

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญภาพ	ญ
 บทที่ 1 บทนำ	
1.1. ข้อมูลเบื้องต้นเกี่ยวกับสารแมกนีเซียมไนโอเบต	3
1.2. เทคนิคการเตรียมผงเซรามิก	5
1.3. สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
1.4. การตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่าง	
1.4.1 การวิเคราะห์ทางความร้อน	18
1.4.2 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	21
1.4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	24
1.4.4 เทคนิคสเปกโทรมิเตอร์สำหรับการวัดการกระจายของพลังงาน	26
1.4.5 อินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	29
1.4.6 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค	31
1.5. วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	33
1.6. ประโยชน์ที่จะได้รับจากงานวิจัย	33
1.7. แผนดำเนินการ ขอบเขต และวิธีการวิจัย	33
 บทที่ 2 การทดลอง	
2.1. สารเคมี	34
2.2. อุปกรณ์และเครื่องมือ	35
2.3. วิธีการทดลอง	36

	หน้า
2.3.1 การเตรียมผงตัวอย่าง	36
2.3.2 การตรวจสอบผงที่เตรียมได้	40
2.3.2.1 วิธีการวิเคราะห์สารด้วยการวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล	40
2.3.2.2 วิธีการวิเคราะห์สารด้วยการวิเคราะห์แบบเทอร์โมแกรวิเมตรี	40
2.3.2.3 วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	40
2.3.2.4 การวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	41
2.3.2.5 จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการวิเคราะห์ด้วย EDS	41
2.3.2.6 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค	41
บทที่ 3 ผลการทดลอง	
3.1 ผลการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบต	42
3.2 ผลการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมไนโอเบตโดยการสลายตัวทางความร้อน	44
3.3 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	45
3.4 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	46
3.4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่ เงื่อนไขต่างๆ	46
3.4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่มีอุณหภูมิของ สารละลายในการตกตะกอนต่างๆ	49
3.4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่มีค่าพีเอชของ สารละลายในการตกตะกอนต่างๆ	50
3.4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงที่ผ่านการเผาในช่วงอุณหภูมิ 500-1300 °C	51
3.5 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของผงตัวอย่างด้วยการวัดการกระจาย พลังงานของรังสีเอ็กซ์	54
3.6 ผลการวิเคราะห์ผงตัวอย่างโดยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	
3.6.1 ผลการวิเคราะห์ผงละเอียดที่เตรียมจากค่าพีเอชต่างๆ ด้วย เทคนิค SEM	55

	หน้า
3.6.2 ผลการวิเคราะห์ผงละเอียดด้วยเทคนิค SEM ของผงตัวอย่างที่ผ่าน การเผาที่อุณหภูมิต่างๆ	56
3.7 ผลการวิเคราะห์การแจกแจงของขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค	58
บทที่ 4 วิจัยและสรุปผลการทดลอง	
4.1 การตกตะกอนร่วมของไอออนแมกนีเซียมและไนโอเบียม	60
4.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG-DTA	62
4.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	63
4.4 การตรวจสอบการเกิดเฟสของแมกนีเซียมไนโอเบต	64
4.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS	64
4.6 ผลของอุณหภูมิในการตกตะกอน	65
4.7 ผลของค่าพีเอชในสารละลายที่ทำการตกตะกอน	66
4.8 ผลของอุณหภูมิแคลไซน์ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร	67
4.9 ผลของระยะเวลาเผาแช่ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร	68
4.10 ลักษณะสัณฐานและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค	69
4.11 สรุปผลการทดลอง	72
4.12 ข้อเสนอแนะ	73
เอกสารอ้างอิง	74
ภาคผนวก	78
ประวัติผู้เขียน	79

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1	เงื่อนไขของการเผาแคลไซต์ที่ทำการทดลอง
3.1	ผลของพีเอชต่อการตกตะกอนไอออนของโลหะแต่ละตัว
3.2	ผลของอุณหภูมิในการตกตะกอน
3.3	ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 1
3.4	ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 2
3.5	ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 3

