

รายงานฉบับสมบูรณ์

ชื่อเรื่อง ภาษาไทย

การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมินาสปินเนลที่มีขนาดอนุภาคนาโนเมตร  
สำหรับการผลิตเกราะใสเซรามิก

ชื่อเรื่อง ภาษาอังกฤษ

Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles for  
the Fabrication of Transparent Armor Ceramics

รหัสโครงการ

SCH-NR2012-092

ชื่อหัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

หน่วยงานที่สังกัด

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายงานฉบับสมบูรณ์

ชื่อเรื่อง ภาษาไทย

การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมินาสปินเนลที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร  
สำหรับการผลิตเกราะใสเซรามิก

ชื่อเรื่อง ภาษาอังกฤษ

Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles for  
the Fabrication of Transparent Armor Ceramics

รายนามคณะผู้วิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วันเริ่มต้นโครงการ 2 ธันวาคม 2556

วันสิ้นสุดโครงการ 1 ธันวาคม 2557

### กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากศูนย์ประสานงานนักเรียนทุนรัฐบาลทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี และสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ ที่ให้การช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้เตาเผาผนึกโดยให้แรงดันระหว่างทำการเผาผนึก (Hot pressing)

ขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนทั้งทางด้านบุคลากร สถานที่ และเครื่องมือในระหว่างทำการวิจัย

ปี พ.ศ. ที่ได้รับทุน 2555

## บทคัดย่อ

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใส เป็นวัสดุที่กำลังเป็นที่สนใจในการนำไปใช้งานเป็นส่วนประกอบของเกราะใส ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักและขนาดของเกราะใสที่เตรียมจากกระจกธรรมดาที่มีความหนาตันต่อกระสุนที่เท่ากันแล้ว เกราะใสที่มีการใช้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใสเป็นส่วนประกอบจะมีน้ำหนักเบาและบางกว่า เนื่องจากเซรามิกใสมีความแข็งแรง และความแข็งสูง อย่างไรก็ตาม การเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใส จำเป็นต้องเตรียมจากสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรซึ่งความบริสุทธิ์สูง และมีการกระจายขนาดที่สม่ำเสมอ งานวิจัยนี้จึงศึกษาการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้ตัวทำให้ตกตะกอน 2 ชนิดคือ ยูเรียและเฮกซะเมทิลีนเตทระมีน จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ตะกอนที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์และสารประกอบอะลูมินาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะสลายตัวกลายเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีขนาดอนุภาค 20 ถึง 40 นาโนเมตร ในขณะที่เมื่อใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ไม่ว่าจะใช้เกลือคลอไรด์ หรือเกลือไนเตรตเป็นสารตั้งต้น ตะกอนที่เกิดขึ้นปรากฏเฟสของอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ที่มีความเป็นผลึกต่ำเพียงเฟสเดียว และเมื่อนำตะกอนที่ได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะสลายตัวกลายเป็น คอรันดัม เทต้าอะลูมินา และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ดังนั้นจึงไม่สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยวิธีการตกตะกอนเมื่อใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอนได้ แต่ถ้านำตะกอนที่เตรียมได้จากการตกตะกอนโดยใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอนไปทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะปรากฏเฟสของไฮโดรทัลไซต์และอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ ซึ่งเมื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะปรากฏเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิก แล้วนำไปเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกะพาสคัลระหว่างการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่มีความหนาแน่นร้อยละ 99.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีได้ อย่างไรก็ตาม ชิ้นงานที่ได้มีลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น โดยมีค่าการส่องผ่านแสงเพียงร้อยละ 0.3 ถึง 0.5 ในช่วงแสงที่ตามองเห็น

## Abstract

Transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics have received attention as alternative materials in transparent armor configuration. Comparison of weight and size of traditional glass composite armors, which resist to the same type of ammunition, the weight and size of transparent armors can be reduced significantly by using transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics composite armors due to the higher strength and higher hardness than those of traditional glass. Unfortunately, the fabrication of the transparent ceramics requires nano-sized and non-agglomerated particles. This study investigated the fabrication of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  nanoparticles by precipitation method using urea and hexamethylenetetramine as precipitants. The results showed that the precursor, prepared using chloride salts as starting materials and using urea as a precipitant, consisted of hydrotalcite and amorphous alumina. After calcining at 1100 °C for 2 hours, the precursor decomposed to  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  nanoparticles with particle size of 20-40 nm. In case of using hexamethylenetetramine as a precipitant, the precursors, prepared using chloride salts or nitrate salts as starting materials, were aluminium oxide hydroxide with low crystallinity. After calcining at 1100 °C for 2 hours, the precursors decomposed to corundum, theta-alumina, and magnesium aluminium oxide. Therefore,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  nanoparticles could not be synthesized by precipitation method using hexamethylenetetramine as the precipitant. However, the phases of the precursors transformed to hydrotalcite and aluminium oxide hydroxide by hydrothermal treatment at 140 °C for 24 hours. The  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  nanoparticles were obtained by calcining the precursors at 1100 °C for 2 hours. The  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics were fabricated by hotpressing the  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  nanoparticles, prepared using urea as a precipitant, at 1800 °C for 2 hours using pressure of 40 MPa. The relative density of the sintered ceramics reached a value of 99.8%. Unfortunately, the sintered  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics were just translucent. The transmittance of the sintered  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics was only 0.3-0.5% in the visible region.

## สารบัญ

## หน้า

|                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| กิตติกรรมประกาศ .....                                                                                   | ค  |
| บทคัดย่อ .....                                                                                          | ง  |
| Abstract .....                                                                                          | จ  |
| สารบัญ .....                                                                                            | ฉ  |
| สารบัญภาพ .....                                                                                         | ช  |
| สารบัญตาราง .....                                                                                       | ญ  |
| 1. บทนำ .....                                                                                           | 1  |
| 2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย .....                                                                    | 2  |
| 3. การทบทวนวรรณกรรม .....                                                                               | 2  |
| 4. การออกแบบการวิจัย .....                                                                              | 6  |
| 5. ขอบเขตของการวิจัย .....                                                                              | 6  |
| 6. ระเบียบวิธีวิจัย .....                                                                               | 7  |
| 6.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....                     | 7  |
| 6.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้เอทิลอะซิเตตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....               | 7  |
| 6.3 การเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก .....                                          | 7  |
| 6.4 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ .....                                                                       | 8  |
| 6.4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....                                                                   | 8  |
| 6.4.2 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน .....                                                           | 8  |
| 6.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา .....                                                            | 8  |
| 6.4.4 การหาความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก .....                              | 8  |
| 7. ผลการวิจัย .....                                                                                     | 10 |
| 7.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....                     | 10 |
| 7.1.1 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ....          | 10 |
| 7.1.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ..... | 13 |
| 7.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้เอทิลอะซิเตตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....               | 14 |

|                                                                                                                                                  |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 7.2.1 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรสปีเนลที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระหมื่นเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....                              | 14 |
| 7.2.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรสปีเนลที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระหมื่นเป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....                      | 16 |
| 7.2.3 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรสปีเนลที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระหมื่นเป็นตัวทำให้ตกตะกอนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล .....         | 19 |
| 7.2.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรสปีเนลที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระหมื่นเป็นตัวทำให้ตกตะกอนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ..... | 22 |
| 7.2.5 การศึกษาความสามารถในการเผาผนึกของของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรสปีเนล .....                                                               | 25 |
| 8. สรุปผล .....                                                                                                                                  | 30 |
| 9. ปัญหาและอุปสรรค .....                                                                                                                         | 30 |
| 10. บรรณานุกรม .....                                                                                                                             | 32 |
| 11. ภาคผนวก .....                                                                                                                                | 35 |
| 11.1 ประวัติผู้วิจัย .....                                                                                                                       | 35 |

## สารบัญภาพ

### หน้า

|                                                                                                                                                                                                   |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| รูปที่ 1 ลักษณะของเกราะใส .....                                                                                                                                                                   | 2  |
| รูปที่ 2 (a) การแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน (b) การเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ .....                                                                                                   | 3  |
| รูปที่ 3 ชิ้นงานเซรามิกโปร่งแสงที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้ตกตะกอน .....                                        | 5  |
| รูปที่ 4 องค์ประกอบเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD .....                                                                           | 11 |
| รูปที่ 5 องค์ประกอบเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR.....                                                                           | 12 |
| รูปที่ 6 กราฟ DTA และ TGA ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้.....                                                                                                                                           | 12 |
| รูปที่ 7 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และยูเรีย .....                                                                                                                          | 13 |
| รูปที่ 8 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และยูเรียที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                                                       | 13 |
| รูปที่ 9 เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์และเฮกซะเมททิลีนเตทระมิน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD .....                               | 15 |
| รูปที่ 10 เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรตและเฮกซะเมททิลีนเตทระมิน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD.....                                | 16 |
| รูปที่ 11 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมิน .....                                                                                                          | 17 |
| รูปที่ 12 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเฮกซะเมททิลีนเตทระมิน .....                                                                                                           | 17 |
| รูปที่ 13 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                                       | 18 |
| รูปที่ 14 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                                        | 18 |
| รูปที่ 15 เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD.....   | 20 |
| รูปที่ 16 เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรตและเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มัล และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ..... | 20 |
| รูปที่ 17 ผลวิเคราะห์ XRD หน้าผลึก (311) ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เกลือไนเตรตและ เกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น.....                                                                   | 22 |
| รูปที่ 18 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล .....                                                                             | 23 |
| รูปที่ 19 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล .....                                                                              | 23 |
| รูปที่ 20 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....       | 24 |



|                                                                                                                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| รูปที่ 21 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                  | 24 |
| รูปที่ 22 ความหนาแน่นของชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกเมื่อผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ .....                                                                                               | 26 |
| รูปที่ 23 ชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกหลังจากผ่านการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                              | 26 |
| รูปที่ 24 ชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกหลังจากผ่านการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....                              | 27 |
| รูปที่ 25 ชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกที่ผ่านหลังจากทำการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงหลังผ่านการเผาไล่กราไฟต์ ..... | 27 |
| รูปที่ 26 ชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกที่ผ่านหลังการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงหลังผ่านการเผาไล่กราไฟต์ .....      | 27 |
| รูปที่ 27 ค่าการส่องผ่านแสงของชั้นงานที่แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเซรามิกที่ผ่านหลังการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....       | 28 |

## สารบัญตาราง

หน้า

|                                                          |   |
|----------------------------------------------------------|---|
| ตารางที่ 1 สมบัติต่างๆของวัสดุที่นิยมใช้เป็นเกราะใส..... | 3 |
|----------------------------------------------------------|---|

## 1. บทนำ

เกราะใส (Transparent Armors) คือวัสดุที่มีลักษณะใส สามารถมองผ่านทะลุได้ และมีความแข็งแรงสูง นิยมนำไปใช้เป็นการกระจกันกระสุนสำหรับยานพาหนะทางการทหารและตำรวจ เกราะใสโดยทั่วไปจะประกอบด้วยกระจกันนำมารีเยิงสลับกับฟิล์มพอลิเมอร์เป็นชั้นๆ เพื่อดูดซับแรงกระแทกจากหัวกระสุน ทำให้กระสุนไม่สามารถเจาะผ่านเกราะใสไปได้ อย่างไรก็ตาม หากต้องการเพิ่มประสิทธิภาพของเกราะใสให้ทนทานต่อกระสุนที่มีอำนาจทะลุทะลวงเพิ่มมากขึ้น จำเป็นต้องใช้จำนวนชั้นและความหนาของกระจกันและฟิล์มพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกราะใสมีความหนาและน้ำหนักมาก ทำให้ติดตั้งเกราะใสกับยานพาหนะต่างๆ ได้ยาก

เซรามิกใส (Transparent Ceramics) เป็นวัสดุเซรามิกที่กำลังเริ่มเป็นที่สนใจในการนำมาใช้งานแทนกระจกันสำหรับการผลิตเป็นเกราะใส เนื่องจากมีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อแรงกระแทกได้ดี และทนทานต่อการกัดกร่อนต่างๆ ได้ดีกว่ากระจกัน ทำให้เมื่อนำมาผลิตเป็นเกราะใสแล้ว จะทำให้ได้เกราะใสที่มีความแข็งแรงสูง บาง และมีน้ำหนักเบา โดยวัสดุเซรามิกที่นิยมนำมาใช้ในการผลิตเกราะใสได้แก่ อะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (ALON) และ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ( $MgAl_2O_4$ )

ในกลุ่มของวัสดุที่กล่าวมาข้างต้น แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเป็นวัสดุที่น่าสนใจในการนำไปผลิตเป็นเซรามิกใส เนื่องจากมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (Cubic) ทำให้ไม่เกิดการกระเจิงแสงเมื่อแสงเดินทางผ่านจากผลึกหนึ่งไปอีกผลึกหนึ่ง อย่างไรก็ตามการเตรียมวัสดุเซรามิกใสจำเป็นต้องเตรียมจากสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอเพื่อช่วยให้เกิดความโปร่งใสได้เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่ำ และหลีกเลี่ยงการเกิดการขยายตัวของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ (Abnormal grain growth) ซึ่งจะทำให้เกิดรูพรุนค้างอยู่ในโครงสร้าง ส่งผลทำให้ความโปร่งใสของชิ้นงานลดลง การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยทั่วไปสามารถเตรียมได้โดยนำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซีย ( $MgO$ ) มาทำการบดผสม จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1500 ถึง 1600 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล จากนั้นนำไปบดย่อยเพื่อให้ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีความละเอียดสูง อย่างไรก็ตามผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วงระดับไมโครเมตร และมีสิ่งเจือปนจากกระบวนการบดย่อยซึ่งส่งผลให้เกิดการกระเจิงแสงในชิ้นงานเซรามิกใส ทำให้ความโปร่งใสของชิ้นงานลดลง

