักจะลดลงโดยเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบสัณฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยมีพีคของการสลายตัวอยู่ที่อุณหภูมิ 324 องศาเซลเซียส [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแอมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 346 องศาเซลเซียส [70] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแอมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [71]

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 750-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีพีคการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [12] ซึ่งจากผลของ FT-IR นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียส ต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย

ทำให้การเผาแคลไซต์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เกิดการเปลี่ยนแปลงทางจุลพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซต์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซต์อยู่ที่ร้อยละ 46.09

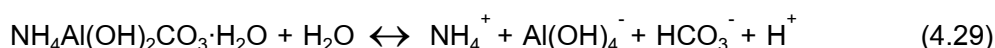
4.3.2.6 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

รูปที่ 4.30 แสดงผลการวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 จะปรากฏเฟสของแอมโมเนียมดิวรโซไนต์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตามเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่า ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบ แต่มีความเป็นผลึกต่ำจึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนตั้งแต่ 9.0 ถึง 10.8 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์ร่วมกับเฟสของแอมโมเนียมดิวรโซไนต์ ทั้งนี้เนื่องจากความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการตกตะกอนของแมกนีเซียมไอออน อีกทั้งยังส่งผลต่อเฟสที่เกิดขึ้นอีกด้วย [32] จากผลขององค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น ที่ความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-8.0 นั้นตะกอนที่ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียประมาณ 2.7 และ 2.5 ตามลำดับ ที่ความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 9-10.8 จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียประมาณ 1 นั้นหมายความว่ามีความหมายของแมกนีเซียมที่ตกตะกอนออกมาเพียงพอที่จะทำให้เกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ [32]



รูปที่ 4.30 กราฟ XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่
ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8

สำหรับไอออนภายในระบบที่เกิดขึ้นนั้น เมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของไอออนต่างๆที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีของสมดุลการละลายและสมดุลการแตกตัว พบว่าในช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 นั้นมีไอออนของแอมโมเนียมไอออน NH_4^+ จากสารละลายตั้งต้น สารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ $Al(OH)_4^-$ จากผลการคำนวณดังรูปที่ 4.12 คาร์บอเนตไอออน HCO_3^- จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.11 และโปรตอน H^+ จากสมการที่ (4.1) ซึ่งไอออนที่เกิดขึ้นเหล่านี้สามารถเกิดการรวมตัวและเกิดเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยสามารถอธิบายได้ดังสมการที่ (4.29) [66,74]

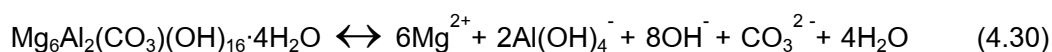


จากการคำนวณปริมาณไอออนที่เกิดทางทฤษฎีของสมดุลการละลายและสมดุลการแตกตัวนั้น พบว่ามีความเข้มข้นของไอออนในระบบที่มากพอที่ทำให้เกิดเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ได้ จึงทำให้ในการตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวทำให้เกิดตะกอนจะเกิดเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในช่วงความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 7.7-10.8

สำหรับการเกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ด้วยวิธีการตกตะกอนนั้น ได้ตั้งสมมติฐานไว้สองส่วนด้วยกันคือ สมมติฐานที่หนึ่งจากโครงสร้างของเฟส โดยโครงสร้างของไฮโดรทัลไซต์นั้นจะประกอบไปด้วยชั้นที่เป็นไฮดรอกไซด์ที่มีแคโทไอออนเป็นองค์ประกอบของอะตอมแมกนีเซียมและอะตอมอะลูมิเนียม โดยที่ระหว่างชั้นของไฮดรอกไซด์นั้นจะมีแอนไอออนของคาร์บอเนตและน้ำแทรกตัวอยู่ระหว่างชั้นและทำการยึดเหนี่ยวชั้นของไฮดรอกไซด์เข้าด้วยกัน โดยเรียกสารประกอบดังกล่าวอยู่ในกลุ่มของ layered

double hydroxides [75,76] ซึ่งจากการคำนวณการเกิดตะกอนของอะลูมิเนียมในรูปที่ 4.12 พบว่า อะลูมิเนียมสามารถเกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสของ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7-10.8 แต่จากผลการคำนวณการเกิดตะกอนของแมกนีเซียมในรูป ที่ 4.13 พบว่าแมกนีเซียมจะสามารถเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็น กรด-เบสที่มากกว่า 8.85 ทำให้ตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด- เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 นั้นแมกนีเซียมสามารถเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตได้ดีกว่า จึง ทำให้ไม่เกิดขึ้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียม-ไฮดรอกไซด์ และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบส ของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่เท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 พบว่าแมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบ แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า จึงทำให้เกิดขึ้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฟสไฮโดรทัลไซต์ ทำให้ตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 จะพบเฟสของไฮโดรทัลไซต์ขึ้น

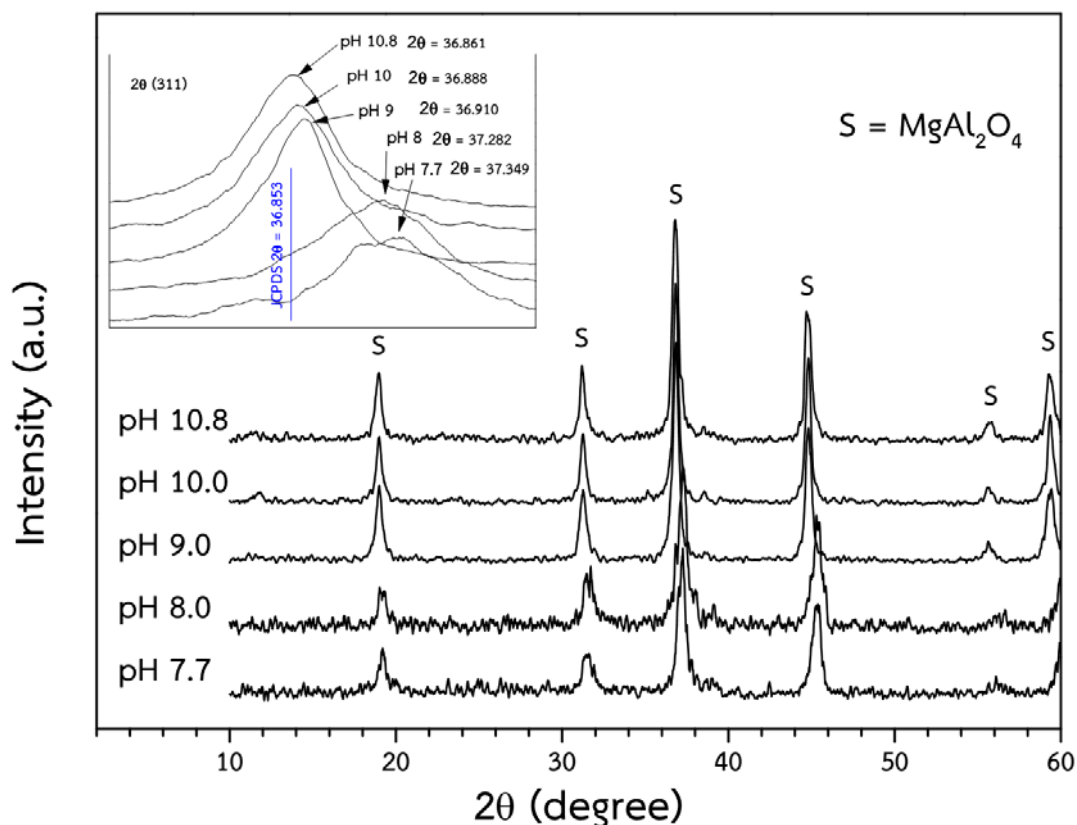
สมมติฐานที่สองในการเกิดไฮโดรทัลไซต์เป็นผลมาจากความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความเข้มข้นของไอออนต่างๆภายในระบบ เมื่อพิจารณาสมการการเกิดเฟสของ ไฮโดรทัลไซต์จะพบว่าไอออนที่ทำให้เกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์นั้นประกอบด้วย แมกนีเซียมไอออน Mg^{2+} จากสารตั้งต้น สารประกอบอะลูมิเนียม $Al(OH)_4^-$ จากผลการคำนวณดังรูปที่ 4.12 ไฮดรอกไซด์ไอออน OH^- จากสมการที่ (4.2) และคาร์บอเนตไอออน CO_3^{2-} จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.11 โดยสามารถเกิด เป็นสารประกอบไฮโดรทัลไซต์ได้ดังสมการที่ (4.30)[77]



โดยการเกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์นั้นจะเกิดที่ความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 9.0 ทั้งนี้เนื่องจาก เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสจะส่งผลให้ปริมาณของไอออนของ $[Al(OH)_4^-]$ $[OH^-]$ และ $[CO_3^{2-}]$ เพิ่มขึ้น จน สามารถเกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ได้

4.3.2.7 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

รูปที่ 4.31 แสดงผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 7.7 ถึง 10.8 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

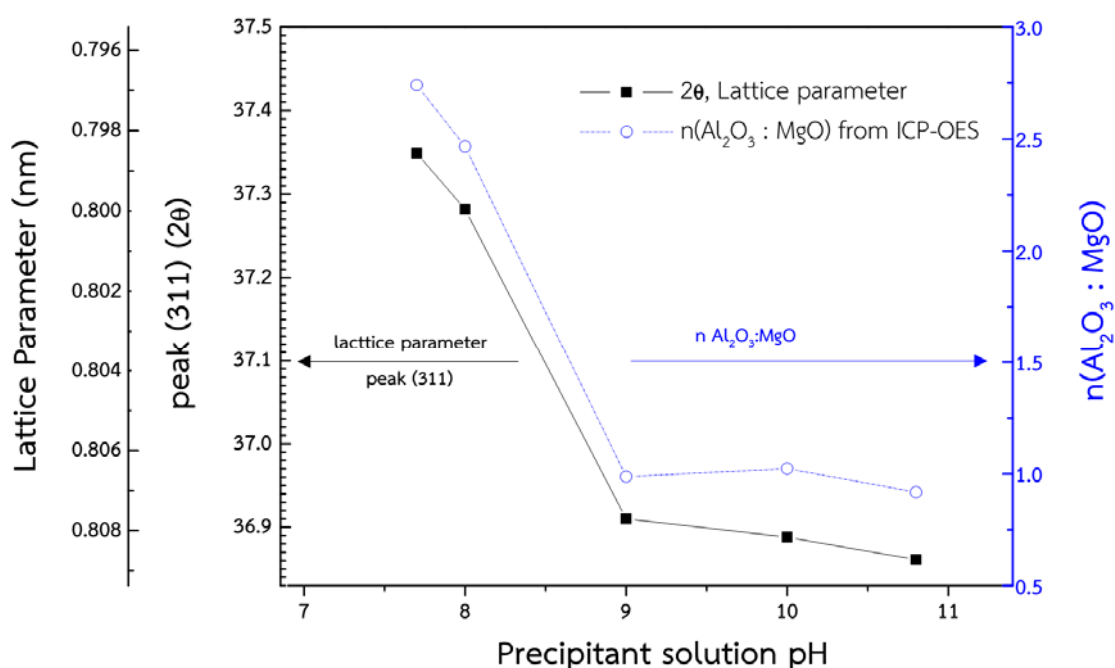


รูปที่ 4.31 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311)

โดยพบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นมีผลปรากฏเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาตำแหน่งพีคของ XRD ที่ระนาบ (311) พบว่าตำแหน่งพีคของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกันจะมีตำแหน่งพีคที่แตกต่างกัน โดยพีคของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 จะอยู่ที่ตำแหน่ง 37.349 องศา เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 8 9 10 และ 10.8 โดยการเลื่อนของมุมตำแหน่งพีคจะลดลงโดยอยู่ที่ตำแหน่ง 37.282 36.910 36.888 และ 36.861 ตามลำดับ โดยการเลื่อนของตำแหน่งพีคที่ลดลงนั้นแสดงให้เห็นถึงขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้นซึ่ง

เป็นผลมาจากองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกันในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างกัน

ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์แสดงดังรูปที่ 4.32 โดยพบว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมเท่ากับ 2.74 และมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์เท่ากับ 0.7985 นาโนเมตร เมื่อทำการปรับเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเพิ่มขึ้น พบว่าขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จะเพิ่มขึ้นและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่ได้จะลดลง



รูปที่ 4.32 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อ ตำแหน่งพีก XRD (311) แลตทิซพารามิเตอร์ และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม

โดยผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้น ส่งผลต่อปริมาณการตกตะกอนของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ทำให้ส่งผลต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากที่อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่มากกว่า 1 แสดงถึงปริมาณของอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยปริมาณอะลูมินาส่วนเกินนั้นจะมีการจัดตัวเป็นโครงสร้างของสปีแนลในรูปเฟสของแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีระบบผลึกและการเรียงตัวรูปแบบเดียวกันกับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ คือเป็นลูกบาศก์แบบ Fd3m [43,44,78] หากพิจารณาจากไอออนของอะตอมในโครงสร้างจะพบว่า โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นมีรัศมีไอออนของ Mg^{2+} ในช่องว่างออกตะฮีดรอลเท่ากับ 0.72 อังสตรอม [79] แต่โครงสร้างสปีแนลของแกมมาอะลูมินานั้นจะมีอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างออกตะฮีดรอล ซึ่ง Al^{3+} นั้นมีขนาด

มีรัศมีของไอออนเท่ากับ 0.54 อังสตรอม [79] ทำให้ขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากกว่า 1 จะมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ลดลง ซึ่งเมื่อพิจารณาจากขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาและโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลจะพบว่าขนาดที่ได้มีค่าเท่ากับ 0.729 และ 0.808 นาโนเมตรตามลำดับ [42] ซึ่งมีผลสอดคล้องกับการพิจารณาจากขนาดของไอออนของอะตอมในโครงสร้าง ที่แสดงถึงการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียส่งผลต่อการลดลงของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนล โดยได้แสดงค่าของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากการคำนวณจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ไว้ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบของธาตุของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

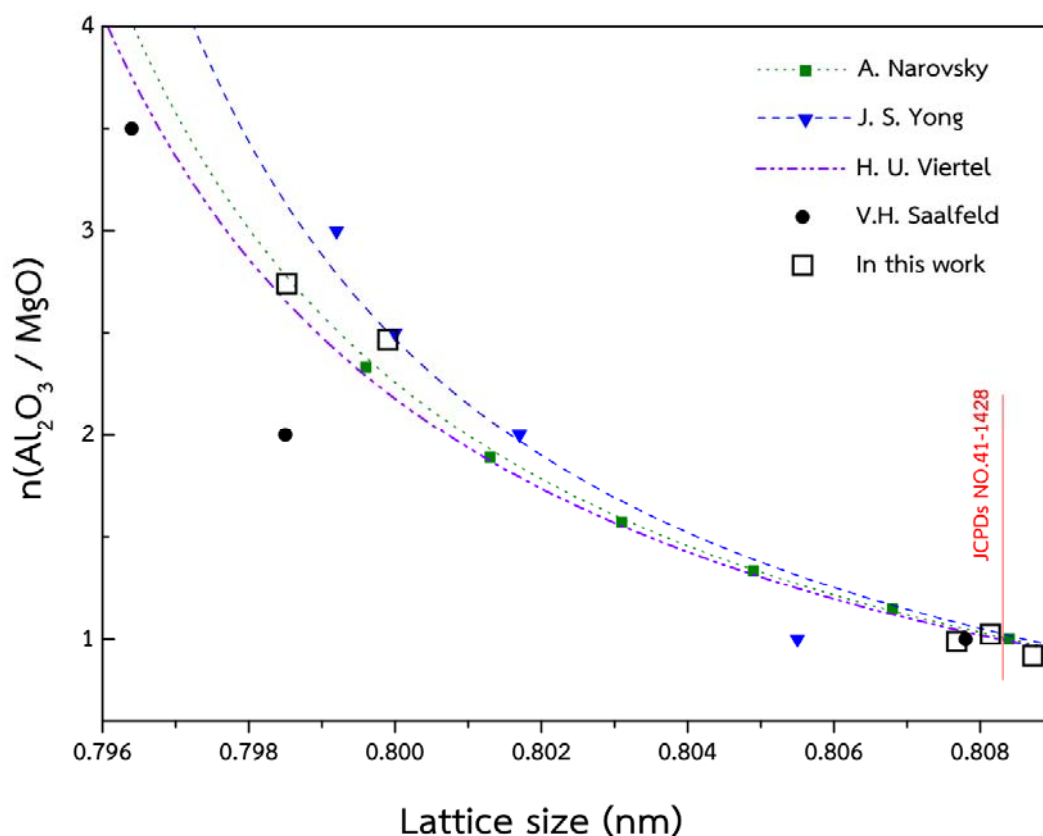
สารละลายที่ใช้ ตกตะกอน	Peak (311) (องศา)	ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ (นาโนเมตร)	อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินา ต่อแมกนีเซีย (n)
pH 7.7	37.349	0.79852	2.741
pH 8.0	37.282	0.79990	2.467
pH 9.0	36.910	0.80768	0.987
pH 10.0	36.888	0.80814	1.024
pH 10.8	36.861	0.80872	0.918
JCPDS	36.853	0.80831	1.000

ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่อแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้นั้นมีความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียกับขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ โดยเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียเพิ่มขึ้นแล้วขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์จะลดลงโดยการลดลงของแลตทิซพารามิเตอร์จากการเพิ่มปริมาณอะลูมินาในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลนั้น เนื่องจากปริมาณของอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลนั้นจะมีการจัดตัวเป็นโครงสร้างคล้ายกับแกมมาอะลูมินาที่นอกจากจะมีระบบผลึกและการเรียงตัวรูปแบบเดียวกันกับแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนล คือเป็นลูกบาศก์แบบ Fd3m แล้ว[43,44,78] ยังมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแกมมาอะลูมินาเท่ากับ 0.729 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าน้อยกว่าขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนล ที่ 0.808 นาโนเมตร [42] จึงทำให้การเพิ่มขึ้นของอะลูมินาส่งผลต่อขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนล โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าเฉลี่ยของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียแสดงดังสมการที่ (4.31)[42,80]

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

โดยที่ $a(n)$ คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ (n) ต่างๆ
 n คือ อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย
 a_{spinel} คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียอะลูมินอสปิเนล
 $a_{\gamma-Alu \min a}$ คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแกมมาอะลูมินา

เมื่อเปรียบเทียบผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่อแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากงานวิจัยนี้ กับงานวิจัยของ V.H. Saalfeld [81] A. Navrotsky [82] H.U. Viertel [78] และ J. S. Yong [42] พบว่ามีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ลดลงเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียเพิ่มขึ้น โดยได้นำค่าที่ได้จากงานวิจัยนี้และงานวิจัยก่อนหน้านี้ แสดงดังรูปที่ 4.33



รูปที่ 4.33 การเปลี่ยนแปลงของแลตทิซพารามิเตอร์ต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย

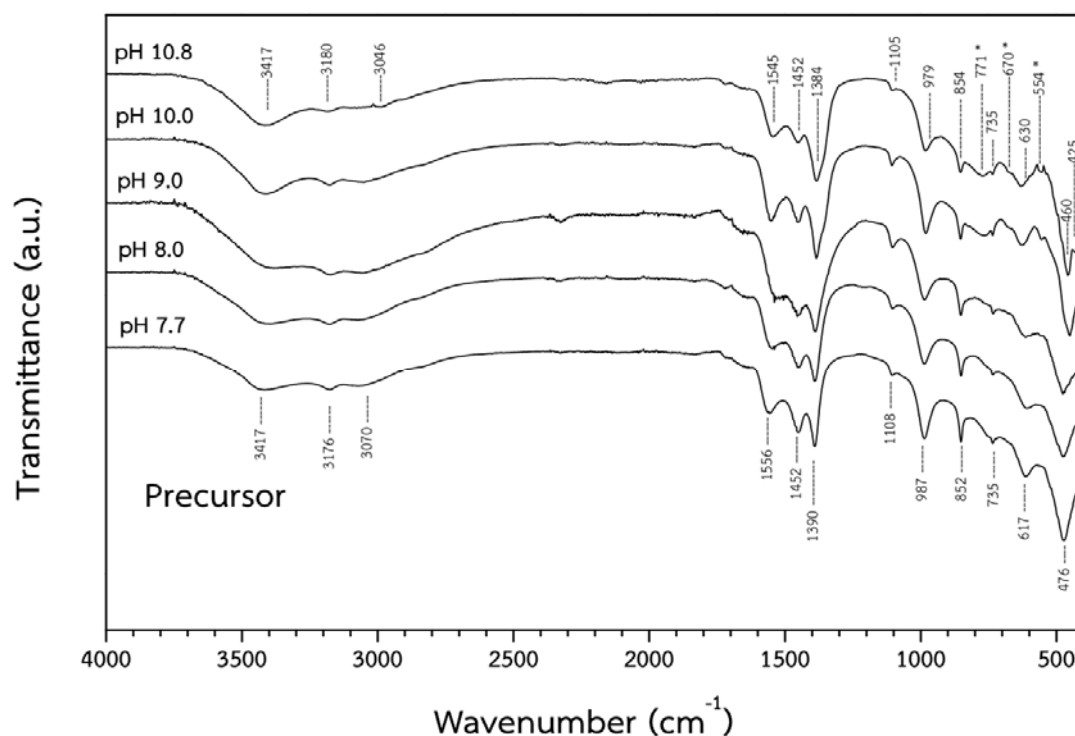
จากงานวิจัยของ A. Navrotsky [82] และ J. S. Yong [42] มีขนาด a_{spinel} ที่ได้จากการทดลองเท่ากับ 0.8084 และ 0.8086 นาโนเมตรตามลำดับ และมีขนาดของ $a_{\gamma-Alu \min a}$ ที่ได้จากการทดลองเท่ากับ 0.7911 และ 0.7922 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งสามารถแทนค่าในสมการที่ (4.31) เพื่อหาขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่างๆได้ และงานวิจัยของ

H.U. Viertel [78] ที่พบความสัมพันธ์และสามารถคำนวณหาอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียจากขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้เป็น $n=(0.86109-a)/(3a-2.37195)$

4.3.2.8 ผลเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ สปิแนลจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.34 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 $1390-1380\text{ cm}^{-1}$ [62,63,65,66] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ในช่วง $1110-1100\text{ cm}^{-1}$ [65,66] การสั่นโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ในช่วง $854-852\text{ cm}^{-1}$ [62,66,67] การสั่นโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [62,66,67] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH modes) ในช่วง $990-970$ และช่วง $630-610\text{ cm}^{-1}$ การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH modes) ในช่วง $480-460\text{ cm}^{-1}$ [67,68]

ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียที่มีความเป็นผลึกต่ำเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง โดยเมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนได้ที่ 9.0 10.0 และ 10.8 นั้น พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเพิ่มขึ้นจากตะกอนที่เกิดจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 โดยจะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซีย อะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH modes) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์



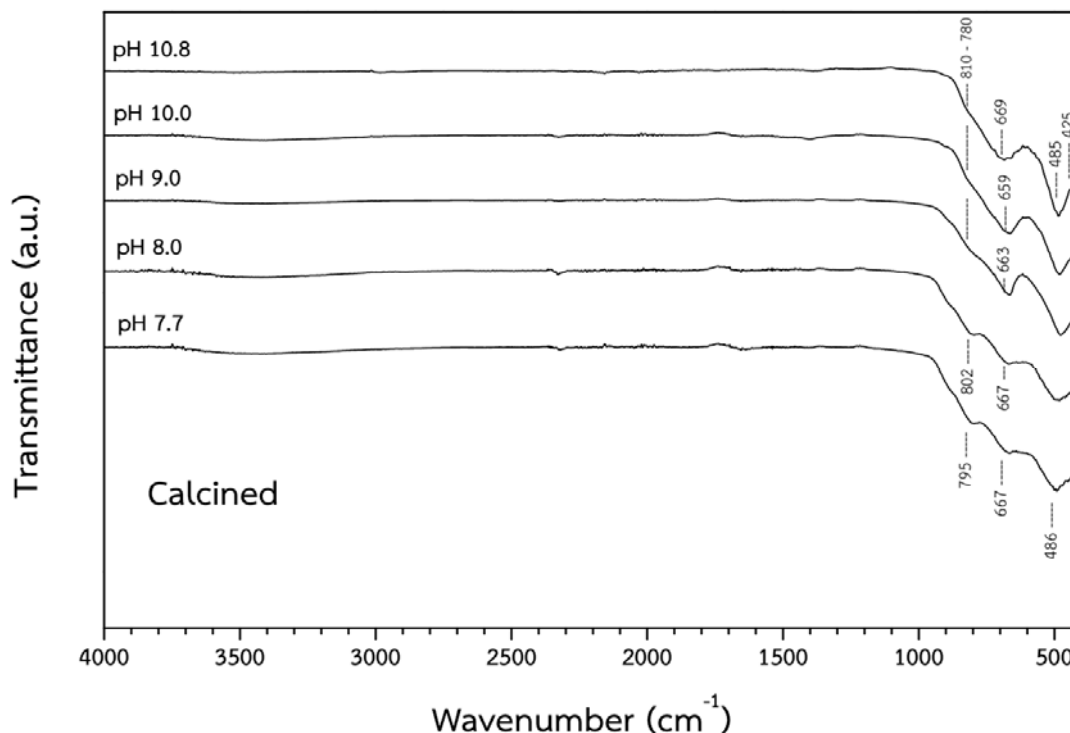
รูปที่ 4.34 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

4.3.2.9 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 4.35 จะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 670-650 การสั่นหด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 490-480 cm^{-1} [69] และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ในช่วง 780 ถึง 810 cm^{-1} ตามลำดับ [69] โดยผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหด 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 นั้นจะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ชัดเจนกว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 อีกทั้งการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ของผงผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้

ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 มีพีคที่ชัดเจนกว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ซึ่งเป็นผลมาจากความแตกต่างของสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีของ Mg และ Al ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.35 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100°C จากการเตรียมสารละลายที่ใช้ตกตะกอนความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

4.3.2.10 สรุปองค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และปรับความเป็นกรด-เบสในช่วง 7.7 ถึง 10.8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์พบว่าความเป็นกรด-เบส ส่งผลต่อเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้น อีกทั้งยังส่งผลต่อสัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียในโครงสร้างสปีเนล โดยจากงานวิจัยที่ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกไซด์พบว่า แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์จะตกตะกอนได้น้อยที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 6.5 และจะตกตะกอนได้ดีขึ้นเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น และจะตกตะกอนได้ทั้งหมดที่ความเป็นกรด-เบสมากกว่า 10.0 [32] โดยสอดคล้องกับผลการคำนวณค่าการละลายของตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมและตะกอนของสารประกอบแมกนีเซียม โดยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 จะมีการตกตะกอนของแมกนีเซียมได้น้อย ทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมีมากกว่า 1 เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนมากกว่า 9.0 จะทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมีค่าเข้าใกล้ 1 อีกทั้งความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังการตกตะกอน

อีกด้วย โดยเมื่อพิจารณาโครงสร้างของเฟสไฮโดรทัลไซต์ พบว่าจะประกอบไปด้วยชั้นที่เป็นไฮดรอกไซด์ของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยเป็นกลุ่มสารประกอบของ layered double hydroxides [75,76] ซึ่งจากการคำนวณการเกิดตะกอนของแมกนีเซียมรูปที่ 4.13 พบว่าแมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตในช่วงความเป็นกรด-เบสที่น้อยกว่า 8.85 และจะเกิดสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 8.85 จึงทำให้ตะกอนของแมกนีเซียมที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 พบเพียงเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนท์ และไม่เกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่เท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 จะพบเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนท์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ เนื่องจากแมกนีเซียมจะสามารถเกิดเป็นสารประกอบของไฮดรอกไซด์ได้ จึงทำให้เกิดชั้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฟสไฮโดรทัลไซต์

การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสจะได้เฟสเป็นโครงสร้างอสังฐานและเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยจะได้เฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สมบูรณ์หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส โดยเฟสที่แตกต่างกันของตะกอนและสัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมนั้นจะไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้เมื่อนำไปเผาแคลไซน์ โดยเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมนั้นเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (solid solutions) ได้กว้างเนื่องจากขนาดของแคตไอออนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดใกล้เคียงกัน อีกทั้งความต่างของประจุของแคตไอออนที่น้อย แมกนีเซียม (2+) และอะลูมิเนียม (3+) โดยได้แสดงสรุปเฟสและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมนั้นเตรียมได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆไว้ดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ปริมาณองค์ประกอบของธาตุของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และเฟสของตะกอน
ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

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

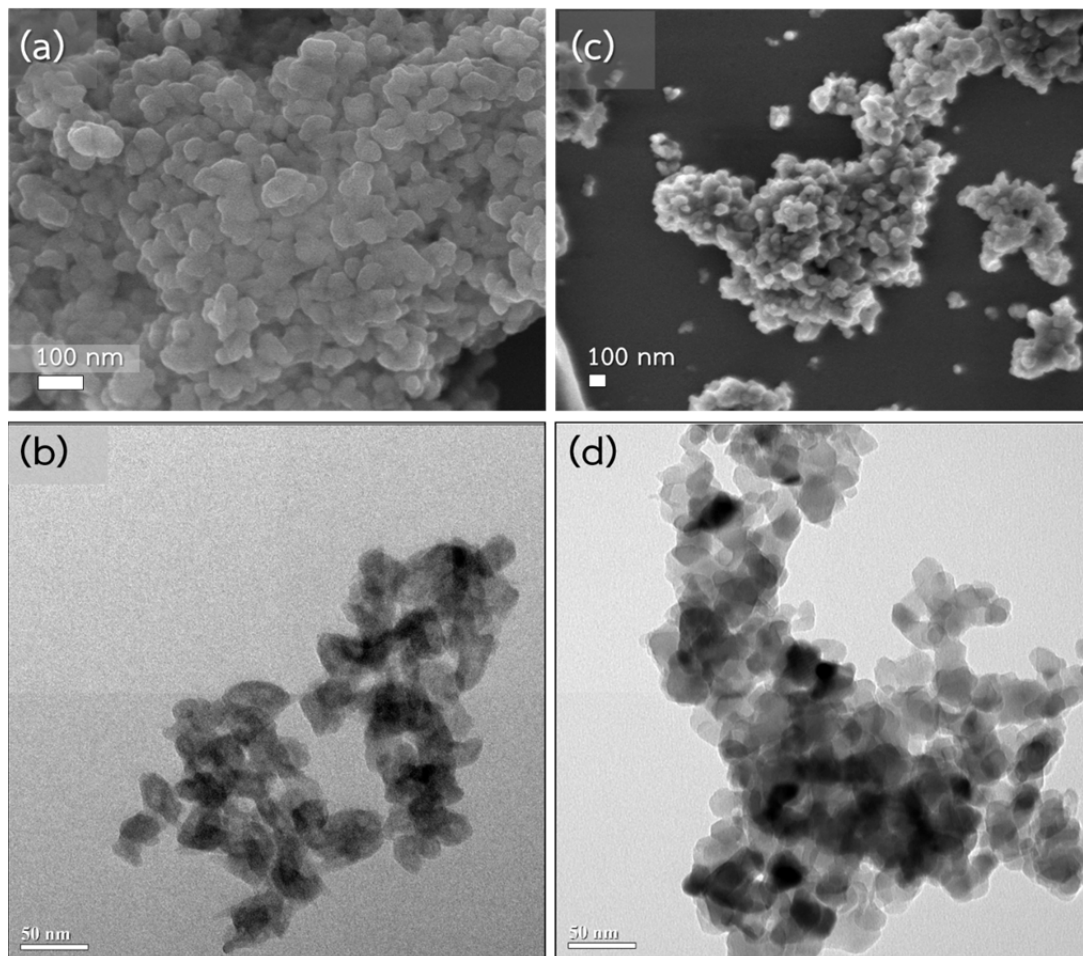
4.3.3 สันฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

