

บทที่ 4

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

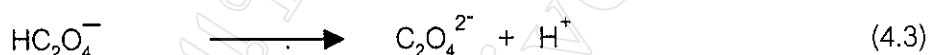
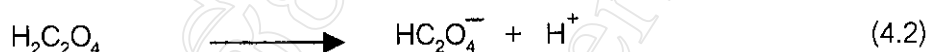
4.1 การตกตะกอนร่วมของไอออนแมกนีเซียมและไนโอเบียม

ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียมสารแมกนีเซียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยใช้แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตและไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น และใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวตกตะกอน การทดลองเริ่มจากการเตรียมสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปของสารละลายก่อน เนื่องจากแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตนั้นละลายได้ในน้ำจึงสามารถใช้น้ำกำจัดไอออนเป็นตัวทำละลายได้ แต่ในขณะที่ไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์ไม่สามารถละลายได้ในน้ำ จึงได้ทดลองใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มาเป็นตัวทำละลาย [5] แทนโดยเมื่อไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์เกิดการละลายพบว่าจะได้สารละลายที่มีสีเหลือง จากรายงานผลการวิจัยของ Yoshikawa และ Uchino [35] พบว่าเมื่อไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์ละลายในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้วจะอยู่ในรูปของสารประกอบเปอร์ออกไซด์ที่มีสีเหลืองซึ่งมีอยู่ด้วยกันสามรูปแบบคือ $\text{Nb}(\text{OH})_4(\text{H}_2\text{O}_2)^+$ (peroxo cation) $\text{NbO}_2(\text{O}-\text{O}_2^-)$ (peroxo anion) และ $\text{HNbO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (peroxo acid) ส่วนการยืนยันถึงรูปแบบของสารประกอบเปอร์ออกไซด์ในสารละลายที่เตรียมได้นั้นจะต้องอาศัยการศึกษาวิเคราะห์กันต่อไป เมื่อเตรียมสารละลายของไนโอเบียมได้แล้วนั้นจะต้องรีบใช้ทันที เนื่องจากถ้าตั้งทิ้งไว้จะพบว่ามีตะกอนสีเหลืองเกิดขึ้นมาแทน นอกจากนี้ปฏิกิริยาการละลายของไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ยังเป็นปฏิกิริยาแบบคายความร้อนอีกด้วย ดังนั้นถ้าหากว่าปฏิกิริยาดังกล่าวเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วก็จะทำให้เกิดความร้อนมาก ทำให้ได้ตะกอนสีเหลืองแทน ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็น $\text{HNbO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [36] การละลายไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์นั้นสามารถทำได้โดยการค่อยๆ เติมนิโอเบียมเพนตะคลอไรด์ลงไปในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ทีละน้อย พร้อมกับทำการลดความร้อนที่เกิดขึ้นโดยการแช่สารละลายไว้ในอ่างน้ำเย็น หรือทำการเติมน้ำเย็นลงไปทีละน้อย ซึ่งในการทดลองนี้ได้ใช้อัตราส่วนของโมลของ $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Nb}$ เป็น 5:1 [37] จากนั้นจึงทำการผสมสารละลายไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์กับสารละลายแมกนีเซียมคลอไรด์โดยใช้อัตราส่วนของโมลของ $\text{Mg}:\text{Nb}$ เป็น 1:2 หลังจากผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกันแล้วจะยังคงได้สารละลายสีเหลืองอยู่ จากนั้นจึงค่อยๆ ทำการเติม

ไดเอธิลออกซาเลตตามปริมาณที่ได้คำนวณไว้คือ ใช้ปริมาณที่เกินพอร้อยละ 30% [14] พร้อมทั้งให้ความร้อนกับสารละลายเพื่อทำให้ไดเอธิลออกซาเลตเกิดการสลายตัวให้กรดออกซาลิกออกมา ดังแสดงด้วยสมการที่ 4.1



