

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 ผลการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบต

ตาราง 3.1 ผลของพีเอชต่อการตกตะกอนออกซาเลตของไอออนของโลหะแต่ละตัว

สาร	ช่วงพีเอชที่ตกตะกอน	ลักษณะตะกอนที่ได้
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	8-11	สีขาว
$NbCl_5$	6-11	สีขาว

ตาราง 3.2 ผลของอุณหภูมิในการตกตะกอน

ปริมาตรของ 0.1 M $NbCl_5$ (ml)	ปริมาตรของ 0.1 M $MgCl_2$ (ml)	ปริมาตรของ ไดเอทิลออก ซาเลต	อุณหภูมิที่ใช้ ในการเตรียม	ค่าพีเอช	น้ำหนักของ ตะกอน (กรัม)
60.00	30.00	1.06	80.0	10.02	0.9521
60.00	30.00	1.06	75.0	10.03	0.8040
60.00	30.00	1.06	70.0	10.05	0.3614

ตาราง 3.3 ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 1

ปริมาตรของ 0.1 M $NbCl_5$ (ml)	ปริมาตรของ 0.1 M $MgCl_2$ (ml)	ปริมาตรของ ไดเอทิลออก ซาเลต	อุณหภูมิที่ใช้ ในการเตรียม	ค่าพีเอช	น้ำหนักของ ตะกอน (กรัม)
60.00	30.00	1.06	80.0	8.03	0.9378
60.00	30.00	1.06	80.0	9.00	1.0990
60.00	30.00	1.06	80.0	10.02	0.9521
60.00	30.00	1.06	80.0	11.00	0.9479

ตาราง 3.4 ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 2

ปริมาตรของ 0.2 M NbCl ₅ (ml)	ปริมาตรของ 0.1 M MgCl ₂ (ml)	ปริมาตรของ ไดเอธิลออก ซาเลต	อุณหภูมิที่ใช้ ในการเตรียม	ค่าพีเอช	น้ำหนักของ ตะกอน (กรัม)
50.00	50.00	1.78	80.0	8.00	1.7189
50.00	50.00	1.78	80.0	9.00	1.6382
50.00	50.00	1.78	80.0	10.00	1.7293
50.00	50.00	1.78	80.0	11.01	1.8424

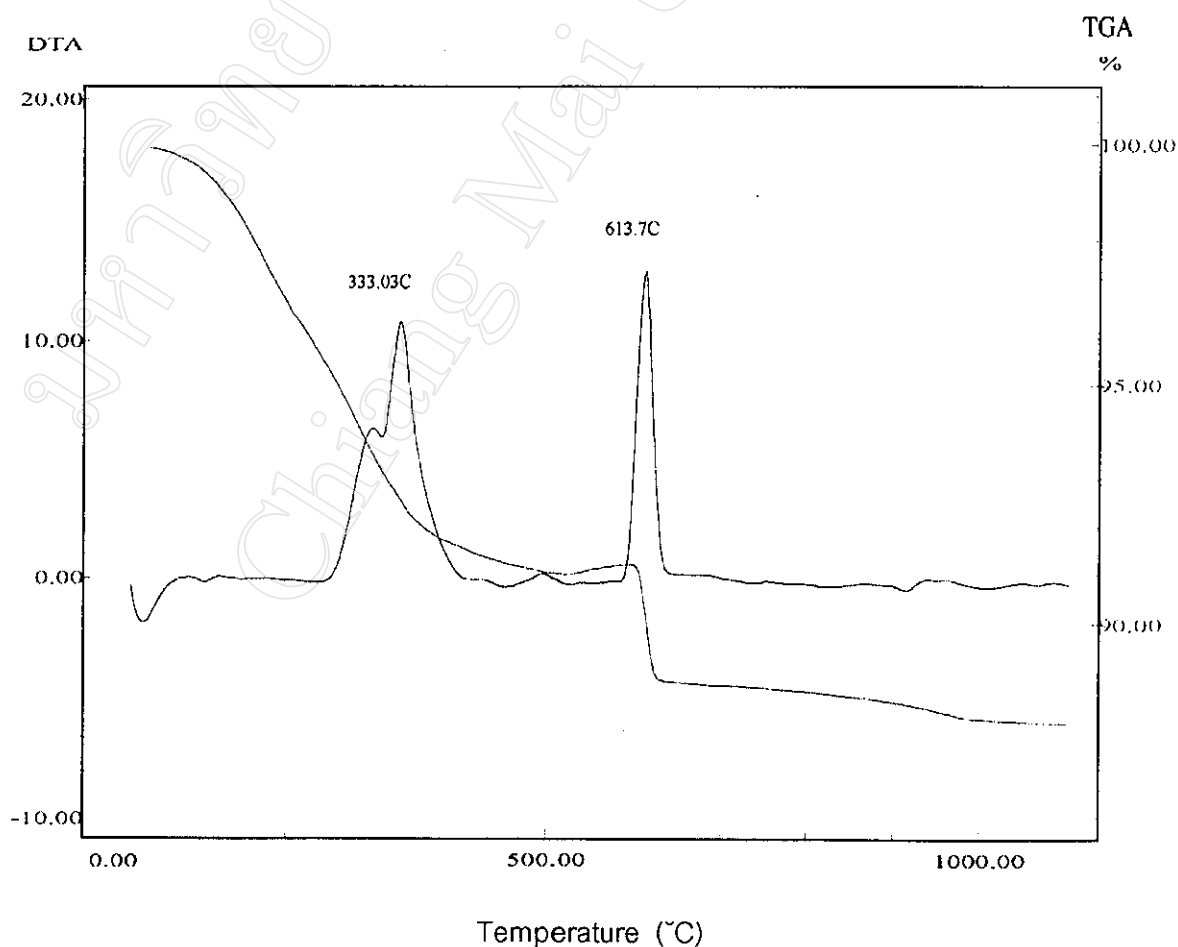
ตาราง 3.5 ผลของพีเอชในการตกตะกอน ครั้งที่ 3

ปริมาตรของ 0.2 M NbCl ₅ (ml)	ปริมาตรของ 0.2 M MgCl ₂ (ml)	ปริมาตรของ ไดเอธิลออก ซาเลต	อุณหภูมิที่ใช้ ในการเตรียม	ค่าพีเอช	น้ำหนักของ ตะกอน (กรัม)
100.00	50.00	3.57	80.0	8.06	3.2204
100.00	50.00	3.57	80.0	9.01	3.5000
100.00	50.00	3.57	80.0	10.00	3.7541
100.00	50.00	3.57	80.0	11.02	3.6329

3.2 ผลการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมไนโอเบตโดยการสลายตัวทางความร้อน

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง TGA และ DTA ของบริษัท Shimadzu โดยนำสารตัวอย่างที่ได้จากการตกตะกอนที่อุณหภูมิ 80.0 °C และมีค่าพีเอชเป็น 10.0 ไปวิเคราะห์ซึ่งให้ผลแสดงดังรูป 3.1