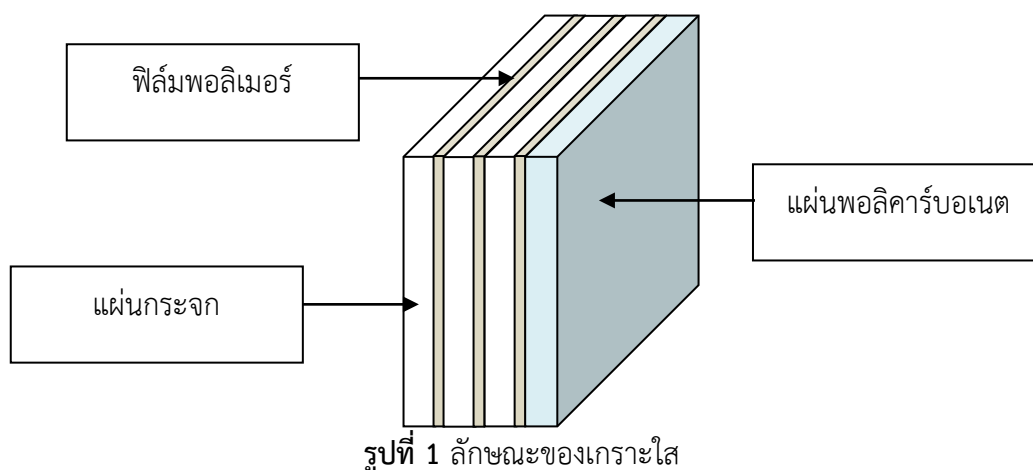
ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นทำการศึกษาการเตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีการตกตะกอน โดยศึกษาผลของชนิดของตัวทำให้ตกตะกอน (Precipitant) และชนิดของสารตั้งต้นต่อสมบัติของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้ รวมถึงศึกษาความเป็นไปได้ในการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลไปใช้ในการผลิตเซรามิกใส

## 2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาผลของตัวทำให้ตกตะกอนต่อสมบัติของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้
2. เพื่อศึกษาผลของสารตั้งต้นต่อสมบัติของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้
3. เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการนำอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ ไปใช้ในการผลิตเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกใส

## 3. การทบทวนวรรณกรรม

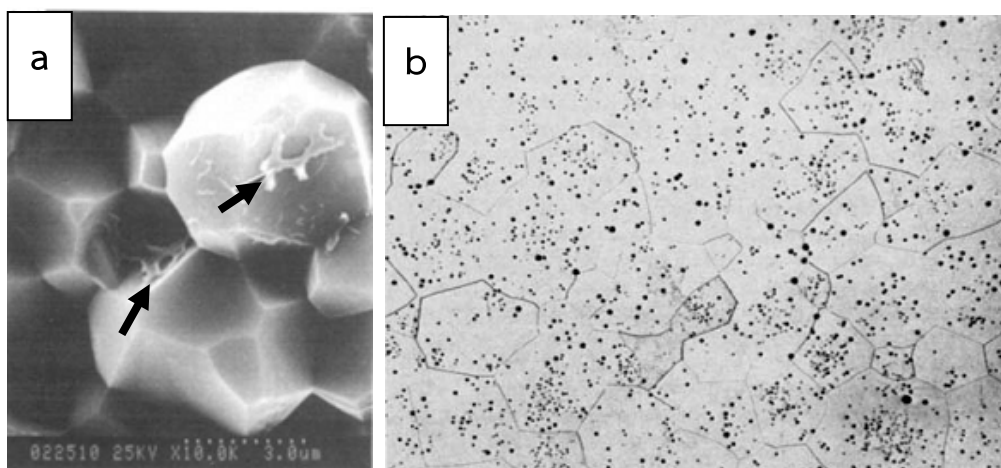
เกราะใสโดยทั่วไปจะประกอบด้วยกระจกวางเรียงสลับกับฟิล์มพอลิเมอร์เป็นชั้นๆ โดยกระจกจะทำหน้าที่รับแรงกระแทก ป้องกันการเจาะผ่านของหัวกระสุน ส่วนฟิล์มพอลิเมอร์ที่กั้นอยู่ระหว่างชั้นจะทำหน้าที่ลดแรงเค้นที่เกิดขึ้นในกระจกระหว่างถูกยิง นอกจากนี้ยังมีแผ่นพอลิคาร์บอเนตปิดท้ายเพื่อกันเศษกระจกที่แตกหลังจากถูกยิง ลักษณะของเกราะใสแสดงดังรูปที่ 1



หากต้องการเพิ่มประสิทธิภาพของเกราะใสดังกล่าวให้มีความทนทานต่อกระสุนที่มีอำนาจทะลุทะลวงเพิ่มมากขึ้น สามารถทำได้โดยเพิ่มจำนวนชั้นและความหนาของกระจกและฟิล์มพอลิเมอร์ ซึ่งในทางปฏิบัติสามารถทำได้ยากเนื่องจากการเพิ่มจำนวนชั้นและความหนาของกระจกและฟิล์มพอลิเมอร์ส่งผลให้ขนาดและน้ำหนักของเกราะใสเพิ่มขึ้น ทำให้ติดตั้งบนพาหนะต่างๆ ได้ยาก รวมถึงทำให้ทัศนวิสัยลดลง<sup>[11]</sup> ดังนั้นเพื่อที่จะแก้ปัญหาดังกล่าวจึงจำเป็นต้องใช้วัสดุที่มีลักษณะใส มีความแข็งแรงสูง และมีน้ำหนักเบา แทนกระจกธรรมดา

เซรามิกเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูง และมีน้ำหนักเบา จึงมีคุณสมบัติที่เหมาะสมในการนำมาใช้งานเป็นเกราะกันกระสุน อย่างไรก็ตามวัสดุเซรามิกส่วนใหญ่มีลักษณะทึบแสงเนื่องจากโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะเป็นพหุผลึก (Polycrystalline) และมีรูพรุนแทรกอยู่ในโครงสร้างเป็นจำนวนมาก ซึ่งรูพรุนนี้เองจะทำให้เกิดการกระเจิงแสง ทำให้วัสดุมีลักษณะทึบแสง ดังนั้นหากต้องการทำให้วัสดุเซรามิกมีลักษณะโปร่งใส จึงจำเป็นต้องกำจัดรูพรุนในโครงสร้างออกไปจนมีความหนาแน่นมากกว่าร้อยละ 99.95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี<sup>[13]</sup>

ในการผลิตวัสดุเซรามิกให้มีความโปร่งใส จำเป็นต้องควบคุมกระบวนการผลิตอย่างเหมาะสม โดยสารตั้งต้นที่ใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง เพื่อป้องกันการเกิดการแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน (Grain Boundary) ดังรูปที่ 2(a) ซึ่งทำให้เกิดการกระเจิงแสงบริเวณขอบเกรน นอกจากนี้สารตั้งต้นควรมีขนาดอนุภาคเล็กและมีการกระจายขนาดของอนุภาคอย่างสม่ำเสมอ<sup>[15]</sup> เพื่อที่จะสามารถเผาผนึก (Sintering) ชิ้นงานให้มีความหนาแน่นสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำ หลีกเลี่ยงการเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ (Abnormal grain growth) (ดังรูปที่ 2(b)) ซึ่งมักเกิดเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง และทำให้เกิดรูพรุนตกค้างอยู่ภายในเกรนซึ่งไม่สามารถกำจัดออกไปได้



รูปที่ 2 (a) การแยกชั้นของสิ่งเจือปนบริเวณขอบเกรน<sup>[20]</sup> (b) การเกิดการโตของเกรนอย่างไม่สม่ำเสมอ<sup>[12]</sup>

ในปัจจุบันเซรามิกใสกำลังเป็นที่สนใจในการนำไปใช้งานเป็นเกราะใส ซึ่งวัสดุที่เป็นที่สนใจได้แก่ อะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (ALON) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตทราไฮไดรด์ ( $MgAl_2O_4$ ) สมบัติต่างๆของวัสดุดังกล่าวแสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สมบัติต่างๆของวัสดุที่นิยมใช้เป็นเกราะใส<sup>[11,16,25]</sup>

| Properties       | Unit                 | ALON      | $Al_2O_3$ | $MgAl_2O_4$ |
|------------------|----------------------|-----------|-----------|-------------|
| Density          | (g/cm <sup>3</sup> ) | 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     |

จากสมบัติของวัสดุดังตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่า อะลูมินามีความแข็ง และความแข็งแรงสูงที่สุด อย่างไรก็ตามเนื่องจากอะลูมินามีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ทำให้ดรรชนีหักเหในแนวแกนตั้งและแนวแกนนอนของผลึกมีค่าต่างกัน ( $n_a = 1.760$ ;  $n_c = 1.768$ ) ดังนั้นเมื่อแสงเคลื่อนที่ผ่านในวัสดุเซรามิกจากเกรนหนึ่งไปอีกเกรนหนึ่งซึ่งมีการเรียงตัวที่แตกต่างกันจึงเกิดการกระเจิงแสงขึ้น ทำให้การเตรียมวัสดุอะลูมินาเซรามิกใสให้มีความโปร่งใสสูงทำได้ยาก<sup>[16]</sup>

อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ เป็นวัสดุอีกชนิดที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี นอกจากนี้อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก ทำให้ดรรชนีหักเหเท่ากันในทุกแกนของผลึก จึงไม่เกิดการกระเจิงแสงเหมือนอะลูมินา

นา อย่างไรก็ตามในกระบวนการผลิตอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์เซรามิกใส จำเป็นต้องเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงถึง 1950 ถึง 2050 องศาเซลเซียส จึงทำให้ต้นทุนในการผลิตค่อนข้างสูง<sup>[11,21]</sup>

งานวิจัยนี้จึงให้ความสนใจกับแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก ทำให้สามารถเตรียมแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกใสที่มีความโปร่งใสสูงได้ นอกจากนี้แมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกใสสามารถเตรียมได้โดยการเผาที่อุณหภูมิ 1450 ถึง 1700 องศาเซลเซียส<sup>[8,10,14]</sup> จึงทำให้ต้นทุนการผลิตต่ำกว่าการผลิตอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์เซรามิกใส

การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกโดยทั่วไปสามารถเตรียมได้โดยนำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซีย ( $MgO$ ) มาทำการบดผสม จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1600 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก<sup>[19]</sup> จากนั้นนำไปบดย่อยเพื่อให้ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก ที่มีความละเอียดสูง อย่างไรก็ตามผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่ได้มีขนาดใหญ่อยู่ในช่วงระดับไมโครเมตร และมีสิ่งเจือปนมาจากกระบวนการบดย่อยซึ่งส่งผลให้เกิดการกระเจิงแสงในชิ้นงานเซรามิกใส ลดความโปร่งใสของชิ้นงาน ทำให้การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกด้วยวิธีดั้งเดิมไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกใส

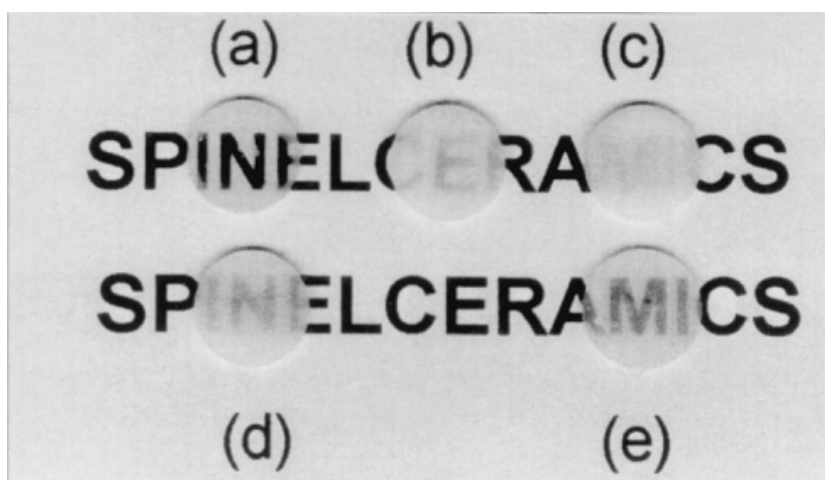
การเตรียมสารตั้งต้นให้มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนเมตรมีความสำคัญอย่างยิ่งในการผลิตเซรามิกใส นอกจากหลีกเลี่ยงการเกิดการแยกชั้นของสิ่งเจือปนที่บริเวณขอบเกรนแล้ว อนุภาคที่มีขนาดเล็กยังช่วยลดอุณหภูมิเผาผนึก หลีกเลี่ยงการเกิดเกรนโตอย่างไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังส่งผลทำให้ขนาดของเกรนที่ได้หลังเผามีขนาดเล็กลง ทำให้ชิ้นงานเซรามิกใสมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น<sup>[4]</sup>

ปัจจุบันได้มีการศึกษาการเตรียมอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกด้วยวิธีต่างๆซึ่งสามารถเตรียมอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร เช่น วิธีการตกตะกอน<sup>[5,19]</sup> วิธีโซล-เจล<sup>[27]</sup> วิธี Spray pyrolysis<sup>[3,26]</sup> และวิธี Combustion<sup>[2]</sup> เป็นต้น