4.3.3.1 สันฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7.7 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่มดังรูปที่ 4.36(a) และ (b) โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 10-80 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 35 ± 17 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดิวรอกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดิวรอกไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้เกิดตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดิวรอกไซด์ที่มีลักษณะกลม ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นถึงแม้มีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของเฟสดังกล่าวได้

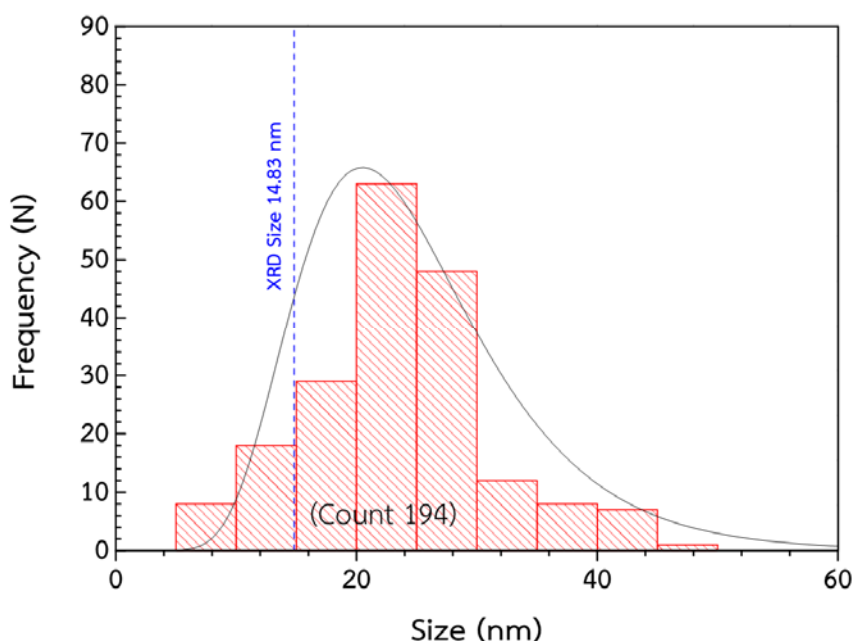
เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมดังรูปที่ 4.27 (c) และ (d) โดยตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะเกิดจากการสลายตัวของคาร์บอนไดออกไซด์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ สปิเนล ซึ่งการเกิด

การสลายตัวนั้นจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้หลังการเผาแคลไซน์มีขนาดเล็กลง โดยรูปร่างของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างและลักษณะเช่นเดียวกับตะกอนที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.36 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 4.37 พบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ (lognormal distribution) โดยจากผลการวัดขนาดจาก 194 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 7-46 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 23 ± 8 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน (Median) และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิต (geometric standard deviation) อยู่ที่ 23.3 และ 0.37 ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) พบว่าขนาดที่ได้อยู่ที่ 14.83 นาโนเมตร โดยขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดเล็กกว่าจากการวัดด้วย TEM เนื่องจากภาพจาก TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วนของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้

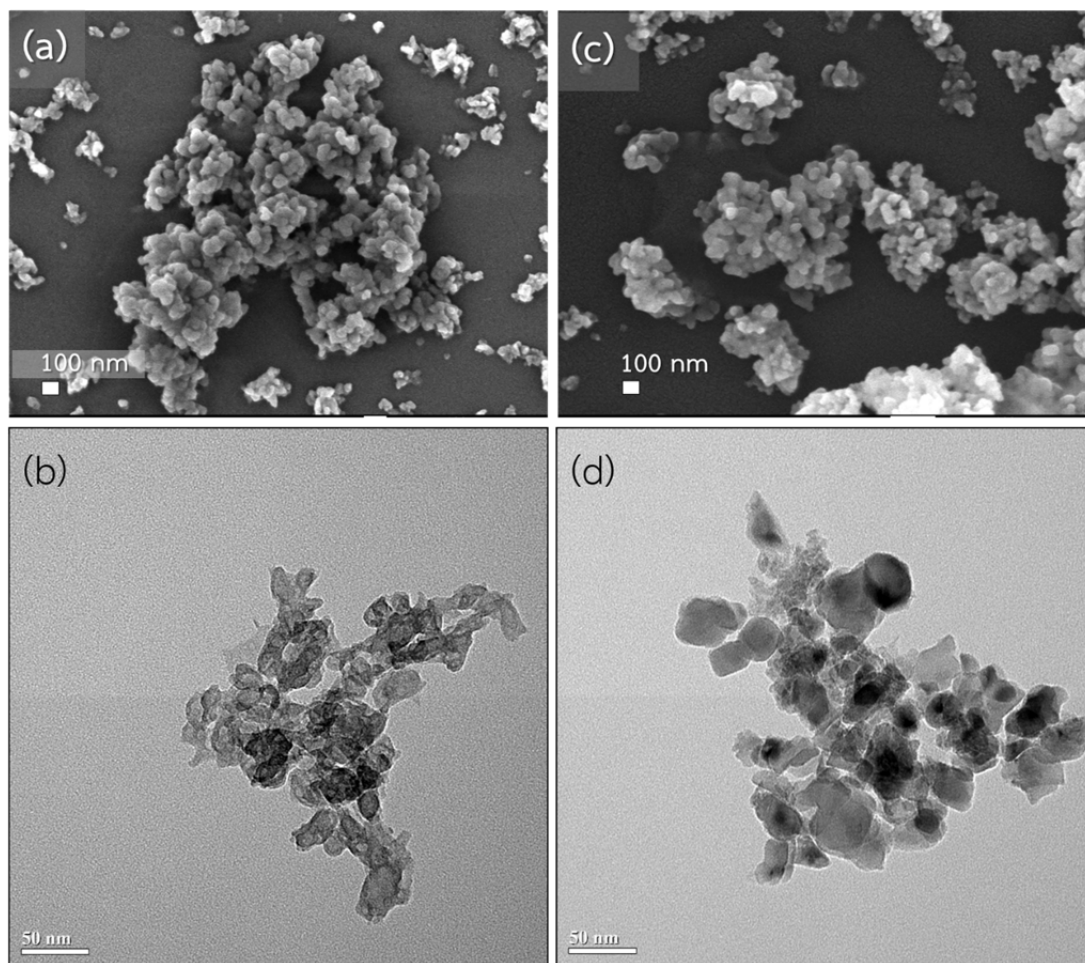


รูปที่ 4.37 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.3.3.2 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0

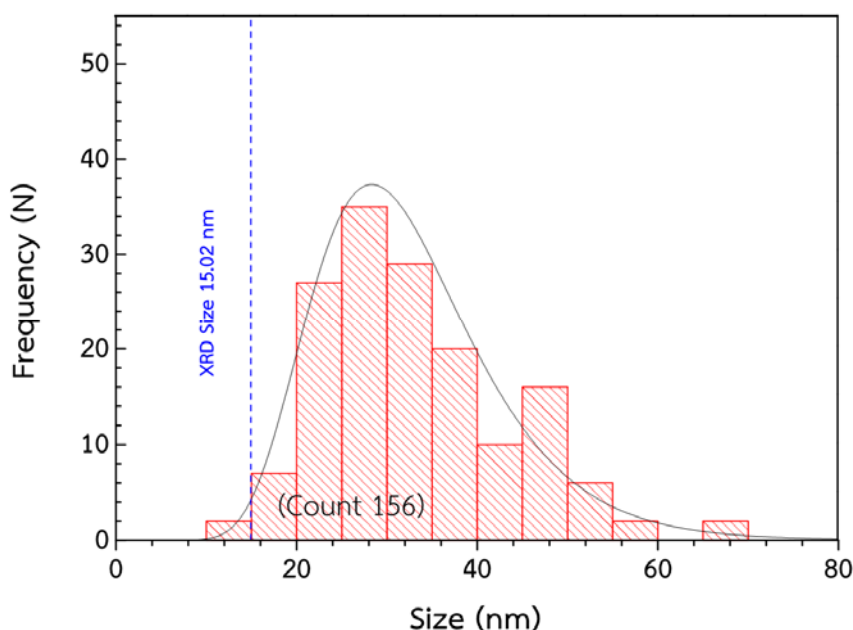
เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 8.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่มดังรูปที่ 4.38(a) และ (b) โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 10-60 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 29 ± 10 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะกลม ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นถึงแม้มีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของเฟสดังกล่าวได้

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมดังรูปที่ 4.38(c) และ (d) เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรมดังรูปที่ 4.39



รูปที่ 4.38 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 โดยจากผลการวัดขนาดจาก 156 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 13-66 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 33 ± 10 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐานและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิตอยู่ที่ 31.2 และ 0.30 ตามลำดับ โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้หลังการเผาแคลไซน์จะมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากเกิดการแพร่ระหว่างอนุภาคระหว่างการเผาแคลไซน์ จึงทำให้ขนาดอนุภาคที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ใหญ่ขึ้น

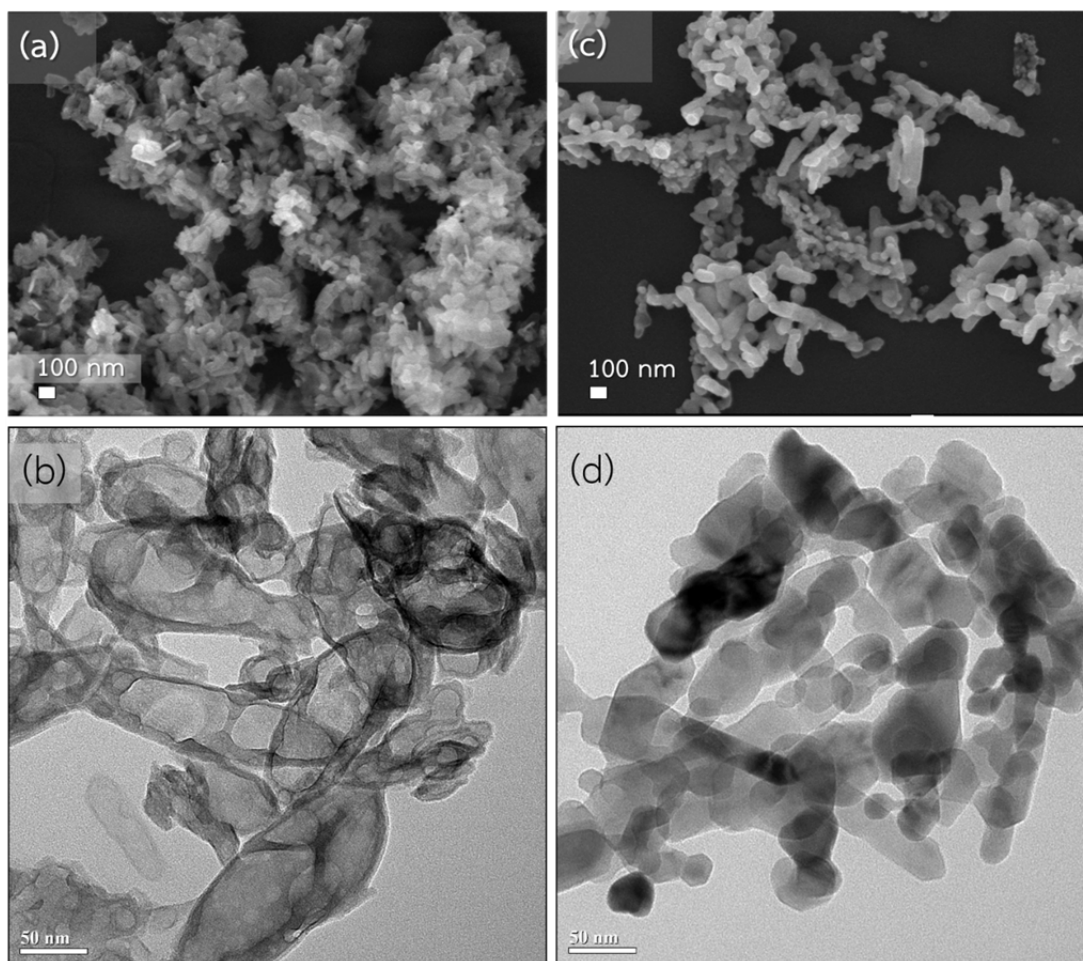


รูปที่ 4.39 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

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

4.3.3.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้เริ่มมีลักษณะยาวเป็นแท่ง โดยมีตะกอนบางส่วนยังมีลักษณะกลมดังรูปที่ 4.40(a) และ (b) ขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น 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



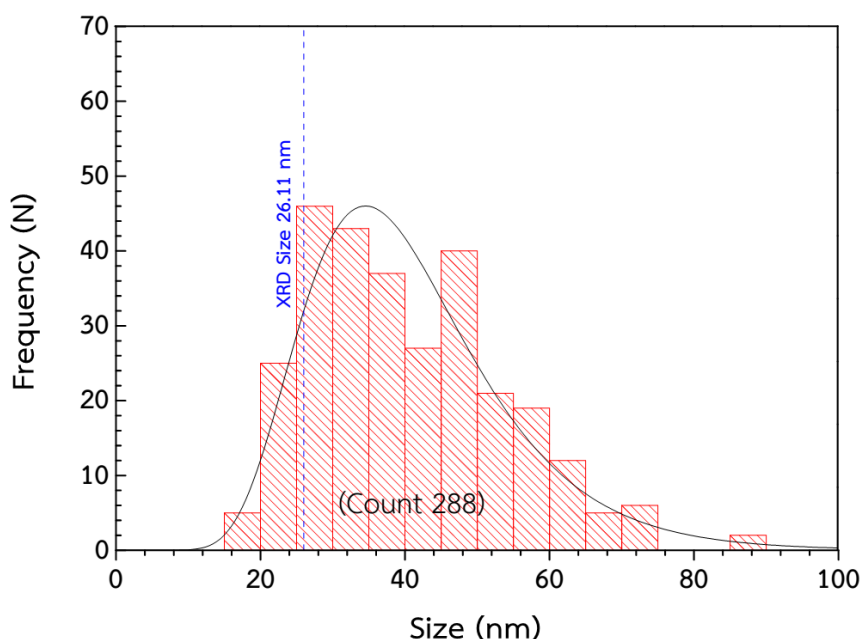
รูปที่ 4.40 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยตะกอนที่เริ่มมีลักษณะเป็นแท่งที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮโดรทัลไซต์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม[84]

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่งดังรูปที่ 4.40(c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิด

การแพร่แมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [85] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัญญาณของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรมดังรูปที่ 4.41

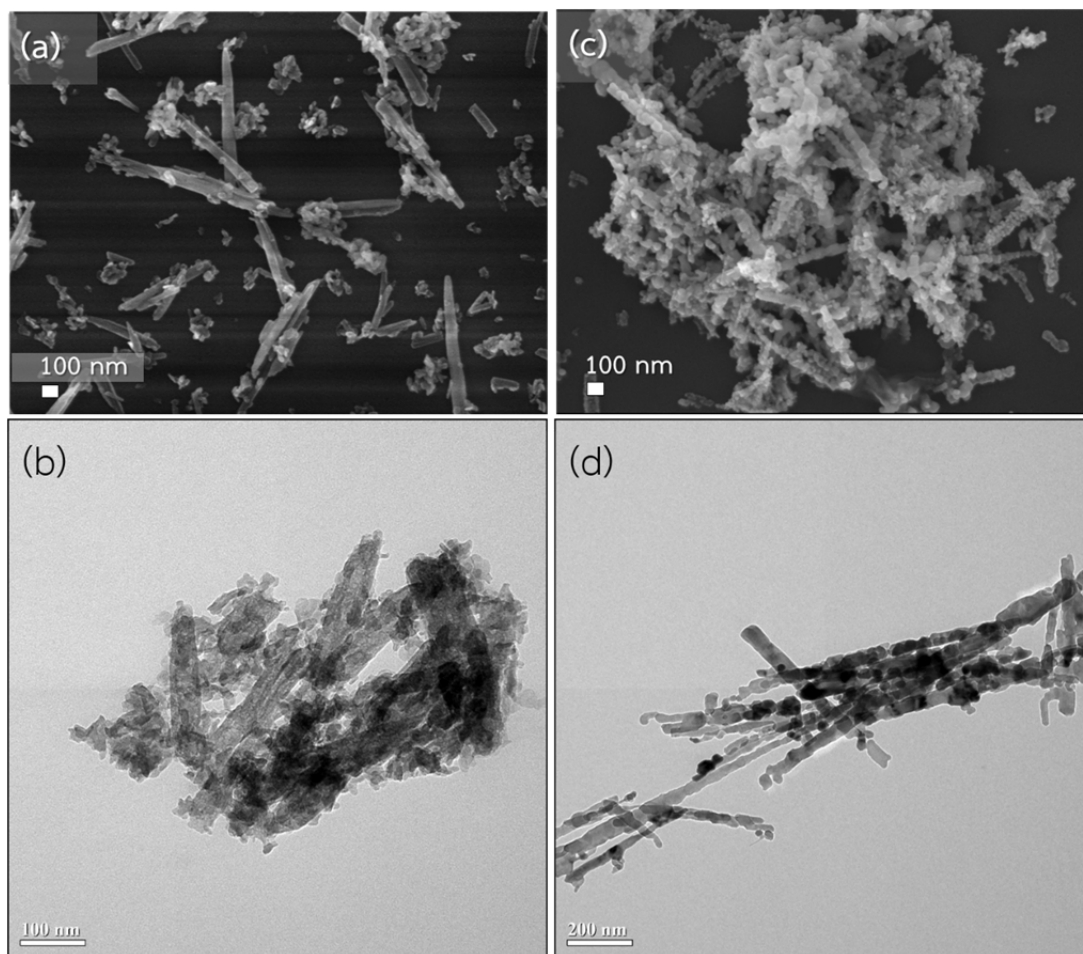


รูปที่ 4.41 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรดเบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยพบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 288 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 18-90 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 40 ± 13 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิตอยู่ที่ 38.6 และ 0.33 ตามลำดับ เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับ ความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86] เมื่อเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) พบว่าขนาดที่ได้อยู่ที่ 26.11 นาโนเมตร โดยขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดเล็กกว่าจากการวัดด้วย TEM เนื่องจากภาพจาก TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วนของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้

4.3.3.4 สัญฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 10.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยตะกอนที่เป็นมีลักษณะเป็นแท่งและตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลมดังรูปที่ 4.42(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 พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยตะกอนที่เริ่มมีลักษณะเป็นแท่งที่พบเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮโดรทัลไซต์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม [84]



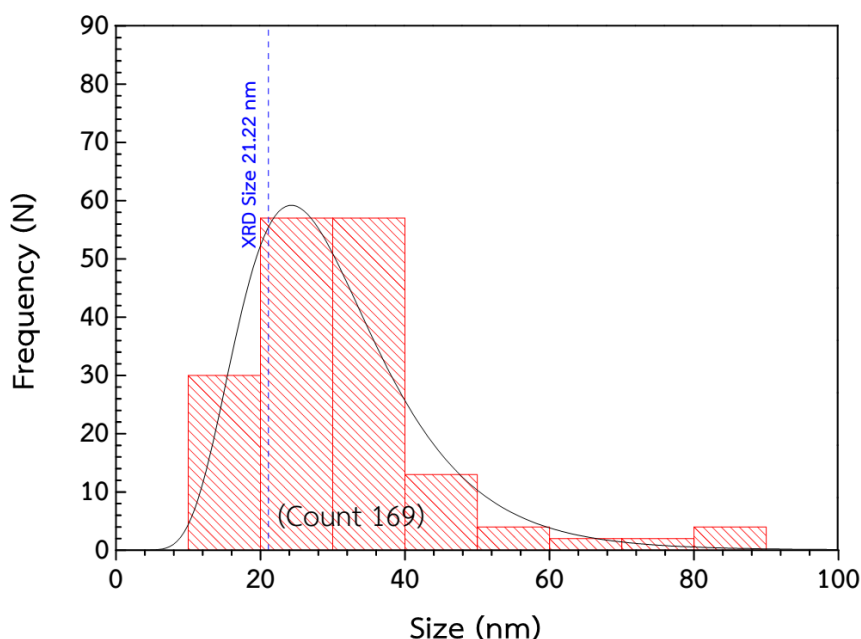
รูปที่ 4.42 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่งดังรูปที่ 4.42(c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดการแพร่แมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [85] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสถานะของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้

ในการเผาแคลไซน์จะเกิดการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดการแพร่แมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์

เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [85] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัญญาณของผงที่ได้หลังแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างยังเป็นตัวควบคุมขนาด ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86]

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม ดังรูปที่ 4.43 พบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 169 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 11-90 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 31 ± 14 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐานและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิต อยู่ที่ 28.3 และ 0.39 ตามลำดับ

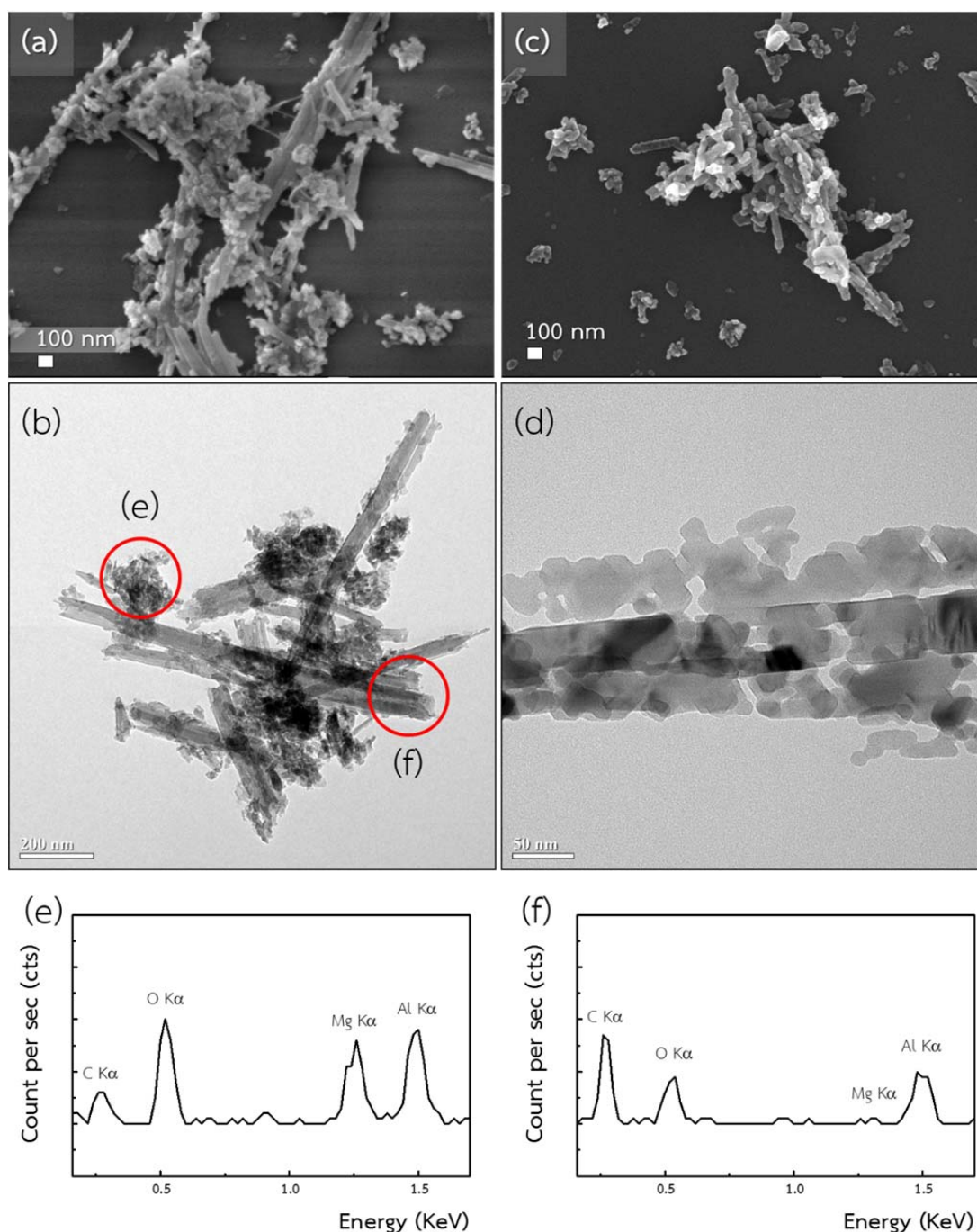


รูปที่ 4.43 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรดเบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮดรอกไซด์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86]

4.3.3.5 สัญฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 10.8 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยตะกอนที่เป็นมีลักษณะเป็นแท่งและตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลมดังรูปที่ 4.44(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 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ในตำแหน่งของรูปที่ 4.44(e) ตะกอนที่มีลักษณะกลม และ (f) ตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่ง พบว่าพลังงานของคลิ่นรังสีเอ็กซ์เรย์ที่วัดได้แสดงถึงองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน โดยตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นจะพบธาตุของแมกนีเซียม อะลูมิเนียมและออกซิเจน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของเฟสไฮโดรทัลไซต์ และตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่งพบธาตุของอะลูมิเนียมและออกซิเจน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮโดรทัลไซต์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม [84]

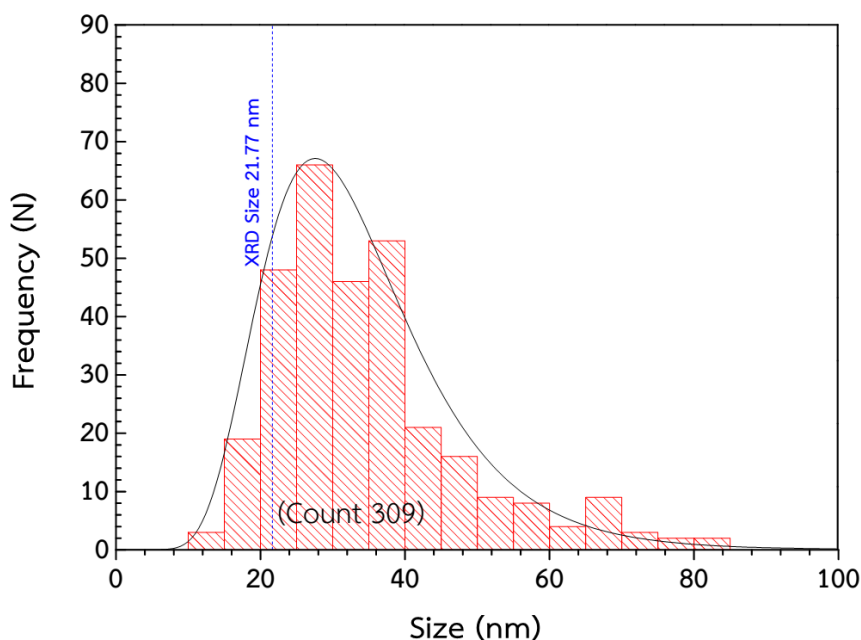


รูปที่ 4.44 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (e) และ (f) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่งดังรูปที่ 4.44(c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดิวโรไซด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิด

การแพร่แมงนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมงนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [85] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมงนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัญญาณของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างยังเป็นตัวควบคุมขนาด ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86]