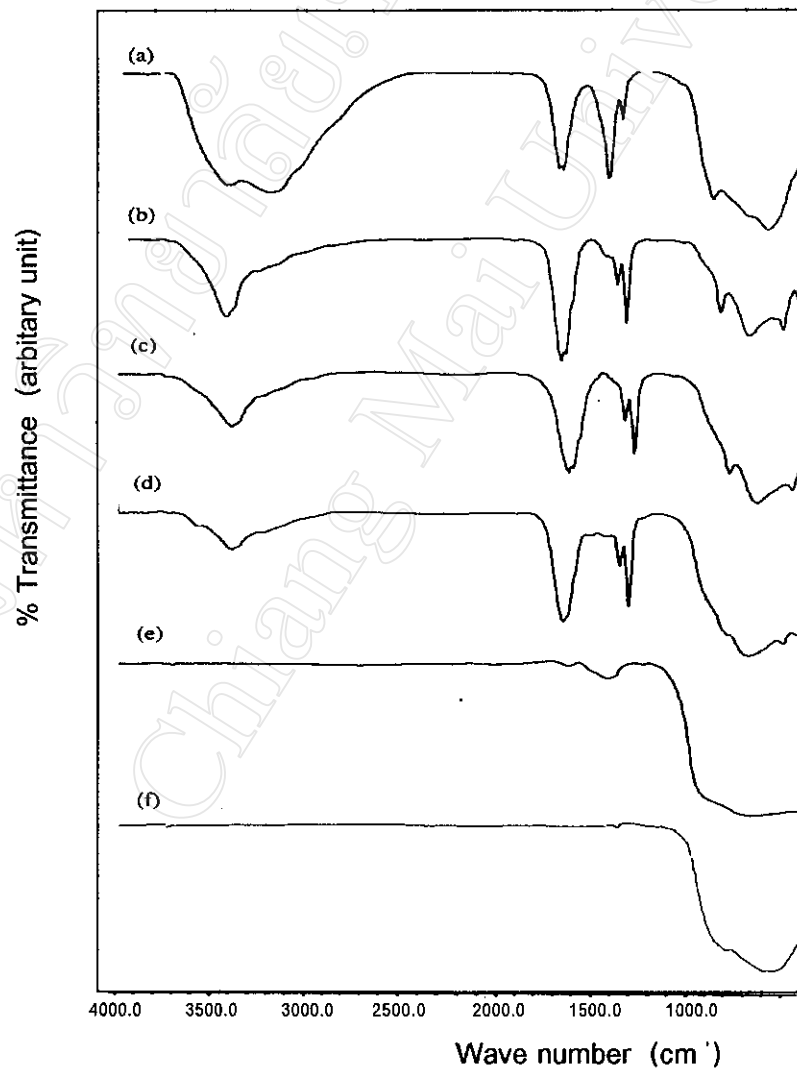
ปัจจัยการทดลอง	TGA	DTA
อุณหภูมิเริ่มต้น	25.0 °C	25.0 °C
อุณหภูมิสิ้นสุด	1100.0 °C	1100.0 °C
อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ	10.0 °C/min	10.0 °C/min
น้ำหนักสารตัวอย่าง	30.88 มิลลิกรัม	30.00 มิลลิกรัม



รูป 3.1 เทอร์โมแกรมของ TG-DTA

3.3 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

สเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดของสารตัวอย่างก่อนการเผาและหลังการเผาแคลไซน์แสดงได้ดังรูป 3.2 สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ได้จากการเตรียมโดยการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80.0°C ค่าพีเอชเป็น 10.0 ส่วนอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์อยู่ในช่วง $200\text{--}600^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ ส่วน IR spectra ของโคเอธิลออกซาลेटที่ได้จากเอกสารอ้างอิงแสดงได้ดังรูปในภาคผนวก

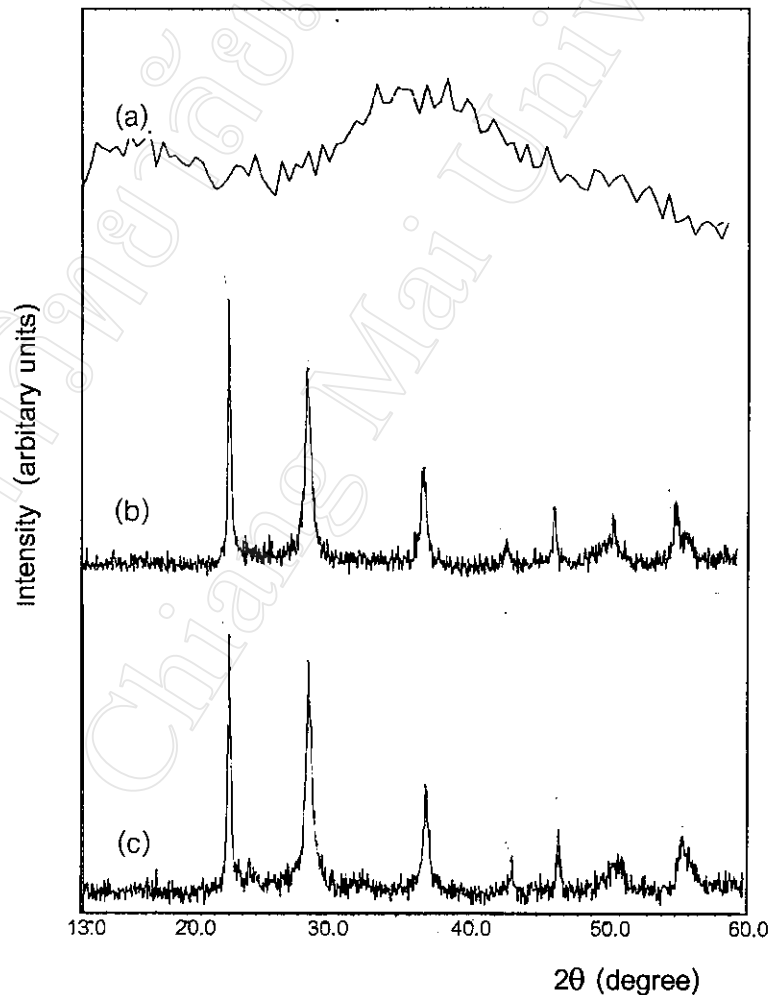


รูป 3.2 Infrared spectra ของ (a) สารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์ และสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ (b) 200°C (c) 300°C (d) 400°C (e) 500°C และ (f) 600°C

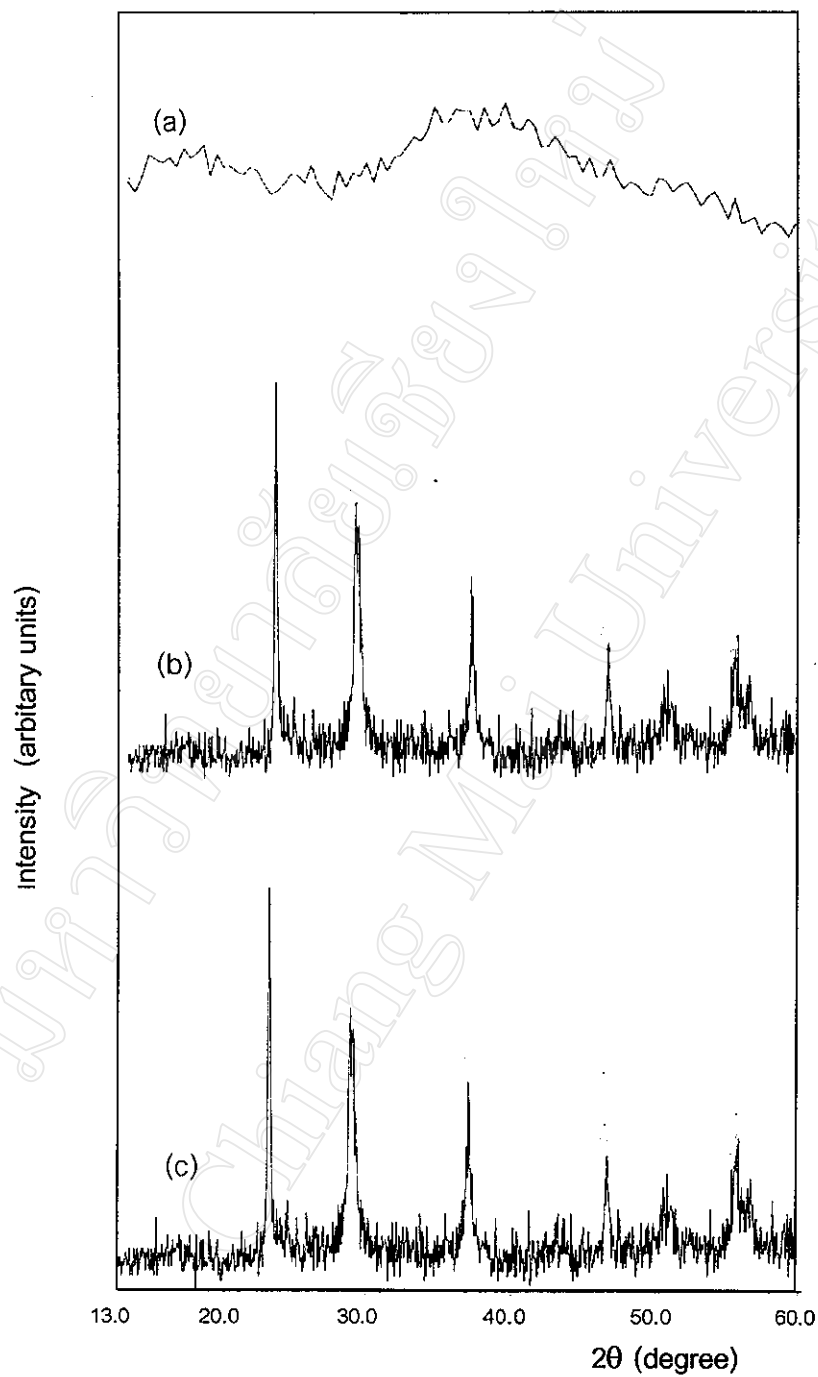
3.4 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