ถึงแม้ว่าผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมได้จากวิธี Spray pyrolysis และวิธี Combustion จะมีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร แต่ลักษณะอนุภาคมีการจับตัวกันเป็นก้อน (Agglomeration) ทำให้พื้นที่ผิวของอนุภาคลดลง ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการเผาผนึก ซึ่งผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธี Spray pyrolysis เมื่อทำการเผาผนึกที่ 1590 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นเพียงร้อยละ 93 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี<sup>[26]</sup> ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล มีอนุภาคขนาดเล็ก และมีการกระจายตัวที่ดี ไม่รวมกลุ่มกันเป็นก้อน อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นที่ใช้มีราคาแพง และตัวทำละลายที่ใช้มีความเป็นพิษต่อร่างกาย

การเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกด้วยวิธีการตกตะกอน จึงเป็นวิธีที่น่าสนใจที่จะนำมาใช้ในการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้อุปกรณ์ที่ไม่ซับซ้อน และสารเคมีที่ใช้มีราคาไม่แพง สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ อย่างไรก็ตามชนิดของตัวทำใหตกตะกอน (Precipitant) มีผลอย่างมากต่อสมบัติของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่เตรียมได้ เมื่อใช้ตัวทำใหตกตะกอนเป็นแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ พบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมินามีการจับตัวกันเป็นก้อนทำให้ไม่สามารถนำมาใช้ในการเตรียมเซรามิกใสได้แม้จะชิ้นงานที่เผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมงก็ตาม แต่ชิ้นงานที่ได้มีความหนาแน่นเพียงร้อยละ 96 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี<sup>[5]</sup> เมื่อใช้ตัวทำใหตกตะกอนเป็นแอมโมเนียมไบคาร์บอเนต สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่มีขนาดอนุภาคอยู่

ในช่วง 70 ถึง 100 นาโนเมตร<sup>[19]</sup> ซึ่งเมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลนี้ ไปอัดขึ้นรูปแล้วเผาที่ 1750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ได้มีลักษณะโปร่งแสง (Translucent)<sup>[17]</sup> ดังแสดงดังรูปที่ 3 ซึ่งยังมีความโปร่งใสไม่เพียงพอที่จะนำไปใช้งานเป็นเกราะใสได้

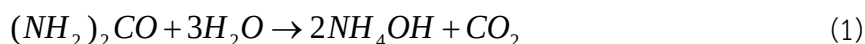


รูปที่ 3 ชิ้นงานเซรามิกโปร่งแสงที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวทำให้ตกตะกอน<sup>[17]</sup>

ซึ่งลักษณะโปร่งแสงนี้แสดงถึงว่ายังมีรูพรุนหลงเหลืออยู่ในโครงสร้างของชิ้นงาน ซึ่งอาจเกิดจากการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล<sup>[9]</sup> การกระจายตัวไม่สม่ำเสมออาจเกิดระหว่างกระบวนการตกตะกอน เมื่อทำการหยดตัวทำให้ตกตะกอนลงในสารตั้งต้น ความเข้มข้นของสารละลายเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างฉับพลัน บางส่วนเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การตกตะกอนอย่างไม่สม่ำเสมอนี้ ส่งผลทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของสารที่เตรียมได้

วิธีการตกตะกอนอย่างสม่ำเสมอ (Homogeneous precipitation) เป็นวิธีการตกตะกอนที่สามารถควบคุมความเข้มข้นของตัวทำให้ตกตะกอนในสารละลายให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น โดยเลือกใช้ตัวทำให้ตกตะกอนที่มีการสลายตัวอย่างช้าๆ เมื่อมีการให้ความร้อน เช่น ยูเรีย (Urea;  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ )<sup>[1]</sup> และเฮกซะเมทิลีนเตทราอะมีน (Hexamethylenetetramine;  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ )<sup>[7]</sup> เป็นต้น

เมื่อเติมยูเรียลงในสารละลายที่มีไอออนบวกของโลหะ (metal cation) และให้ความร้อน ยูเรียจะเกิดการสลายตัวกลายเป็น  $\text{NH}_4^+$  และ  $\text{OH}^-$  ดังสมการที่ (1) และ (2)



เมื่อความเข้มข้นของ  $\text{OH}^-$  เพิ่มขึ้นจะรวมตัวกับไอออนบวกของโลหะในสารละลาย จนเกิดการตกตะกอนเกิดขึ้น

เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอนอีกชนิดหนึ่งซึ่งสามารถเกิดการสลายตัวอย่างช้าๆ เมื่อได้รับความร้อนเช่นเดียวกับยูเรีย เมื่อได้รับความร้อนเฮกซะเมททิลีนเตทระมีนจะเกิดการสลายตัวกลายเป็น  $\text{NH}_4^+$  และ  $\text{OH}^-$  ดังสมการที่ (3)



เมื่อความเข้มข้นของ  $\text{OH}^-$  เพิ่มสูงขึ้นจะรวมตัวกับไอออนบวกของโลหะในสารละลาย จนเกิดการตกตะกอนเกิดขึ้นเช่นเดียวกับยูเรีย ดังนั้นในการทดลองนี้ เพื่อให้การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของตัวทำให้เกิดตะกอนเกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมอในสารละลาย จึงเลือกใช้ยูเรียและเฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน

นอกจากชนิดของตัวทำให้เกิดตะกอนแล้วชนิดของสารตั้งต้นก็มีผลต่อสมบัติของอนุภาคที่เตรียมได้เช่นกัน การใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกัน เช่น เกลือไนเตรต และเกลือคลอไรด์ ส่งผลทำให้เกิดตะกอนที่มีเฟสและรูปร่างที่แตกต่างกัน ดังนั้นเมื่อนำตะกอนที่เตรียมได้มาทำการเผาแคลไซน์ (Calcine) จะทำให้ตะกอนเกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อลักษณะของอนุภาคที่เตรียมได้หลังเผาแคลไซน์<sup>[29]</sup>

#### 4. การออกแบบการวิจัย

จากงานวิจัยที่ผ่านมาการเตรียมอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขนาดระดับนาโนเมตร และมีการกระจายขนาดอย่างสม่ำเสมอไม่จับตัวเป็นก้อน สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการตกตะกอน เมื่อมีการเลือกใช้สารตั้งต้น และตัวทำให้เกิดตะกอนที่เหมาะสม อนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีสมบัติดังกล่าว สามารถนำไปใช้ในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกได้ เนื่องจากอนุภาคมีพื้นที่ผิวสูง ทำให้เผาผลาญให้มีความหนาแน่นสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาผลของตัวทำให้เกิดตะกอน และชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ต่อสมบัติของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ รวมถึงศึกษาความเป็นไปได้ในการนำอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ไปใช้ในการผลิตเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก

#### 5. ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้สารประกอบเกลือคลอไรด์ และไนเตรตของอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรีย และเฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน ศึกษาผลของสารตั้งต้นและตัวทำให้เกิดตะกอนต่อเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้นและตะกอนที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ รวมถึงนำอนุภาค



แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้ไปทดลองทำการขึ้นรูปเซรามิกส์ด้วยวิธีการเผาผนึกโดยให้แรงดันในทิศทางเดียว (Hot pressing)

## 6. ระเบียบวิธีวิจัย

### 6.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

เตรียมสารละลายเกลือคลอไรด์โดยละลาย แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 99.0%, Ajax Finechem, Australia) 0.015 โมล และ อะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 98.0%, Ajax Finechem) 0.03 โมลลงในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นเติมยูเรีย 0.6 โมลลงในสารละลายเกลือคลอไรด์เพื่อให้อัตราส่วนโมลระหว่าง ยูเรีย ต่อ  $\text{Mg}^{2+}$  ต่อ  $\text{Al}^{3+}$  มีค่าเท่ากับ 20 ต่อ 1 ต่อ 2 ให้ความร้อน 85 องศาเซลเซียสแล้วกวนทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นตะกอนที่เกิดขึ้นจะถูกแยกออกจากสารละลายด้วยวิธีปั่นเหวี่ยง (centrifugation) นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำกลั่น 2 รอบ และล้างด้วยเอทานอล 2 รอบ นำตะกอนที่ผ่านการล้างมาอบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

### 6.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

เตรียมสารละลายเกลือคลอไรด์โดยละลายแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 0.01 โมล และ อะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 0.02 โมลลงในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายเฮกซะเมทิลีนเตทระมีนความเข้มข้น 2.5 โมลาร์ โดยละลายเฮกซะเมทิลีนเตทระมีน ( $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ , 99.0%, Sigma-aldrich) ลงในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร นำสารละลายเฮกซะเมทิลีนเตทระมีนไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นหยดสารละลายเกลือคลอไรด์ที่เตรียมไว้ลงในสารละลายเฮกซะเมทิลีนเตทระมีน และกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นตะกอนที่เกิดขึ้นจะถูกแยกออกจากสารละลายด้วยวิธีปั่นเหวี่ยง นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำกลั่น 2 รอบ และล้างด้วยเอทานอล 2 รอบ นำตะกอนที่ผ่านการล้างมาอบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

สำหรับตัวอย่างที่ทำการไฮโดรเทอร์มัล ตะกอนที่ผ่านการกวนทิ้งไว้ที่ 80 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมงจะถูกนำไปใส่ในภาชนะเทฟลอนที่บรรจุอยู่ในหม้อนึ่งไอน้ำ (autoclave) สแตนเลสสตีล แล้วนำไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นตะกอนที่เกิดขึ้นจะถูกแยกออกจากสารละลายด้วยวิธีปั่นเหวี่ยง นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำกลั่น 2 รอบ และล้างด้วยเอทานอล 2 รอบ นำตะกอนที่ผ่านการล้างมาอบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ในกรณีที่ทำการศึกษาการใช้เกลือไนเตรตเป็นสารตั้งต้นจะใช้แมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 98.0%, Ajax Finechem) และอะลูมิเนียมไนเตรดโนนาไฮเดรต ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 98.0%, Qrec) เป็นสารตั้งต้นแทนแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต

### 6.3 การเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก

นำผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่เตรียมได้มาขึ้นรูปเป็นเม็ด (pellet) เส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร โดยให้แรงดัน 20 เมกกะปาสคัลในทิศทางเดียว จากนั้นนำชิ้นงานมาอัดขึ้นรูปโดยให้แรงดัน 200 เมกกะปาสคัลในทุกทิศทาง (isostatic pressing) นำชิ้นงานที่เตรียมได้มาทำการเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิ 1300 ถึง 1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็ว 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

## 6.4 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ

### 6.4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

ศึกษาองค์ประกอบเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD, Bruker, D8 Advance) โดยใช้ค่า  $2\theta$  ในช่วง 10 ถึง 70 องศา โดยใช้รังสีเอกซ์  $\text{CuK}\alpha$  ที่มีความยาวคลื่น 1.5405 อังสตรอม และศึกษาองค์ประกอบเฟสโดยดูจากการสั่นของพันธะโดยใช้เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FTIR, Nicolet 6700, Thermo Scientific) ในช่วง 400 ถึง 4000  $\text{cm}^{-1}$

### 6.4.2 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน

ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของตะกอนที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง simultaneous thermal analyzer (STA, STA 499F3, Netzsch) ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 1200 องศาเซลเซียส

### 6.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ศึกษาลักษณะรูปร่างของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง scanning electron microscope (SEM, JSM-6480LV, JEOL) และ กล้อง transmission electron microscope (TEM, JEM-1400, JEOL)

### 6.4.4 การหาความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิก

นำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกมาหาความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ในน้ำ ตามวิธีมาตรฐาน ASTM C373 – 88 (Reapproved 1999) ด้วยการอบชิ้นงานจนแห้งและปล่อยให้เย็นลงในโถทำแห้ง นำมาชั่งหาน้ำหนักแห้งแล้วนำไปต้มในน้ำกลั่นจนเดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นแช่ชิ้นงานทิ้งไว้ที่ท่วมชิ้นงานอีก 24 ชั่วโมง นำชิ้นงานมาชั่งหาน้ำหนักในน้ำแล้วซับด้วยผ้าเปียก เพื่อเป็นการเอาน้ำที่เกาะบนผิวชิ้นงานออกแล้วนำไปชั่งหาน้ำหนักชิ้นงานที่อึดตัวด้วยน้ำอีกครั้งหนึ่ง คำนวณค่าความหนาแน่นได้ตามสมการ (4) และคำนวณหาร้อยละของความหนาแน่นทางทฤษฎีโดยเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลซึ่งมีค่าเท่ากับ 3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

$$D = \frac{W_{dry}}{W_{sat} - W_{sus}} \quad (4)$$

เมื่อ

|           |                                                                   |
|-----------|-------------------------------------------------------------------|
| $D$       | เป็นความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)              |
| $W_{dry}$ | เป็นน้ำหนักของชิ้นงานแห้งในอากาศ (กรัม)                           |
| $W_{sat}$ | เป็นน้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำและซับน้ำที่ผิวออกไป (กรัม) |
| $W_{sus}$ | เป็นน้ำหนักของชิ้นงานเมื่อชั่งแบบแขวนในน้ำ (กรัม)                 |