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรมดังรูปที่ 4.45

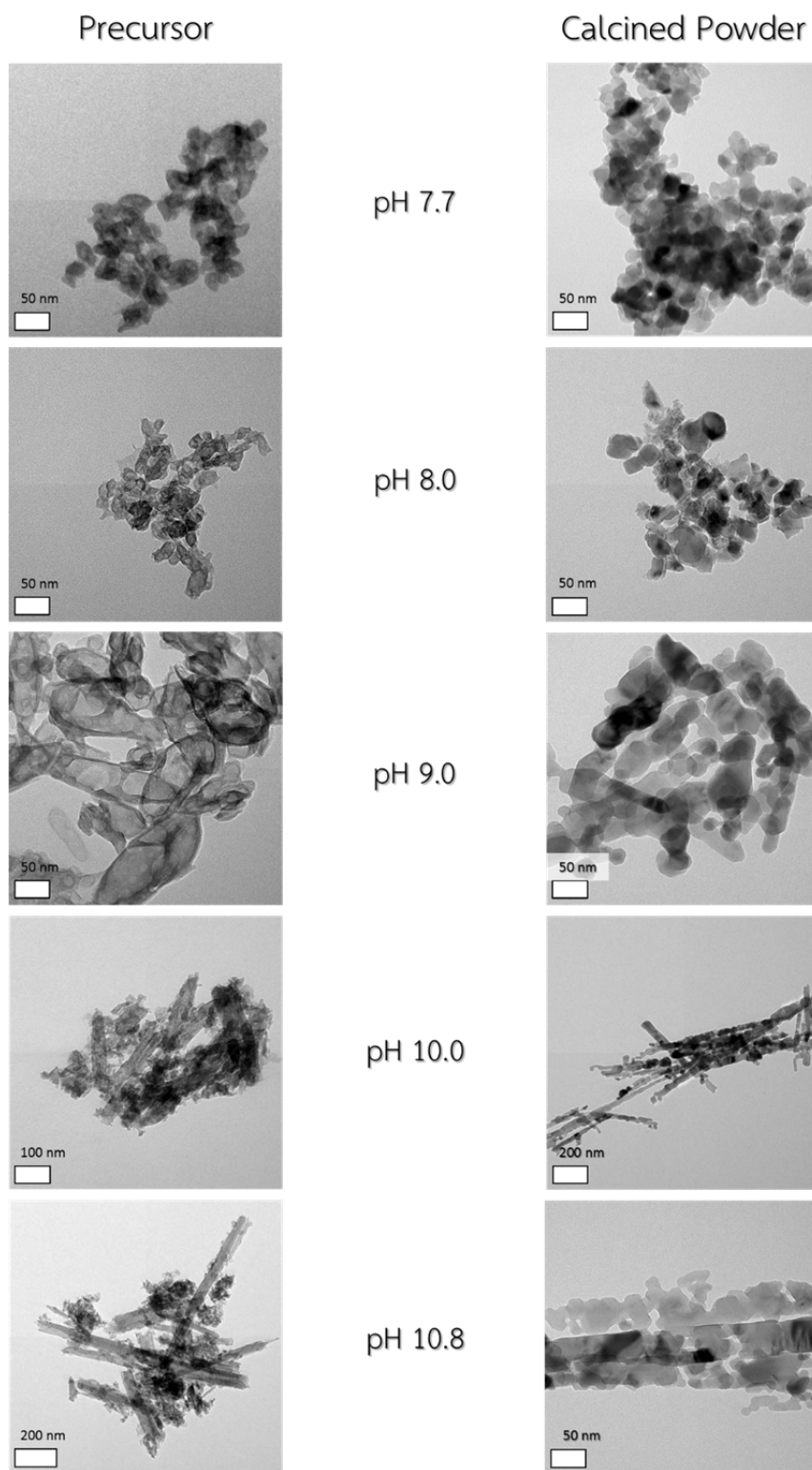


รูปที่ 4.45 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรดเบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยพบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 309 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 12-85 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 35 ± 13 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิต อยู่ที่ 31.6 และ 0.36 ตามลำดับ เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมงนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเกิดเป็นเฟสของแมงนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86]

4.3.3.6 ผลเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

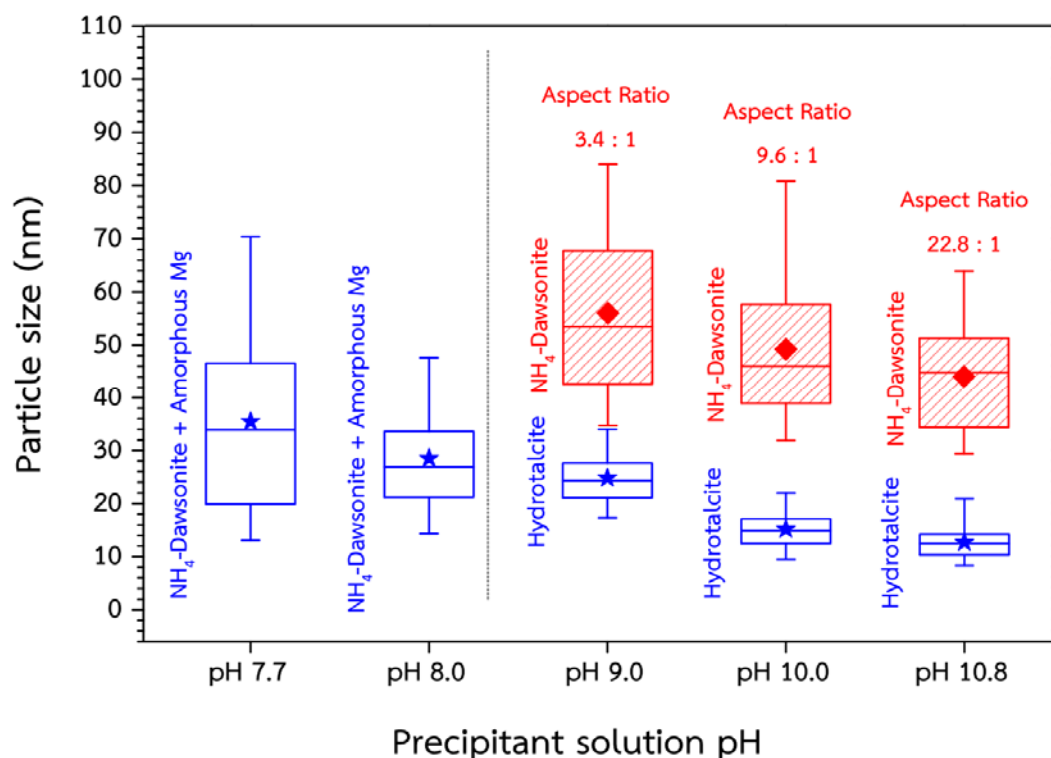
จากผลการวัดขนาดอนุภาคจากภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของตะกอนดังรูปที่ 4.46 โดยพบว่าเมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ตะกอนที่ได้นั้นจะมีลักษณะเป็นทรงกลม โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งลักษณะกลม ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ[83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้เกิดตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะกลม ซึ่งผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของผงสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบป้อนอยู่ได้ โดยเมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 จะเริ่มพบลักษณะของตะกอนที่เริ่มเป็นแท่ง ซึ่งมีตะกอนที่มีลักษณะกลมปนอยู่ ซึ่งเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 10.0 และ 10.8 จะพบว่าตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่งจะมีความยาวที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นจะพบเป็นเฟสของไฮดรอกไซด์ และตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่งเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [83] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้เกิดตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง โดยตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นเป็นเฟสของไฮดรอกไซด์ [84]



รูปที่ 4.46 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ดังรูปที่ 4.47 พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 พบว่าขนาดของตะกอนที่มีลักษณะเป็นทรงกลมจะมีขนาดเฉลี่ยที่ลดลง และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้

ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 จะส่งผลต่อขนาดของทั้งเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ โดยจะพบว่าขนาดของตะกอนที่มีลักษณะกลมของเฟสไฮโดรทัลไซต์และความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์จะมีการลดลง



รูปที่ 4.47 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันเมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM

การเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้นดังแสดงดังสมการที่ (4.32)

$$r^* = \frac{2\gamma}{\mu_l^0 - \mu_s^0} V_m \quad (4.32)$$

โดยที่	r^*	คือ ขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้นที่ไม่เกิดการละลายกลับ
	γ	คือ ค่าคงที่ของพลังงานพื้นผิวรอยต่อของของแข็งกับสารละลาย
	μ_s^0 และ μ_l^0	คือ พลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลายตามลำดับ
	V_m	คือ ปริมาตรของสารในระบบ

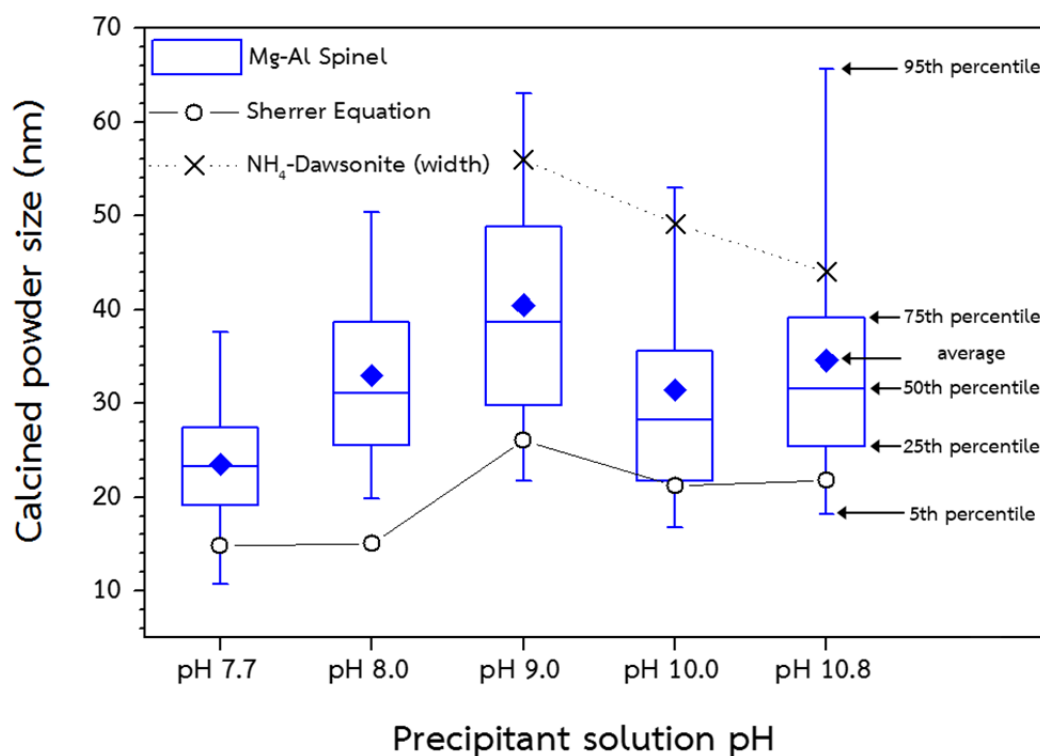
เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน พลังงานศักย์ทางเคมีของการละลาย μ_l^0 ซึ่งส่งผลต่อขนาดของนิวเคลียส จะเห็นว่าการเพิ่มขึ้นของพลังงานศักย์ทางเคมีของสารละลาย μ_l^0 จะทำให้ความแตกต่างของพลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลาย $\Delta\mu$ เพิ่มขึ้น ทำให้ขนาด

ของนิวเคลียสเริ่มต้น r^* ในการเกิดตะกอนมีขนาดที่ลดลง ซึ่งเมื่อเทียบกับขนาดของตะกอนจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 จะทำให้ขนาดของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่มีขนาดที่ลดลง โดยการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 นั้นจะส่งผลให้ขนาดของเฟสของไฮโดรทัลไซต์เล็กลงด้วยเช่นกัน นอกจากนี้การเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 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

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างรูปร่างและขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างกัน ระหว่างก่อนเผาแคลไซน์และหลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ารูปร่างลักษณะของตะกอนที่ได้ก่อนผ่านการเผาแคลไซน์จะส่งผลต่อรูปร่างลักษณะของตะกอนหลังผ่านการเผาแคลไซน์ โดยตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ที่มีลักษณะค่อนข้างกลมเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ จะได้ตะกอนที่มีลักษณะกลม โดยมีขนาดตะกอนที่เล็กลง สำหรับตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 นั้นพบว่าตะกอนที่ได้มีลักษณะที่เป็นแท่ง ซึ่งเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยมีตะกอนที่มีลักษณะกลมปนอยู่ซึ่งเป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งเมื่อนำมาเผาแคลไซน์พบว่า รูปร่างและสัณฐานของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ อีกทั้งยังมีขนาดที่ลดลงอีกด้วย

โดยลักษณะที่เกิดขึ้นนั้นสามารถอธิบายได้จากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [85] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์มารวมกับอะลูมิเนียมในเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [86] ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM ดังแสดงในรูปที่ 4.48 ของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์กับขนาดอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 พบว่าขนาดความกว้างของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และขนาดของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นลดลงเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบส และยังพบว่าขนาดของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จะมีขนาดไม่เกินกว่าขนาดความกว้างของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์อีกด้วย นอกจากนี้ขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM และขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) มีแนวโน้มที่แปรผันสัมพันธ์กัน โดยที่ขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดเล็กกว่า ทั้งนี้เกิดจากการวัดด้วย TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วน

ของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้



รูปที่ 4.48 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันทั้งก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ เมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM และขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการ Scherrer

4.3.3.7 สรุปสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ในการใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่ต่างกันนั้น นอกจากจะส่งผลต่อความสามารถในการตกตะกอนซึ่งทำให้องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนมีความแตกต่างกันแล้วนั้น ยังส่งผลต่อขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้อีกด้วย ซึ่งสามารถสรุปผลได้ดังตารางที่ 4.10 โดยการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 จะทำให้ขนาดของตะกอนของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบมีขนาดเล็กลง และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 นั้นส่งผลให้ขนาดของตะกอนของไฮโดรทัลไซต์และความกว้างของแท่งแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ลดลงอีกด้วย

ตารางที่ 4.10 ผลของความเป็นกรด-เบสต่อองค์ประกอบเฟสและสัณฐานของตะกอน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์

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

เนื่องจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลให้ความแตกต่างของพลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลาย $\Delta\mu$ เพิ่มขึ้น โดยการเพิ่มความเป็นกรด-เบสยังส่งผลต่อการโตของอนุภาคตามแนวยาวของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์อีกด้วย ซึ่งลักษณะและขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะส่งผลต่อลักษณะและขนาดของตะกอนที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ โดยหากขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กจะส่งผลให้ขนาดของตะกอนที่ได้หลังการเผาแคลไซน์มีขนาดเล็กด้วยเช่นกัน ซึ่งจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียมทำให้อะลูมิเนียมของโครงสร้างแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เปรียบเสมือนโครงสร้างให้เฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้การใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 ที่พบลักษณะแท่งของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์จะพบการเกาะเรียงตัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เป็นลักษณะแท่งด้วยเช่นกัน

4.4 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก ที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เนื่องจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียม (n) ที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อความหนาแน่นทางทฤษฎีที่ต่างกัน โดยทั่วไปจึงนิยมเปรียบเทียบความหนาแน่นโดยดูจากค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ซึ่งได้จากการเปรียบเทียบความหนาแน่นของชั้นงานกับความหนาแน่นทางทฤษฎี โดยสามารถคำนวณหาความหนาแน่นทางทฤษฎีได้

จากค่าของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ที่ได้จากเทคนิค ICP-OES และขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากเทคนิค XRD มาทำการคำนวณด้วยสมการที่ (3.4) ซึ่งได้ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่าง ๆ

pH	Al ₂ O ₃ /MgO (n)	Lattice (nm)	Total Mass (Kg)	Total Volumn (m ³)	Density (Kg/m ³)
7.7	2.741	0.79852	4.25E-24	1.174E-27	3619.46
8.0	2.467	0.79990	3.88E-24	1.075E-27	3607.66
9.0	0.987	0.80768	1.87E-24	5.219E-28	3589.43
10.0	1.024	0.80814	1.92E-24	5.372E-28	3578.95
10.8	0.918	0.80872	1.78E-24	4.964E-28	3584.52
JCPDs	1.000	0.80831	1.89E-24	5.281E-28	3579.51

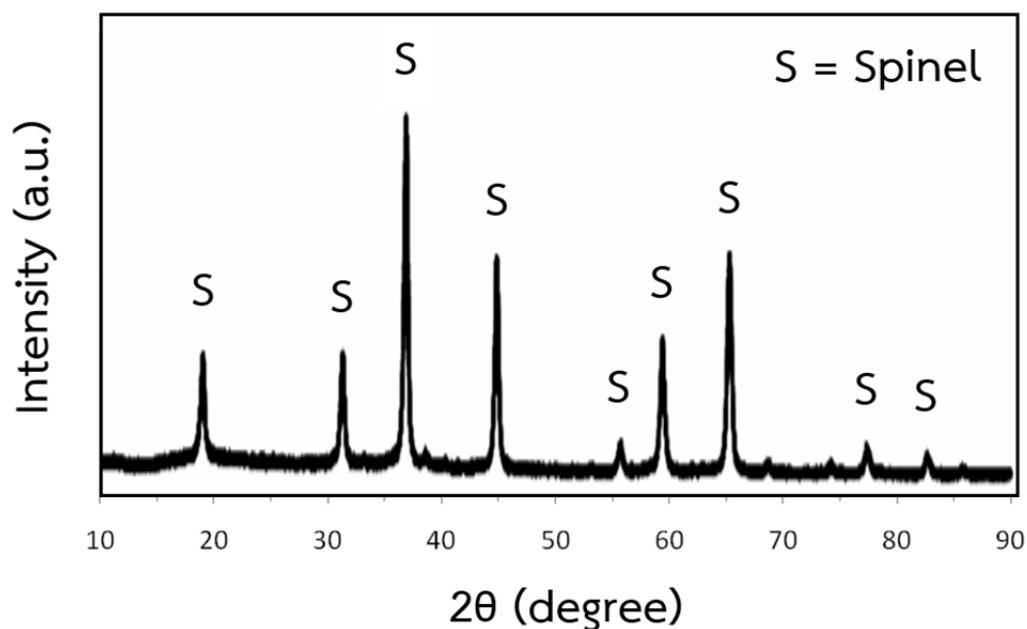
4.4.1 องค์ประกอบทางเคมี เฟส และสัณฐานวิทยาของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า (S30CR)

เพื่อเปรียบเทียบสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้นั้น จึงได้มีการนำผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า (S30CR, MgAl₂O₄, บริษัท Baikowski Group Co.,Ltd, ประเทศฝรั่งเศส) มาทำการขึ้นรูปเพื่อทดสอบเปรียบเทียบด้วย ซึ่งจากการศึกษาของ P. Chintasongkro และคณะ [87] ที่ได้ทำการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้าด้วยเทคนิคเอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-Ray fluorescence, XRF) ได้แสดงผลการวิเคราะห์เป็นออกไซด์ของธาตุต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.12 ซึ่งจะพบว่าค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้าที่ได้นั้นมีค่าน้อยกว่า 1

ตารางที่ 4.12 องค์ประกอบทางเคมีและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า

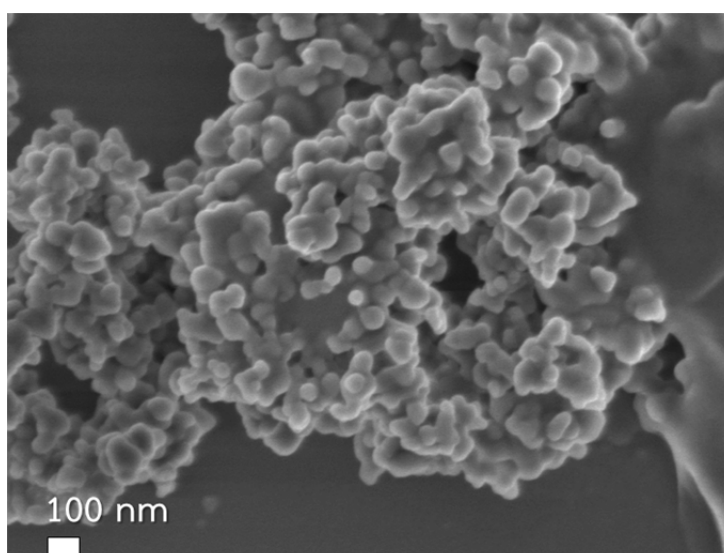
องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า (wt%)								อัตราส่วนโดยโมล
Al ₂ O ₃	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	ZrO ₂	BaO	PbO	LOI	Al ₂ O ₃ /MgO (n)
70.102	28.189	0.004	0.135	0	0.008	0	1.863	0.983

รูปที่ 4.49 แสดงผล XRD ที่ได้จากงานวิจัยของ P. Chintasongkro และคณะ [87] ที่ได้ทำการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ S30CR โดยผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์การคั่วนั้นพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียว



รูปที่ 4.49 ผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์การคั่ว

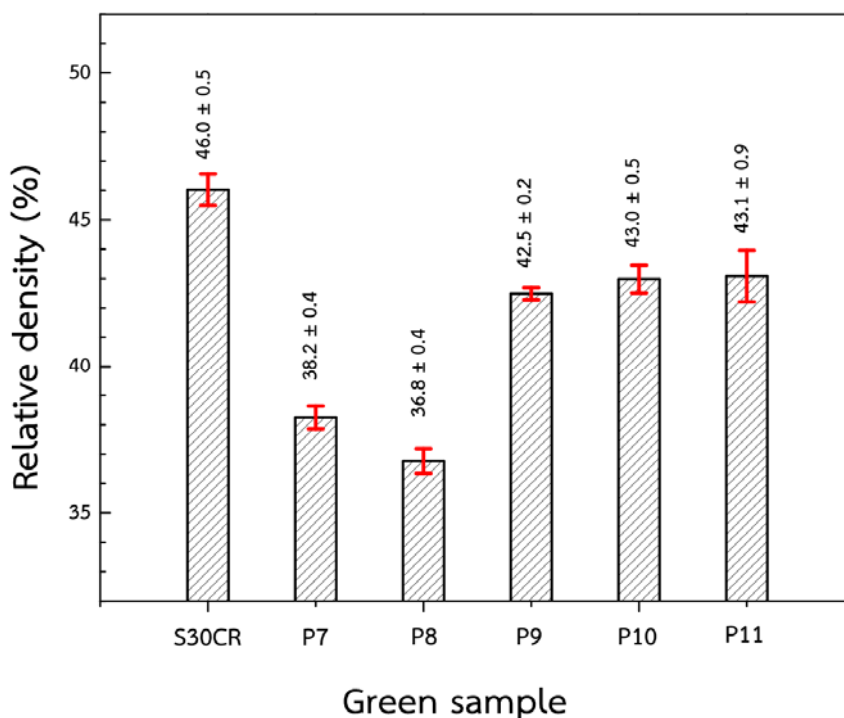
เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์การคั่วมาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่มดังรูปที่ 4.50 ซึ่งมีขนาดที่วัดได้อยู่ในช่วง 30-150 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 76 ± 27 นาโนเมตร



รูปที่ 4.50 ภาพถ่าย FE-SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์การคั่ว

4.4.2 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เคลือบเซรามิกก่อนเผาไหม้

เนื่องจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดและรูปร่างลักษณะการเกาะตัวที่แตกต่างกัน ซึ่งมีผลต่อการขึ้นรูปชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยสามารถวัดความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาไหม้ได้โดยได้ทำการวัดขนาดและชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่ขึ้นรูปก่อนนำไปเผาไหม้ที่ 1300-1650 องศาเซลเซียส โดยเทียบกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการคำนวณแสดงดังรูปที่ 4.51 พบว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 (P7) และ 8.0 (P8) จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาไหม้เฉลี่ยร้อยละ 38.2 ± 0.4 และ 36.8 ± 0.4 ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9 (P9) 10 (P10) และ 10.8 (P11) ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาไหม้เฉลี่ยร้อยละ 42.5 ± 0.2 43.0 ± 0.5 และ 43.1 ± 0.9 ตามลำดับ นั้นแสดงให้เห็นว่าสัณฐานของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่มีลักษณะการเกาะเรียงตัวเป็นแท่งส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาไหม้เพิ่มสูงขึ้น



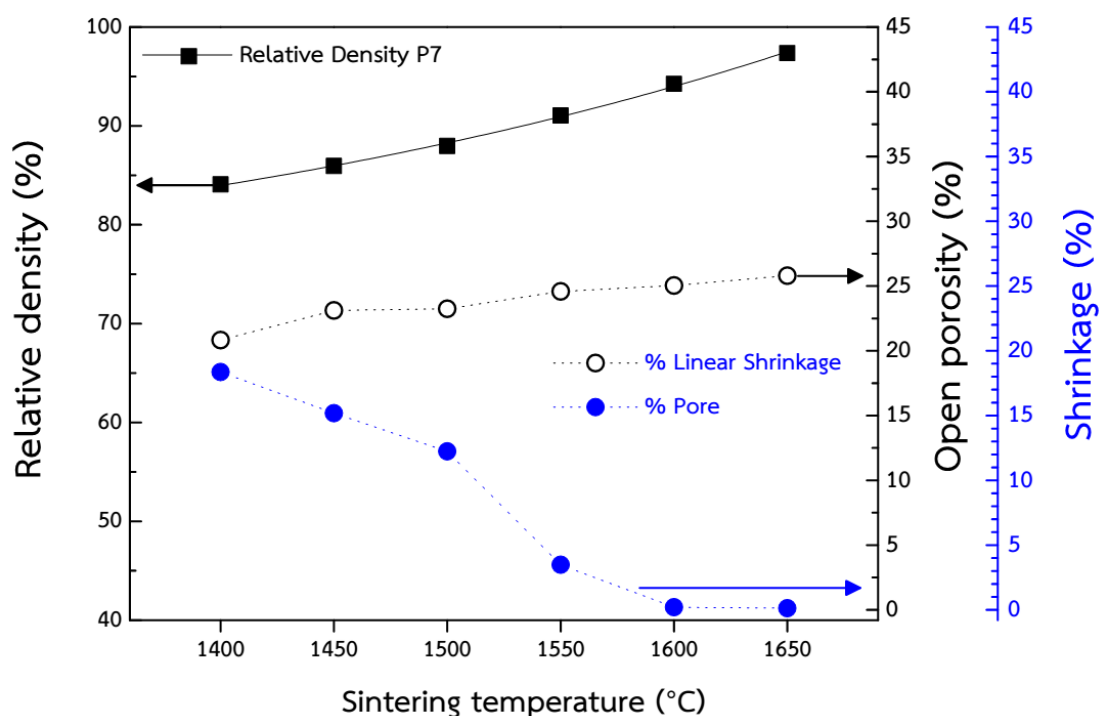
รูปที่ 4.51 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เคลือบเซรามิกก่อนนำมาเผาไหม้

โดยเพื่อให้สามารถเปรียบเทียบผลการทดสอบสมบัติของความสามารถในการเผาไหม้ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้น จึงได้มีการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า (S30CR, MgAl_2O_4 , บริษัท Baikowski Group Co.,Ltd, ประเทศฝรั่งเศส) มาทดสอบเพื่อ

เปรียบเทียบกับ ซึ่งในการขึ้นรูปพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผืนิกนั้นอยู่ที่ร้อยละ 46.0 ± 0.5 ซึ่งมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผืนิกที่สูงที่สุด

4.4.3 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7

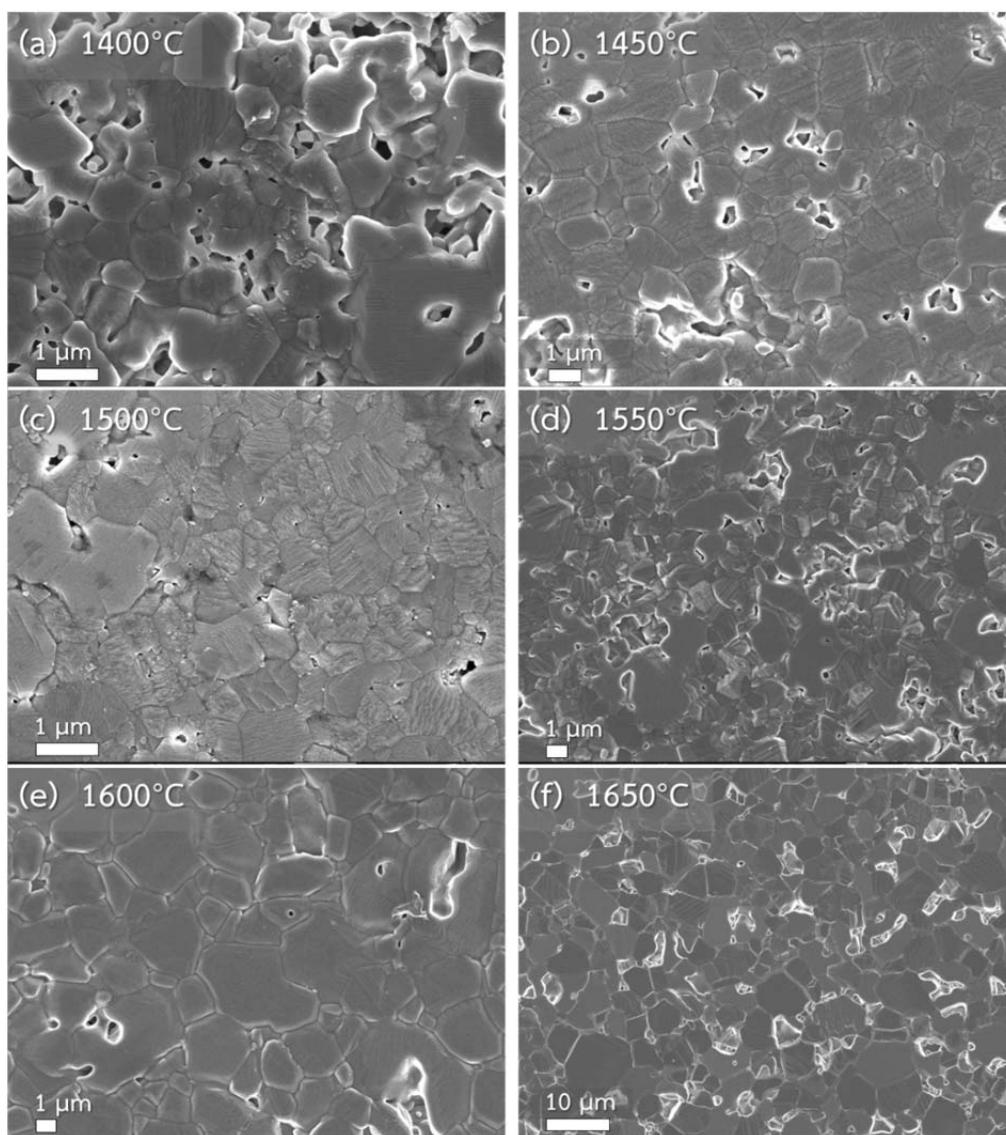
ทดสอบความสามารถในการเผาผืนิกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 โดยทำการเผาผืนิกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.52 โดยสำหรับชิ้นงาน P7 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผืนิกอยู่ที่ร้อยละ 38.2 ± 0.4 เมื่อทำการเผาผืนิกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 84.1 20.8 และ 18.4 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนิกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผืนิกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.4 25.8 และ 0.1 ตามลำดับ



รูปที่ 4.52 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาผืนิกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P7 ที่เผาผืนิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P7 มีร้อยละของรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผืนิกของชิ้นงานเซรามิก เนื่องจากในช่วงสุดท้ายของการเผาผืนิกจะเกิดการเคลื่อนที่ของเนื้อสารมาเติมในรูพรุนจนกระทั่งรูพรุนเปิดที่เชื่อมต่อกันเป็นช่อง (pore channel) ในชิ้นงานจะถูกตัดขาดจากกันกลายเป็นรูพรุนปิด ทำให้ในการหาปริมาณรูพรุนด้วยวิธีการแทนที่น้ำจะได้ค่ารูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ โดยจากแนวโน้มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ ยังแสดงถึงอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานยังคงที่ ทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิเผาผืนิกที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P7 มีความหนาแน่นถึงจุดสูงสุด