สารบัญภาพ

รูป	หน้า
1.1 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ ABO_3 ทั่วไป	4
1.2 กราฟแสดงค่าการละลายของผลึกแบบต่างๆ	7
1.3 ขบวนการที่เกิดขึ้นในการตกตะกอน	9
1.4 แสดงแผนภาพการสังเคราะห์ PMN ที่ Gupta และ Kulkarni ใช้	13
1.5 แผนผังการเตรียมผง $MgNb_2O_6$ ด้วยวิธีซีเทรตเจล	15
1.6 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผง $MgNb_2O_6$ ของ Ananta และคณะ	17
1.7 ชุดอุปกรณ์ของ TGA	18
1.8 หลักการทำงานของเครื่อง DTA	19
1.9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากชุดระนาบในผลึก	21
1.10 ส่วนประกอบสำคัญของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์	23
1.11 ส่วนประกอบและหลักการทำงานเบื้องต้นของตัวกล้อง SEM	25
1.12 องค์ประกอบที่เกี่ยวข้องกับระบบการทำงานของกล้อง SEM ที่รวมชุดแสดงผล	26
1.13 ลักษณะของอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการทำงานของ EDS	28
1.14 ขั้นตอนของการตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ในเครื่องตรวจวัดแบบ Si(Li)	28
1.15 ส่วนประกอบหลักๆ ของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	30
1.16 อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัดพฤติกรรมและการแจกแจงของขนาดอนุภาค	32
2.1 แผนผังการเผาแคลไซน์ที่ใช้	38
2.2 ลำดับขั้นตอนการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมโดยวิธีออกซาลेट	39
3.1 เทอร์โมแกรมของ TG-DTA	44
3.2 Infrared spectrums ของ (a) สารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์ และสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ (b) 200 °C (c) 300 °C (d) 400 °C (e) 500 °C และ (f) 600 °C	45
3.3 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน (a) 2 ชั่วโมง (b) 3 ชั่วโมง และ (c) 4 ชั่วโมง	46
3.4 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 °C โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน (a) 2 ชั่วโมง (b) 3 ชั่วโมง และ (c) 4 ชั่วโมง	47

	หน้า
3.5 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยใช้เวลาในการเผาเซานาน (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง	48
3.6 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาที่ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง จากการใช้สารละลายที่ทำการตกตะกอนด้วยอุณหภูมิ (a) 70.0 °C (b) 75.0 °C และ (c) 80.0 °C	49
3.7 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาที่ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยให้ค่าพีเอชในการตกตะกอนคือ (a) 8.0 (b) 9.0 (c) 10.0 และ (d) 11.0	50
3.8 XRD patterns ของผงละเอียด (a) ที่ไม่ผ่านการแคลไซน์ และผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ (b) 500 °C และ (c) 600 °C	51
3.9 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 700 °C (b) 800 °C (c) 900 °C และ (d) 1000 °C	52
3.10 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 1100 °C (b) 1200 °C และ (c) 1300 °C	53
3.11 สเปกตรัมของผงตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS	54
3.12 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีค่าพีเอชที่ใช้ในการเตรียมคือ (a) 8.0 (b) 9.0 (c) 10.0 และ (d) 11.0	55
3.13 3.13 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 500 °C (b) 600 °C (c) 700 °C และ (d) 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	56
3.14 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 900 °C (b) 1000 °C (c) 1100 °C (d) 1200 °C และ (e) 1300 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	57
3.15 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายพีเอช 8.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง	58
3.16 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายพีเอช 9.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง	58

	หน้า
3.17 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจาก สารละลายพีเอช 10.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง	59
3.18 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจาก สารละลายพีเอช 11.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง	59
ผ1 IR spectrum ของไดเอทิลออกซาลेट	78