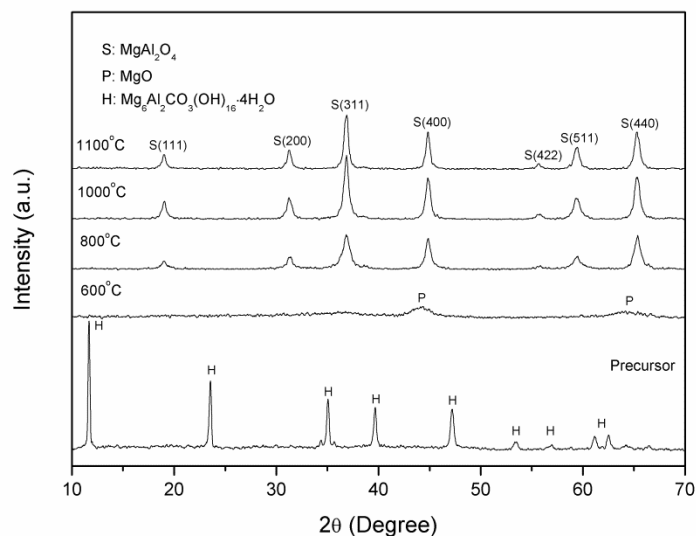
## 7. ผลการวิจัย

### 7.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

#### 7.1.1 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

รูปที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์ เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน พบว่า ตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นเฟสไฮโดรทัลไซต์ (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) ไฮโดรทัลไซต์เป็นสารประกอบที่มีลักษณะเป็นชั้นๆ ซึ่งมีประจุที่ผิวเป็นประจุบวก จึงทำให้สามารถมีไอออนลบแทรกอยู่ตรงกลางระหว่างชั้นเพื่อให้ประจุเป็นกลาง สำหรับการใช้อยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ยูเรียจะค่อยๆ สลายตัวเมื่อให้ความร้อนเกิด  $\text{OH}^-$  ขึ้น  $\text{OH}^-$  ที่เกิดขึ้นจะรวมตัวกับ  $\text{Mg}^{2+}$  และ  $\text{Al}^{3+}$  จะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นชั้นๆ จากนั้น  $\text{CO}_3^{2-}$  จากบรรยากาศระหว่างการสังเคราะห์จะแทรกเข้าไปอยู่ระหว่างชั้นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้ประจุสมดุลเกิดเป็นเฟสไฮโดรทัลไซต์<sup>[6]</sup> ซึ่งอัตราส่วนระหว่าง  $\text{Mg}^{2+}$  ต่อ  $\text{Al}^{3+}$  ของไฮโดรทัลไซต์เท่ากับ 3 ต่อ 1 ในขณะที่อัตราส่วนระหว่าง  $\text{Mg}^{2+}$  ต่อ  $\text{Al}^{3+}$  ของสารตั้งต้นที่ใช้มีค่าเท่ากับ 1 ต่อ 2 ดังนั้นจึงอาจมีเฟสของสารประกอบไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน (amorphous) ซึ่งไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเครื่อง XRD ปนอยู่ด้วย

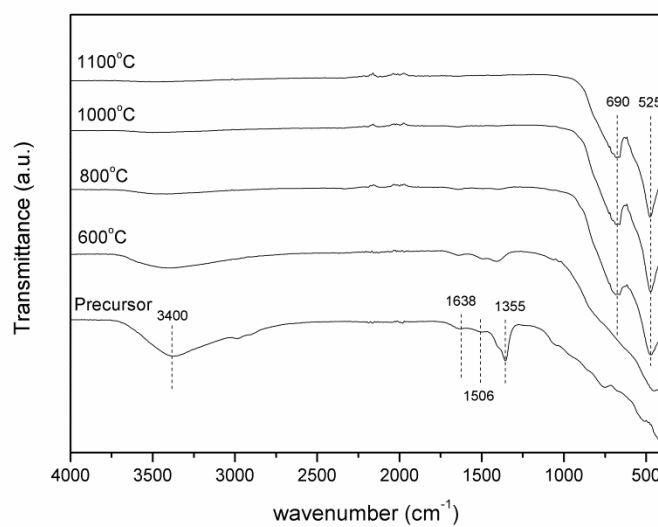
เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงปรากฏเฟสเพอริเคลส ( $\text{MgO}$ , JCPDS Card No. 45-0946) เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปรากฏเฟสแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , JCPDS Card No.21-1152) เนื่องจากการทำปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction) ระหว่างเพอริเคลสซึ่งสลายตัวมาจากไฮโดรทัลไซต์ และอะลูมินาที่มีโครงสร้างอสัณฐาน (amorphous alumina) ซึ่งสลายตัวมาจากไฮโดรทัลไซต์และสารประกอบไฮเดรตอะลูมิเนียมที่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน<sup>[31]</sup> และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น แมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลมีความเป็นผลึกมากขึ้น สังเกตได้จากฐานของพีคมีความแคบลง



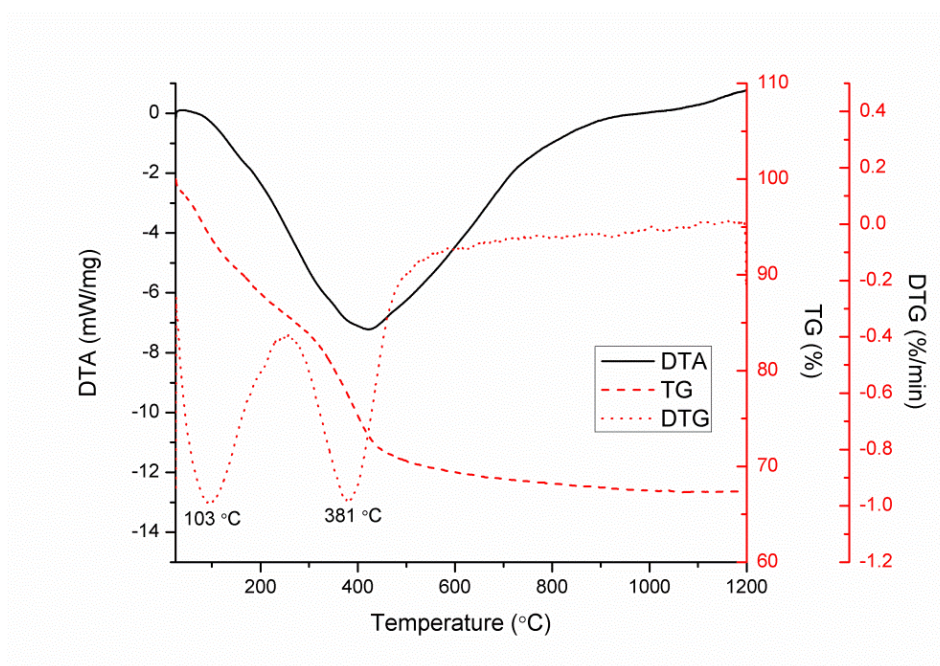
รูปที่ 4 องค์ประกอบเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง FTIR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน แสดงดังรูปที่ 5 ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีพีคการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ O-H แบบยืด (stretching) และแบบโค้งงอ (bending) ที่  $3400\text{ cm}^{-1}$  และ  $1638\text{ cm}^{-1}$  ตามลำดับ และพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่  $1506\text{ cm}^{-1}$  และ  $1355\text{ cm}^{-1}$  [30] ซึ่งเป็นพันธะเดียวกันที่ปรากฏในเฟสไฮโดรทัลไซต์ที่ได้จากผลของการวิเคราะห์จากเครื่อง XRD เมื่อทำการเผาสูงขึ้นที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส พบว่าพีคของพันธะ O-H รวมถึงพันธะของ  $\text{CO}_3^{2-}$  มีพีคขนาดเล็กลง เนื่องจากเกิดการสลายตัวทางความร้อน และไม่พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ O-H และพันธะของ  $\text{CO}_3^{2-}$  เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ Al-O อยู่ประมาณที่  $690$  ถึง  $525\text{ cm}^{-1}$  เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล [31]

การสลายตัวทางความร้อนของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน แสดงดังรูปที่ 6 ตะกอนที่เตรียมได้มีลักษณะการสลายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกัน 2 ช่วง คือในช่วงอุณหภูมิ 100 ถึง 200 องศาเซลเซียสจะเป็นช่วงที่น้ำที่ผิว และน้ำในโครงสร้างผลึกเกิดการสลายตัวออกไป และในช่วง 300 ถึง 400 องศาเซลเซียสจะเกิดการสลายตัวของน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ในโครงสร้าง [28] และไม่มี การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงว่าน้ำที่ผิว และน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ในโครงสร้างของตะกอนเกิดการสลายตัวออกไปอย่างสมบูรณ์ ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ FTIR



รูปที่ 5 องค์ประกอบเฟสของตะกอนที่เตรียมได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR

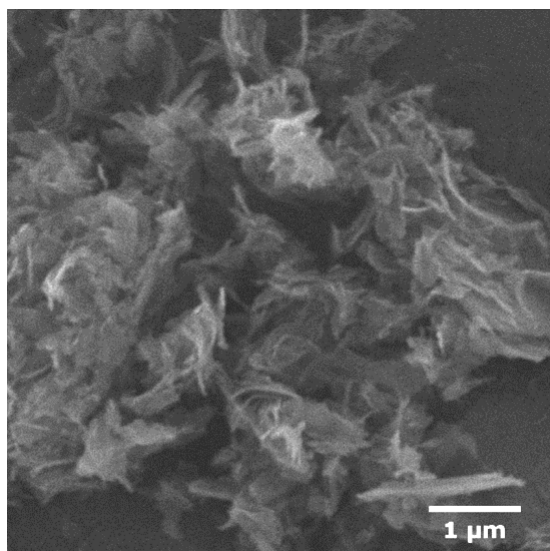


รูปที่ 6 กราฟ DTA และ TGA ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

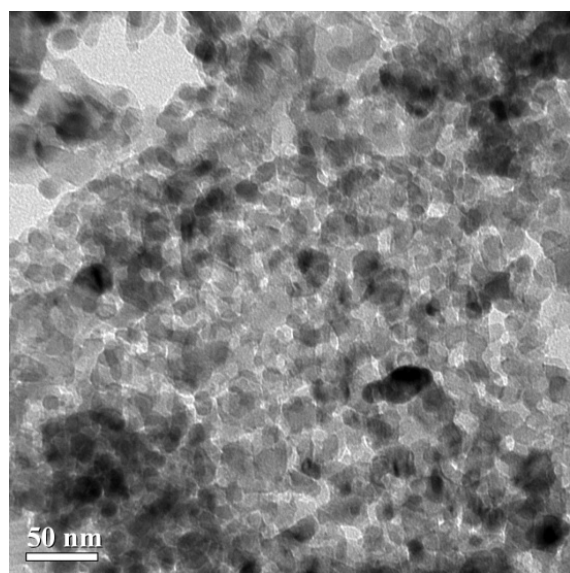
### 7.1.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้ยูเรียเป็นตัวทำ

#### ตกตะกอน

ลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้แสดงดังรูปที่ 7 ตะกอนมีลักษณะเป็นแผ่นซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสไฮโดรทัลไซต์<sup>[6]</sup> โดยมีขนาดประมาณ 0.5 ถึง 5 ไมโครเมตร เมื่อนำตะกอนที่เตรียมได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่มีลักษณะเป็นแผ่นจะสลายตัวกลายเป็นอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีขนาด 20 ถึง 40 นาโนเมตรดังรูปที่ 8



รูปที่ 7 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และยูเรีย



รูปที่ 8 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และยูเรียที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบผลวิเคราะห์เฟสและการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่เตรียมได้เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียม

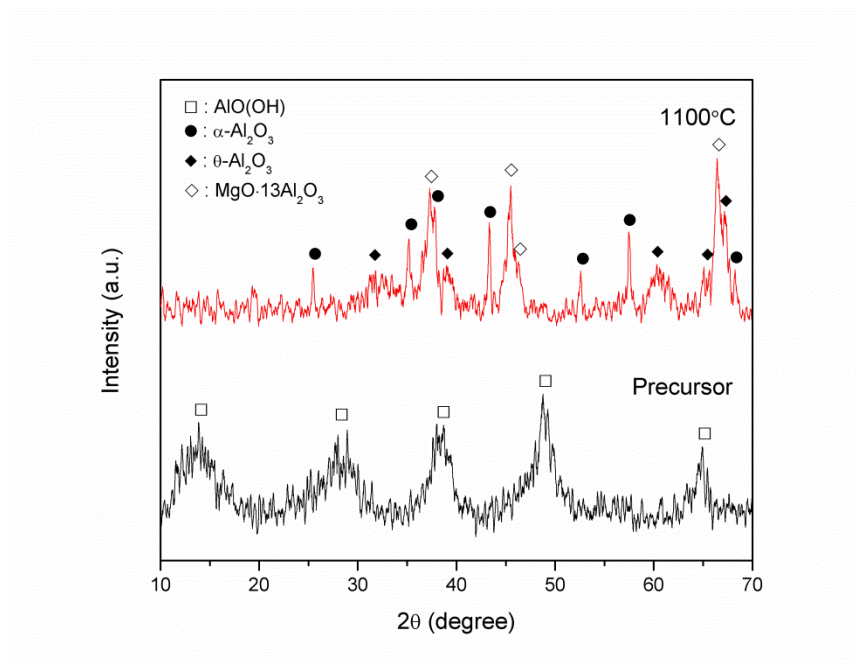
คลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน กับงานวิจัยก่อนหน้านี้ของคณะผู้วิจัย ที่ทำการสังเคราะห์โดยแมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน<sup>[22]</sup> พบว่าเฟสและการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนมีลักษณะเหมือนกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าชนิดของสารตั้งต้นเกลือคลอไรด์และเกลือไนเตรดไม่ได้ส่งผลต่อเฟสและการเปลี่ยนเฟสของ ตะกอนที่เตรียมได้ อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงพื้นที่ผิวของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ หลังจากผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้นมีพื้นที่ผิวสูงกว่า โดยมีพื้นที่ผิว 59.15 ตารางเมตรต่อกรัม ในขณะที่ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรดเป็นสารตั้งต้นมีพื้นที่ผิว 47.24 ตารางเมตรต่อกรัม ในขณะที่ขนาดของอนุภาคมีขนาดใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรดเป็นสารตั้งต้นมีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคมากกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น ดังนั้นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้นจึงมีความเหมาะสมที่จะใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกใสมากกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรดเป็นสารตั้งต้น