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาผืนิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.53 (a-f) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง (equiaxed grain) การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนิกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P7 ที่เผาผืนิกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 97.4 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 2 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผืนิกในช่วง 1600-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

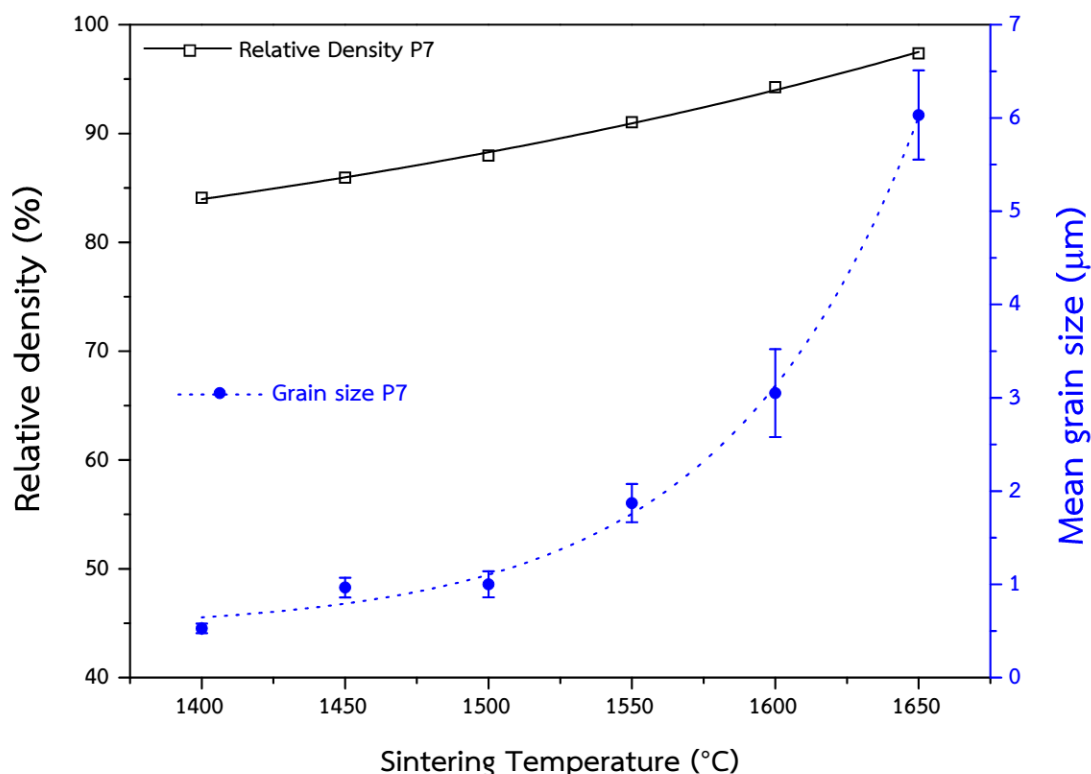


รูปที่ 4.53 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ (a-f) 1400-1650

องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P7 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 23.5 ± 7.5 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P7 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 527 965 1000 1870 3050 และ 6031 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรน (pore trap) ของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P7 ที่เผาผืนที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.54 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดเกรนที่วัดได้เพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผืนที่ 1400-1600 องศาเซลเซียส



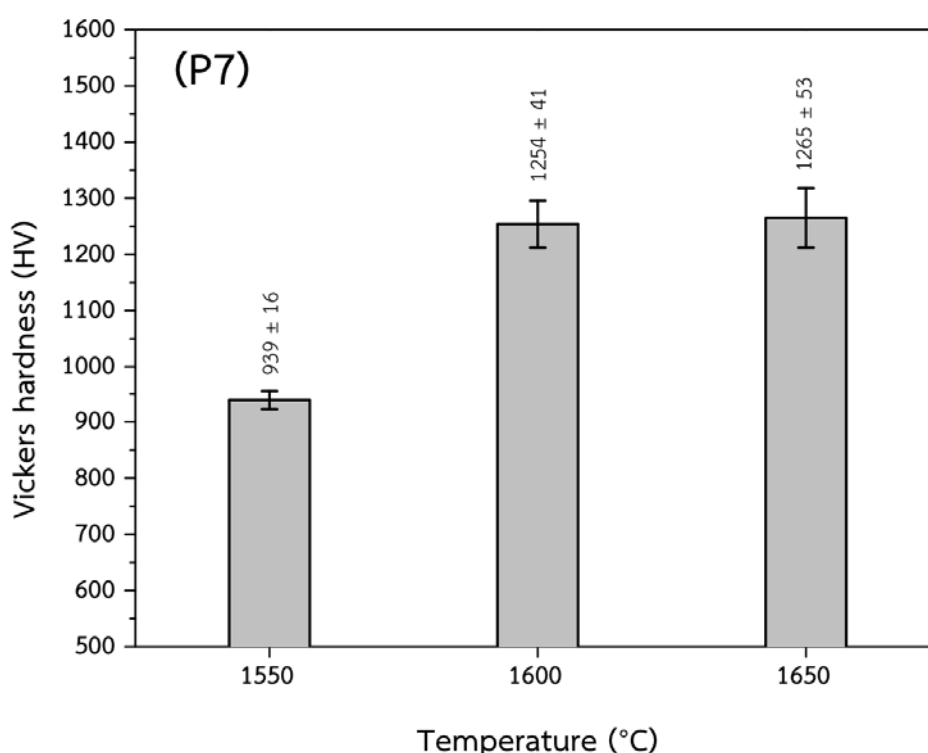
รูปที่ 4.54 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P7 ที่เผาผืนที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล แม้จะมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนจาก 1600 ไป 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผืน แต่จากการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์นั้นทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P7 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผืนที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่มากกว่า 1650 องศาเซลเซียส

ในการทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม พบว่าการทดสอบด้วยแรงกดน้อยๆ ในช่วงที่ 1 และ 5 กิโลกรัมนั้นจะให้ค่าความแข็งของวัสดุที่ไม่คงที่ โดยจะเกิดการเพิ่มขึ้นของค่าความแข็งที่ได้จากการทดสอบของวัสดุเมื่อเพิ่มแรงการทดสอบ จนค่าความแข็งที่ได้เริ่มคงที่เมื่อใช้แรงกดทดสอบที่ 10 และ 20 กิโลกรัม โดยช่วงที่แรงทดสอบที่ทำให้ค่าความแข็งของวัสดุคงที่จะได้ค่าความแข็งที่ใกล้เคียงกับความแข็งของวัสดุ ซึ่งความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นนั้นมีได้หลายสาเหตุ โดยปัจจัยจากภายนอกของวัสดุที่เกิดจากการวัดขนาดของรอยกดที่ทดสอบด้วยแรงกดต่ำๆ จะทำให้รอยกดที่ได้มีขนาดเล็ก ทำให้การรับรู้ของขนาดมีความคลาดเคลื่อนไป [89,90] หรือปัจจัยจากการยกตัวของขอบรอย

กด (pile-up) ที่ทำให้ขนาดที่วัดได้เล็กลงกว่าปกติและการจมลงของขอบรอยกด (sink-in) ที่ทำให้ขนาดที่วัดได้ใหญ่ขึ้นกว่าปกติ [91] เพื่อลดความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นจึงนิยมทำการทดสอบด้วยแรงกดที่สูงกว่า โดยให้ความเชื่อมั่นการทดสอบความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 และ 20 กิโลกรัม (ISO 6507-2)

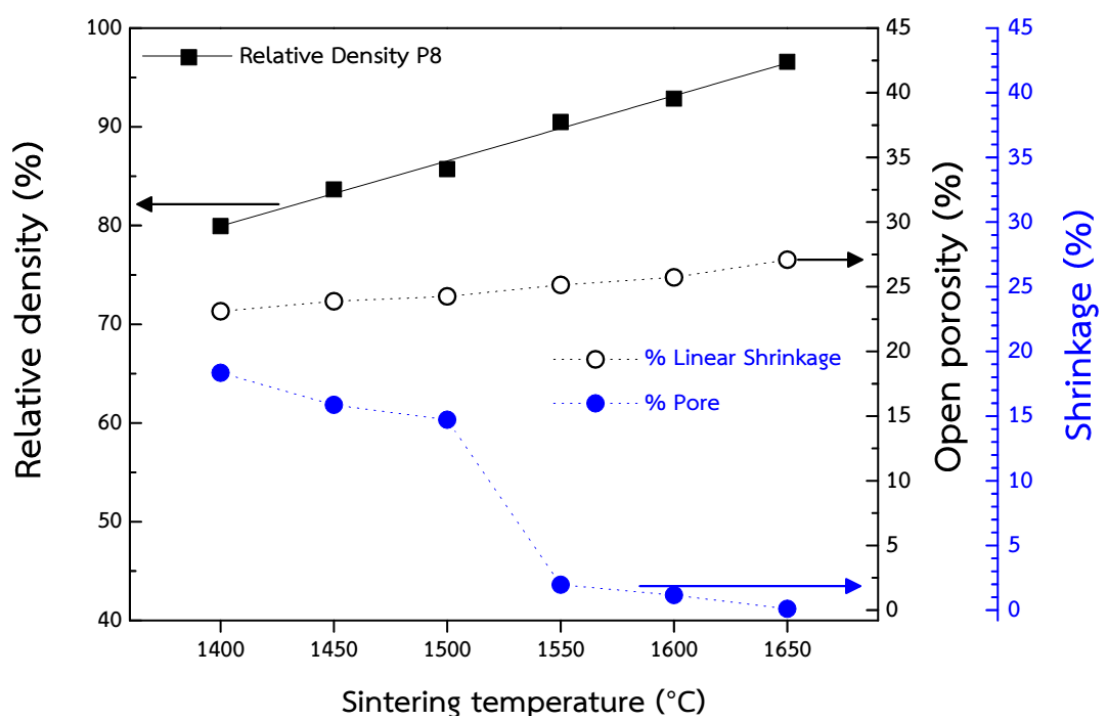
การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.55 เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิการเผาของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาของชิ้นงาน P7 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1650 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผานั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยชิ้นงานที่เผาที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นนอกจากจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่สูงที่สุดแล้วยังมีค่าความแข็งที่สูงที่สุดอีกด้วย โดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1265 ± 53 Hv โดยสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.31 \pm 0.16 \text{ MPa/m}^{1/2}$



รูปที่ 4.55 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P7 ที่เผาที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.4.4 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.56 โดยสำหรับชิ้นงาน P8 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 36.8 ± 0.4 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 79.9 23.1 และ 18.4 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 96.6 27.1 และ 0.1 ตามลำดับ

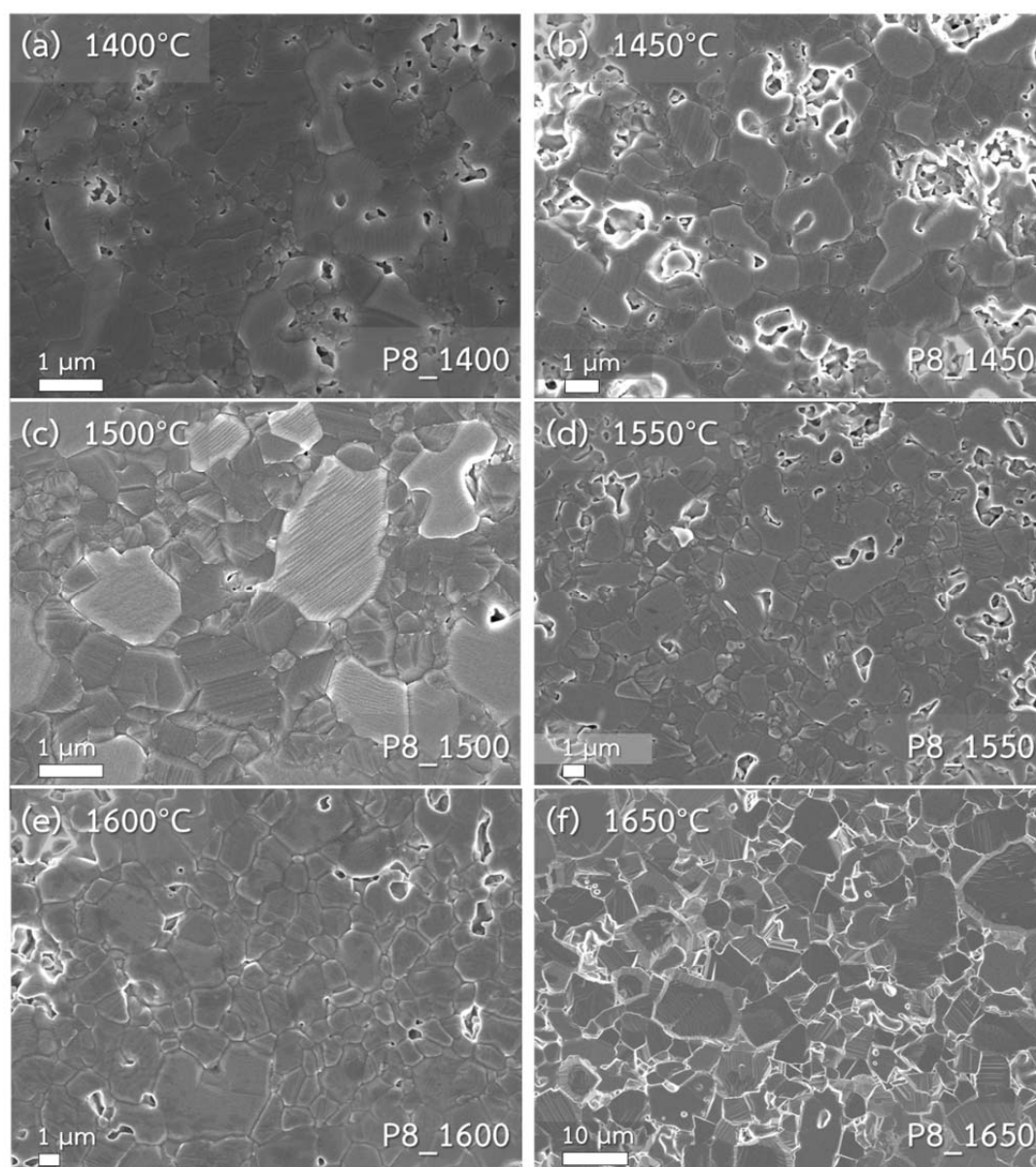


รูปที่ 4.56 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P8 มีร้อยละของรูพรุนเปิดต่ำใกล้เคียงศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก แต่เนื่องจากแนวโน้มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ ยังแสดงถึงอัตราการเพิ่มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานยังคงที่ ทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นถึงจุดสูงสุด

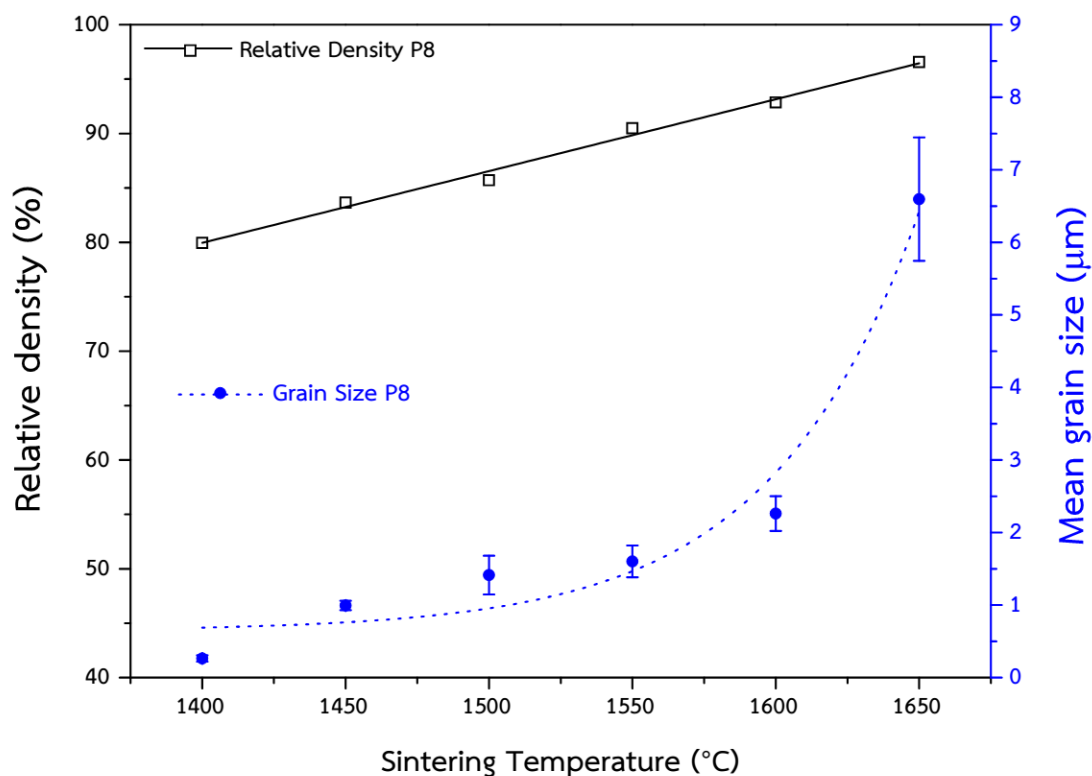
ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.57 (a-f) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 96.6 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 3 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกเท่ากับ 1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P8 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่วัดโดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 33.0 ± 10.1 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P8 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 264 994 1414 1602 2261 และ 6595 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรน ของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]



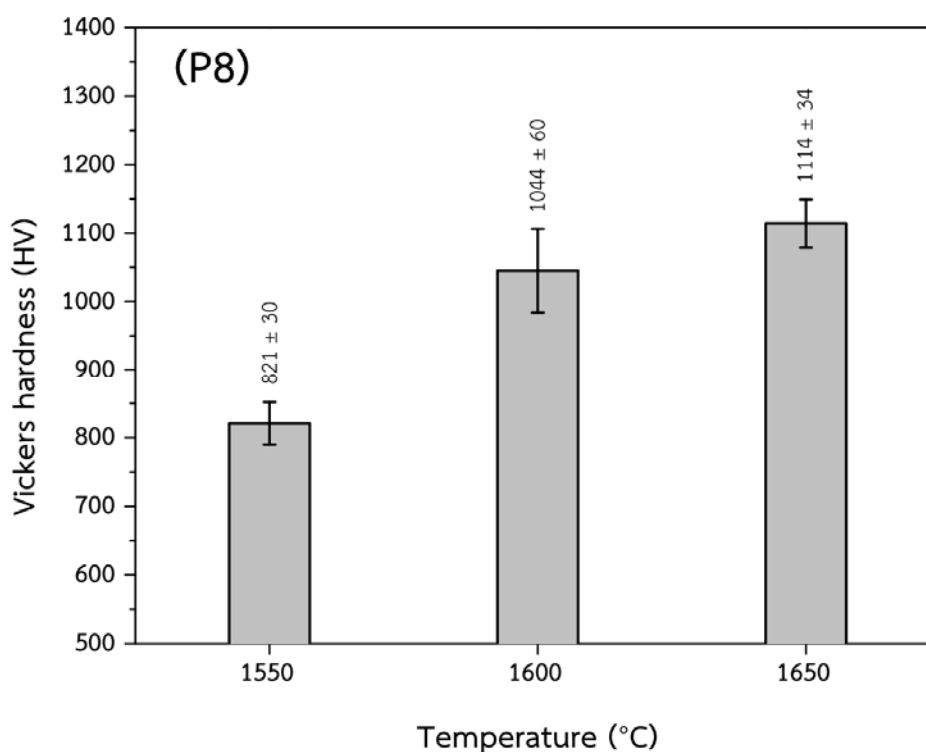
รูปที่ 4.57 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกอุณหภูมิต่างๆ เทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.58 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดเกรนที่วัดได้เพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1400-1600 องศาเซลเซียส โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล แม้จะมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1600 ไป 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก แต่จากการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์นั้นทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P7 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่มากกว่า 1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.58 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

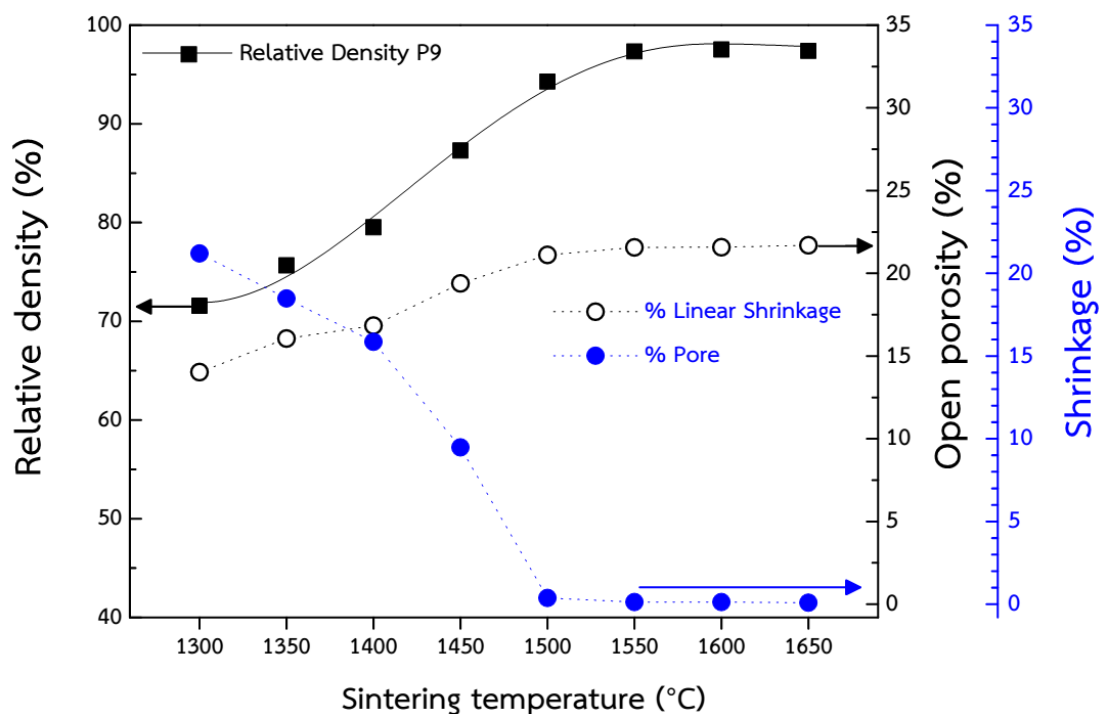
การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.59 พบว่าเมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P8 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1600 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 อยู่ที่ 1114 ± 35 Hv โดยสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.63 \pm 0.14 \text{ MPa/m}^{1/2}$



รูปที่ 4.59 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.4.5 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียม อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0

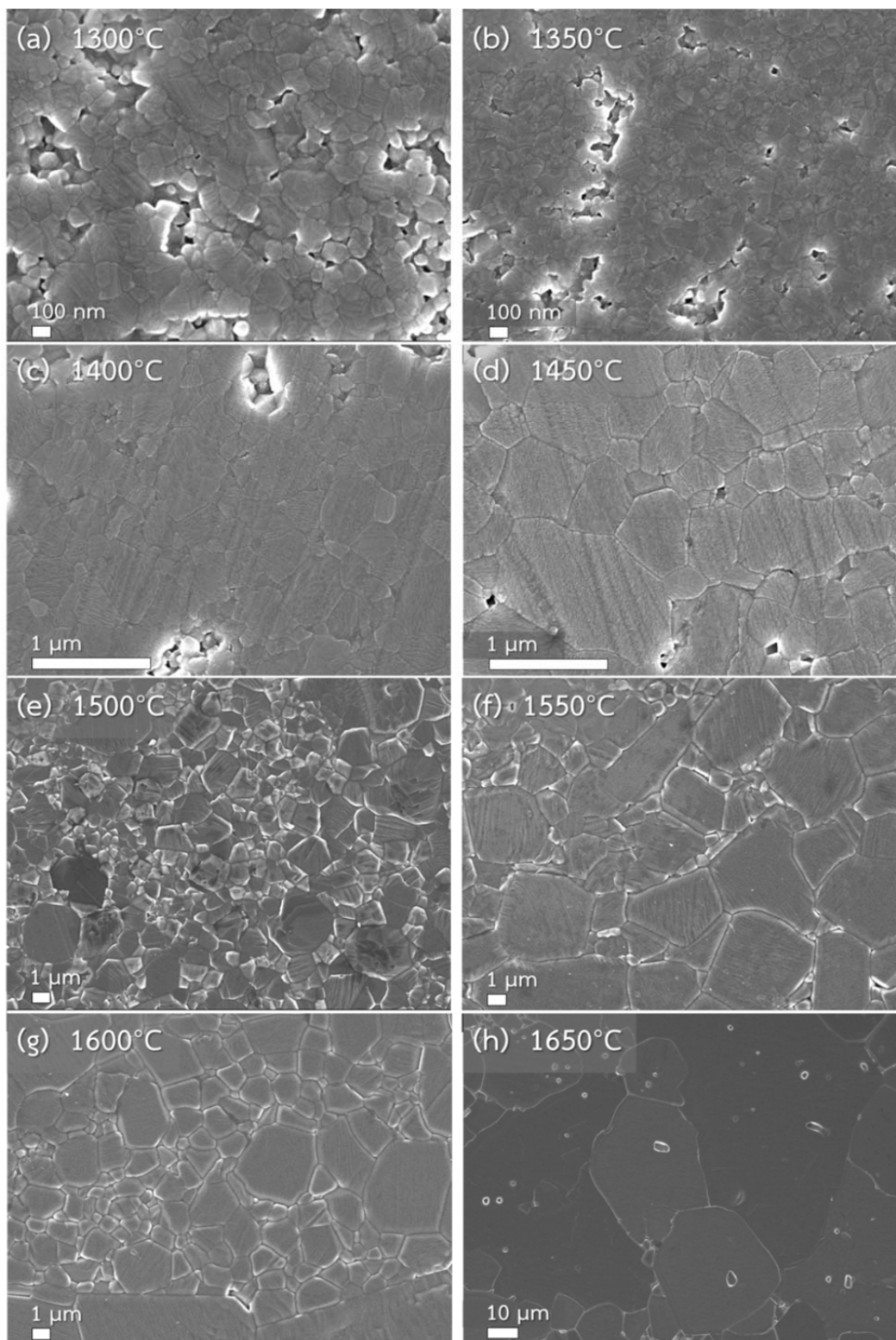
ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียม อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.60 โดยสำหรับชิ้นงาน P9 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 42.5 ± 0.2 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 71.6 14.0 และ 21.2 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.5 21.6 และ 0.08 ตามลำดับ



รูปที่ 4.60 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากร้อยละของรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P9 ที่เผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P9 มีร้อยละของรูพรุนเปิดต่ำที่สุด แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1600-1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและร้อยละของรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.61(a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P9 ที่เผาที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 97.3 97.5 และ 97.4 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนเปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 3 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาในช่วง 1550-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

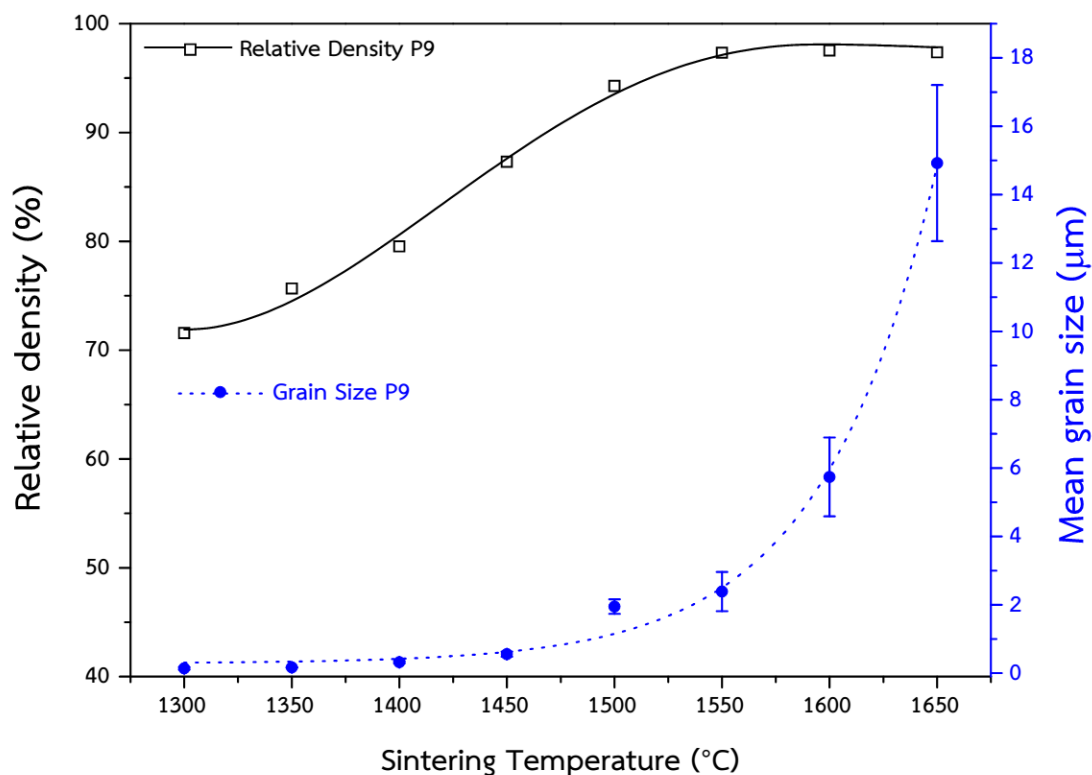


รูปที่ 4.61 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P9 เผาผืนที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผืนนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P9 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผืนสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่วัดโดย

กล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 40.5 ± 13.5 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P9 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 140 167 320 555 1948 2388 5740 และ 14920 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]