3.4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่เงื่อนไขต่างๆ

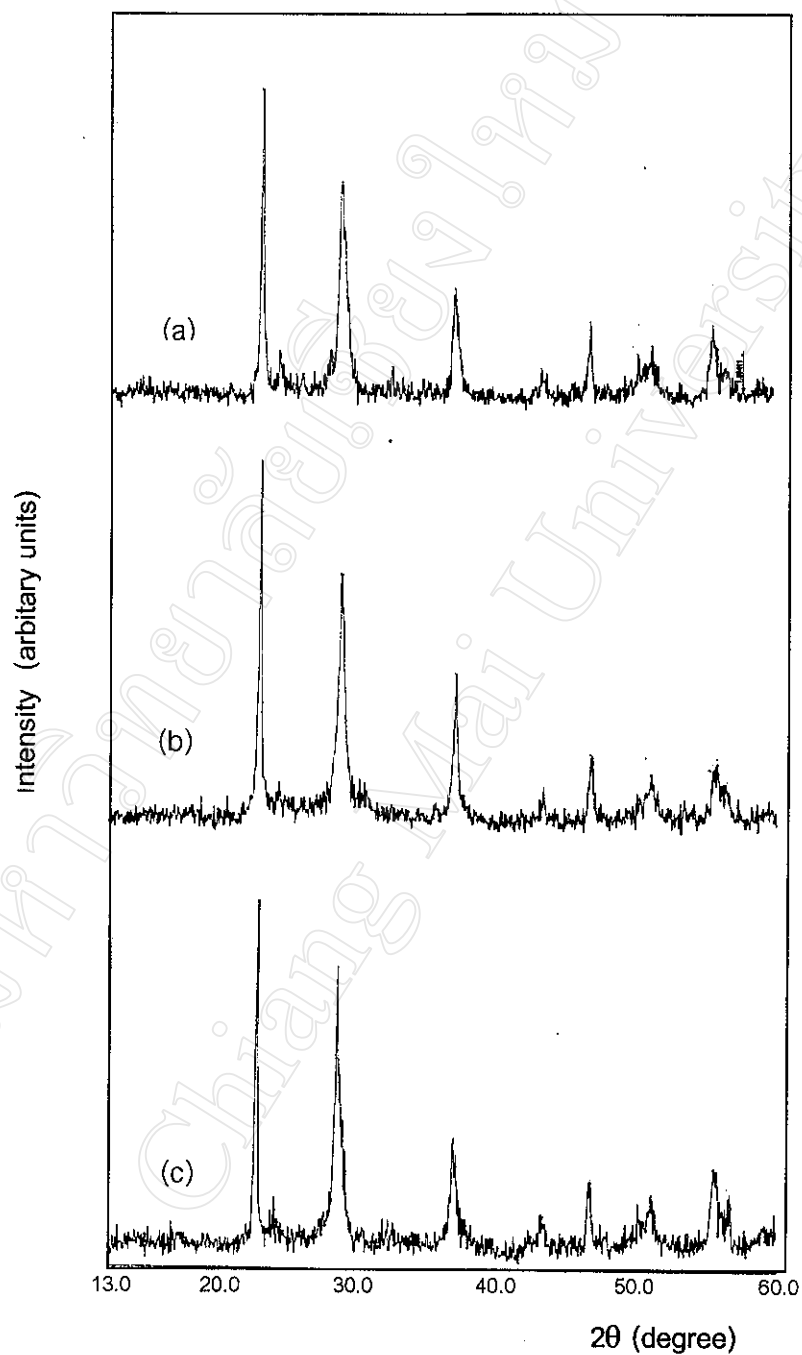
ในการทดลองได้นำสารตัวอย่างที่เตรียมด้วยการตกตะกอนร่วมที่ $80.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่เอชเป็น 10.0 ไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาในการเผาแตกต่างกัน (ดังแสดงในตาราง 2.1) โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ หลังจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังแสดงในรูป 3.3-3.5



รูป 3.3 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผานานาน (a) 2 ชั่วโมง (b) 3 ชั่วโมง และ (c) 4 ชั่วโมง



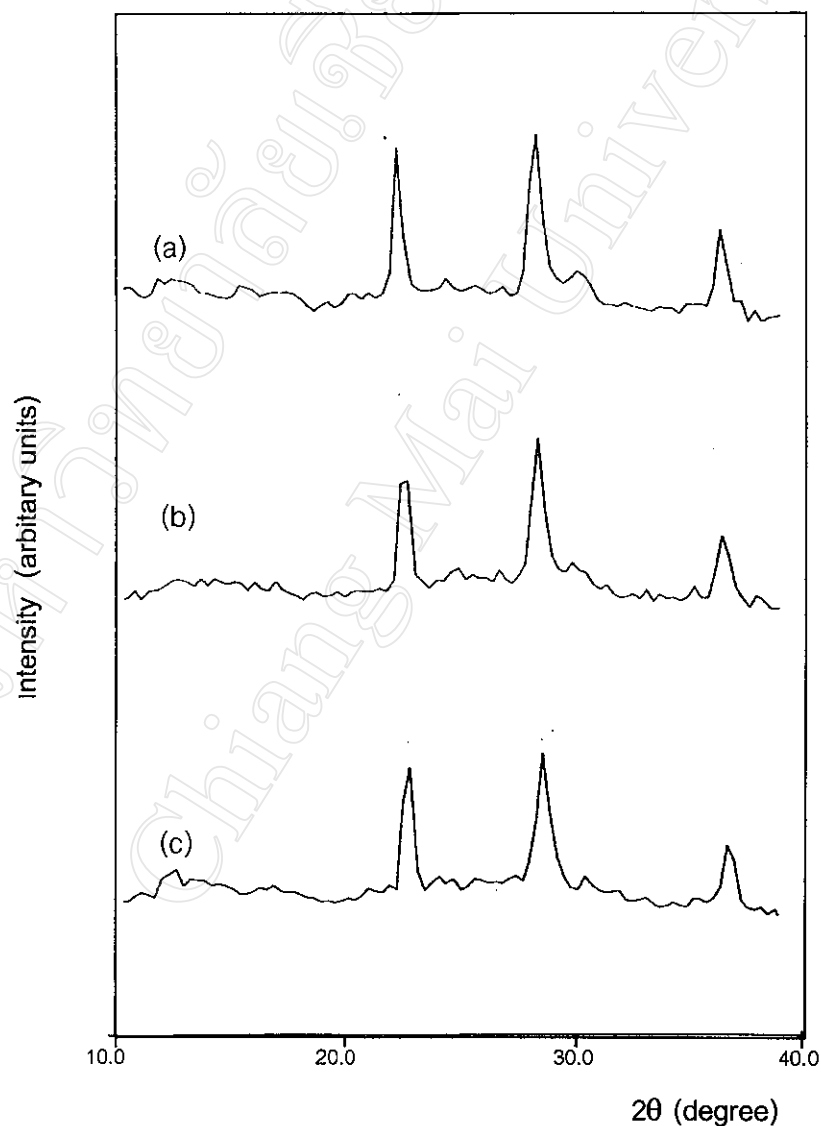
รูป 3.4 XRD patterns ของพอลิเอทิลีนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 °C โดยใช้เวลาในการเผาเซานาน (a) 2 ชั่วโมง (b) 3 ชั่วโมง และ (c) 4 ชั่วโมง