## 7.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยใช้เฮกซะเมทิลีนเตทราอะมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

### 7.2.1 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมทิลีนเตทราอะมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน

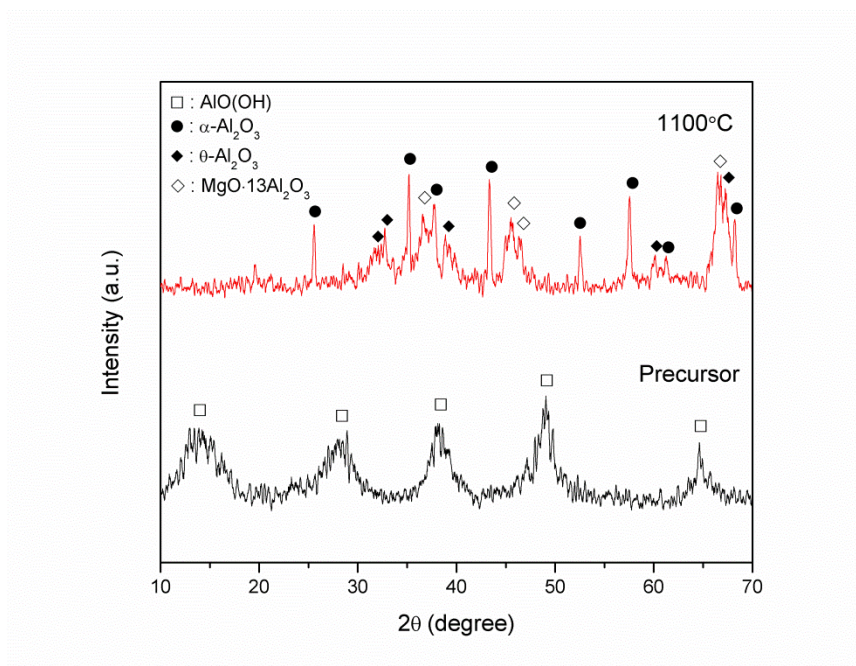
รูปที่ 9 แสดงผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้เฮกซะเมทิลีนเตทราอะมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ตะกอนที่เกิดขึ้นปรากฏเฟสของอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ (AlO(OH), JCPDS card no. 49-0133) ซึ่งลักษณะของพีคที่เกิดขึ้นมีลักษณะค่อนข้างกว้าง แสดงถึงลักษณะความเป็นผลึกที่ไม่สมบูรณ์ นอกจากนี้ในสารตั้งต้นมีการใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และ อะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ในอัตราส่วน  $Mg^{2+}$  ต่อ  $Al^{3+}$  เท่ากับ 1 ต่อ 2 ดังนั้นจึงอาจมีสารประกอบของแมกนีเซียมตกตะกอนออกมาด้วย แต่อาจมีโครงสร้างอสัณฐานทำให้ไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเครื่อง XRD เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่เตรียมได้ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงพบว่าตะกอนเกิดการเปลี่ยนเฟสกลายเป็นคอร์ันดัม (corundum,  $\alpha-Al_2O_3$ , JCPDS card no. 46-1212) เทต้าอะลูมินา ( $\theta-Al_2O_3$ , JCPDS card no. 02-1009) และ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ (magnesium aluminium oxide,  $MgO \cdot 13Al_2O_3$ ) แสดงให้เห็นว่าในตะกอนมีสารประกอบของแมกนีเซียมปนอยู่ อย่างไรก็ตามปริมาณของสารประกอบของแมกนีเซียมมีอยู่ในปริมาณน้อยดังนั้นจึงปรากฏเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่าง  $Mg^{2+}$  ต่อ  $Al^{3+}$  เท่ากับ 1 ต่อ 26 และเฟสของอะลูมินา





**รูปที่ 9** เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์และเฮกซะเมททิลีนเตทระมีน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

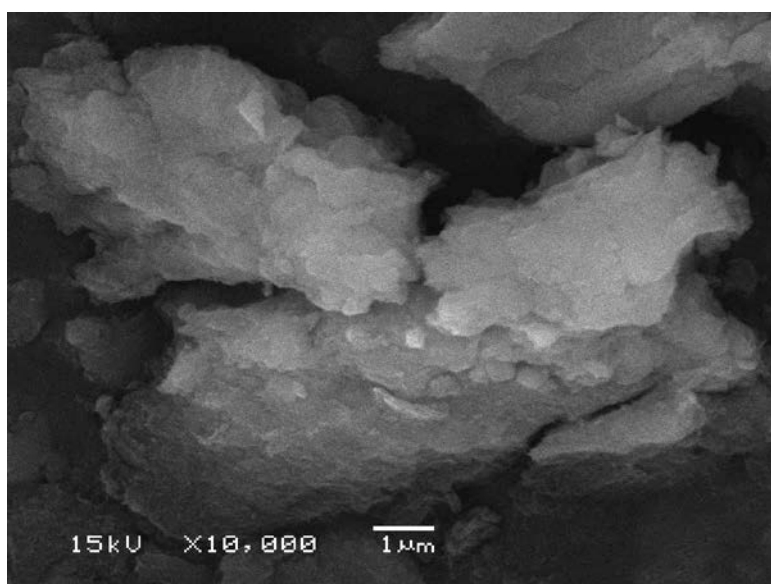
เมื่อเปลี่ยนสารตั้งต้นจากแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต เป็นแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตโนนาไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น แต่ยังคงใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน พบว่าเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้นเหมือนกับเฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น โดยปรากฏเฟสของอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียว และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เฟสของตะกอนเปลี่ยนเป็นคอร์ันดัม เติ้าอะลูมินา และ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ดังรูปที่ 10 เช่นเดียวกับตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น



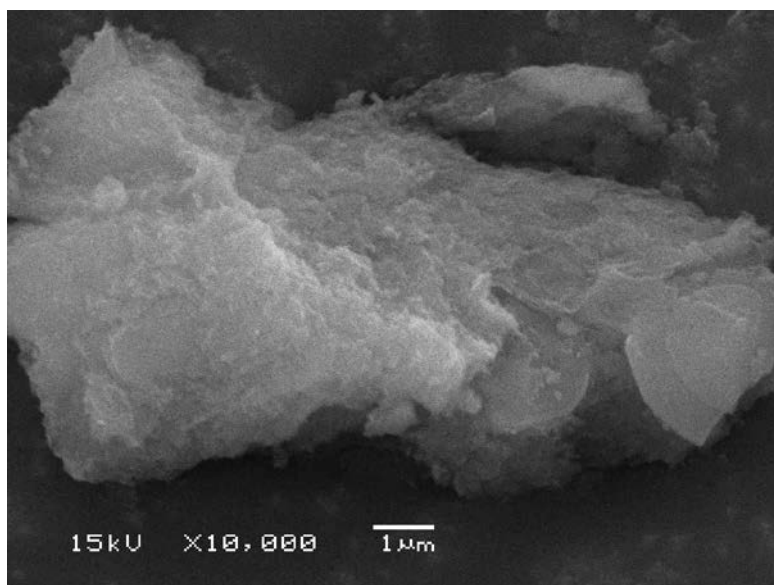
รูปที่ 10 เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรตและเฮกซะเมททิลีนเตทระมีน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

### 7.2.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน

ลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นแสดงดังรูปที่ 11 ตะกอนที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นเจลแข็ง เกาะกลุ่มกันเป็นก้อน เช่นเดียวกับลักษณะของตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นดังรูปที่ 12

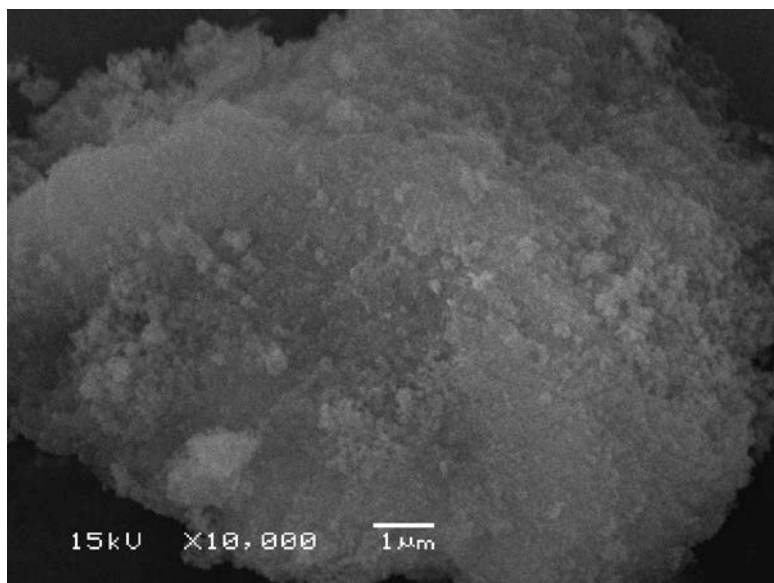


รูปที่ 11 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเฮกซะเมทิลีนเตทระมีน

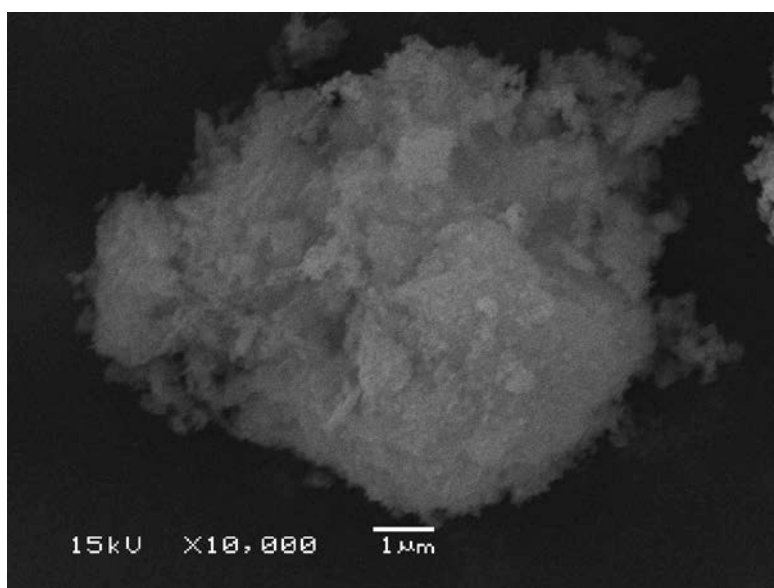


รูปที่ 12 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเฮกซะเมทิลีนเตทระมีน

ลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 13 ลักษณะของตะกอนที่เกาะกลุ่มเป็นก้อนแน่น เกิดการสลายตัวเป็นอนุภาคขนาดเล็กเกาะกลุ่มกันอยู่เป็นก้อนโดยขนาดของอนุภาคมีขนาดประมาณ 50 ถึง 200 นาโนเมตร เช่นเดียวกับลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตโนนาไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงดังรูปที่ 14



**รูปที่ 13** ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือกอลไรต์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



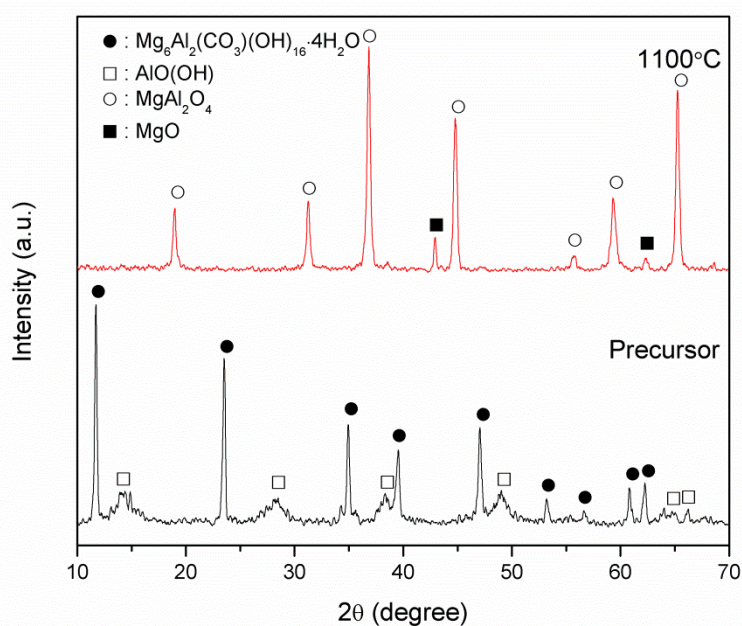
**รูปที่ 14** ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือกอลไรต์ และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จะเห็นได้ว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมินเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ไม่ว่าจะใช้สารตั้งต้นเป็นเกลือกอลไรต์หรือเกลือกอลไรต์ เฟสที่ปรากฏหลังจากทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงคือ คอแรนดัม เทต้าอะลูมินา และ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ไม่สามารถเตรียมให้เกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้ ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองโดยนำตะกอนที่เตรียมได้ไปทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ความ