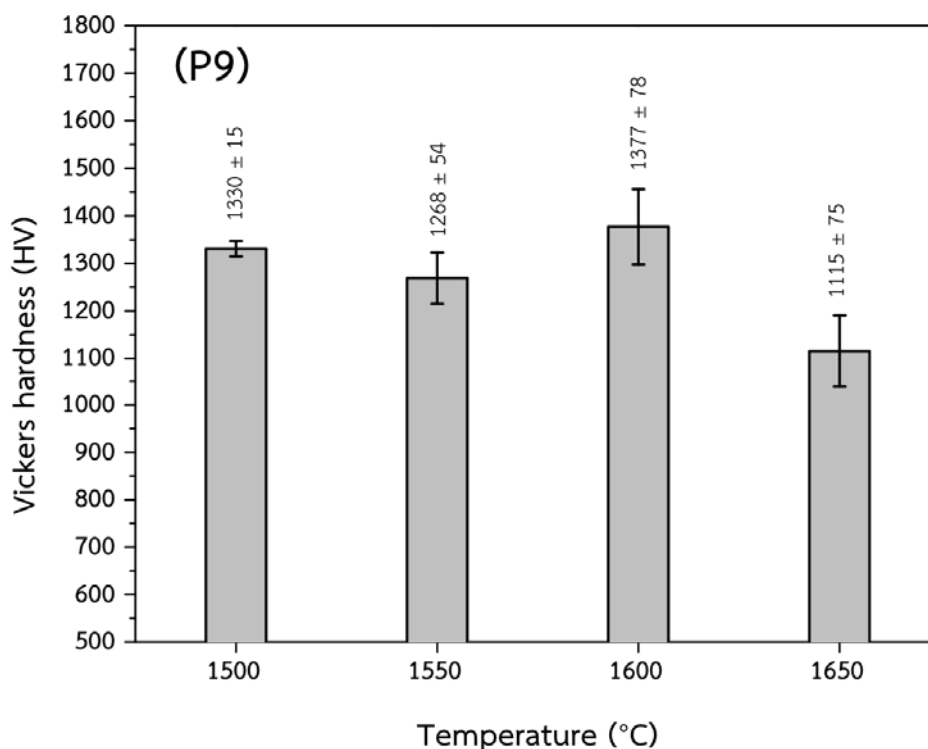
เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกอุณหภูมิต่างๆ เทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.62 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1550 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.62 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้จากชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนั้นมีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.63

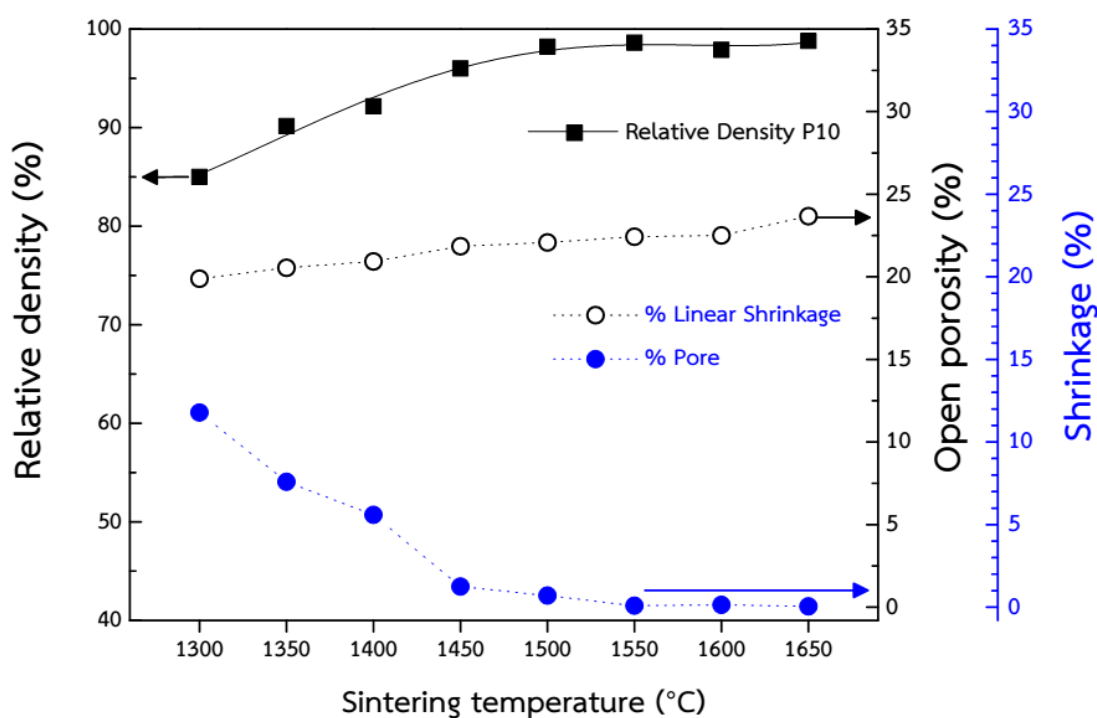


รูปที่ 4.63 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P9 เเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P9 จากอุณหภูมิ 1500 ไปยัง 1600 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P9 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1377 ± 79 Hv โดยสามารถนํารอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ 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 [92,93]

4.4.6 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.64 สำหรับชิ้นงาน P10 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 43.0 ± 0.5 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 85.0 14.0 และ 19.9 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.3 22.4 และ 0.09 ตามลำดับ



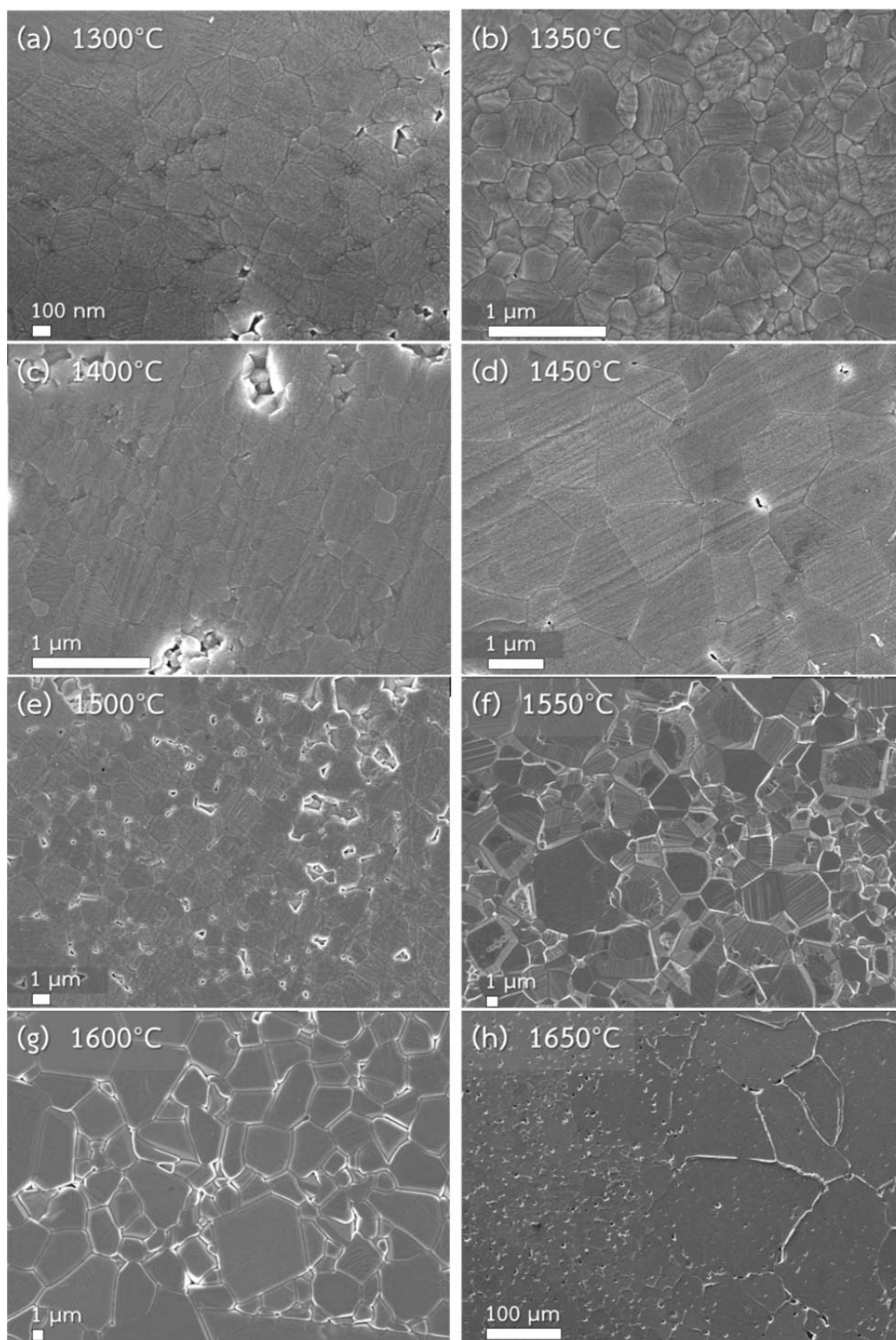
รูปที่ 4.64 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากร้อยละของรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P10 มีร้อยละของรูพรุนเปิดต่ำใกล้เคียงศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1550-

1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและร้อยละของรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P10 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.65 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 98.6 97.9 และ 98.8 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1550-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

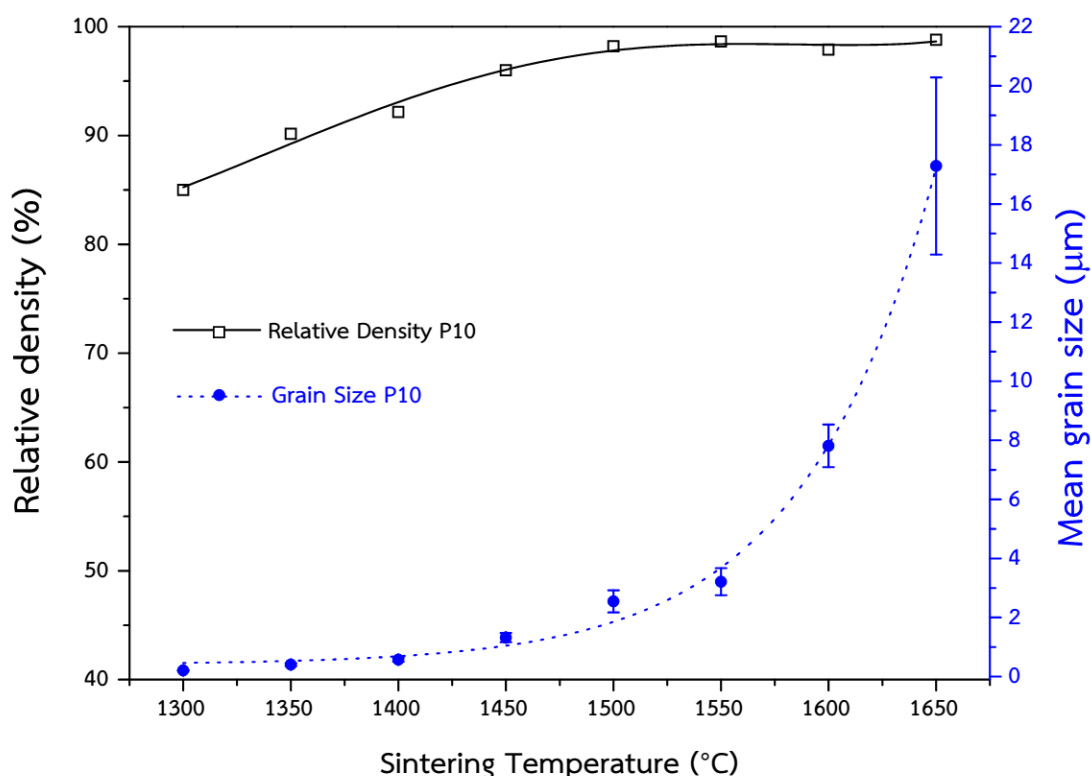
นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P10 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 31.4 ± 14.1 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P10 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 210 407 572 1323 2551 3213 7812 และ 17284 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]



รูปที่ 4.65 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่เผาผืนที่อุณหภูมิ
(a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P10 ที่เผาผืนที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์
ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.66 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตรา

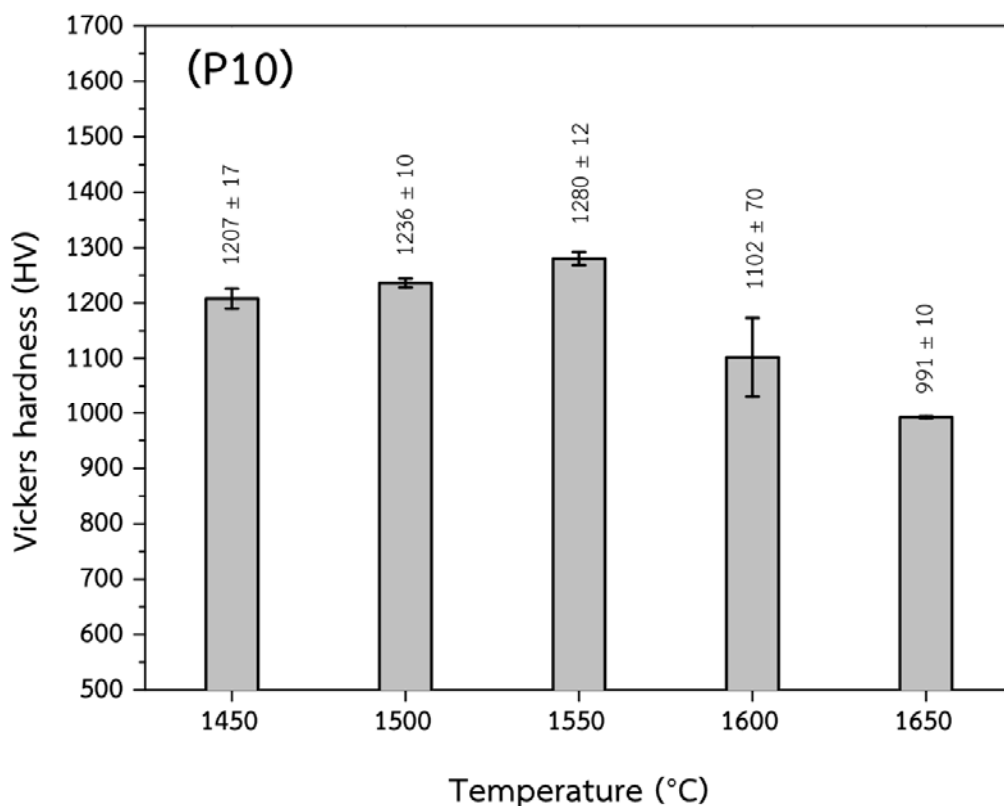
คงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1500 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.66 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P10 เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.67 เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P10 จากอุณหภูมิ 1450 ไปยัง 1550 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1550 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P10 มีความหนาแน่นสูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1280 ± 12 Hv ซึ่งสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของ

วัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.68 \pm 0.20 \text{ MPa/m}^{1/2}$

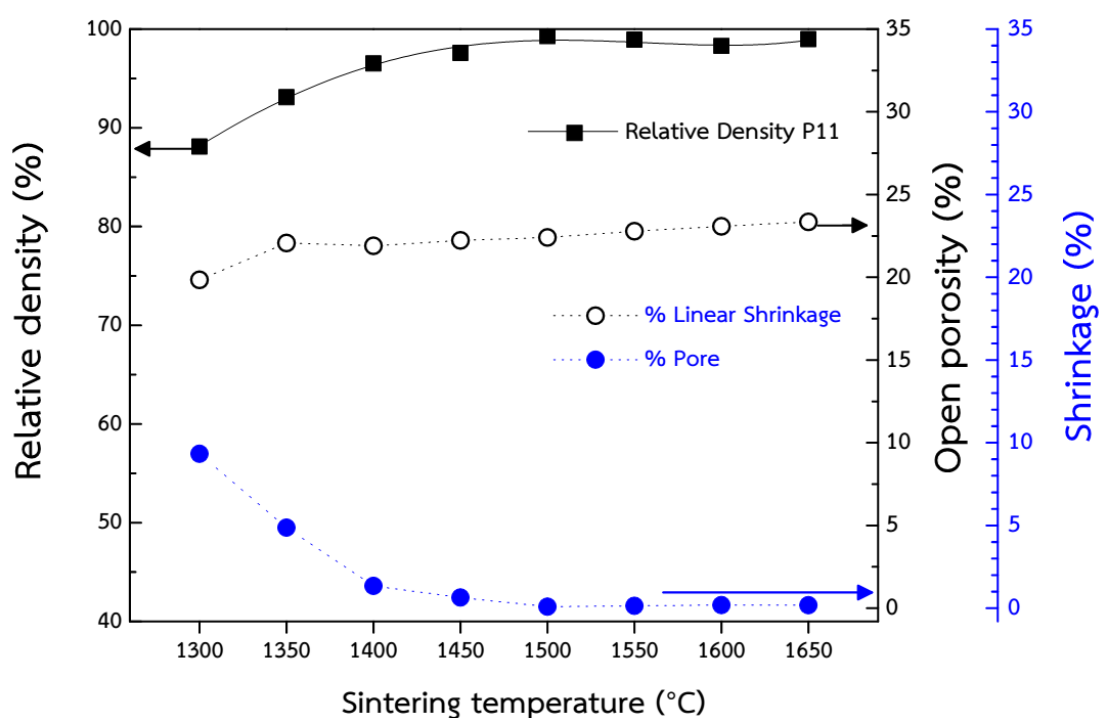


รูปที่ 4.67 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P10 ที่เผาผืนึกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

สำหรับการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนึกของชิ้นงาน P10 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [92,93]

4.4.7 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.68 สำหรับชิ้นงาน P11 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 43.1 ± 0.9 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 88.1 19.9 และ 9.3 ตามลำดับ



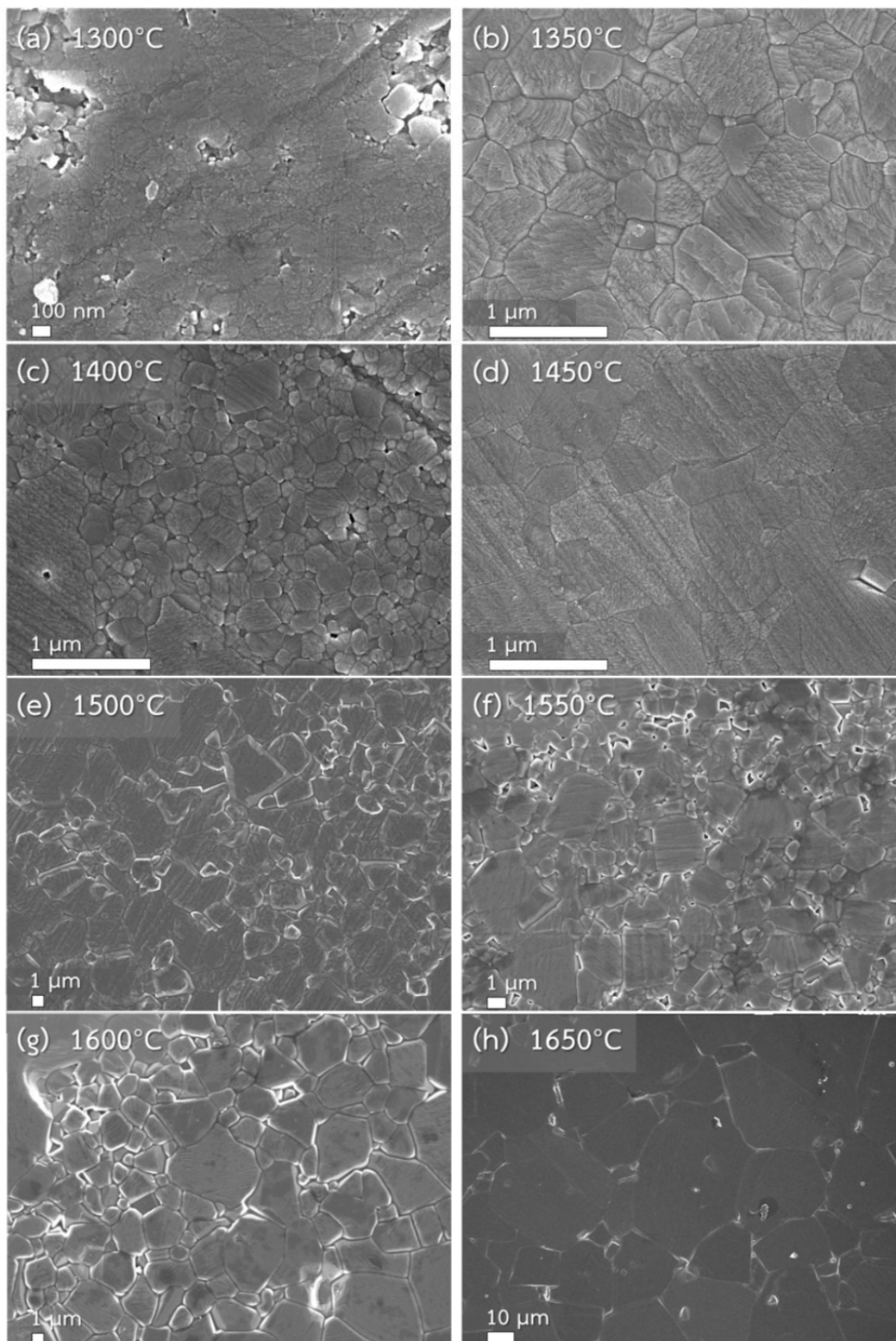
รูปที่ 4.68 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 99.3 22.4 และ 0.09 ตามลำดับ โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P11 มีร้อยละของรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการ

เผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1500-1650 องศาเซลเซียส พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและร้อยละของรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P11 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.69 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานก่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 99 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1500-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

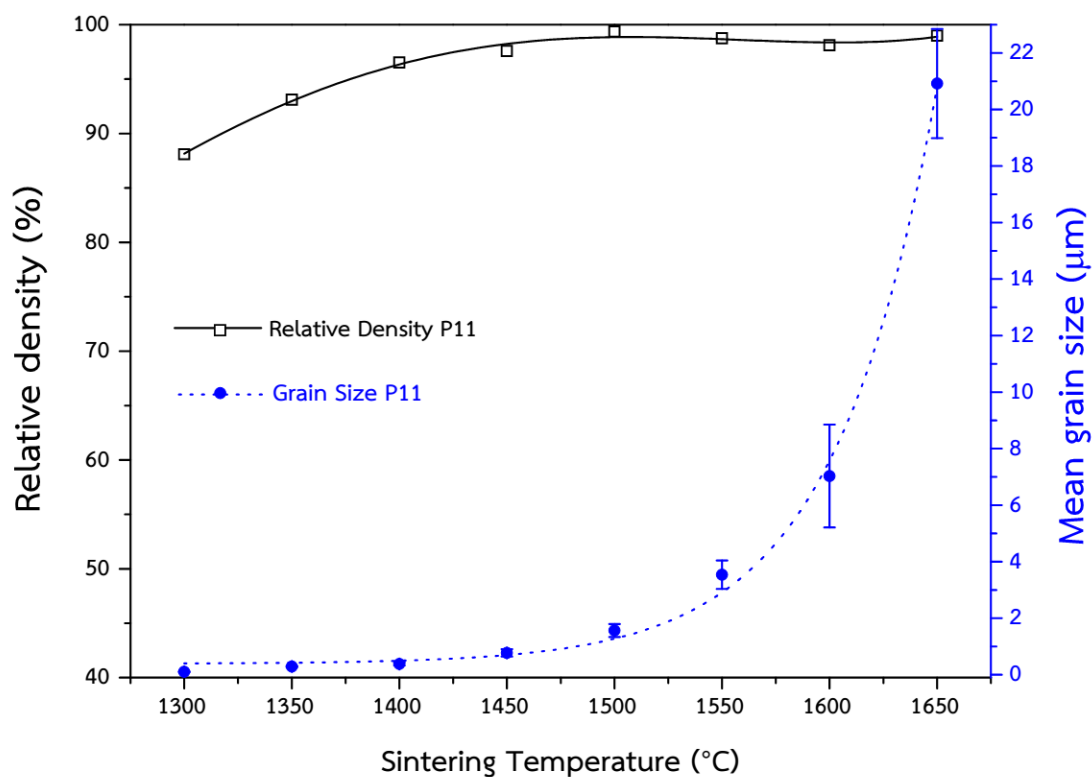
นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P11 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่วัดโดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 34.6 ± 13.4 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P11 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 104 291 381 775 1567 3540 7031 และ 20918 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]



รูปที่ 4.69 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่เผาผืนิกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P11 ที่เผาผืนิกอุณหภูมิต่างๆ เทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.70 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตรา

คงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผลาญที่ 1300-1500 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผลาญชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญ

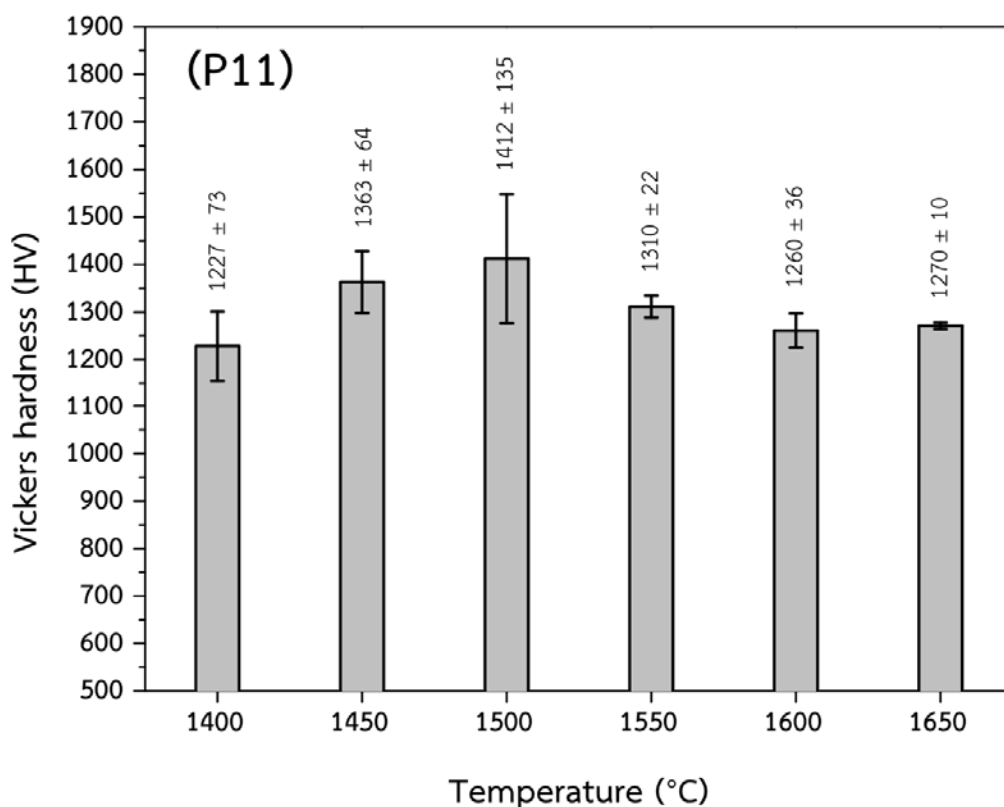


รูปที่ 4.70 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P11 ที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญจาก 1500 ไป 1550 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผลาญ โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P11 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.71 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผลาญของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญของชิ้นงาน P11 จากอุณหภูมิ 1400 ไปยัง 1500 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผลาญที่ 1500 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P11 มีความหนาแน่นสูงสุดแล้วนั้นยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1412 ± 136 Hv ซึ่งสามารถนำรอยแตกจากการทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาด

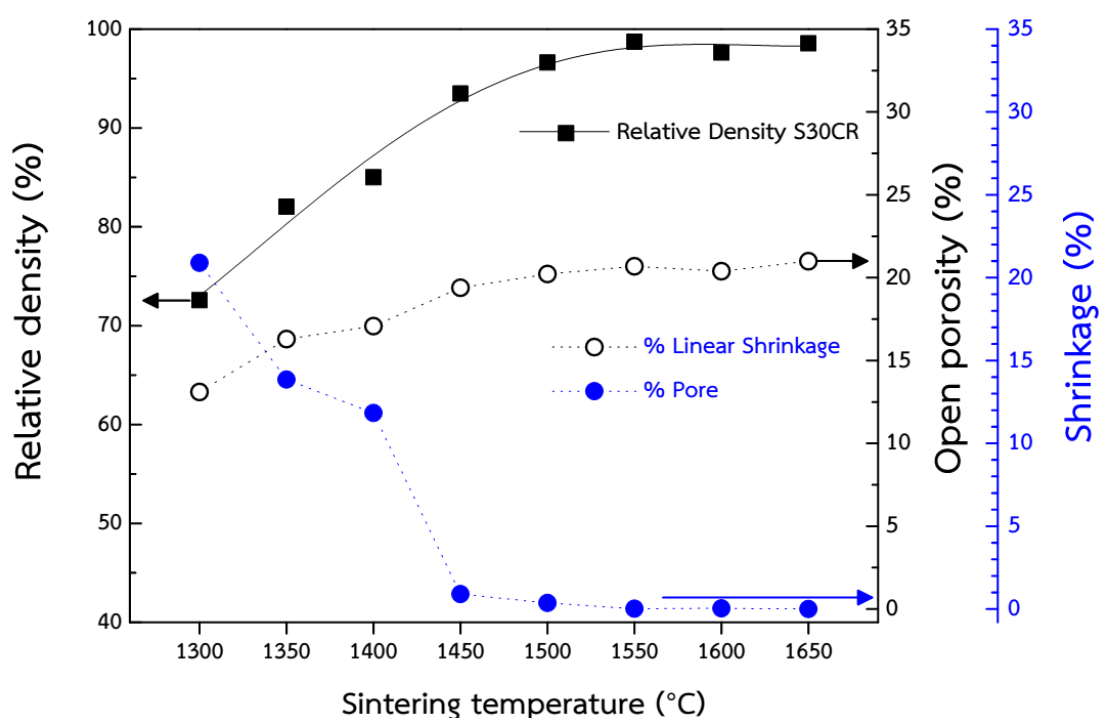
ของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.13 \pm 0.04 \text{ MPa/m}^{1/2}$ โดยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P11 จากอุณหภูมิ 1500 ไปยัง 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [92,93]



รูปที่ 4.71 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.4.8 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.72 สำหรับชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 46.0 ± 0.5 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส นั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และร้อยละของรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ 72.6 13.1 และ 20.9 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส นั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีร้อยละของรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 98.7 20.7 และ 0.02 ตามลำดับ