รูป 3.5 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยใช้เวลาในการเผาเช่นกัน (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง

3.4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่มีอุณหภูมิของสารละลายในการตกตะกอนต่างๆ

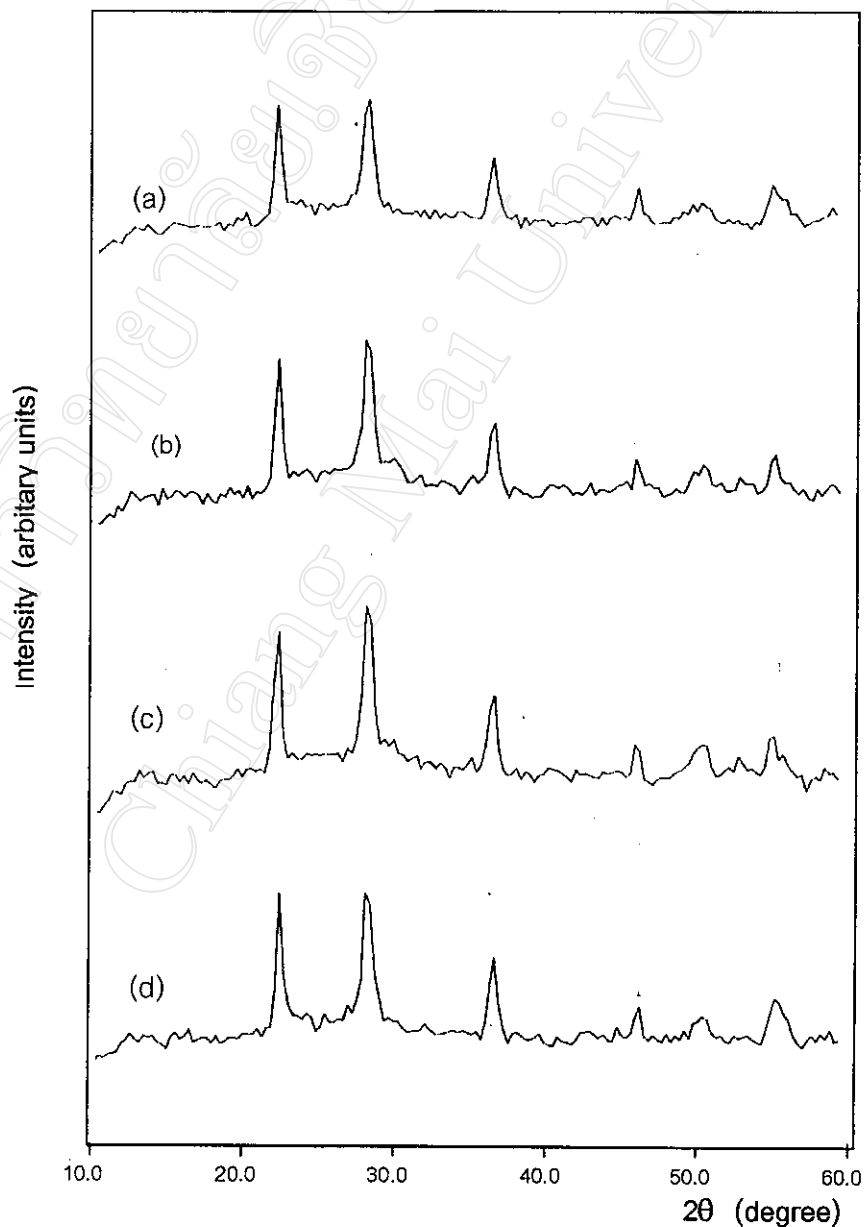
ในการทดลองได้นำสารตัวอย่างที่เตรียมด้วยการตกตะกอนร่วมที่ช่วงอุณหภูมิ 70-80 °C พิเศษเป็น 10.0 แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิเป็น 3 °C/นาที่ มาตรวจสอบผลของอุณหภูมิของการตกตะกอนต่อชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD ซึ่งให้ผลดังแสดงในรูป 3.6



รูป 3.6 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาที่ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง จากการใช้สารละลายที่ทำการตกตะกอนด้วยอุณหภูมิ (a) 70.0 °C (b) 75.0 °C และ (c) 80.0 °C

3.4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงตัวอย่างที่มีค่าพีเอชของสารละลายในการตกตะกอนต่างๆ

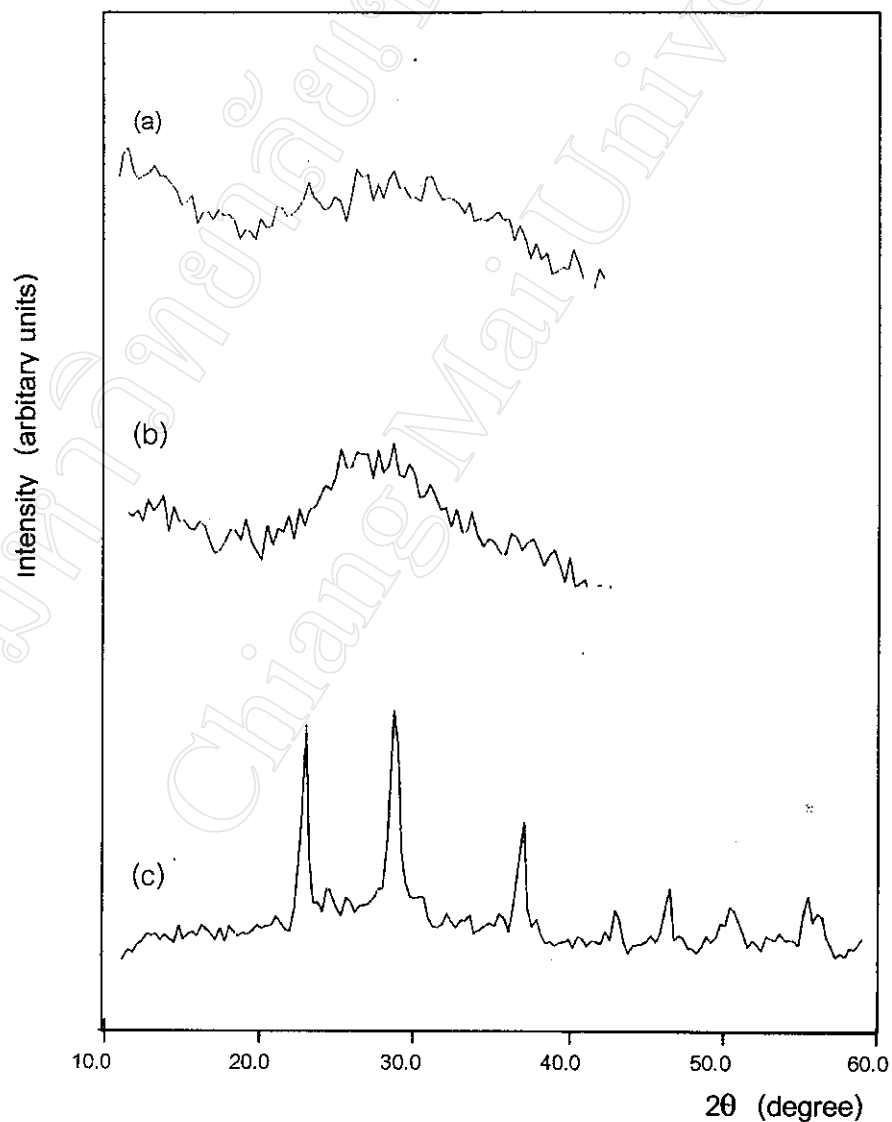
ในการทดลองได้นำสารตัวอย่างที่เตรียมด้วยการตกตะกอนรวมที่ช่วงอุณหภูมิ 80.0°C ช่วงพีเอชที่ทำการศึกษาคือ 8-11 แล้วนำตะกอนที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ จากนั้นจึงนำผงที่ผ่านการเผาแล้วมาตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD ซึ่งให้ผลแสดงได้ดังรูป 3.7