ร้อนและแรงดันจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลช่วยเร่งการแตกตัวของเฮกซะเมททิลีนเตทระมีน และเพิ่มความบริสุทธิ์ของตะกอนที่เตรียมได้

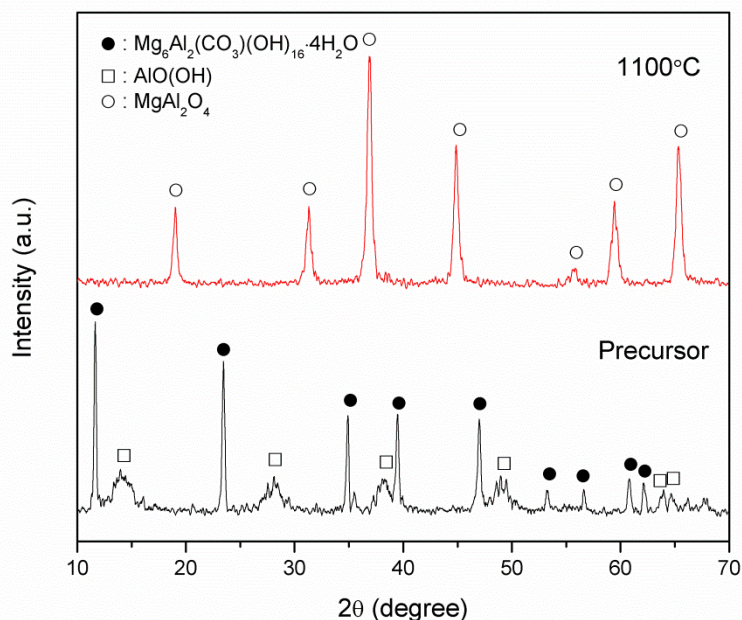
### 7.2.3 การศึกษาเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

รูปที่ 15 แสดงผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้เกิดตะกอนเมื่อผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าตะกอนที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์ (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) และ อะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ ( $\text{AlO}(\text{OH})$ , JCPDS card no. 49-0133) เมื่อนำตะกอนที่ได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปรากฏเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , JCPDS Card No.21-1152) อย่างไรก็ตามพบว่ามีเฟสของเพอไลโครส ( $\text{MgO}$ , JCPDS Card No. 45-0946) ปนอยู่ทำให้ไม่สามารถเตรียมผงที่มีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียวได้ อย่างไรก็ตามเมื่อเปลี่ยนสารตั้งต้นจากแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต เป็นแมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรดโนนาไฮเดรต พบว่าตะกอนที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์ และอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์เช่นเดียวกับเมื่อใช้เกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น อย่างไรก็ตามเมื่อทำการแคลไซน์ตะกอนที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นหลังเผามีเพียงเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียวแสดงดังรูปที่ 16





**รูปที่ 15** เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์และเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

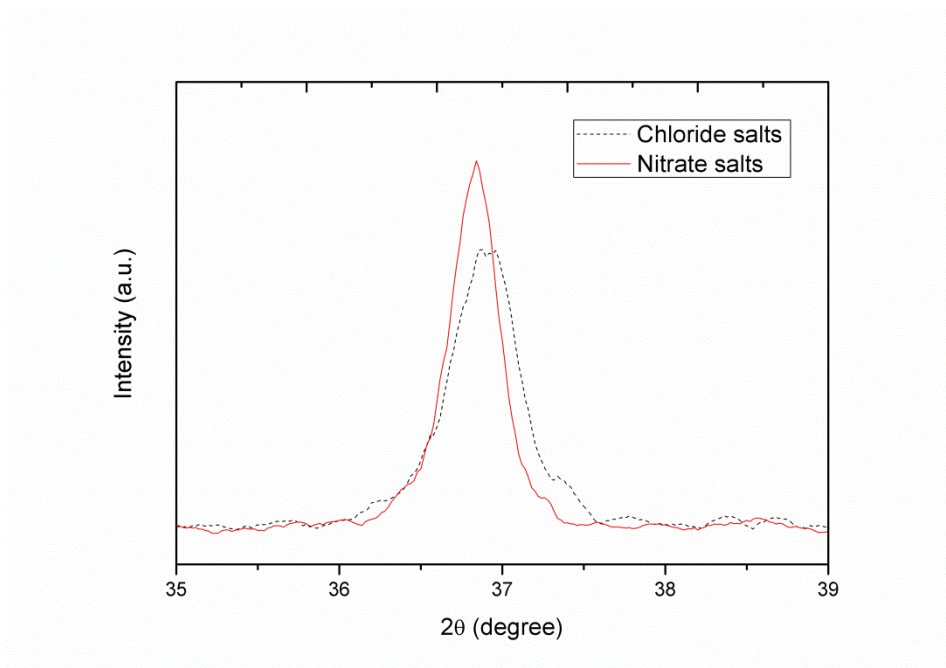


**รูปที่ 16** เฟสของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรตและเฮกซะเมททิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

จากงานวิจัยของ Li และคณะ<sup>[18,19]</sup> พบว่าสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์จะสลายตัวกลายเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล และเพอริเคลส ในการทดลองนี้ตะกอนที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสไฮโดรทัลไซต์ และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งไฮโดรทัลไซต์ก็เป็นกลุ่มหนึ่งในสารประกอบสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เช่นกัน ดังนั้นกลไกในการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลน่าจะเกิดจากการที่ไฮโดรทัลไซต์เกิดการสลายตัวกลายเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล และเพอริเคลส จากนั้นเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส เพอริเคลสจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาที่มีความเป็นผลึกต่ำซึ่งสลายตัวมาจากอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เกิดเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล<sup>[18,19]</sup>

อย่างไรก็ตามในการทดลองนี้เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงยังปรากฏเฟสของเพอริเคลสอยู่ปนกับเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล ในขณะที่เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตโนนาไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะปรากฏเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเพียงเฟสเดียว ซึ่งคาดว่าสารตั้งต้นอาจมีผลต่อลักษณะของตะกอนที่เตรียมได้ ซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนจากการเผาแคลไซน์ ทำให้ในกรณีของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ เพอริเคลสอาจยังทำปฏิกิริยากับอะลูมินาไม่สมบูรณ์หลงเหลือเป็นเฟสเพอริเคลสอยู่ ในขณะที่อะลูมินาอาจเกิดการรวมตัวเป็น

สารละลายของแข็งกับแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่มีปริมาณอะลูมินาสูง ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -rich  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) ซึ่งสามารถยืนยันได้จากการเลื่อนของพีค XRD ของเฟสแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลไปยังองศาที่สูงขึ้นเมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มขึ้น<sup>[23,24]</sup> ดังรูปที่ 17



รูปที่ 17 ผลวิเคราะห์ XRD หน้าพลิก (311) ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เกลือไนเตรตและเกลือคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น

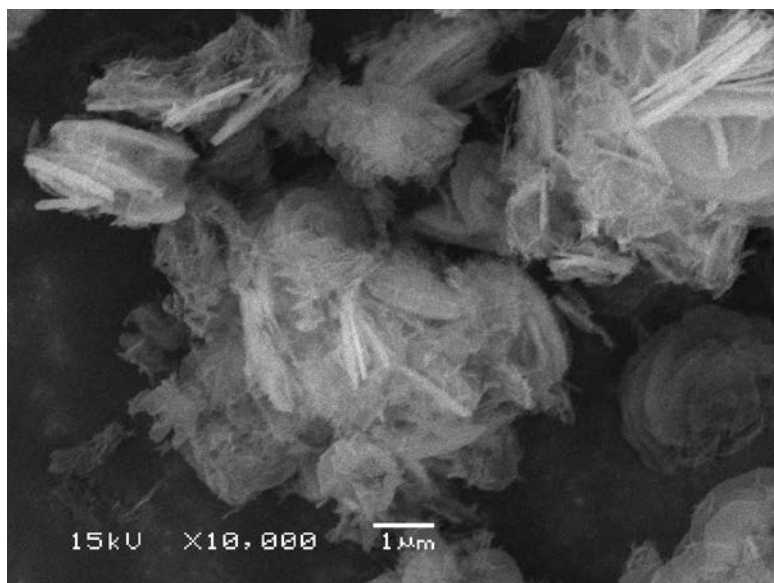
#### 7.2.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเมทิลีน

##### เตทระมินเป็นตัวทำให้ตกตะกอนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

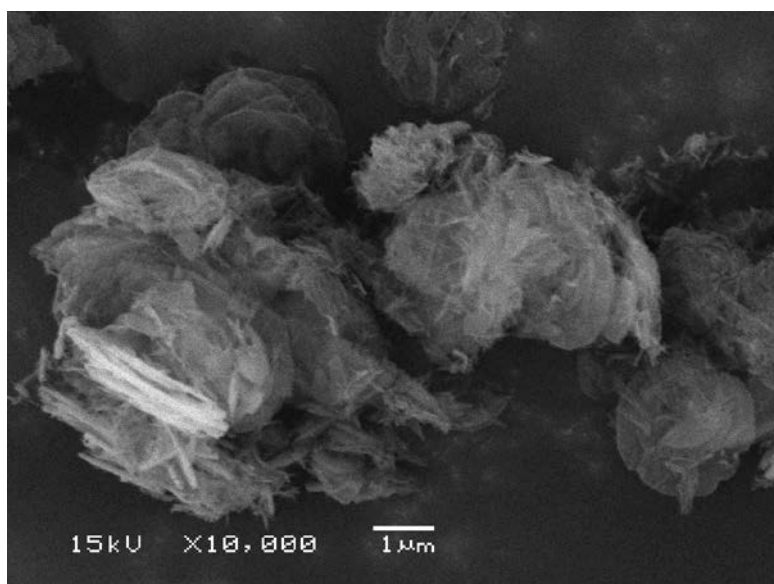
ลักษณะของตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมินเป็นตัวทำให้ตกตะกอน เมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแสดงรูปที่ 18 ตะกอนที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นแผ่นซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสไฮโดรทัลไซต์ขนาดประมาณ 1 ถึง 5 ไมโครเมตรเกาะกลุ่มกันอยู่เช่นเดียวกับตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตโนนาไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นดังรูปที่ 19

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่มีลักษณะเป็นแผ่นเกาะเรียงตัวเป็นชั้นๆจะแตกออก และมีขนาดเล็กลงเนื่องจากเกิดการสลายตัวของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{OH}^-$  ในโครงสร้างของไฮโดรทัลไซต์และอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ และบางส่วนเกิดการสลายตัวเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมโครเมตรแสดงดังรูปที่ 20



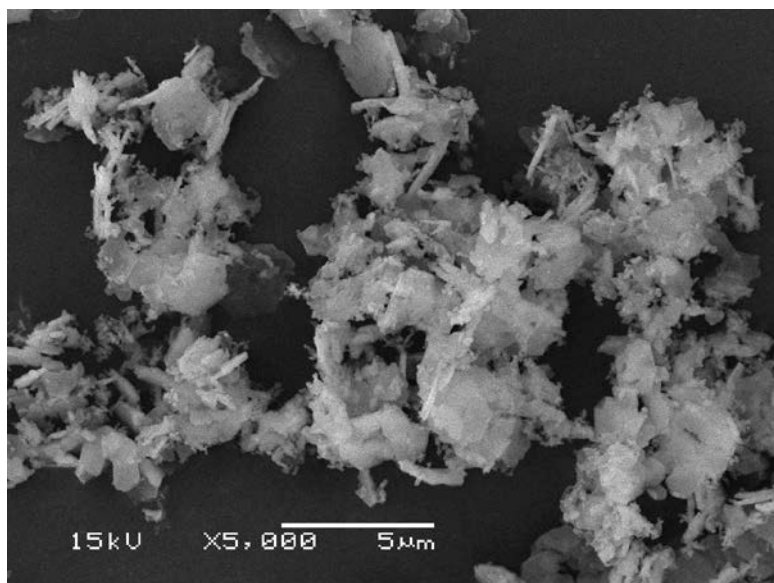


รูปที่ 18 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือคลอไรด์ และเอทิลีนไกลคอลที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

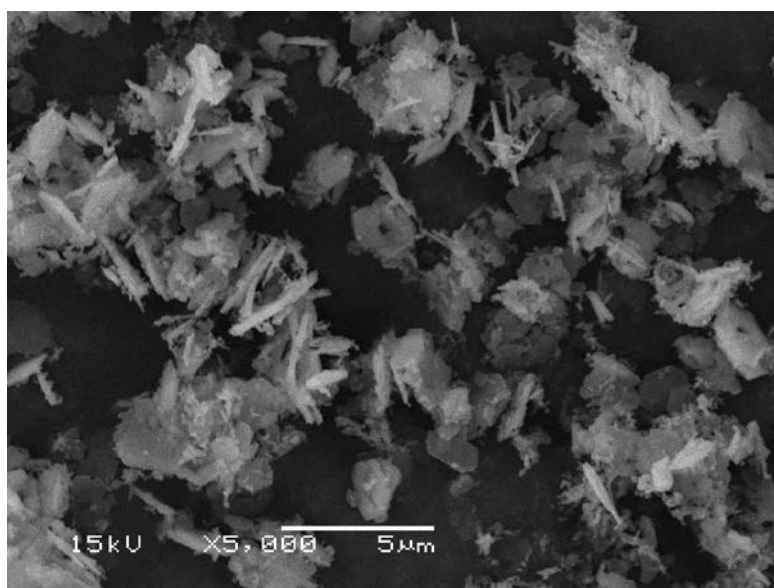


รูปที่ 19 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกลือไนเตรต และเอทิลีนไกลคอลที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

ลักษณะของตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมไนเตรตโนนาไฮเดรตเป็นสารตั้งต้นเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 21 ลักษณะของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีลักษณะใกล้เคียงกับลักษณะของตะกอนที่เตรียมโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น โดยตะกอนที่มีลักษณะเป็นแผ่นมีขนาดประมาณ 1 ถึง 3 ไมโครเมตร และมีอนุภาคนาขนาดเล็กกว่า 1 ไมโครเมตรที่เกิดจากการสลายตัวของโครงสร้างของไฮดรอกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์



รูปที่ 20 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกล็ดคลอไรด์ และเฮกซะเมทิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 21 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนที่เตรียมโดยใช้เกล็ดไนเตรต และเฮกซะเมทิลีนเตทระมินที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

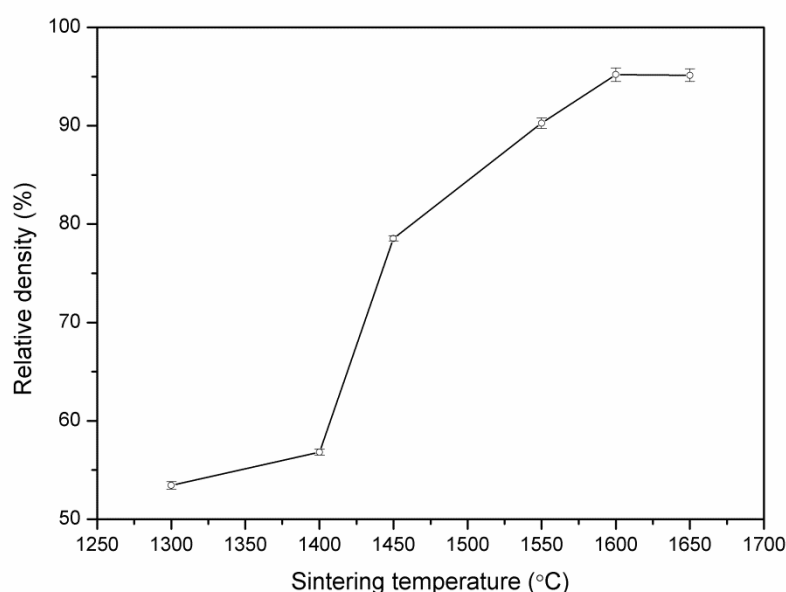
จากการศึกษาจะเห็นว่าการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยใช้เฮกซะเมทิลีนเตทระมินเป็นตัวทำให้เกิดตะกอน ไม่สามารถสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน จำเป็นต้องใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเพื่อช่วยเร่งการแตกตัวของเฮกซะเมทิลีนเตทระมิน และเพิ่มความเป็นผลึกของตะกอนที่เตรียมได้ ซึ่งทำให้มีข้อจำกัดในการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากหม้อนึ่งไอน้ำสแตนเลสสตีลที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีขนาดเล็ก ทำให้สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์แต่ละครั้งด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลได้เพียง 0.15 กรัม ซึ่งไม่เพียงพอต่อการนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก ดังนั้นในการศึกษาด้านการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกจึงเลือกใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์

เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนซึ่งสามารถเตรียมสารให้ได้ปริมาณมากได้ง่ายกว่า

### 7.2.5 การศึกษาความสามารถในการเผาผนึกของของผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล

นำผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนมาทำการอัดขึ้นรูปเป็นเม็ด เส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร โดยให้แรงดัน 20 เมกกะปาสคัลในทิศทางเดียว จากนั้นนำชิ้นงานมาอัดขึ้นรูปโดยให้แรงดัน 200 เมกกะปาสคัลในทุกทิศทาง ทิศทาง นำชิ้นงานที่เตรียมได้มาทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 ถึง 1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็ว 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ร้อยละของความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 ถึง 1650 องศาเซลเซียสเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีแสดงดังรูปที่ 22

จะเห็นว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นมีการเปลี่ยนแปลงความชันแบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง ในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 1300 ถึง 1400 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆจากร้อยละ 53.44 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีเป็นร้อยละ 56.81 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีซึ่งในช่วงนี้แสดงถึงช่วงเริ่มต้น (initial stage) ของกระบวนการเผาผนึก ในช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 1400 ถึง 1600 องศาเซลเซียสความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจากร้อยละ 56.81 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีเป็นร้อยละ 95.21 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีซึ่งในช่วงนี้แสดงถึงช่วงกลาง (intermediate stage) ของกระบวนการเผาผนึก และในช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียสความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยแสดงถึงช่วงสุดท้าย (final stage) ของกระบวนการเผาผนึก

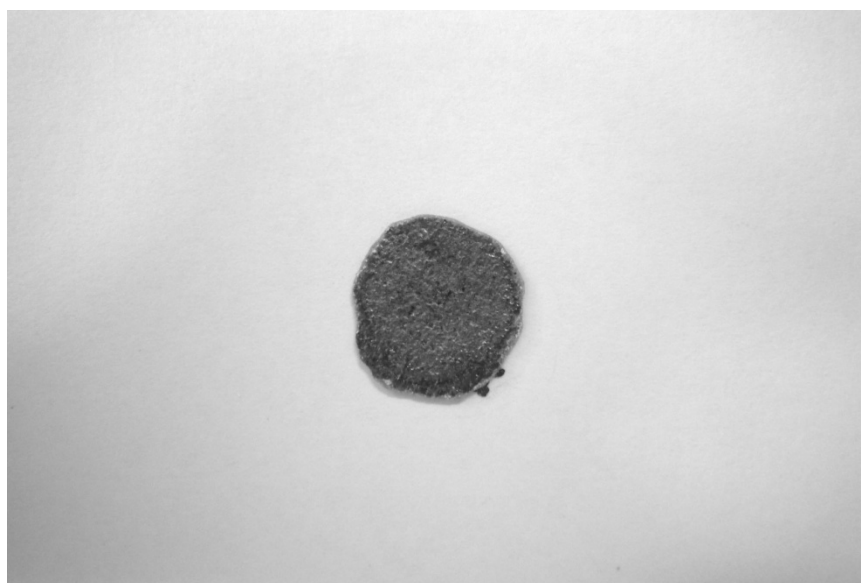


**รูปที่ 22** ความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลเซรามิกเมื่อผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ

อย่างไรก็ตามชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงมีความหนาแน่นสูงสุดเพียงร้อยละ 95.5 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ลักษณะของชิ้นงานจึงยังคงมีลักษณะเป็นสีขาว ทึบแสง ดังนั้นเพื่อที่จะทดลองความเป็นไปได้ในการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลที่เตรียมได้มาใช้ในการผลิตเซรามิกใส จึงได้ทำการทดลองโดยนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลที่เตรียมได้มาอัดขึ้นรูปโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลในทิศทางเดียวระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 และ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากทำการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 และ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลเซรามิกที่ได้แสดงดังรูปที่ 23 และรูปที่ 24



**รูปที่ 23** ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลเซรามิกหลังจากทำการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



**รูปที่ 24** ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกหลังจากทำการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกมีลักษณะเป็นสีดำเนื่องจากเกิดการปนเปื้อนของแผ่นกราฟไฟต์ที่ใช้รองชิ้นงานและกราฟไฟต์ที่เป็นแบบอัด เพื่อที่จะกำจัดกราฟไฟต์ที่ปนเปื้อนอยู่บนผิวของชิ้นงาน จึงต้องนำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกที่ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อไล่กราฟไฟต์ที่ผิวออกไป ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกที่ผ่านการเผาไล่กราฟไฟต์แสดงดังรูปที่ 25 และรูปที่ 26

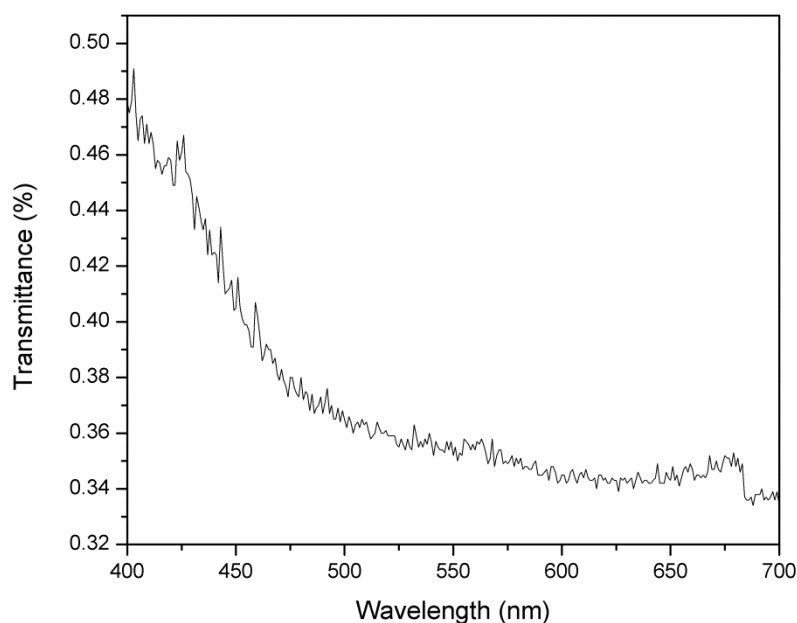


**รูปที่ 25** ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกที่ผ่านหลังจากทำการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงหลังผ่านการเผาไล่กราฟไฟต์



**รูปที่ 26** ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปิลเซรามิกที่ผ่านหลังการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสคัลระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงหลังผ่านการเผาไล่กราฟไฟต์

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกหลังผ่านการเผาไล่กราไฟต์มีลักษณะเป็นสีขาว เริ่มมีลักษณะโปร่งแสง เมื่อนำชิ้นงานทั้งสองไปทำการหาความหนาแน่นพบว่า ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่มีผ่านการเผาซินเทอร์โดยให้ความดัน 40 เมกกะพาสค์ระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 และ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงมีความหนาแน่นร้อยละ 99.5 และ 99.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีตามลำดับ ถึงแม้ว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่มีผ่านการเผาผนึกโดยให้ความดัน 40 เมกกะพาสค์ระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะมีลักษณะโปร่งแสงมากกว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่มีผ่านการเผาซินเทอร์โดยให้ความดัน 40 เมกกะพาสค์ระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แต่เมื่อนำชิ้นงานไปวัดค่าการส่องผ่านแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrometer (Lambda 35, Perkin Elmer) ในช่วงความยาวคลื่น 400 ถึง 700 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงความยาวคลื่นที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าพบว่า ค่าการส่องผ่านแสงอยู่ในช่วงประมาณร้อยละ 0.3 ถึง 0.5 เท่านั้น ดังรูปที่ 27



**รูปที่ 27** ค่าการส่องผ่านแสงของชิ้นงานที่แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่ผ่านหลังการเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกกะพาสค์ระหว่างทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากผลการทดลองจะเห็นว่าถึงแม้จะสามารถเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่มีความหนาแน่นมากกว่าร้อยละ 99.5 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี แต่ชิ้นงานยังคงมีลักษณะแค่โปร่งแสง จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าชิ้นงานเซรามิกจะมีลักษณะโปร่งใสเมื่อมีความหนาแน่นมากกว่าร้อยละ 99.95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี<sup>[13]</sup> ดังนั้นปริมาณรูพรุนที่ยังเหลืออยู่ในโครงสร้างของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่เตรียมได้อาจส่งผลทำให้เกิดการกระเจิงแสงในช่วงความยาวคลื่น 400 ถึง 700 นาโนเมตรจึงทำให้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกที่เตรียมได้มีลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น



## 8. สรุปผล

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้ตัวทำให้ตกตะกอน 2 ชนิดคือ ยูเรียและเฮกซะเมททิลีนเตทระมีน รวมถึงศึกษาความเป็นไปได้ในการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมได้มาใช้ในการขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกใส จากผลการทดลองสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ตะกอนที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสไฮดรอกไซด์และสารประกอบอะลูมินาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะสลายตัวกลายเป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีขนาดอนุภาค 20 ถึง 40 นาโนเมตร
2. เมื่อเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอน ไม่ว่าจะใช้เกลือคลอไรด์ หรือเกลือไนเตรตเป็นสารตั้งต้น ตะกอนที่เกิดขึ้นปรากฏเฟสของอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ที่มีความเป็นผลึกต่ำเพียงเฟสเดียว และเมื่อนำตะกอนที่ได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะสลายตัวกลายเป็น คอรันดัมเทต้าอะลูมินา และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ดังนั้นจึงไม่สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอนเมื่อใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอนได้
3. เมื่อนำตะกอนที่เตรียมได้โดยใช้เฮกซะเมททิลีนเตทระมีนเป็นตัวทำให้ตกตะกอนไปทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตะกอนที่เกิดขึ้นจะปรากฏเฟสของไฮดรอกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ ซึ่งเมื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะปรากฏเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล
4. เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอนมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิก แล้วนำไปเผาผนึกโดยให้แรงดัน 40 เมกะพาสคัลระหว่างการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่มีความหนาแน่นร้อยละ 99.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีได้ อย่างไรก็ตามชิ้นงานที่ได้ยังคงมีลักษณะโปร่งแสงเท่านั้น โดยมีค่าการส่องผ่านแสงในช่วง 400 ถึง 700 นาโนเมตร อยู่ในช่วงร้อยละ 0.3 ถึง 0.5