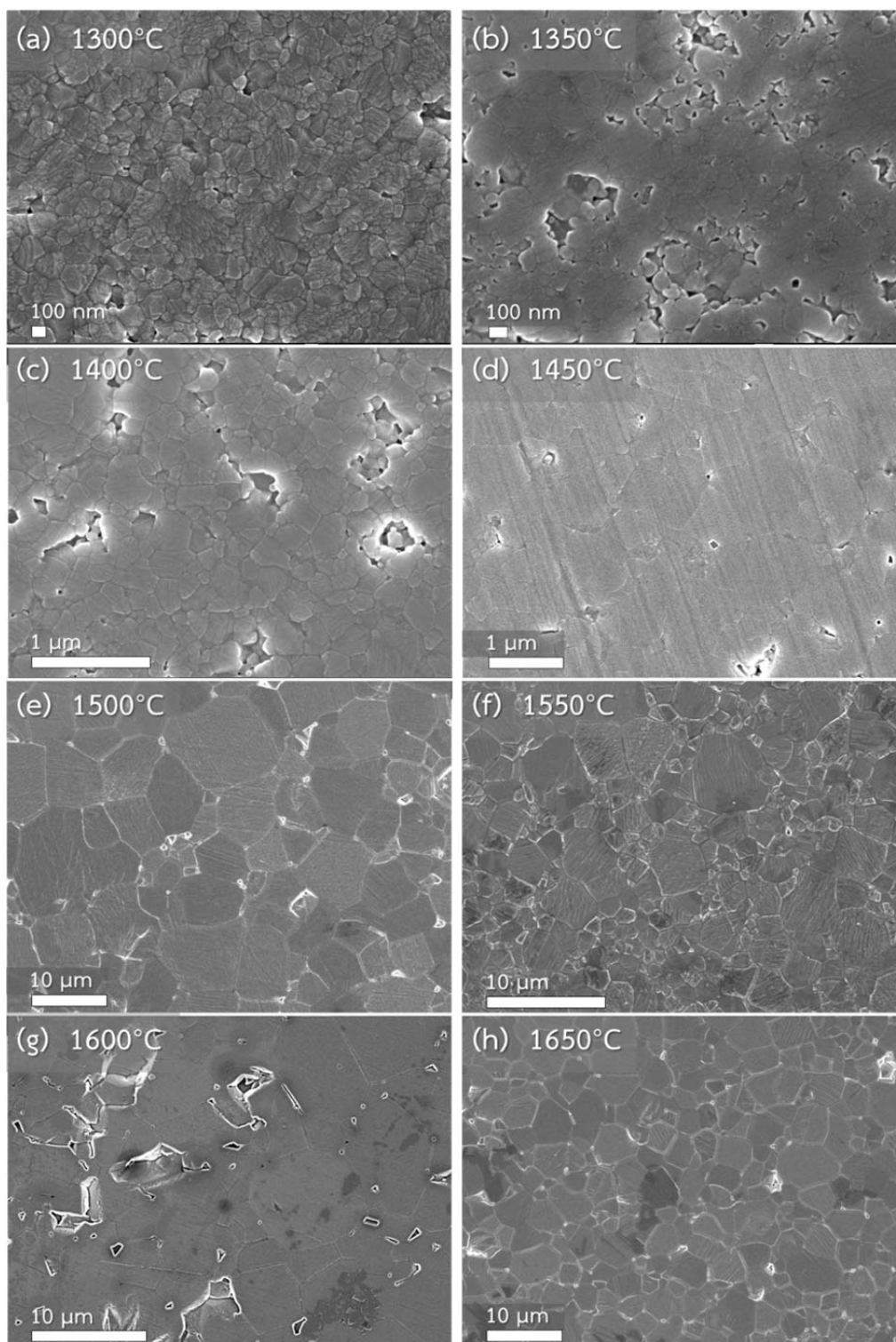
รูปที่ 4.72 รูพรุนเปิดและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้ามีร้อยละของรูพรุนเปิดต่ำใกล้เคียงศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1550-1650

องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและร้อยละของรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.73(a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีร้อยละของรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 98.7 97.6 และ 98.6 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1500-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

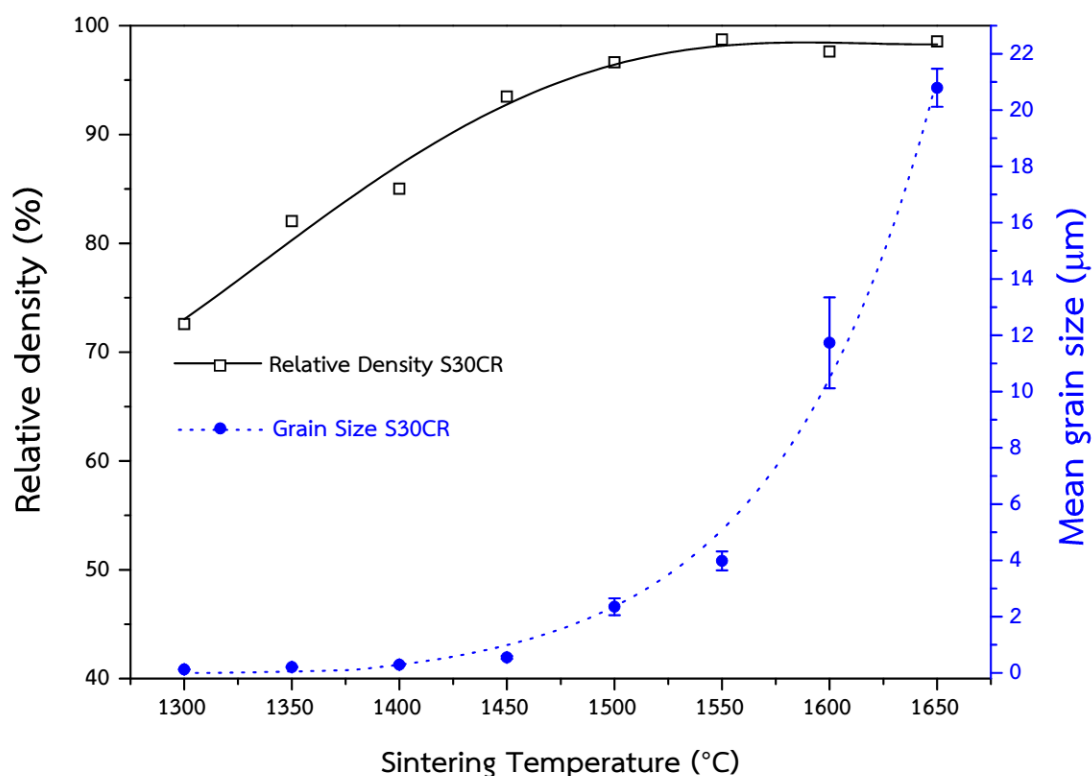
นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าอีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่วัดโดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 34.6 ± 13.4 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 104 291 381 775 1567 3540 7031 และ 20918 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [88]



รูปที่ 4.73 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกอุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.74 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1500 องศา

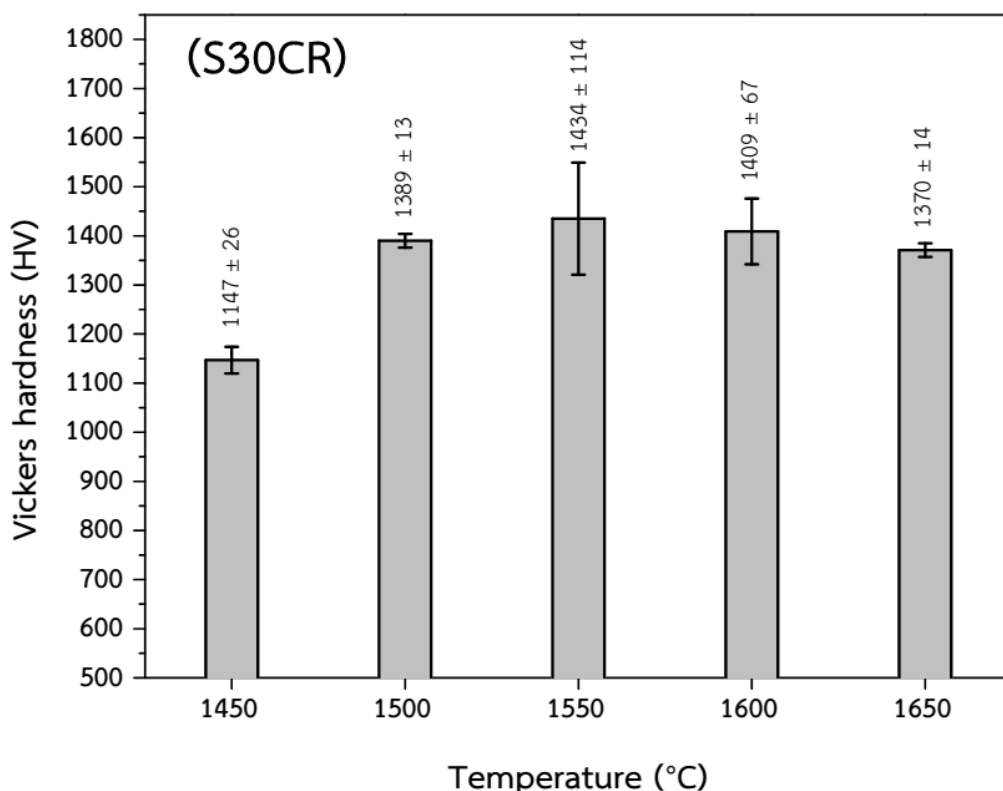
เซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผืนที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.74 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผืนที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืน โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผืน โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้านั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผืนที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 4.75 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผืนของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า จากอุณหภูมิ 1450 ไปยัง 1550 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผืนนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง

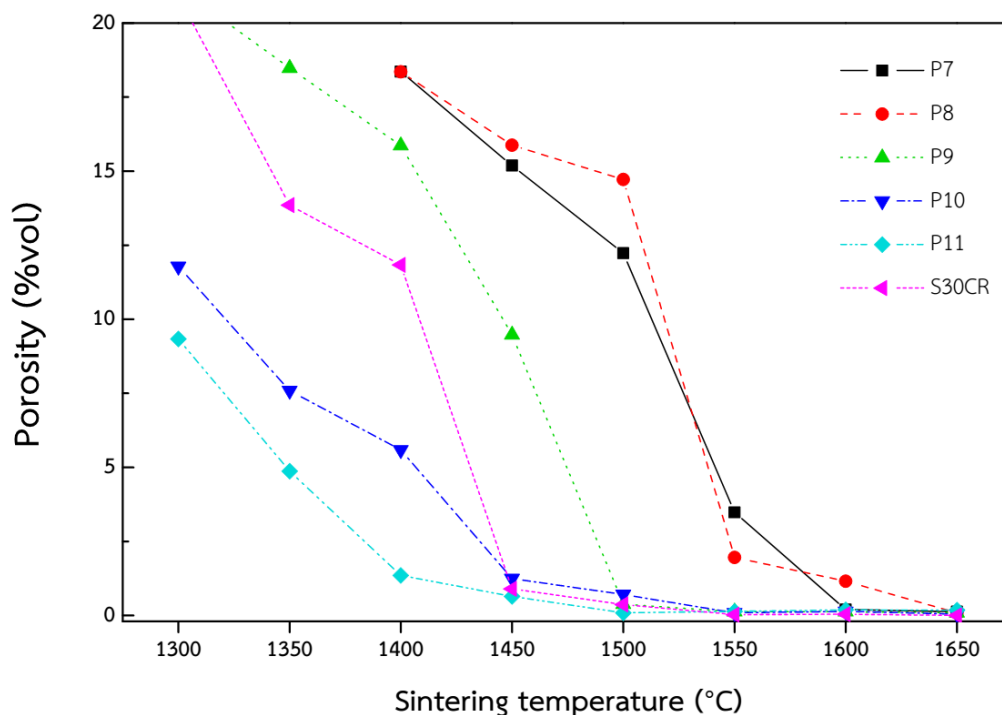


รูปที่ 4.75 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

นอกจากที่การเผาผนึกที่ 1550 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1435 ± 114 Hv โดยสามารถนํารอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.12 \pm 0.11 \text{ MPa/m}^{1/2}$ โดยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานเตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าจากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [92,93]

4.4.9 ผลเปรียบเทียบร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า

ผลเปรียบเทียบร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้าหลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.76

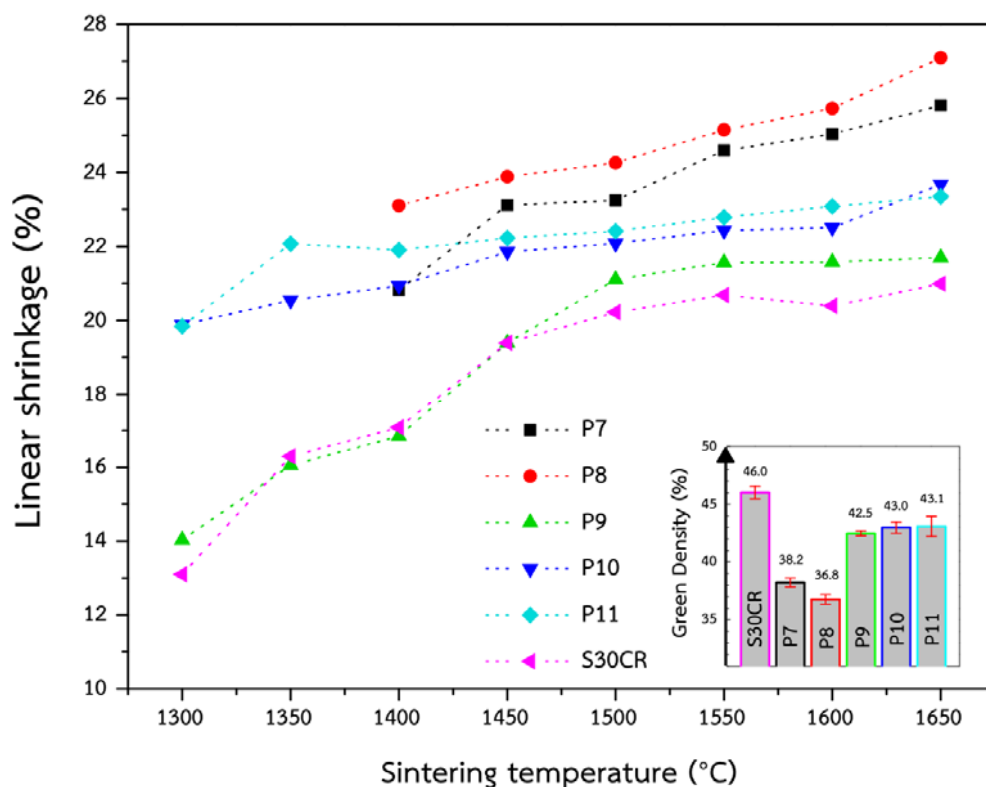


รูปที่ 4.76 ร้อยละของรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากทฤษฎีการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกพบว่าปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกนั้นสัมพันธ์กับความสามารถในการเผาผนึก โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่เข้าสู่ช่วงสุดท้ายนั้นจะมีรูพรุนเปิดในชิ้นงานประมาณร้อยละ 0 ซึ่งจากปริมาณของรูพรุนเปิดที่ค่าได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P7 P8 P9 P10 P11 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้านั้นจะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 1650 1550 1550 1500 และ 1550 ตามลำดับ

4.4.10 ผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกทางการค้า

จากผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกทางการค้า หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.77 พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึก



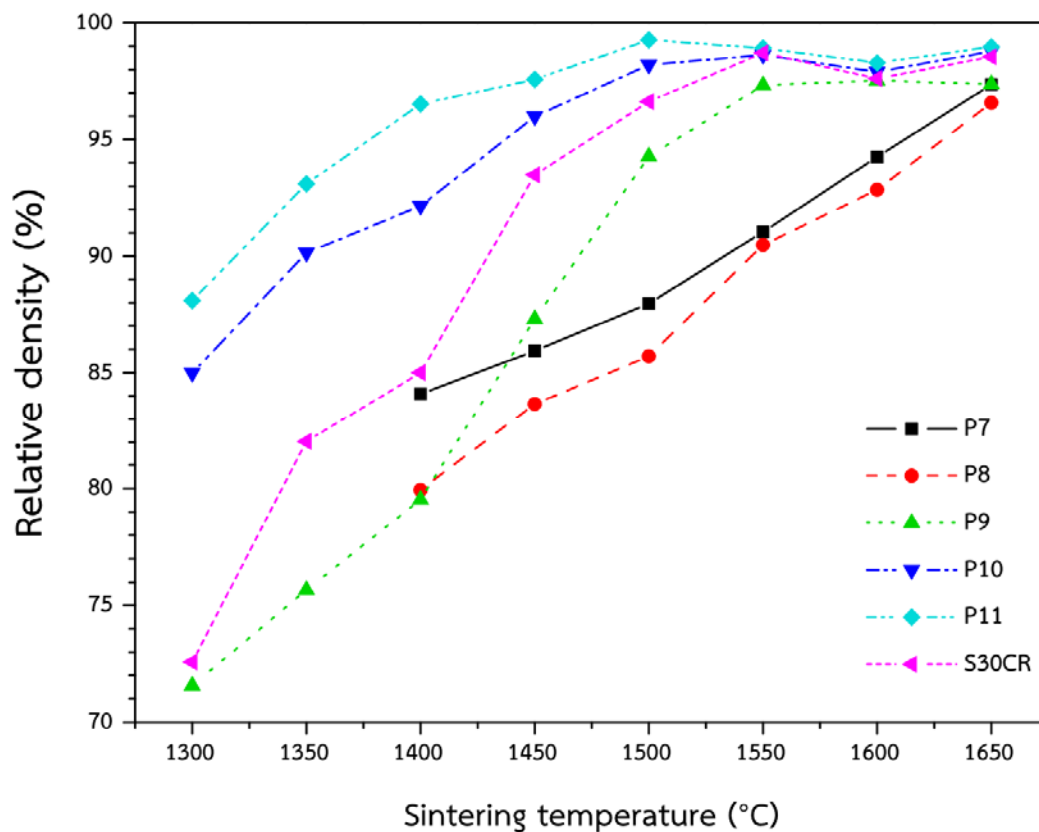
รูปที่ 4.77 ร้อยละการหดตัวของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกทั้งหมดที่นำมาเผาผนึกพบว่า ชิ้นงาน P8 นั้นมีการหดตัวมากที่สุด ซึ่งเป็นผลมาจากความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผาผนึกโดยชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ต่ำที่สุด จึงสามารถเกิดการหดตัวได้มากที่สุด ส่วนชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกทางการค้านั้นมีความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผาผนึกสูงที่สุดจึงมีการหดตัวจากการเผาผนึกน้อยที่สุด

4.4.11 ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปี เหลเซอร์มิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิก

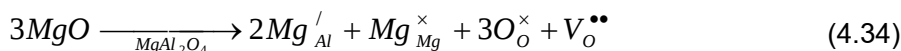
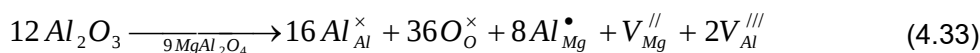
ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิก หลังจากผ่านการเผาฟีนิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยได้แสดงการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังผ่านการเผาฟีนิกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.78 เมื่อทำการเผาฟีนิกของชิ้นงานเหลเซอร์มิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาฟีนิก เมื่อพิจารณาจะแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์จะพบว่าช่วงอุณหภูมิการเผาฟีนิกที่ 1300-1650 องศาเซลเซียสนั้นไม่สามารถสรุปได้ว่าชิ้นงาน P7 และ P8 ที่ได้หลังเผาฟีนิกนั้นมีความหนาแน่นถึงจุดสูงสุดเนื่องจากอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นสัมพัทธ์ยังคงที่ ซึ่งจากแนวโน้มดังกล่าวความหนาแน่นสัมพัทธ์อาจเพิ่มขึ้นได้อีกเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาฟีนิก แต่จากแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นต่ออุณหภูมิการเผาฟีนิกของชิ้นงาน P9 P10 P11 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิกพบว่าชิ้นงานดังกล่าวจะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาฟีนิกและมีความหนาแน่นสูงสุดของชิ้นงานที่อุณหภูมิการเผาฟีนิกเท่ากับ 1600 1550 1500 และ 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละของรูพรุนเปิดในชิ้นงานเข้าใกล้ 0 อีกด้วย

ในการทดสอบสมบัติความสามารถในการเผาฟีนิกของเหลเซอร์มิกนั้น โดยทั่วไปสามารถเปรียบเทียบได้กับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่เปลี่ยนไปหลังการเผาฟีนิก เพื่อให้ง่ายต่อการเปรียบเทียบจึงเลือกความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเหลเซอร์มิกที่เผาฟีนิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่สามารถเห็นความแตกต่างของความหนาแน่นสัมพัทธ์ของแต่ละชิ้นงานและสามารถเรียงลำดับชิ้นงานจากความหนาแน่นสัมพัทธ์มากไปน้อยได้เป็น P11 P10 ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิก P9 P7 และ P8 ตามลำดับ นั้นหมายความว่าผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และ 10.8 มีความสามารถในการเผาฟีนิกที่ดีกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเหลเซอร์มิก



รูปที่ 4.78 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ผ่านการเผาผิวก้อนอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การเพิ่มขึ้นของความสามารถในการเผาผิวก้อนนั้นเป็นผลมาจากความต่างขององค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย นั้นจะส่งผลต่อปริมาณความบกพร่อง (defect) ที่เกิดขึ้น โดยค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากกว่า 1 แสดงถึงอะลูมินาส่วนเกินที่แทรกในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งส่งผลให้เกิดการแทรกตัว (interstitial) ของอะลูมิเนียมในตำแหน่งของแมกนีเซียม ($Al_{Mg}^{\bullet}$) อีกทั้งยังเกิดช่องว่าง (vacancy) ของแมกนีเซียม ($V_{Mg}^{''}$) และช่องว่างของอะลูมิเนียม ($V_{Al}^{''''}$) ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์อีกด้วย โดยสามารถอธิบายกลไกการเกิดความบกพร่องโดยใช้สัญกรณ์ (notation) ของ Kröger-Vink ได้ดังสมการที่ (4.33) สำหรับค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่น้อยกว่า 1 แสดงถึงแมกนีเซียส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดการแทรกตัวของแมกนีเซียในตำแหน่งของอะลูมิเนียม (Mg_{Al}) และเกิดช่องว่างของออกซิเจน ($V_O^{''}$) ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์อีกด้วย ซึ่งสามารถอธิบายกลไกการเกิดความบกพร่องดังสมการที่ (4.34)

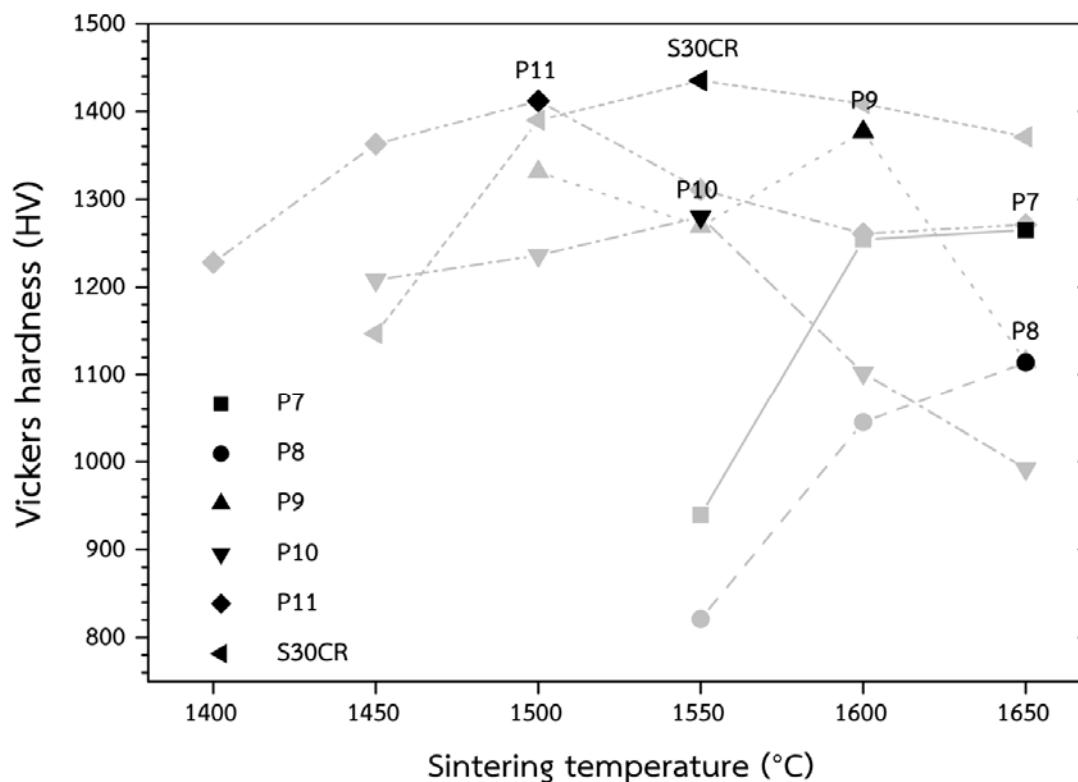


เมื่อพิจารณาการแพร่ภายในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์พบว่าการแพร่ (Diffusion Coefficient) ของ Mg^{2+} จะมีค่ามากกว่า Al^{3+} ซึ่งมีค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy) ในการทำให้เกิดการแพร่ของ Mg^{2+} อยู่ที่ 202 kJ/mol (2.09 eV) [94] และพลังงานกระตุ้นที่ทำให้เกิดการแพร่ของ Al^{3+} อยู่ที่ 361 kJ/mol (3.74 eV) [95] โดยที่การแพร่ของ O^{2-} จะมีค่าการแพร่ที่ช้าที่สุด โดยมีพลังงานกระตุ้นที่ทำให้เกิดการแพร่อยู่ที่ 439 kJ/mol (4.55 eV) [96] ทำให้การแพร่ของ O^{2-} เป็นขั้นกำหนดอัตรา (rate determining step) ของการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่น โดยจากการศึกษาของ S.T. Murphy [97] ที่ได้ทำการจำลองการเกิดความบกพร่องแบบต่างๆในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ พบว่าการเพิ่มขึ้นของความบกพร่องแบบ $V_O^{\bullet\bullet}$ นั้นจะทำให้เกิดการแพร่ของ O^{2-} เกิดมากขึ้น ทำให้การเผาผนึกชิ้นงานที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่น้อยกว่า 1 จะเกิดอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มากกว่าชิ้นงานที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากกว่า 1

โดยจากการศึกษาของ C.J. Ting และคณะ [98] ได้ทำการศึกษาผลกระทบการเผาผนึกของวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่างกัน พบว่าการเพิ่มขึ้นของค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียส่งผลให้อัตราการเพิ่มของความหนาแน่นลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยนี้ที่ทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส โดยชิ้นงาน P11 ซึ่งมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียน้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด ส่วนชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากที่สุดที่ 2.74 และ 2.47 ตามลำดับนั้นจะมีความหนาแน่นที่ต่ำที่สุด

4.4.12 ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า

ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่าง ๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อใช้แรงกดทดสอบที่ 10 และ 20 กิโลกรัมพบว่าความแข็งที่ได้เริ่มคงที่และได้ค่าความแข็งที่ใกล้เคียงกับความแข็งของวัสดุ ในการเปรียบเทียบความแข็งของวัสดุจะเปรียบเทียบกับค่าทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัม ดังรูปที่ 4.79



รูปที่ 4.79 ความแข็งวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในการค้าที่ผ่านการเผาไหม้ที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงผ่านการทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัม

จะพบว่าชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่าความแข็งสูงสุดที่อุณหภูมิการเผาไหม้ที่ 1650 องศาเซลเซียส โดยจากผลของความหนาแน่นสัมพัทธ์ยังไม่สามารถสรุปได้ว่า ชิ้นงาน P7 และ P8 มีความหนาแน่นสูงสุด โดยหากเพิ่มอุณหภูมิการเผาไหม้อาจทำให้ชิ้นงาน P7 และ P8 มีความหนาแน่นและความแข็งที่เพิ่มขึ้นได้ โดยสำหรับชิ้นงาน P9 P10 P11 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในการค้าจะมีค่าความแข็งสูงสุดเมื่อทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิเท่ากับ 1600 1550 1500 และ 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งเป็นอุณหภูมิเดียวกันกับอุณหภูมิที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุด ซึ่งการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเผาไหม้จะมากกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไหม้ที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ จะส่งผลทำให้ขนาดเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้นทำให้ส่งผลให้ความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [92,93]

4.4.13 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิก

จากการศึกษาสมบัติทางกายภาพทั้งหมด อาจสรุปได้ถึงสมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกซึ่งได้ค่าดังตารางที่ 4.13 ชิ้นงาน P7 และ P8 ไม่สามารถสรุปได้ว่าชิ้นงานที่เผามีความหนาแน่นสูงสุด โดยชิ้นงาน P9 P10 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในการค้ำนั้นจะใช้อุณหภูมิที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่ 1550 องศาเซลเซียส และส่วนชิ้นงาน P11 นั้นพบว่าใช้อุณหภูมิการเผาผนึกต่ำที่สุดที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดโดยอุณหภูมิการเผาผนึกอยู่ที่ 1500 องศาเซลเซียส ซึ่งหมายความว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 มีความสามารถในการเผาผนึกที่ดีที่สุด