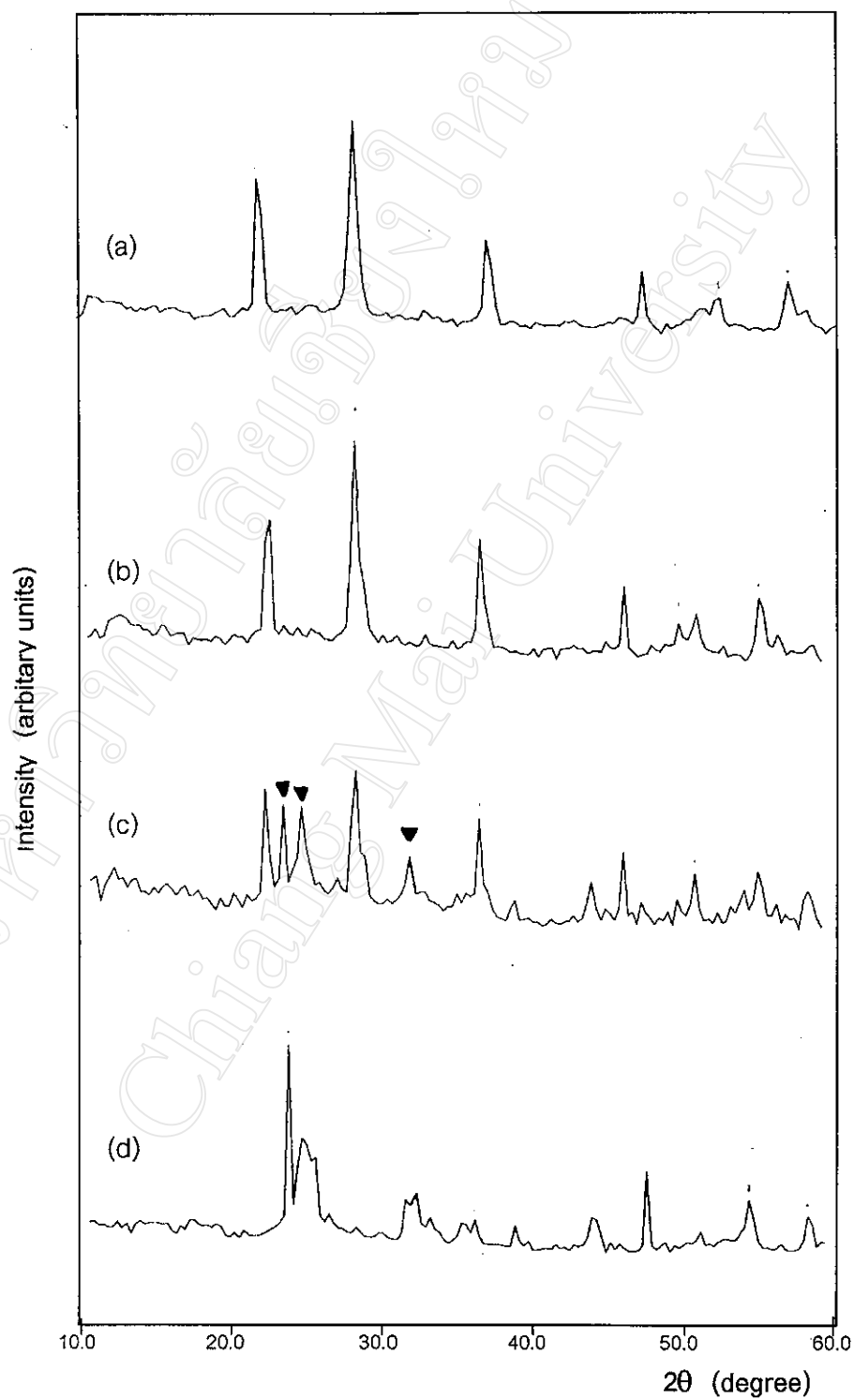
รูป 3.7 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการเผาที่ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยให้ค่าพีเอชในการตกตะกอนคือ (a) 8.0 (b) 9.0 (c) 10.0 และ (d) 11.0

3.4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงที่ผ่านการเผาในช่วงอุณหภูมิ 500-1300 °C

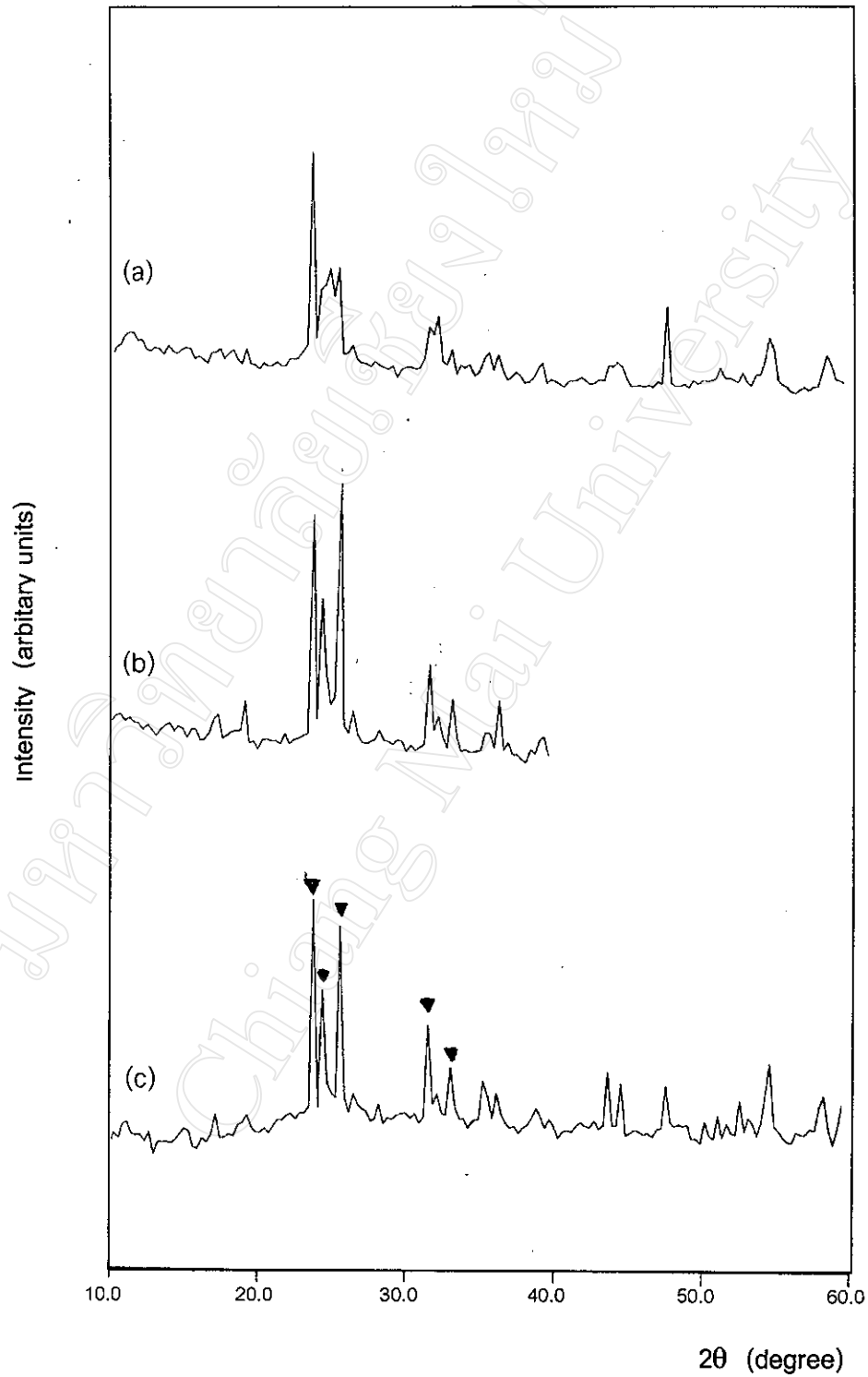
ในการทดลองนี้เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80.0 °C ค่าพีเอชเป็น 10 แล้วนำตะกอนที่ได้ไปเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 500-1300 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 3 °C/นาที จากนั้นจึงนำตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ให้ผลแสดงได้ดังรูป 3.8-3.10