## 9. ปัญหาและอุปสรรค

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าถึงแม้จะสามารถสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ด้วยวิธีการตกตะกอน โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และอะลูมิเนียม



คลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และใช้ยูเรียเป็นตัวทำให้ตกตะกอน แต่ยังไม่สามารถนำมาใช้ในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเซรามิกได้ ซึ่งอาจเกิดจากการที่อนุภาคของแมกนีเซียมอะลูมินตยังมีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคอยู่ ทำให้ความสามารถในการเผาผนึก (sinterability) ลดลง ซึ่งแนวทางในการปรับปรุงสมบัติของผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลอาจสามารถพัฒนาต่อได้โดยปรับเปลี่ยนชนิดของตัวทำให้ตกตะกอน เพื่อให้ตะกอนมีการเกาะตัวกันน้อยลง รวมถึงการเติมสารช่วยกระจายตัว เพื่อลดการเกาะกลุ่มกันของตะกอน ซึ่งจะช่วยให้ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลมีการเกาะกลุ่มกันน้อยลงหลังผ่านการเผาแคลไซน์ ทำให้ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลมีความสามารถในการเผาผนึกสูงขึ้น

## 10. บรรณานุกรม

- [1] Aiken, B. A. R., Hsu, W. P., and Matijević, E., "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**[10] 845-53 (1988).
- [2] Bhaduri, S., Bhaduri, S. B., and Prisbrey, K. A., "Auto ignition synthesis of nanocrystalline  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  and related nanocomposites," *Journal of Materials Research*, **14**[9] 3571-80 (1999).
- [3] Bickmore, C. R., Waldner, K. F., Treadwell, D. R., and Laine, R. M., "Ultrafine spinel powders by flame spray pyrolysis of a magnesium aluminum double alkoxide," *Journal of the American Ceramic Society*, **79**[5] 1419-23 (1996).
- [4] Bonnefont, G., Fantozzi, G., Trombert, S., and Bonneau, L., "Fine-grained transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel obtained by spark plasma sintering of commercially available nanopowders," *Ceramics International*, **38**[1] 131-40 (2012).
- [5] Bratton, R. J., "Sintering and Grain-Growth Kinetics of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ," *Journal of the American Ceramic Society*, **54**[3] 141-43 (1971).
- [6] Cavani, F., Trifirò, F., and Vaccari, A., "Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications," *Catalysis Today*, **11**[2] 173-301 (1991).
- [7] Chen, P. L. and Chen, I. W., "Reactive Cerium(IV) Oxide Powders by the Homogeneous Precipitation Method," *Journal of the American Ceramic Society*, **76**[6] 1577-83 (1993).
- [8] Gilde, G., Patel, P., Patterson, P., Blodgett, D., Duncan, D., and Hahn, D., "Evaluation of hot pressing and hot isostatic pressing parameters on the optical properties of spinel," *Journal of the American Ceramic Society*, **88**[10] 2747-51 (2005).
- [9] Goldstein, A., "Correlation between  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ -spinel structure, processing factors and functional properties of transparent parts (progress review)," *Journal of the European Ceramic Society*[0].
- [10] Goldstein, A., Goldenberg, A., Yeshurun, Y., and Hefetz, M., "Transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  Spinel from a Powder Prepared by Flame Spray Pyrolysis," *Journal of the American Ceramic Society*, **91**[12] 4141-44 (2008).
- [11] Grujicic, M., Bell, W. C., and Pandurangan, B., "Design and material selection guidelines and strategies for transparent armor systems," *Materials & Design*, **34** 808-19 (2012).
- [12] Jorgensen, P. J. and Anderson, R. C., "Grain-Boundary Segregation and Final-Stage Sintering of  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ," *Journal of the American Ceramic Society*, **50**[11] 553-58 (1967).
- [13] Krell, A., Blank, P., Ma, H. W., Hutzler, T., van Bruggen, M. P. B., and Apetz, R., "Transparent sintered corundum with high hardness and strength," *Journal of the American Ceramic Society*, **86**[1] 12-18 (2003).

- [14] Krell, A., Hutzler, T., and Klimke, J., "Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications," *Journal of the European Ceramic Society*, **29**[2] 207-21 (2009).
- [15] Krell, A. and Klimke, J., "Effects of the homogeneity of particle coordination on solid-state sintering of transparent alumina," *Journal of the American Ceramic Society*, **89**[6] 1985-92 (2006).
- [16] Krell, A., Klimke, J., and Hutzler, T., "Advanced spinel and sub- $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  for transparent armour applications," *Journal of the European Ceramic Society*, **29**[2] 275-81 (2009).
- [17] Li, J.-G., Ikegami, T., Lee, J.-H., and Mori, T., "Fabrication of Translucent Magnesium Aluminum Spinel Ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, **83**[11] 2866-68 (2000).
- [18] Li, J.-G., Ikegami, T., Lee, J.-H., Mori, T., and Yajima, Y., "Synthesis of Mg-Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant," *Journal of the European Ceramic Society*, **21**[2] 139-48 (2001).
- [19] Li, J. G., Ikegami, T., Lee, J. H., Mori, T., and Yajima, Y., "A wet-chemical process yielding reactive magnesium aluminate spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) powder," *Ceramics International*, **27**[4] 481-89 (2001).
- [20] Majima, K., Niimi, N., Watanabe, M., Katsuyama, S., and Nagai, H., "Effect of LiF Addition on the Preparation of Transparent  $\text{Y}_2\text{O}_3$  by the Vacuum Hot-Pressing Method," *Journal of Alloys and Compounds*, **193**[1-2] 280-82 (1993).
- [21] McCauley, J. W., Patel, P., Chen, M. W., Gilde, G., Strassburger, E., Paliwal, B., Ramesh, K. T., and Dandekar, D. P., "ALON: A brief history of its emergence and evolution," *Journal of the European Ceramic Society*, **29**[2] 223-36 (2009).
- [22] Serivalsatit, K., Teerasoradech, S., and Saelee, A., "Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles by Co-precipitation Method : The influences of precipitants," *Suranaree Journal of Science & Technology*, **19**[4] 6 (2012).
- [23] Shou-Yong, J., Li-Bin, L., Ning-Kang, H., Jin, Z., and Yong, L., "Investigation on lattice constants of Mg-Al spinels," *Journal of Materials Science Letters*, **19**[3] 225-27 (2000).
- [24] Sigalovsky, J., Haggerty, J. S., and Sheehan, J. E., "Growth of spinel single crystal fibers by the laser-heated floating-zone technique and their characterization as high temperature reinforcements," *Journal of Crystal Growth*, **134**[3-4] 313-24 (1993).
- [25] Strassburger, E., "Ballistic testing of transparent armour ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, **29**[2] 267-73 (2009).
- [26] Suyama, Y. and Kato, A., "Characterization and sintering of Mg-Al spinel prepared by spray-pyrolysis technique," *Ceramics International*, **8**[1] 17-21 (1982).

- [27] Varnier, O., Hovnanian, N., Larbot, A., Bergez, P., Cot, L., and Charpin, J., "Sol-Gel Synthesis of Magnesium Aluminum Spinel from a Heterometallic Alkoxide," *Materials Research Bulletin*, **29**[5] 479-88 (1994).
- [28] Wang, Q., Tay, H. H., Guo, Z., Chen, L., Liu, Y., Chang, J., Zhong, Z., Luo, J., and Borgna, A., "Morphology and composition controllable synthesis of Mg–Al–CO<sub>3</sub> hydrotalcites by tuning the synthesis pH and the CO<sub>2</sub> capture capacity," *Applied Clay Science*, **55**[0] 18-26 (2012).
- [29] Xiao, J., Qin, Q., Wan, Y., Zhou, F., Chen, Y.-b., Li, J., and Liu, Y.-x., "Effect of anions on preparation of ultrafine  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder," *Journal of Central South University of Technology*, **14**[6] 773-78 (2007).
- [30] Yadav, G. D. and Kadam, A. A., "Selective engineering using Mg–Al calcined hydrotalcite and microwave irradiation in mono-transesterification of diethyl malonate with cyclohexanol," *Chemical Engineering Journal*, **230**[0] 547-57 (2013).
- [31] Zawrah, M. F., Hamaad, H., and Meky, S., "Synthesis and characterization of nano MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel by the co-precipitated method," *Ceramics International*, **33**[6] 969-78 (2007).

## 11. ภาคผนวก

### 11.1 ประวัติผู้วิจัย

|                    |                                                                         |
|--------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| ชื่อหัวหน้าโครงการ | ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์                                               |
| ตำแหน่ง            | ผู้ช่วยศาสตราจารย์                                                      |
| หน่วยงานต้นสังกัด  | ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย                 |
| สถานที่ติดต่อ      | คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ถนนพญาไท เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330 |
| โทรศัพท์มือถือ     | 087-6853330                                                             |
| โทรศัพท์ที่ทำงาน   | 02-2185542                                                              |
| โทรสาร             | 02-2185561                                                              |
| อีเมลล์            | karn.s@chula.ac.th                                                      |

### ประวัติการศึกษา

| ปริญญา    | สาขาวิชา                          | มหาวิทยาลัย           | ปี พ.ศ. ที่ได้รับ |
|-----------|-----------------------------------|-----------------------|-------------------|
| ปริญญาตรี | เซรามิกและวัสดุศาสตร์             | จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย | 2543              |
| ปริญญาโท  | เทคโนโลยีเซรามิก                  | จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย | 2546              |
| ปริญญาเอก | Materials Science and Engineering | Clemson University    | 2553              |

### ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์

1. P.Y. Poma, K.U. Kumar, M.V.D. Vermelho, K. Serivalsatit, S.A. Roberts, C.J. Kucera, J. Ballato, L.G. Jacobsohn, C. Jacinto, "Luminescence and thermal lensing characterization of singly  $\text{Eu}^{3+}$  and  $\text{Tm}^{3+}$  doped  $\text{Y}_2\text{O}_3$  transparent ceramics," Journal of Luminescence, 161, 306-315, (2015).
2. L.G. Jacobsohn, K. Serivalsatit, C.A. Quarles, J. Ballato, "Investigation of Er-doped  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  transparent ceramics by positron annihilation spectroscopy," Journal of Materials Science 50 (8), 3183-3188 (2015).

3. P. Chaengchawi, K. Serivalsatit, and P. Sujaridworakun, "Synthesis of visible-light responsive CdS/ZnO nanocomposite photocatalysts via simple precipitation method," *Key Engineering Materials*, 608, 224-229 (2014).
4. A. Subun, S. Kochawattana, K. Serivalsatit, and T. Wasanapiarnpong, "Effect of  $\text{Li}_5\text{AlO}_4$  additions on the sintering and properties of magnesium aluminate spinel," *Suranaree Journal of Science & Technology*, 21[2] 59-63 (2014).
5. K. Serivalsatit, T. Wasanapiarnpong, C. Kucera, and J. Ballato, "Synthesis of Er-doped  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  nanoparticles and transparent ceramics," *Optical Materials*, Vol.35, 1426-30 (2013)
6. 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[4] 265-270 (2012).
7. A. Joshi, O.M. Stafsudd, K. Serivalsatit, and J. Ballato, "Multiphonon-based comparison of erbium-doped yttria in large, fine grain polycrystalline ceramics and precursor forms," *Optical Materials*, Vol.34, 95-98 (2011)
8. J. Ballato and K. Serivalsatit, "Development of Submicrometer-Grained Highly Transparent Sesquioxide Ceramics," in *Advances in Optical Materials*, OSA Technical Digest (CD) (Optical Society of America, 2011), paper AIWA2.
9. M. Mann, D. Thompson, K. Serivalsatit, T. M. Tritt, J. Ballato and J. Kolis, "Hydrothermal Growth and Thermal Property Characterization of  $\text{ThO}_2$  Single Crystals," *Crystal Growth & Design*, Vol. 10 Issue 5, 2146-2151 (2010).
10. K. Serivalsatit and J. Ballato, "Submicrometer Grain-Sized Transparent Erbium-Doped Scandia Ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.93 Issue 11, pages 3657-3662 (2010).
11. K. Serivalsatit, B. Yazgan Kokuo, B. Kokuo, M. Kennedy, and J. Ballato, "Synthesis, processing, and properties of sub-micron grained highly transparent yttria ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.93 Issue 5, 1320-25 (2010).
12. B. Kokuo, K. Serivalsatit, B. Kokuo, O. Geiculescu, E. McCormick, and J. Ballato, "Er-Doped  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Nanoparticles: A Comparison of Different Synthesis Methods," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.92 Issue 10, 2247-53 (2009).
13. K. Serivalsatit, B. Yazgan Kokuo, B. Kokuo, and J. Ballato, "Nanograined highly transparent yttria ceramics," *Optics Letters*, 34, 1033-1035 (2009).
14. J. Ballato, C. McMillen, B. Kokuo, K. Serivalsatit, and J. Kolis, "The synthesis and properties of rare earth doped yttria and scandia for eye-safe single crystal and ceramic lasers," *Solid State Lasers XVII: Technology and Devices*. Edited by Clarkson, W. Andrew; Hodgson, Norman; Shori, Ramesh K. *Proceedings of the SPIE*, Volume 6871, pp. 68711G-68711G-6 (2008).