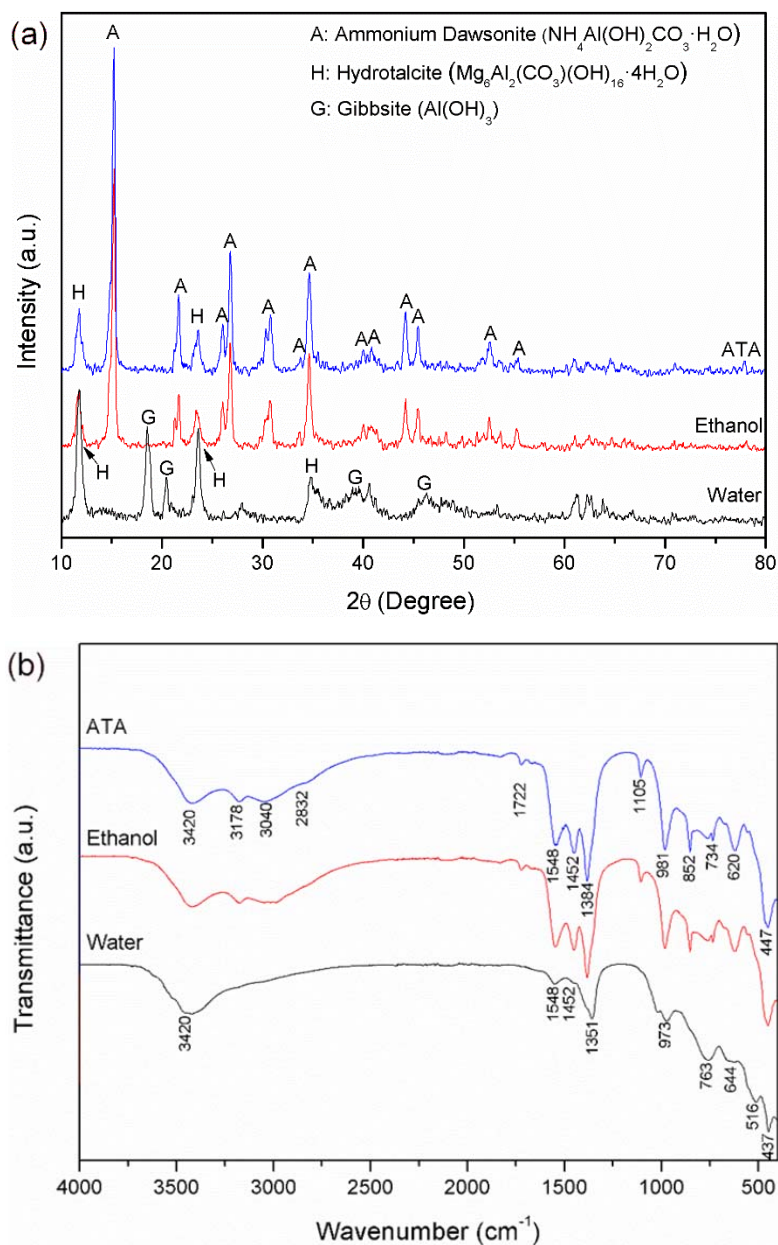
ตารางที่ 4.13 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียส

ชิ้นงาน	อุณหภูมิเผาผนึก								ความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด (%)	ความแข็งแรงที่แรงกด 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 > 0.2%			ความหนาแน่นสูงสุด			รูพรุนที่ถูกขัง			

4.5 ผลของชนิดตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้

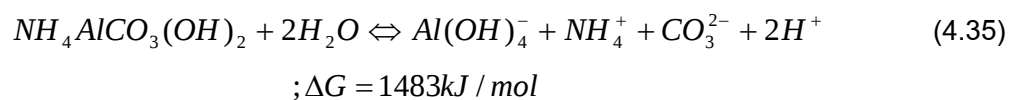
4.5.1 เฟสและลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้และที่ผ่านการเผาแคลไซน์

เมื่ออบตะกอนที่เตรียมได้หลังอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่ผ่านการล้างตะกอนด้วยน้ำ เอทานอล และ ATA ด้วยโกร่งและสากอะลูมินา พบว่าตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมีความแข็งมากที่สุด เทียบกับตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA ผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่เตรียมได้แสดงดังรูปที่ 4.80(a) พบว่าตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA ประกอบด้วยเฟสแอมโมเนียมดอว์สันไนต์ (ammonite dawsonite, $\text{NH}_4\text{AlCO}_3(\text{OH})_2$, JCPDS Card No. 42-250) และเฟสไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite, $\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_4 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$, JCPDS Card No. 41-1428) ในขณะที่ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ ประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์ และเฟสกีบไซต์ (gibbsite, $\text{Al}(\text{OH})_3$, JCPDS Card No. 29-0041) ผลของเฟสที่เกิดขึ้นดังกล่าว สามารถยืนยันได้จากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.80(b) พบว่าตะกอนทุกตัวอย่างมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิลคือพันธะ O-H แบบยืด (stretching) ที่ 3420 cm^{-1} [64,99,100] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของหมู่คาร์บอนเตในโหมดการสั่นแบบ ν_3 ที่ 1548 cm^{-1} และ 1452 cm^{-1} [64,99,100] อย่างไรก็ตามตะกอนที่ล้างด้วยเอทานอล และ ATA พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิลแบบโค้งงอ (bending) ที่ 981 cm^{-1} [99,100] พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของแอมโมเนียมคือพันธะ N-H แบบยืด (stretching) ที่ 3178 cm^{-1} และ 3040 cm^{-1} [99,100] และพันธะ N-H แบบโค้งงอ (bending) ที่ 1722 cm^{-1} [99,100] พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของหมู่คาร์บอนเตเพิ่มเติมในโหมดการสั่น ν_2 ที่ 852 cm^{-1} [99,100] โหมดการสั่น ν_1 ที่ 1105 cm^{-1} [99,100] และโหมดการสั่น ν_4 ที่ 734 cm^{-1} [99,100] และมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ Al-O และพันธะที่เกิดจาก Mg และ Al ที่ 620 cm^{-1} และ 447 cm^{-1} ตามลำดับ [101] ในทางกลับกันตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ Al-O อยู่ในช่วง 500 cm^{-1} ถึง 1000 cm^{-1} [99,102,103] และพันธะที่เกิดจาก Mg และ Al ที่ 437 cm^{-1} [101]



รูปที่ 4.80 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง (a) XRD และ (b) FT-IR ของตะกอนที่เตรียมได้

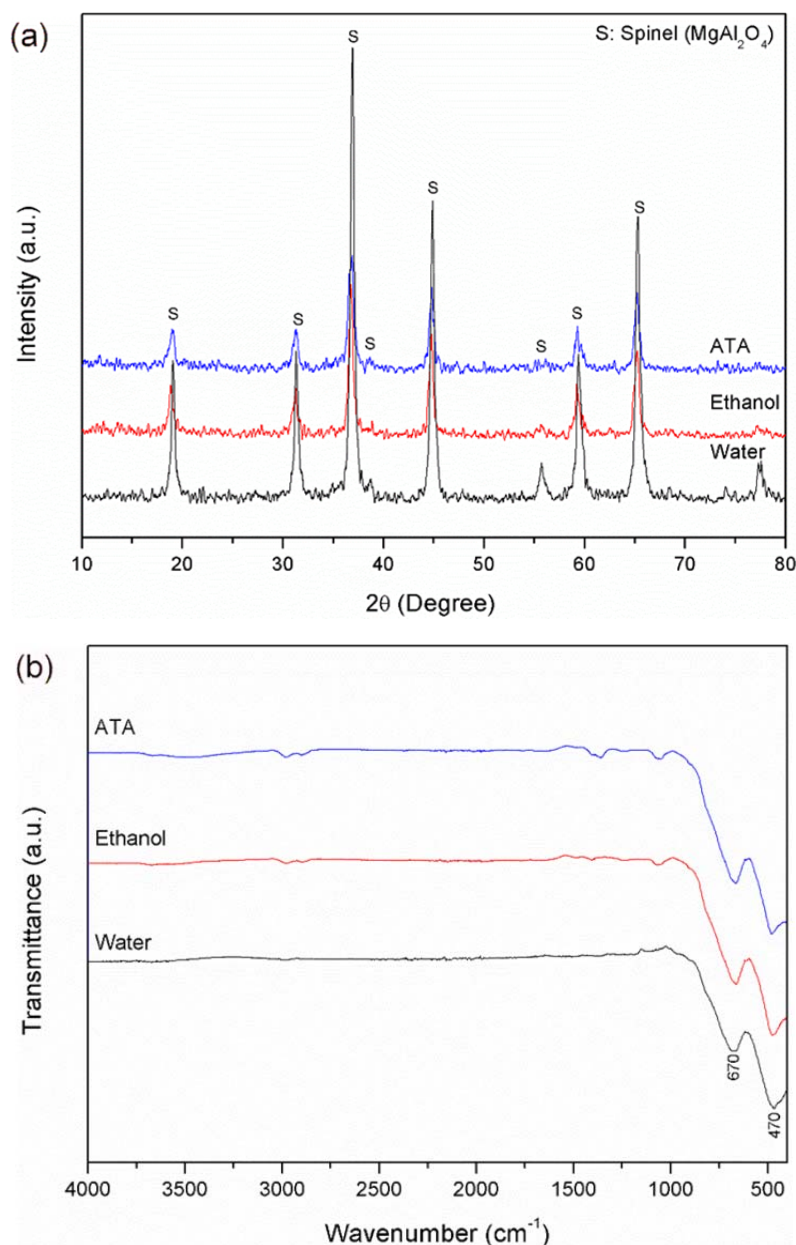
การเกิดขึ้นของเฟสกิบไซต์ในตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมาจากการเปลี่ยนแปลงของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการตกตะกอน และเปลี่ยนเป็นเฟสกิบไซต์ระหว่างการอบแห้ง โดยเกิดขึ้นดังสมการที่ (4.35) ซึ่งอธิบายโดย G. Stoica และคณะ[99]



เมื่อแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในระบบได้รับความร้อนจากการอบแห้ง ประกอบกับน้ำที่ได้จากการล้างตะกอน จะเกิดการแตกตัวกลายเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนต และแอมโมเนียม ซึ่ง

คาร์บอนเตและแอมโมเนียมจะเกิดการควบแน่นเปลี่ยนสถานะเป็นก๊าซ และสลายตัวออกจากระบบ ต่อมาอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ไอออนจะรวมตัวกับไฮโดรเจนไอออนเกิดเป็นเฟสกีบไซต์หลังอบแห้ง

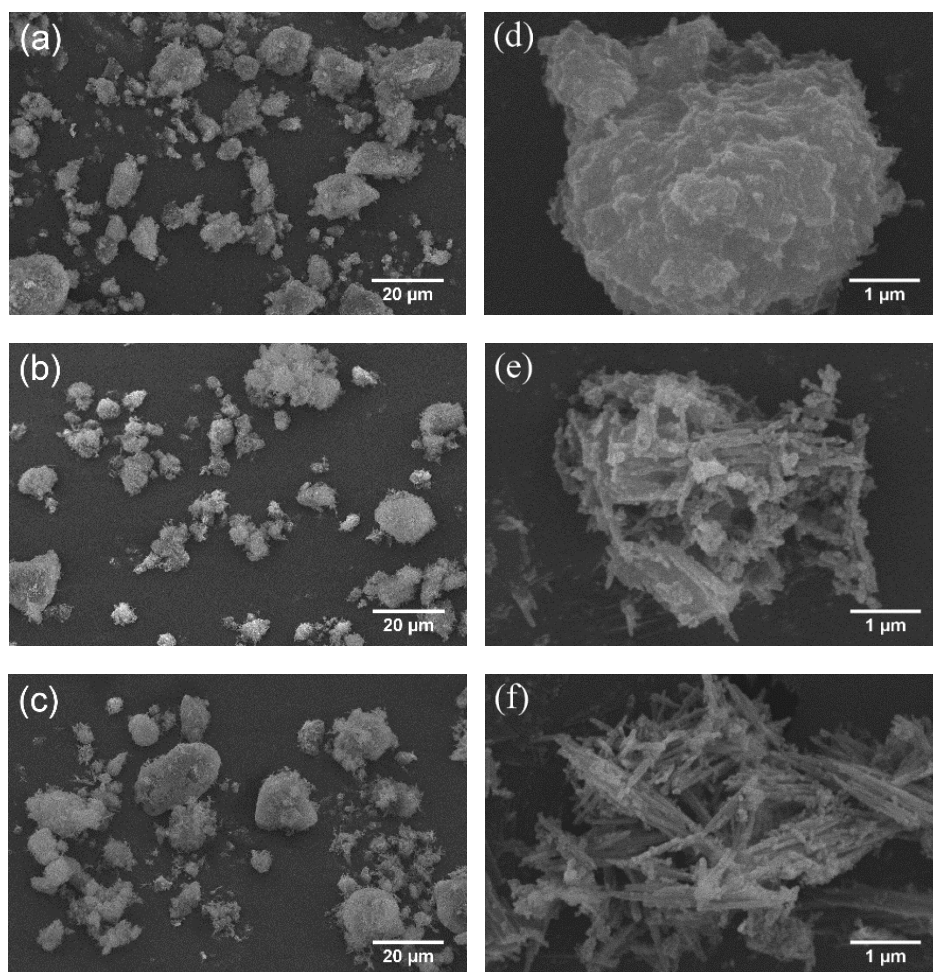
ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของตะกอนทุกตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.81(a) ตะกอนที่เตรียมได้ทุกตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวและเกิดปฏิกิริยาระหว่างตะกอนกลายเป็นเฟสสปินเนล (spinel, MgAl_2O_4 , JCPDS Card No. 21-1152) ยืนยันได้จากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.81(b) ไม่พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอนเต รวมถึงแอมโมเนียมที่ปรากฏในตะกอนที่ผ่านการล้างตะกอนด้วยน้ำ เอทานอล และ ATA แต่พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่บริเวณ 670 และ 470 cm^{-1} ซึ่งเป็นการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากพันธะ Mg-O-Al ซึ่งแสดงถึงโครงสร้างของเฟสสปินเนล [104-107]



รูปที่ 4.81 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง (a) XRD และ (b) FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์

ลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้หลังอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แสดงภาพถ่าย SEM ด้วยกำลังขยาย 1000 เท่า ดังรูปที่ 4.82(a-c) ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ มีลักษณะเกาะตัวกันเป็นกลุ่ม ในขณะที่ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคที่เกิดจากการเกาะตัวของตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่ง ซึ่งตะกอนทุกตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นกลุ่มมีขนาดต่ำกว่า 30 ไมครอน ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีการเกาะกลุ่มกันของตะกอนอย่างหลวมๆ เทียบกับตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ เห็นได้ชัดจากรูปที่ 4.82(d-f) แสดงภาพถ่าย SEM ด้วยกำลังขยาย 20000 เท่า พบว่าตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ (รูปที่ 4.82(d)) มีลักษณะการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนแข็ง (hard agglomeration) ในขณะที่ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทา

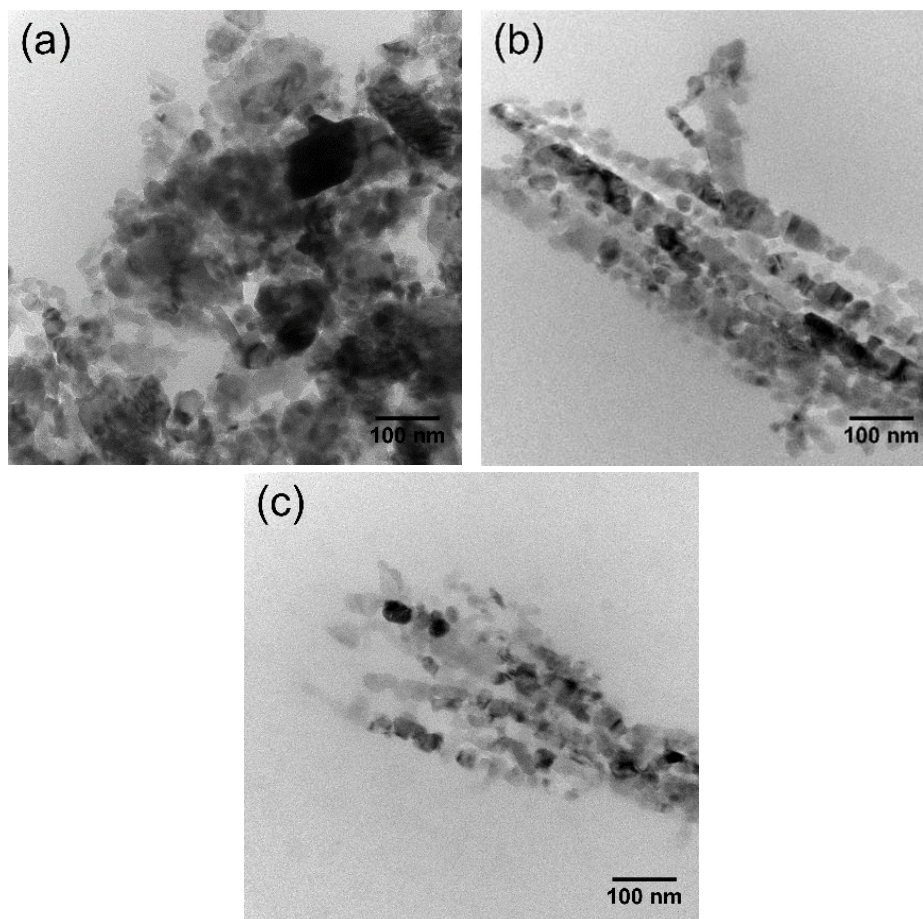
นอล และ ATA (รูปที่ 4.82(e, f)) มีลักษณะการเกาะกลุ่มกันอย่างหลวมๆ (soft agglomeration) เนื่องจากตะกอนมีลักษณะเป็นแท่งๆ



รูปที่ 4.82 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่ผ่านการล้างด้วย (a, d) น้ำ (b, e) เอทานอล และ (c, f) ATA โดยใช้กำลังขยาย 1000 เท่า และ 20000 เท่า ตามลำดับ

เมื่อเผาแคลไซต์ตะกอนที่เตรียมได้ทุกตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กลุ่มของตะกอนระดับไมครอนเกิดการสลายตัวเป็นอนุภาคสปิเนลที่มีขนาดระดับนาโนเมตร แสดงผลวิเคราะห์ด้วยกล้อง TEM ดังรูปที่ 4.83(a-c) ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ มีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคทรงกลมในระดับนาโนเมตรที่เกิดจากการสลายตัวของกลุ่มของตะกอนขนาดใหญ่ โดยมีขนาด 20 ถึง 100 นาโนเมตร ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมที่เรียงตัวต่อกันเป็นแท่ง มาจากการสลายตัวของตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่งและแตกออกเป็นอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งแต่ละอนุภาคมีขนาด 20 ถึง 50 นาโนเมตร มีลักษณะคล้ายกันกับผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่สังเคราะห์โดย J.G. Li และคณะ [27] เห็นได้ชัดว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ มีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคขนาดใหญ่

เทียบกับตะกอนที่ล้างตะกอนด้วยเอทานอล และ ATA ที่มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมที่เรียงตัวกันเป็นแท่งที่มีขนาดและการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาคน้อยกว่า



รูปที่ 4.83 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วย (a) น้ำ (b) เอทานอล และ (c) ATA

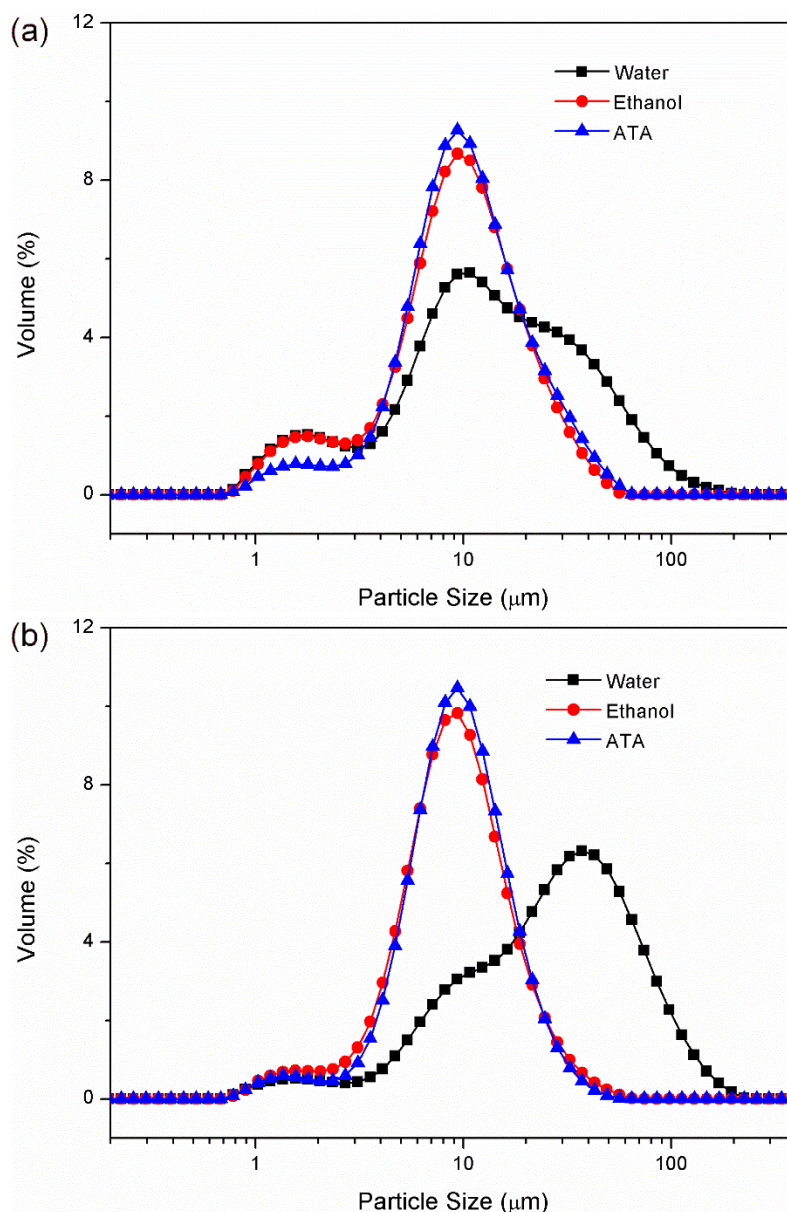
การล้างตะกอนด้วยตัวทำละลายต่างๆ มีผลต่อเฟสและลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้ ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และเฟสกีบไซต์ ซึ่งเปลี่ยนแปลงมาจากเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ เนื่องจากปฏิกิริยาเคมีที่เกิดจากพลังงานความร้อนระหว่างการอบแห้ง และน้ำจากการล้างตะกอน โดยเฟสกีบไซต์ที่เกิดขึ้นเป็นกลุ่มจำพวกอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ตะกอนที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นก้อนแข็ง (hard agglomeration) [27] เทียบกับตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA ประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์และเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ ซึ่งเป็นเฟสที่มีการเกาะกลุ่มกันน้อยกว่า ยืนยันได้จากผลวิเคราะห์จากภาพถ่าย SEM และ TEM พบว่าตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีลักษณะเป็นแท่ง ส่งผลให้เกิดการขัดขวางกันระหว่างตะกอนลดผิวสัมผัสระหว่างตะกอน [24] และเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่มีการเกาะกลุ่มกันน้อยกว่าเมื่อเผา

ตะกอนที่อุณหภูมิสูง เมื่อเทียบกับตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ

4.5.1.1 การกระจายขนาดของตะกอนที่เตรียมได้และที่ผ่านการเผาแคลไซน์

ขนาดของตะกอนที่เตรียมได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธี DLS แสดงดังรูปที่ 4.84 เห็นได้ชัดว่าตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมีขนาดเฉลี่ย (d_{50}) คือ 13.03 ไมครอน ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA ที่มีขนาดเฉลี่ย (d_{50}) 9.41 และ 9.84 ไมครอน ตามลำดับ ในทำนองเดียวกันผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมีขนาดเฉลี่ย (d_{50}) คือ 28.48 ไมครอน มีขนาดใหญ่กว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีขนาดเฉลี่ย (d_{50}) คือ 8.95 และ 9.26 ไมครอน ตามลำดับ กราฟการกระจายขนาดของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมีการกระจายขนาดกว้าง ในขณะที่ตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่แคบกว่า แสดงให้เห็นถึงความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคที่มากกว่า

อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคที่วัดด้วยวิธี DLS มีขนาดใหญ่กว่าขนาดอนุภาคที่วัดได้จากภาพถ่าย TEM ดังรูปที่ 4.83(a-c) เนื่องจากการวัดขนาดของอนุภาคที่มีการเกาะกลุ่มกันที่เกิดขึ้นในสารแขวนลอยระหว่างการวัดขนาดอนุภาค



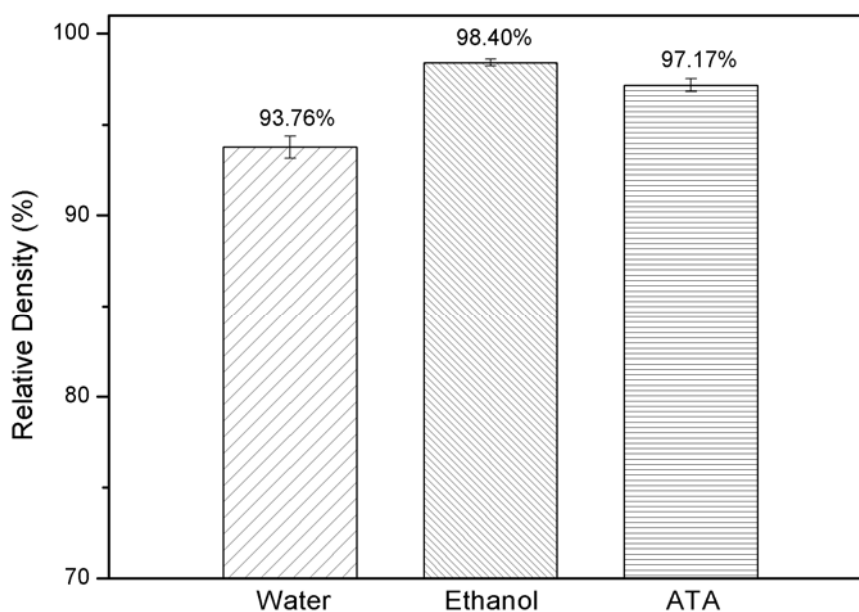
รูปที่ 4.84 ผลการวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธี DLS ของ (a) ตะกอนที่เตรียมได้ และ (b) ตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์

เห็นได้ชัดว่าการกระจายขนาด รวมถึงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ มีการกระจายขนาดกว้าง และมีขนาดของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ใหญ่ เทียบกับการกระจายขนาดและขนาดของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA ที่มีการกระจายขนาดแคบ และมีขนาดเล็กกว่า ประกอบด้วย 2 เหตุผลหลักคือ ประการแรกตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ เกิดเป็นเฟสกับไซด์ซึ่งเป็นกลุ่มของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทำให้เกิดเป็นกลุ่มของตะกอนที่มีลักษณะเป็นก้อนแข็ง และส่งผลให้เกิดการรวมตัวกันของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากมีโอกาสในการเกิดการแพร่ของสสารสูงหรือมี diffusion path มาก ทำให้ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดใหญ่ เห็นได้ชัดจากรูปของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่

วิเคราะห์ด้วยกล้อง TEM ในขณะที่ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA เกิดเป็นเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งไม่เกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนแข็งและมีลักษณะของตะกอนเป็นแท่ง ทำให้เกิดการขัดขวางกันระหว่างตะกอน ลดพื้นที่ผิวสัมผัสของตะกอนและลดโอกาสในการเกิดการแพร่ของสารระหว่างการเผาแคลไซน์ ทำให้ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเล็กกว่าและมีความสม่ำเสมอมากกว่า อีกประการหนึ่งคือ ตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคเนื่องจากปัจจัยของแรงแคปพิลารีดึงให้ตะกอนเข้ามาเกาะกัน เกิดการรวมตัวกันของตะกอนเนื่องจากพันธะไฮโดรเจนโดยเกิดขึ้นจากหมู่ไฮดรอกซิลที่เกาะอยู่บนผิวของตะกอน ต่อมาเกิดพันธะระหว่างตะกอนซึ่งเป็นพันธะออกซิเจนหรือเรียกว่า oxygen bridging (M-O-M) เนื่องจากการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิลระหว่างการอบแห้ง ในทางกลับกันตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA จะเกิดการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลเดิมด้วยหมู่อินทรีย์อื่นๆ ซึ่งไม่ก่อให้เกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างตะกอน [24,34,36,38] รวมถึงตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ล้างตะกอนมีความเป็นขั้วต่ำส่งผลให้มีแรงดึงผิวต่ำเมื่อเทียบกับน้ำ ลดบทบาทของแรงแคปพิลารี ทำให้ไม่เกิดการดึงตะกอนให้เข้าหากัน และไม่เกิดพันธะออกซิเจนระหว่างตะกอนขึ้นระหว่างการอบแห้งเพื่อกำจัดตัวทำละลายอินทรีย์

4.5.1.2 ความสามารถในการเผาผนึกของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้

ศึกษาความสามารถในการเผาผนึก (sinterability) ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้โดยนำผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำเอทานอล และ ATA มาขึ้นรูปเป็นเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร แล้วนำมาเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ มาวัดความหนาแน่นด้วยวิธีของอาร์คิมิดีสเทียบกับความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางทฤษฎี แสดงดังรูปที่ 4.85 พบว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ขึ้นรูปจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมีความหนาแน่นสัมพัทธ์แน่นต่ำที่สุดคือร้อยละ 93.76 ในขณะที่ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ขึ้นรูปจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยเอทานอล และ ATA มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าคือร้อยละ 98.40 และ 97.17 ตามลำดับ



รูปที่ 4.85 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของวัสดุสปีเนลเซรามิกที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การล้างตะกอนด้วยตัวทำละลายต่างๆในการสังเคราะห์ตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ส่งผลต่อเฟสและลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้ โดยการล้างตะกอนด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ส่งผลทำให้เกิดตะกอนที่มีรูปร่างเป็นแท่ง ทำให้ลดพื้นที่ผิวสัมผัสของตะกอนเนื่องจากการขัดขวางของรูปร่างที่เป็นแท่ง ส่งผลให้การแพร่ของสสารระหว่างการเผาแคลไซน์ลดลง รวมถึงการแทนที่ของหมู่ไฮดรอกซิล เป็นหมู่อร์แกนิกอื่นๆ ทำให้ไม่เกิดพันธะระหว่างตะกอน และไม่เกิดเป็นตะกอนที่มีลักษณะเป็นก้อนแข็ง ทำให้ผงสปีเนลที่ได้จากการเผาแคลไซน์ตะกอนมีขนาดเล็ก และมีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคมากกว่า และเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลเซรามิกอีกด้วย

4.6 การเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลเซรามิกด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing)