รูป 3.8 XRD patterns ของผงละเอียด (a) ที่ไม่ผ่านการแคลไซน์ และผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ (b) 500 °C และ (c) 600 °C



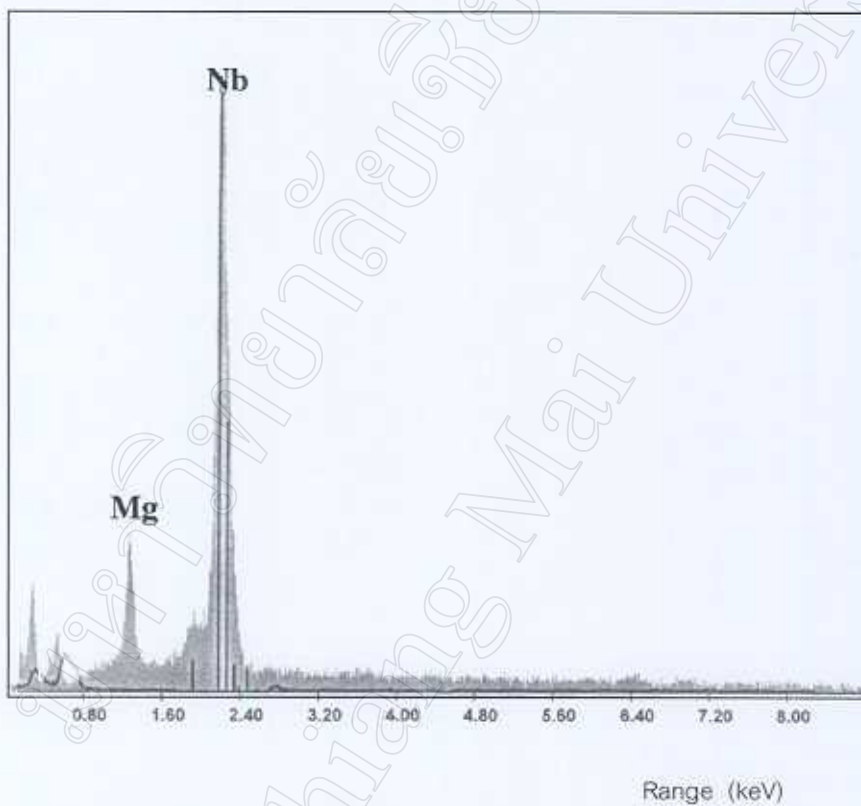
รูป 3.9 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 700 °C (b) 800 °C (c) 900 °C และ (d) 1000 °C (▼ หมายถึงพีคของ $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$)



รูป 3.10 XRD patterns ของผงละเอียดที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 1100 °C (b) 1200 °C และ (c) 1300 °C (▼ หมายถึงพีคของ $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$)

3.5 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของผงตัวอย่างด้วยการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์

ในการทดลองนี้ได้นำผงละเอียดที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80°C และค่าพีเอชเป็น 10 ไปเผาแคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์หาชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค EDS ได้ผลดังแสดงในรูป 3.11

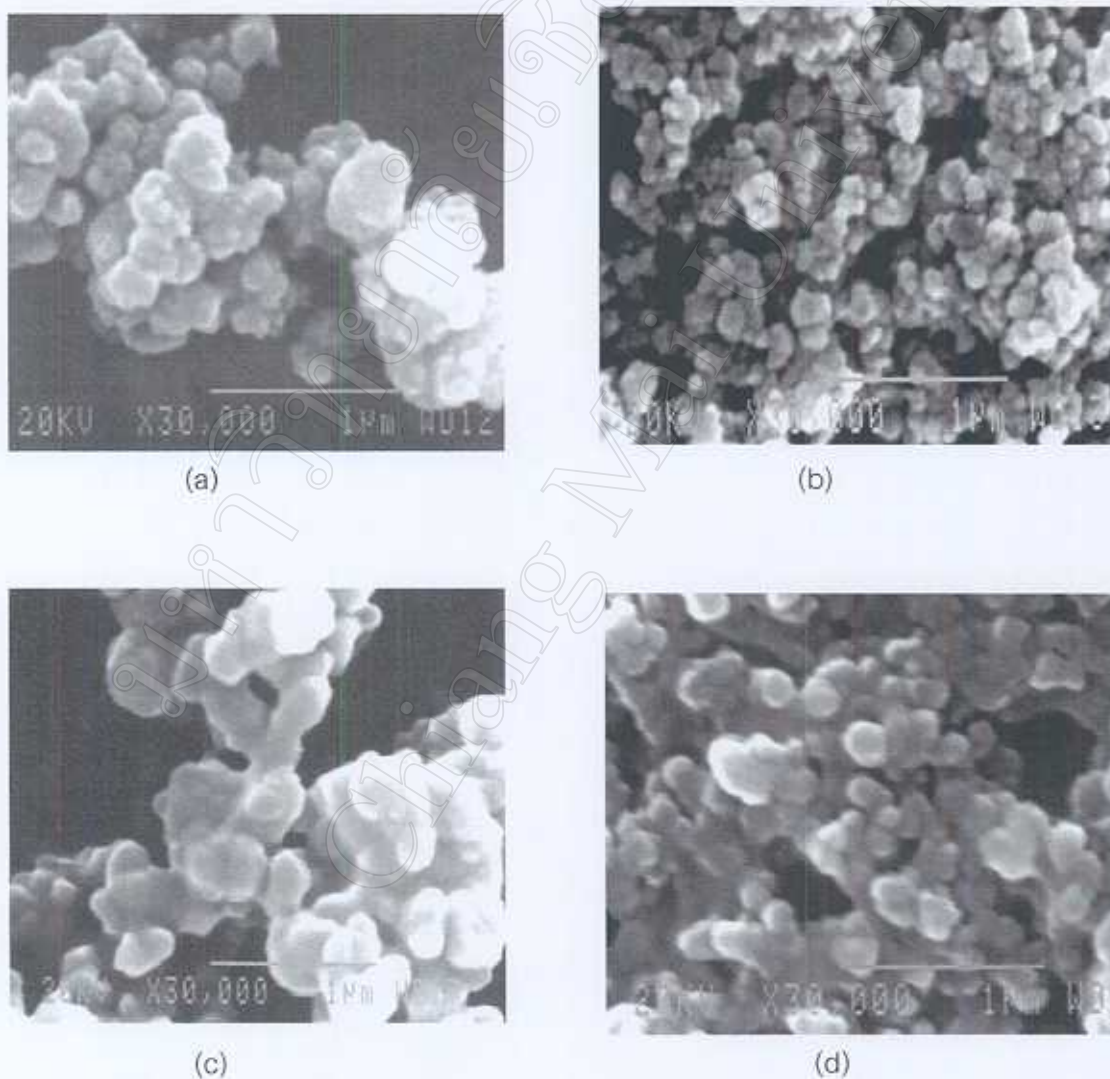


รูป 3.11 สเปกตรัมของผงตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

3.6 ผลการวิเคราะห์ผลตัวอย่างโดยการใช้อัลตร้าสตรัคเจอร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.6.1 ผลการวิเคราะห์ผลเยื่อที่เตรียมจากค่าพีเอชต่างๆ ด้วยเทคนิค SEM

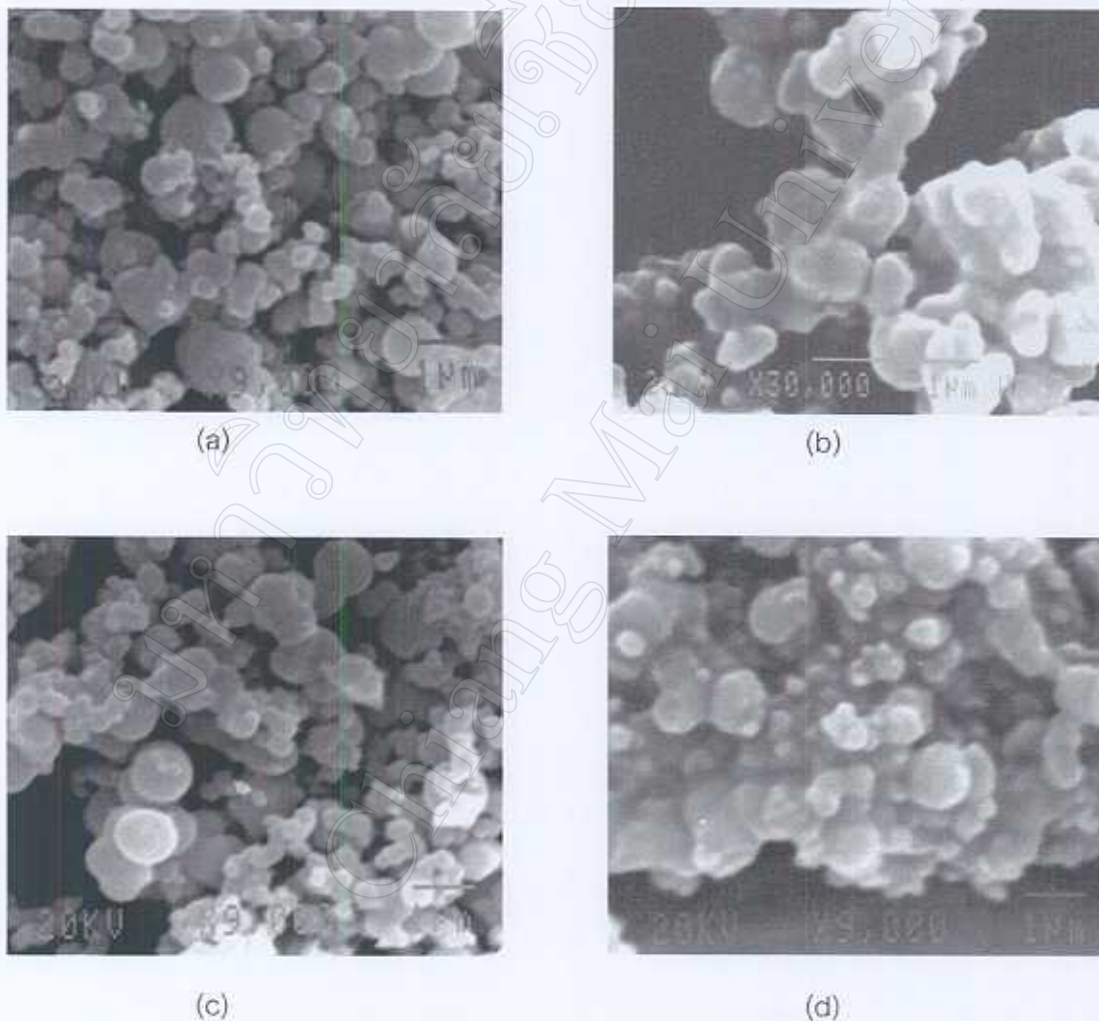
ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการตกตะกอนร่วมที่ 80°C โดยมีค่าพีเอชอยู่ในช่วง 8-11 แล้วนำตะกอนที่ได้จากการเตรียมด้วยค่าพีเอชต่างๆ ไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จากนั้นนำผงที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปตรวจสอบลักษณะสัณฐานด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังแสดงในรูป 3.12



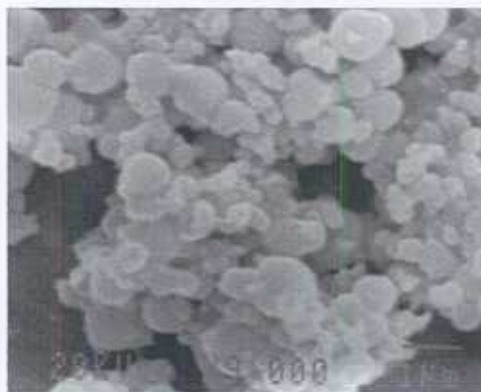
รูป 3.12 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีค่าพีเอชที่ใช้ในการเตรียมคือ (a) 8.0 (b) 9.0 (c) 10.0 และ (d) 11.0

3.6.2 ผลการวิเคราะห์ผลละเอียดด้วยเทคนิค SEM ของผงตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมผงตัวอย่างโดยการตกตะกอนร่วมที่ 80°C และมีค่าพีเอชเป็น 10.0 แล้วนำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิในช่วง $500\text{--}1300^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จากนั้นจึงนำผงที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปตรวจสอบลักษณะสัณฐานด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังแสดงในรูป 3.13-3.14



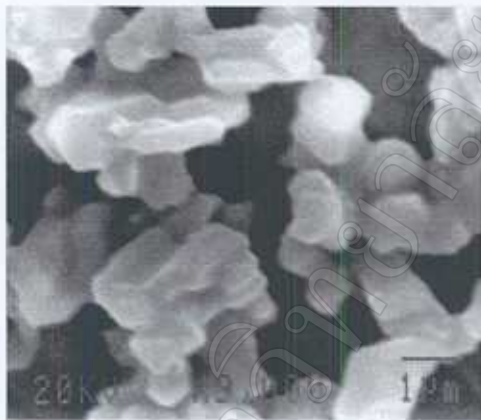
รูป 3.13 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 500°C (b) 600°C (c) 700°C และ (d) 800°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง



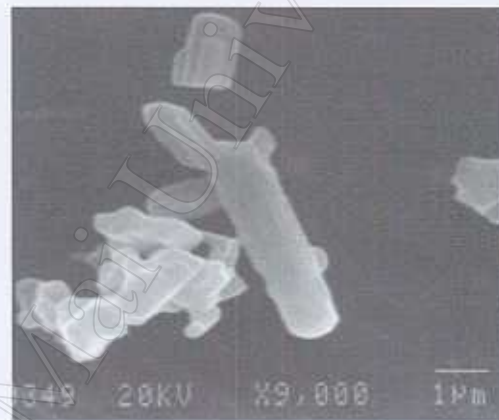
(a)