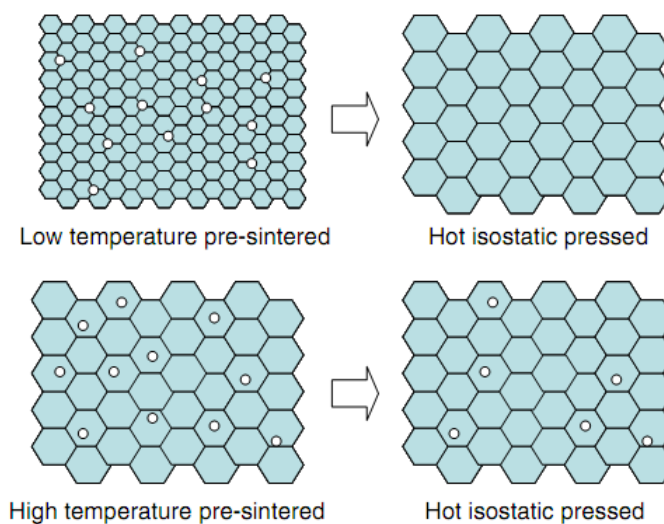
การอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทางเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมในการเตรียมเซรามิกใสเนื่องจากแรงอัดที่ให้ระหว่างการเผาผนึกจะช่วยเร่งให้เกิดความหนาแน่นเพิ่มขึ้น (densification) ได้โดยใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกลดลง เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดเกรนโตอย่างผิดปกติ (abnormal grain growth) ซึ่งมักจะเกิดขึ้นเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง ซึ่งการเกิดเกรนโตอย่างผิดปกติจะทำให้เกิดรูพรุนตกค้างในโครงสร้าง ส่งผลให้ความโปร่งใสของชิ้นงานลดลง โดยแรงอัดจะเกิดจากการใช้ก๊าซเฉื่อยเช่น อาร์กอน เป็นตัวกลางส่งผ่านแรงดัน ดังนั้นจึงต้องทำการขึ้นรูปชิ้นงานดิบก่อน จากนั้นนำชิ้นงานดิบมาทำการเผาผนึกเพื่อให้รูพรุนในชิ้นงานมีลักษณะเป็นรูพรุนปิด แล้วจึงนำชิ้นงานไปทำการเผาผนึกโดยให้แรงดันทุกทิศทางอีกครั้ง

จากการทดลองที่ผ่านมาจะพบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน และปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเป็น 10.8 แล้วทำการล้างตะกอนด้วยเอทานอลเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความสามารถในการเผาผลาญที่สูงที่สุด และเมื่อนำมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิกแล้วนำไปเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าสามารถเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่มีรูพรุนเปิดได้ใกล้เคียงศูนย์ จึงนำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกนี้มาทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาขัดหยาบด้วยจานขัดเพชร เบอร์ 80 220 400 800 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อให้ผิวชิ้นงานมีความเรียบ จากนั้นจึงทำการขัดละเอียดด้วยผงเพชรบนผ้ากำมะหยี่ที่ขนาด 6 3 และ 1 ไมครอน ลักษณะชิ้นงานที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.86



รูปที่ 4.86 ลักษณะชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่ผ่านการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จะเห็นว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่ได้มีลักษณะโปร่งแสง (translucent) สามารถมองผ่านเห็นตัวหนังสือด้านหลังตัวอย่างได้เล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในโครงสร้างยังมีรูพรุนตกค้างอยู่ เมื่อพิจารณาโครงสร้างของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกที่ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.69 จะพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาผลาญสูงขึ้น จนทำให้อัตราการโตของเกรนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน[88] ซึ่งรูพรุนที่ถูกขังอยู่ในเนื้อเกรนนี้จะไม่สามารถกำจัดได้ด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง ดังนั้นถ้าต้องการกำจัดรูพรุนในโครงสร้างจะต้องควบคุมให้รูพรุนปิดอยู่บริเวณขอบเกรน ซึ่งสามารถทำได้โดยลดอุณหภูมิการเผาผลาญดังแสดงดังรูปที่ 4.87



รูปที่ 4.87 รูปจำลองการกำจัดรูพรุนปิดออกจากโครงสร้างด้วยวิธีอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทาง[39]

อย่างไรก็ตามเนื่องจากเครื่องอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทางที่ใช้ในงานวิจัยนี้ชำรุดระหว่างการดำเนินงานวิจัย และไม่สามารถจัดสรรงบประมาณเพื่อซ่อมแซมได้ ดังนั้นในส่วนงานวิจัยเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาผนึกและอุณหภูมิการอัดร้อนโดยให้แรงดันทุกทิศทางต่อความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จึงไม่สามารถดำเนินการศึกษาเพิ่มเติมได้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นทำการศึกษากการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีตกตะกอน โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอน รวมถึงศึกษาการนำผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่ได้ไปใช้ในการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลเซรามิกใส ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. การตกตะกอนโดยใช้ยูเรีย และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน สามารถเตรียมผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลได้ โดยผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอนมีพื้นที่ผิวสูงถึง 74.61 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสูงกว่าผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้าอยู่ถึง 3 เท่า อย่างไรก็ตามผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่เตรียมได้มีปริมาณอะลูมิเนียมมากกว่าปริมาณอะลูมิเนียมตามทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล

2. ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อสัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในโครงสร้างสปีเนลและส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังตกตะกอน โดยช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายในช่วง 7.7-8.0 สารประกอบของแมกนีเซียมจะตกตะกอนได้น้อย ทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่ามากกว่า 1 โดยพบเพียงเฟสของแอมโมเนียมดิวรีนไฮไดรด์ในตะกอนเพียงเฟสเดียว เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสไปตั้งแต่ 9.0 ถึง 10.8 สารประกอบของแมกนีเซียมจะตกตะกอนได้มากขึ้น ซึ่งส่งผลให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่าประมาณ 1 โดยพบเฟสของแอมโมเนียมดิวรีนไฮไดรด์และเฟสของไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ อย่างไรก็ตามตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกันไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยพบเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลเพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลนั้นมีช่วงที่ของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่เกิดเป็นสารละลายของแข็งได้กว้าง

3. ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการเผาผลาญของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล โดยเป็นผลมาจากอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ที่แตกต่างกันนั้นจะทำให้เกิดความบกพร่องในแบบต่างๆเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดทั้งการแพร่ภายในเนื้อวัสดุและอัตราการเพิ่มความหนาแน่นที่แตกต่างกัน โดยการลดลงของค่า n ส่งผลให้ความสามารถในการเผาผลาญและอัตราการเพิ่มความหนาแน่นเพิ่มขึ้น สำหรับการเผาผลาญชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากตะกอนที่

สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ซึ่งมีค่า n น้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด

4. การล้างตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยน้ำส่งผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ จากเฟสแอมโมเนียมดิวรีโซไนต์กลายเป็นกิบไซต์ แต่ถ้าทำการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้ นอกจากนี้การล้างตะกอนที่เตรียมได้ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ส่งผลทำให้ตะกอนและผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้มีการเกาะกลุ่มกันน้อยลง เมื่อนำผงที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์มาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิก สามารถเตรียมชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าร้อยละ 97 เมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5. เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน และปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเป็น 10.8 แล้วทำการล้างตะกอนด้วยเอทานอลซึ่งเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความสามารถในการเผาผนึกสูงที่สุดมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิกแล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนมีรูพรุนเปิดได้ใกล้เคียงศูนย์ เมื่อทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยแรงดัน 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานเซรามิกที่ได้ลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น ยังไม่สามารถนำไปใช้งานเป็นเซรามิกใสได้

บทที่ 6

ปัญหา อุปสรรค และข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

6.1 ปัญหาและอุปสรรคของงานวิจัย

เครื่องอัดรีดโดยให้แรงดันทุกทิศทางที่ใช้ในงานวิจัยชำรุดระหว่างการดำเนินงานวิจัย และไม่สามารถจัดสรรงบประมาณเพื่อซ่อมแซมได้ ดังนั้นในส่วนงานวิจัยเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาผนึกและอุณหภูมิการอัดรีดโดยให้แรงดันทุกทิศทางต่อความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลเซรามิกจึงไม่สามารถดำเนินการศึกษาเพิ่มเติมจนพัฒนาให้ชิ้นงานเกิดความโปร่งใสได้

6.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้มีลักษณะเพียงแคโปร่งใสเท่านั้น ซึ่งเกิดจากปริมาณรูพรุนที่ตกค้างอยู่ในโครงสร้าง ซึ่งการกำจัดรูพรุนในโครงสร้างนั้นความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของการเผาผนึกและอุณหภูมิการอัดรีดโดยให้แรงดันทุกทิศทางมีความสำคัญอย่างมากดังที่ได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.6 ดังนั้นการศึกษาอุณหภูมิการเผาผนึกที่เหมาะสมที่จะควบคุมให้รูพรุนปิดอยู่บริเวณขอบเกรน และอุณหภูมิการอัดรีดโดยให้ความดันทุกทิศทางที่เหมาะสมเพื่อไล่รูพรุนออกจากขอบเกรนจึงเป็นปัจจัยที่สำคัญในการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลให้มีความโปร่งใสได้

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

A. Saelee, S. Jiemsirilers, 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, 690(2016), 224-229. (เอกสารแนบ)

2. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

งานวิจัยนี้ได้ผลิตนักวิจัยรุ่นใหม่ซึ่งเป็นผู้ช่วยวิจัย 2 คน คือ นายศรุต ธีรสรเดช และนายอดิสร แซ่ลี โดยนิสิตทั้ง 2 คนได้เรียนรู้การทำวิจัยด้านการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแมกนีเซียมอะลูมินา สปิเนลและการขึ้นรูปชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินา สปิเนลเซรามิก โดยปัจจุบัน นายศรุตได้จบการศึกษาจากหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์เรียบร้อยแล้ว ในขณะที่นายอดิสรได้สอบวิทยานิพนธ์ผ่านเรียบร้อยแล้ว อยู่ระหว่างยื่นเอกสารเพื่อขอสำเร็จการศึกษา

3. การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ

K. Serivalsatit, A. Saelee, S. Teerasoradech, and T. Pornpatdetaudom, "Effect of Precipitant Solution pH on Morphology and Chemical Composition of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles", The 8th International Conference on Materials Science and Technology, December 15-16, 2014, Swissotel Le concorde, Bangkok, Thailand.

K. Serivalsatit, "Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles for Transparent Ceramics", The 3rd joint symposium Chulalongkorn University-Nagaoka University of Technology (CU-NUT), January 5, 2015, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

A. Saelee, S. Jiemsirilers, S. Jinawath, and K. Serivalsatit*, "Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Prepared by Precipitation Method using Ammonium Hydrogen Carbonate as a Precipitant", International Conference on Traditional and Advanced Ceramics 2015, September 9-11, 2015, BITEC, Bangkok, Thailand.

เอกสารอ้างอิง

- [1] M. Grujicic, W. C. Bell, and B. Pandurangan, Design and material selection guidelines and strategies for transparent armor systems, *Materials & Design*, 34 (2012) 808-19.
- [2] A. Krell, P. Blank, H. W. Ma, T. Hutzler, M. P. B. van Bruggen, and R. Apetz, Transparent sintered corundum with high hardness and strength, *Journal of the American Ceramic Society*, 86 (2003) 12-18.
- [3] A. Krell, J. Klimke, Effects of the homogeneity of particle coordination on solid-state sintering of transparent alumina, *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (2006) 1985-92.
- [4] K. Majima, N. Niimi, M. Watanabe, S. Katsuyama, and H. Nagai, Effect of LiF addition on the preparation of transparent Y_2O_3 by the vacuum hot pressing method, *Journal of Alloys and Compounds*, 193 (1993) 280-82.
- [5] P. J. Jorgensen, R. C. Anderson, Grain-Boundary Segregation and Final-Stage Sintering of Y_2O_3 , *Journal of the American Ceramic Society*, 50 (1967) 553-58.
- [6] A. Krell, J. Klimke, and T. Hutzler, Advanced spinel and sub- μm Al_2O_3 for transparent armour applications, *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (2009) 275-81.
- [7] E. Strassburger, Ballistic testing of transparent armour ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (2009) 267-73.
- [8] J. W. McCauley, P. Patel, M. W. Chen, G. Gilde, E. Strassburger, B. Paliwal, K. T. Ramesh, and D. P. Dandekar, AION: A brief history of its emergence and evolution, *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (2009) 223-36.
- [9] G. Gilde, P. Patel, P. Patterson, D. Blodgett, D. Duncan, and D. Hahn, Evaluation of hot pressing and hot isostatic pressing parameters on the optical properties of spinel, *Journal of the American Ceramic Society*, 88 (2005) 2747-51.
- [10] A. Goldstein, A. Goldenberg, Y. Yeshurun, and M. Hefetz, Transparent $MgAl_2O_4$ Spinel from a Powder Prepared by Flame Spray Pyrolysis, *Journal of the American Ceramic Society*, 91 (2008) 4141-44.
- [11] A. Krell, T. Hutzler, and J. Klimke, Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications, *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (2009) 207-21.

- [12] J. G. Li, T. Ikegami, J. H. Lee, T. Mori, and Y. Yajima, A wet-chemical process yielding reactive magnesium aluminate spinel (MgAl_2O_4) powder, *Ceramics International*, 27 (2001) 481-89.
- [13] G. Bonnefont, G. Fantozzi, S. Trombert, and L. Bonneau, Fine-grained transparent MgAl_2O_4 spinel obtained by spark plasma sintering of commercially available nanopowders, *Ceramics International*, 38 (2012) 131-40.
- [14] R. J. Bratton, Sintering and Grain-Growth Kinetics of MgAl_2O_4 , *Journal of the American Ceramic Society*, 54 (1971) 141-43.
- [15] O. Varnier, N. Hovnanian, A. Larbot, P. Bergez, L. Cot, and J. Charpin, Sol-Gel Synthesis of Magnesium Aluminum Spinel from a Heterometallic Alkoxide, *Materials Research Bulletin*, 29 (1994) 479-88.
- [16] C. R. Bickmore, K. F. Waldner, D. R. Treadwell, and R. M. Laine, Ultrafine spinel powders by flame spray pyrolysis of a magnesium aluminum double alkoxide, *Journal of the American Ceramic Society*, 79 (1996) 1419-23.
- [17] Y. Suyama, A. Kato, Characterization and sintering of Mg-Al spinel prepared by spray-pyrolysis technique, *Ceramics International*, 8 (1982) 17-21.
- [18] S. Bhaduri, S. B. Bhaduri, and K. A. Prisdrey, Auto ignition synthesis of nanocrystalline MgAl_2O_4 and related nanocomposites, *Journal of Materials Research*, 14 (1999) 3571-80.
- [19] G. Ertl, H. Knözinger, and J. Weitkamp, Preparation of solid catalysts. John Wiley & Sons, 2008.
- [20] V. K. LaMer, R. H. Dinegar, Theory, Production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols, *Journal of the American Chemical Society*, 72 (1950) 4847-54.
- [21] K. Serivalsatit, S. Teerasoradech, and A. Saelee, Synthesis of magnesium aluminate spinel nanoparticles by co-precipitation method : the influences of precipitants, *Suranaree Journal of Science & Technology*, 19 (2012) 265-70.
- [22] 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) 677-84.
- [23] R. Wang, X. Liang, Y. Peng, X. w. Fan, and J. x. Li, Effect of the reaction temperature on nanocrystallites MgAl_2O_4 spinel ceramic precursor, *Journal of Ceramic Processing Research*, 10 (2009) 780-82.

- [24] J. Mouzon, M. Odén, O. Tillement, and Y. Jorand, Effect of Drying and Dewatering on Yttria Precursors with Transient Morphology, *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (2006) 3094-100.
- [25] S. Teerasoradech, K. Serivalsatit, The Effects of Water Removal Process on the Properties of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Synthesized by Co-Precipitation Method, *Key Engineering Materials*, 659 (2015) 159-63.
- [26] M. F. Zawrah, H. Hamaad, and S. Mekyb, Synthesis and characterization of nano MgAl_2O_4 spinel by the co-precipitated method, *Ceramics International*, 33 (2007) 969-78.
- [27] J. G. Li, T. Ikegami, J. H. Lee, T. Mori, and Y. Yajima, Synthesis of Mg-Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant, *Journal of the european ceramic society*, 21 (2001) 139-48.
- [28] A. Wajler, H. Tomaszewski, E. Drozd-Ciesla, H. Weglarz, and Z. Kaszkur, Study of magnesium aluminate spinel formation from carbonate precursors, *Journal of the European Ceramic Society*, 28 (2008) 2495-500.
- [29] B. A. R. Aiken, W. P. Hsu, and E. Matijevic, Preparation and Properties of Monodispersed Colloidal Particles of Lanthanide Compounds: III, Yttrium(III) and Mixed Yttrium(III)/Cerium(III) Systems, *Journal of the American Ceramic Society*, 71 (1988) 845-53.
- [30] P. L. Chen, I. W. Chen, Reactive Cerium(IV) Oxide Powders by the Homogeneous Precipitation Method, *Journal of the American Ceramic Society*, 76 (1993) 1577-83.
- [31] J. Xiao, Q. Qin, Y. Wan, F. Zhou, Y.-b. Chen, J. Li, and Y.-x. Liu, Effect of anions on preparation of ultrafine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ powder, *Journal of Central South University of Technology*, 14 (2007) 773-78.
- [32] Q. Wang, H. H. Tay, Z. Guo, L. Chen, Y. Liu, J. Chang, Z. Zhong, J. Luo, and A. Borgna, Morphology and composition controllable synthesis of Mg–Al– CO_3 hydrotalcites by tuning the synthesis pH and the CO_2 capture capacity, *Applied Clay Science*, 55 (2012) 18-26.
- [33] S. Kwon, G. L. Messing, The effect of particle solubility on the strength of nanocrystalline agglomerates: Boehmite, *Nanostructured Materials*, 8 (1997) 399-418.
- [34] S. L. Jones, C. J. Norman, Dehydration of hydrous zirconia with methanol, *Journal of the American Ceramic Society*, 71 (1988) 190-91.
- [35] J. D. Lin, J. G. Duh, and 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.

- [36] M. S. Kaliszewski, A. H. Heuer, Alcohol interaction with zirconia powders, *Journal of the American Ceramic Society*, 73 (1990) 1504-09.
- [37] W.-I. Luan, L. Gao, and J.-k. Guo, Study on drying stage of nanoscale powder preparation, *Nanostructured Materials*, 10 (1998) 1119-25.
- [38] S. L. Dole, R. W. Scheidecker, L. E. Shiers, M. F. Berard, and O. J. Hunter, Technique for preparing highly-sinterable oxide powders, *Materials Science and Engineering*, 32 (1978) 277-81.
- [39] K. Tsukuma, I. Yamashita, and T. Kusunose, Transparent 8 mol% Y_2O_3 - ZrO_2 (8Y) Ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, 91 (2008) 813-18.
- [40] M. N. Rahaman, Ceramic processing, pp. 473 p. CRC/Taylor & Francis: Boca Raton, FL, 2007.
- [41] M. J. Mayo, D. C. Hague, and D. J. Chen, Processing Nanocrystalline Ceramics for Applications in Superplasticity, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 166 (1993) 145-59.
- [42] J. Shou-Yong, L. Li-Bin, H. Ning-Kang, Z. Jin, and L. Yong, Investigation on lattice constants of Mg-Al spinels, *Journal of Materials Science Letters*, 19 (2000) 225-27.
- [43] R. Basso, S. Carbonin, and A. Della Giusta, Cation and vacancy distribution in a synthetic defect spinel, *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials*, 194 (1991) 111-20.
- [44] M. I. Martín Hernández, L. Gómez, O. Milosevic, and M. E. Rabanal, Nanostructured alumina particles synthesized by the Spray Pyrolysis method: microstructural and morphological analysis, (2009)
- [45] L. Smrcok, V. Langer, and J. Krestan, γ -Alumina: a single-crystal X-ray diffraction study, *Acta Crystallographica Section C: Crystal Structure Communications*, 62 (2006) i83-i84.
- [46] A. Patterson, The Scherrer formula for X-ray particle size determination, *Physical review*, 56 (1939) 978.
- [47] M. I. Mendelson, Average grain size in polycrystalline ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, 52 (1969) 443-46.
- [48] J. Guo, H. Lou, H. Zhao, X. Wang, and X. Zheng, Novel synthesis of high surface area $MgAl_2O_4$ spinel as catalyst support, *Materials Letters*, 58 (2004) 1920-23.
- [49] D. P. Das, J. Das, and K. Parida, Physicochemical characterization and adsorption behavior of calcined Zn/Al hydrotalcite-like compound (HTlc) towards removal of fluoride from aqueous solution, *Journal of Colloid and Interface Science*, 261 (2003) 213-20.

- [50] J.-G. Li, T. Ikegami, J.-H. Lee, and T. Mori, Characterization of yttrium aluminate garnet precursors synthesized via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant, *Journal of Materials Research*, 15 (2000) 2375-86.
- [51] K. Tsukuma, Transparent MgAl_2O_4 Spinel Ceramics Produced by HIP Post-Sintering, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 114 (2006) 802-06.
- [52] A. T. D. T. I. Barry, J. A. Gisby, B. Hallstedt, M. Hillert, S. Jonsson, B. Sundman, and J. R. Taylor, The compound energy model for ionic solutions with applications to solid oxides, *Journal of Phase Equilibria*, 13 (1992) 459-75.
- [53] A. Goldstein, Correlation between MgAl_2O_4 -spinel structure, processing factors and functional properties of transparent parts (progress review), *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (2012) 2869-86.
- [54] P. R. C. Zografou, D. von Mallinckrodt, Non-stoichiometry and sintering of MgO and MgAl_2O_4 , *Ceramics International*, 32 (1983) 40-43.
- [55] A. C. Sutorik, C. Cooper, and G. Gilde, Visible Light Transparency for Polycrystalline Ceramics of $\text{MgO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{MgO}\cdot 2.5\text{Al}_2\text{O}_3$ Spinel Solid Solutions, *Journal of the American Ceramic Society*, 96 (2013) 3704-07.
- [56] J.-G. Li, T. Ikegami, J.-H. Lee, T. Mori, and Y. Yajima, Synthesis of Mg-Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant, *Journal of the European Ceramic Society*, 21 (2001) 139-48.
- [57] E. Worch, *Hydrochemistry: Basic Concepts and Exercises*. Walter de Gruyter GmbH & Co KG, 2015.
- [58] C. Handbook, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press: Boca Raton, FL, 2008 (2007) 2640.
- [59] 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) 2194-206.
- [60] 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) 2030-37.
- [61] 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) 1706-09.

- [62] R. c. Zeng, Z. g. Liu, F. Zhang, S. q. Li, Q. k. He, H. z. Cui, and 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) 1917-25.
- [63] J. Canterford, G. Tsambourakis, and B. Lambert, Some observations on the properties of dypingite, $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, and related minerals, *Mineralogical magazine*, 48 (1984) 437-42.
- [64] X. Xu, D. Li, J. Song, Y. Lin, Z. Lv, M. Wei, and X. Duan, Synthesis of Mg–Al–carbonate layered double hydroxide by an atom-economic reaction, *Particuology*, 8 (2010) 198-201.
- [65] J. B. Lambert, H. F. Shurvell, D. A. Lightner, and R. G. Cooks, Introduction to organic spectroscopy. Macmillan Publishing Company, 1987.
- [66] G. C. Li, Y. Q. Liu, L. L. Guan, X. F. Hu, and 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) 1073-79.
- [67] J. T. Klopogge, L. Hickey, and R. L. Frost, FT-Raman and FT-IR spectroscopic study of synthetic Mg/Zn/Al-hydrotalcites, *Journal of Raman Spectroscopy*, 35 (2004) 967-74.
- [68] A. Miroliaee, A. Salehirad, and 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) 312-17.
- [69] C. J. Zollner, T. I. Willett-Gies, S. Zollner, and S. Choi, Infrared to vacuum-ultraviolet ellipsometry studies of spinel (MgAl_2O_4), *Thin Solid Films*, 571, Part 3 (2014) 689-94.
- [70] 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) 535-40.
- [71] J. G. Li, T. Ikegami, J. H. Lee, T. Mori, and Y. Yajima, Synthesis of Mg–Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant, *Journal of the European Ceramic Society*, 21 (2001) 139-48.
- [72] K. J. Klabunde, R. Richards, Nanoscale materials in chemistry, Vol. 1035. Wiley Online Library, 2001.
- [73] M. P. O'Horo, A. L. Frisillo, and W. B. White, Lattice vibrations of MgAl_2O_4 spinel, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 34 (1973) 23-28.
- [74] G. Stoica, J. Pérez-Ramírez, Stability and inter-conversion of synthetic dawsonites in aqueous media, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 74 (2010) 7048-58.

- [75] C. Forano, U. Costantino, V. Prévot, and C. T. Gueho, Layered double hydroxides (LDH), in: B. Faïza and L. Gerhard (Eds.), *Developments in Clay Science*, Vol. Volume 5, Elsevier, 2013.pp. 745-82.
- [76] P. S. Braterman, Z. P. Xu, and F. Yarberry, Layered double hydroxides (LDHs), *Handbook of layered materials* (2004) 373-474.
- [77] G. Lee, J. Y. Kang, N. Yan, Y.-W. Suh, and J. C. Jung, Simple preparation method for Mg–Al hydrotalcites as base catalysts, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 423 (2016) 347-55.
- [78] H. Viertel, F. Seifert, Physical properties of defect spinels in the system $\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{--Al}_2\text{O}_3$, *Neues Jahrb. Mineral., Abh*, 134 (1979) 167-82.
- [79] D. R. Lide, CRC handbook of chemistry and physics, Vol. 85. CRC press, 2004.
- [80] 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) 362-70.
- [81] 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.
- [82] A. Navrotsky, B. A. Wechsler, K. Geisinger, and F. Seifert, Thermochemistry of $\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{--Al}_{8/3}\text{O}_4$ Defect Spinel, *Journal of the American Ceramic Society*, 69 (1986) 418-22.
- [83] C. A. Contreras, E. Ramos, S. Sugita, and J. Serrato, Aluminum carbonate as an alumina precursor, *Innovative Processing and Synthesis of Ceramics, Glasses, and Composites VI*, Volume 135 (2002) 165-76.
- [84] A. Saelee, S. Jiemsirilers, S. Jinawath, and K. Serivalsatit, "Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Prepared by Precipitation Method using Ammonium Hydrogen Carbonate as a Precipitant," pp. 224-29 in *Key Engineering Materials*. Vol. 690.
- [85] K. T. Karalis, D. Dellis, G. S. Antipas, and A. Xenidis, Bona-fide method for the determination of short range order and transport properties in a ferro-aluminosilicate slag, *Scientific Reports*, 6 (2016)
- [86] 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.

- [87] P. Chintasongkro. Effects of Sintering Parameters on Microstructure and Properties of Magnesium Aluminate Ceramics. Department of Materials Science, Faculty of Science Chulalongkorn University, 2010
- [88] M. N. Rahaman, Sintering of ceramics. CRC press, 2007.
- [89] G. F. Vander Voort, Results of an ASTM E-4 Round-Robin on the Precision and Bias of Measurements of Microindentation Hardness Impressions, in: (Eds.), Factors That Affect the Precision of Mechanical Tests, ASTM International, 1989.pp.
- [90] G. F. Vander Voort, Operator errors in the measurement of microindentation hardness, in: (Eds.), Accreditation Practices for Inspections, Tests, and Laboratories, ASTM International, 1989.pp.
- [91] J. Menčík, Uncertainties and errors in nanoindentation, *Nanoindentation in Materials Science, InTech, Rijeka* (2012) 53-86.
- [92] H. J. Höfler, R. S. Averback, Grain growth in nanocrystalline TiO_2 and its relation to vickers hardness and fracture toughness, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 24 (1990) 2401-06.
- [93] A. Krell, A. Bales, Grain Size-Dependent Hardness of Transparent Magnesium Aluminate Spinel, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 8 (2011) 1108-14.
- [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, and R. A. Zuhr, Mobility of cations in magnesium aluminate spinel, *Physical Review B*, 33 (1986) 5698-701.
- [96] K. Ando, Y. Oishi, Self-diffusion coefficients of oxygen ion in single crystals of $\text{MgO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$ spinels, *The Journal of Chemical Physics*, 61 (1974) 625-29.
- [97] S. T. Murphy, Atomistic simulation of defects and diffusion in oxides. Imperial College London (University of London), 2009.
- [98] 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) 841-48.
- [99] G. Stoica, M. Santiago, S. Abelló, and J. Pérez-Ramírez, Reactivity of Mg–Al hydrotalcites in solid and delaminated forms in ammonium carbonate solutions, *Solid State Sciences*, 12 (2010) 1822-30.
- [100] G. C. Li, Y. Q. Liu, L. L. Guan, X. F. Hu, and C. G. Liu, Meso/macroporous gamma- Al_2O_3 fabricated by thermal decomposition of nanorods ammonium aluminium carbonate hydroxide, *Materials Research Bulletin*, 47 (2012) 1073-79.

- [101] L. Sun, C. Hu, Facile synthesis via a solvothermal route and characterization of Mg–Al layered double hydroxide (LDH) 3D micro–nano structures, *Materials Research Bulletin*, 46 (2011) 1922-27.
- [102] L. Favaro, A. Boumaza, P. Roy, J. Lédion, G. Sattonnay, J. B. Brubach, A. M. Huntz, and R. Tétot, Experimental and ab initio infrared study of chi-, kappa- and alpha-aluminas formed from gibbsite, *Journal of Solid State Chemistry*, 183 (2010) 901-08.
- [103] T. C. Alex, R. Kumar, S. K. Roy, and S. P. Mehrotra, Anomalous reduction in surface area during mechanical activation of boehmite synthesized by thermal decomposition of gibbsite, *Powder Technology*, 208 (2011) 128-36.
- [104] S. Angappan, Sintering behaviour of MgAl_2O_4 -a prospective anode material, *Materials Letters*, 58 (2004) 2283-89.
- [105] M. S. Abdi, T. Ebadzadeh, A. Ghaffari, and M. Feli, Synthesis of nano-sized spinel (MgAl_2O_4) from short mechanochemically activated chloride precursors and its sintering behavior, *Advanced Powder Technology* (2014) <http://dx.doi.org/10.1016/j.apr.2014.09.011>.
- [106] H. B. Bafrooei, T. Ebadzadeh, MgAl_2O_4 nanopowder synthesis by microwave assisted high energy ball-milling, *Ceramics International*, 39 (2013) 8933-40.
- [107] S. Ghosh, T. Maiti, S. Sen, and S. Mukhopadhyay, Influence of gel-derived nanocrystalline spinel in a high alumina castable: Part 1, *Ceramics International*, 31 (2005) 333-47.