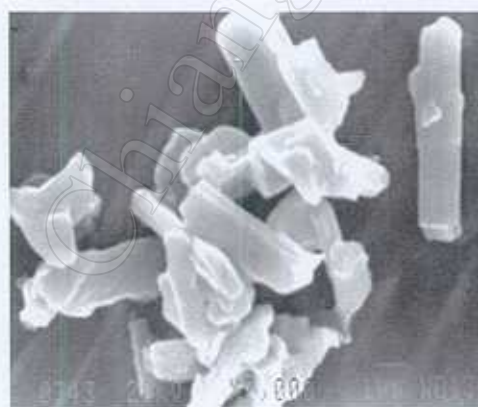
(b)



(c)



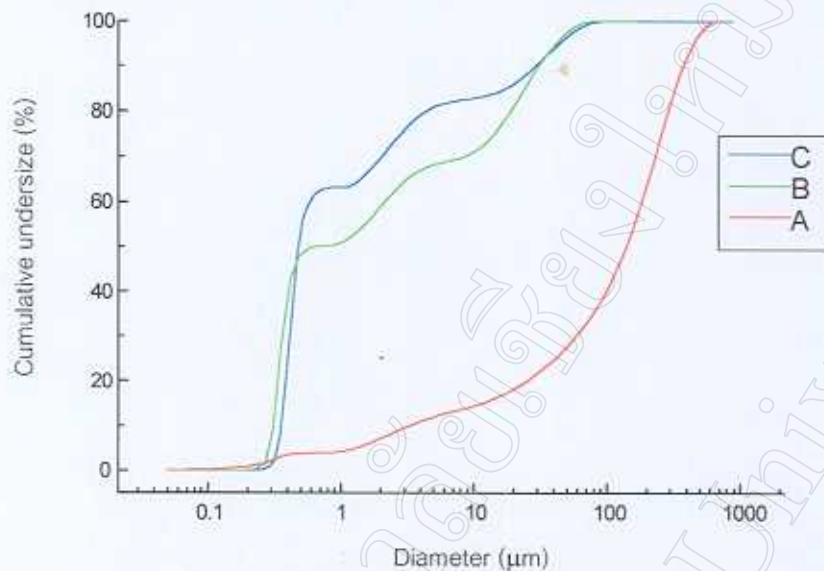
(d)



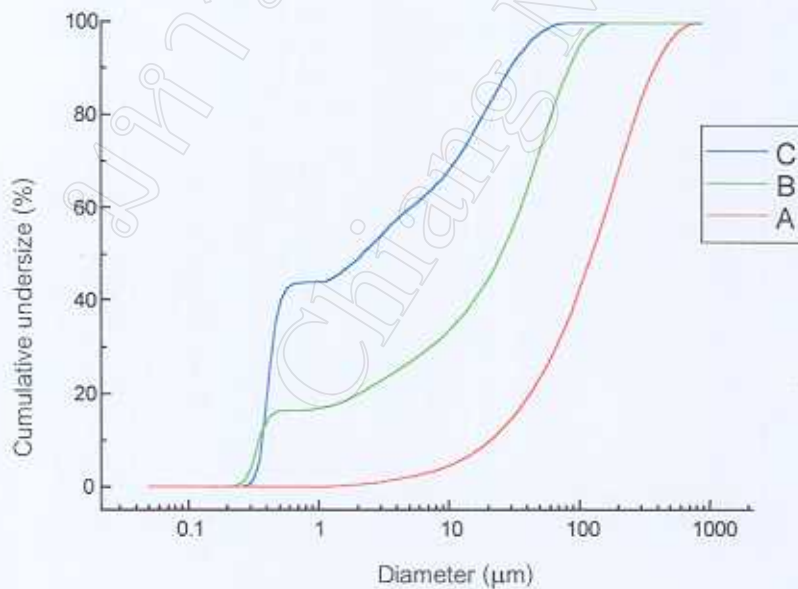
(e)

รูป 3.14 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 900 °C (b) 1000 °C (c) 1100 °C (d) 1200 °C และ (e) 1300 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

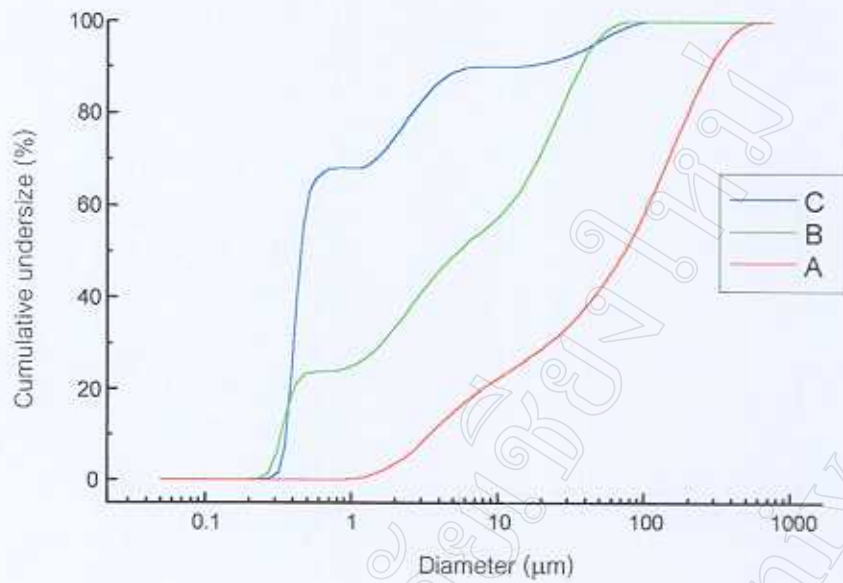
3.7 ผลการวิเคราะห์การแจกแจงของขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค



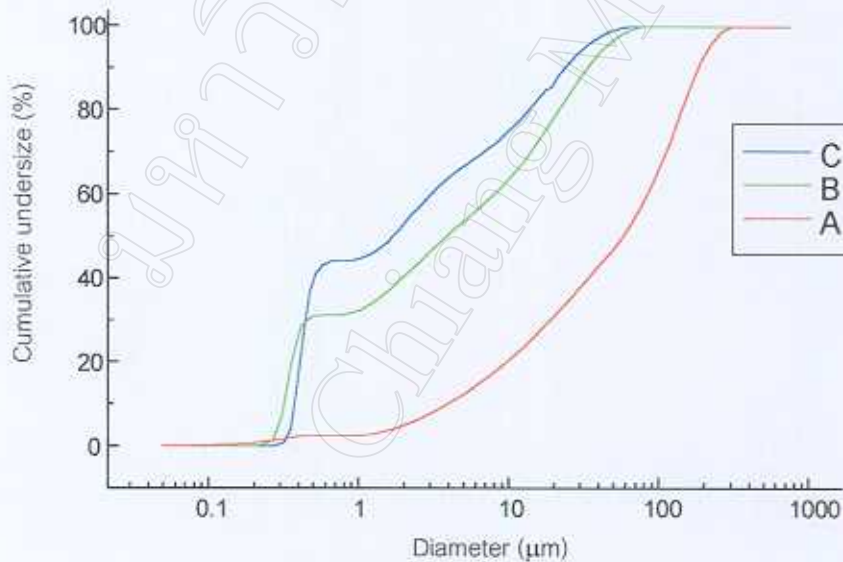
รูป 3.15 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายพีเอช 8.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง



รูป 3.16 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายพีเอช 9.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง



รูป 3.17 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายฟีนอล 10.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง



รูป 3.18 การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมจากสารละลายฟีนอล 11.0 ที่ (A) ไม่ได้ผ่านการบด (B) ถูกบดนาน 30 นาที และ (C) ถูกบดนาน 1 ชั่วโมง