ซึ่งกรดออกซาลิกสามารถแตกตัวได้ดังสมการ



ในการทดลองนี้ได้เลือกใช้ไดเอธิลออกซาเลตแทนกรดออกซาลิก เนื่องจากผลการทดลองของ Wang และ คณะ [38] พบว่าเมื่อใช้ไดเอธิลออกซาเลตเป็นตัวตกตะกอนพบว่าตะกอนที่ได้มีลักษณะที่หนึ่กมากกว่า ทำให้สามารถกรองได้ง่ายกว่า เพราะปฏิกิริยาระหว่างกรดและไอออนบวกจะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ โดยขึ้นกับการสลายตัวของไดเอธิลออกซาเลตไปเป็นกรดออกซาลิก เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็วซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดผงที่เกาะกันแน่นเป็นกระจุกและไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และจากหลักของการตกตะกอนที่ได้กล่าวมาแล้วในบทที่หนึ่งที่ว่าถ้าสารละลายมีการเกิดนิวเคลียสอย่างรวดเร็วเนื่องจากมีการเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว ในขณะที่อัตราการเติบโตเป็นไปอย่างช้าๆ จะทำให้ได้ตะกอนที่มีอนุภาคขนาดเล็ก ทำให้เกิดความลำบากในการกรองสารนั่นเอง ดังนั้นอัตราการเกิดปฏิกิริยาของกรดออกซาลิกกับไอออนบวกยังเป็นปัจจัยหนึ่งในการควบคุมขนาดของอนุภาคตะกอนที่ได้เช่นกัน

จากนั้นจึงเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปในการละลายผสมซึ่งมีค่าพีเอชประมาณ 1.0 เพื่อปรับค่าพีเอชและทำให้เกิดการตกตะกอน ขั้นตอนการเลือกใช้ช่วงของค่าพีเอชสำหรับการตกตะกอนนั้นได้ทำโดยการทดสอบการเกิดตะกอนของสารประกอบออกซาเลตของไอออนของโลหะแต่ละตัวดังผลแสดงในตาราง 3.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่าสารประกอบออกซาเลตของแมกนีเซียมเกิดการตกตะกอนในช่วงค่าพีเอชประมาณ 8-11 ในขณะที่สารประกอบออกซาเลตของไนโอเบียมนั้นจะเกิดการตกตะกอนในช่วงค่าพีเอชประมาณ 6-11 ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเลือกค่าพีเอชเท่ากับ 10 เพื่อใช้ในการตกตะกอนไอออนของแมกนีเซียมและไนโอเบียมก่อน แล้วจึงค่อยทำการศึกษาถึงอิทธิพลของค่าพีเอชที่มีต่อพฤติกรรมการตกตะกอนในช่วงอื่นๆ ต่อไป

เมื่อทำการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไป สารละลายผสมพบว่าสารละลายผสมจะเริ่มเกิดการเปลี่ยนแปลงจากสีเหลืองกลายเป็นสารละลายใสไม่มีสีในช่วงค่าพีเอชประมาณ 6-7 เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนรูปของสารประกอบเปอร์ออกไซด์ของไนโอเบียมนั่นเอง จากการศึกษาของ Naradar และ Messing [36] พบว่าที่ค่าพีเอชมากกว่า 4.5 สารละลายของ peroxo-niobium complex จะกลายเป็น $[\text{NbO}(\text{O})_2\text{OH}_2]^-$ ซึ่งเป็นสารไม่มีสี ในขบวนการนี้จะพบแก๊สเกิดขึ้นซึ่งอาจเป็นแก๊สออกซิเจนที่เกิดจากการสลายตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลือดังสมการ 4.4



หรืออาจจะเป็นแก๊สแอมโมเนียที่เกิดขึ้นจากการสลายตัวของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ก็ได้ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำให้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เกิดการสลายตัว [36] เมื่อสารละลายผสมมีค่าพีเอชเท่ากับ 8 พบว่าจะเริ่มมีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น ซึ่งคาดว่าตะกอนสีขาวดังกล่าวน่าจะเป็นสารประกอบออกซาลेटของแมกนีเซียมและไนโอเบียม แต่ยังไม่สามารถบ่งชี้ได้ว่าเป็นสารที่มีสูตรโมเลกุลแบบใด จึงต้องอาศัยการศึกษาวิเคราะห์ที่มากกว่านี้

จากผลงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีหลายปัจจัยด้วยกันที่มีผลต่อการตกตะกอนของสารดังที่ได้กล่าวไว้ในบทนำ ในการทดลองนี้จึงได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดตะกอนโดยการพิจารณาที่ 2 ปัจจัยหลักคือ อุณหภูมิ และค่าพีเอชของสารละลายที่จะทำการตกตะกอน

4.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG-DTA

จากผลการหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแคลไซน์ตะกอนที่ได้โดยใช้เทคนิค TG-DTA ดังแสดงในรูป 3.1 พบว่ากราฟ DTA ที่ได้จะมีพีค endothermic เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิประมาณ 32-100 °C ซึ่งคาดว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเกิดจากการสลายตัวของน้ำและตัวทำละลายที่ยังหลงเหลืออยู่ ส่วนพีคที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิประมาณ 250-350 °C นั้นคาดว่าน่าจะเกิดจากการสลายตัวของหมู่ออกซาลेट [12,14] และนอกจากนี้ยังพบว่ามี exothermic peak เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิประมาณ 590-620 °C ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากกระบวนการเกิดผลึกของแมกนีเซียมไนโอเบต

เมื่อพิจารณาผล DTA ควบคู่ไปกับผล TG ที่ได้พบว่าในช่วงระหว่างอุณหภูมิห้องไปจนถึงที่ประมาณ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีการสูญเสียน้ำหนักของน้ำและออกซาเลต ส่วนที่อุณหภูมิประมาณ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะมีการสูญเสียน้ำหนักอีกประมาณร้อยละ 2.420 ซึ่งน่าจะเกิดจากการสูญเสียหมู่ออกซาเลตที่ยังหลงเหลืออยู่ และพบว่าหลังจากนั้นสารจะมีน้ำหนักคงที่ เมื่อพิจารณาผลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคทั้งสองนี้พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมแก่การเผาแคลไซน์ตะกอนออกซาเลตที่เตรียมได้ให้เกิดเป็นผลึกของแมกนีเซียมไนโอเบตจะเริ่มที่ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$

4.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

จากการศึกษาตะกอนแมกนีเซียมไนโอเบตออกซาเลตโดยเทคนิค FT-IR โดยการวิเคราะห์ตะกอนที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ $200\text{--}600\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อศึกษาถึงพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น ดังผลการทดลองที่แสดงไว้ใน รูป 3.2 จากรูปจะเห็นได้ว่าสเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์ตะกอนที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์มีพิกที่ตำแหน่ง $400\text{--}900\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพิกของไฮดรอกซิลของโลหะที่เกิดการโคออร์ดิเนตกับอะตอมของออกซิเจน และนอกจากนี้ยังมีพิกที่ 1450 cm^{-1} และ 1600 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิกที่เกิดขึ้นจากการสั่นของหมู่คาร์บอกซิเลตที่ไม่อิสระแบบ asymmetric stretching และ symmetric stretching ตามลำดับ ในขณะที่พิกของหมู่คาร์บอกซิเลตที่อิสระซึ่งไม่จับกับอะตอมของโลหะจะปรากฏเป็นพิกของการสั่นสะเทือนที่ประมาณ $1735\text{--}1705\text{ cm}^{-1}$ ส่วนพิกที่ $3570\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ [32] แสดงถึงการสั่นสะเทือนของหมู่ O-H แบบ stretching ของโมเลกุลของน้ำซึ่งเป็นผลึกที่เกาะอยู่กับตะกอน และเมื่อพิจารณาถึงผลการศึกษาวิจัยของ Hong และคณะ [5] ที่ได้ทำการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตโดยใช้วิธีไฮดรอตาล และพบว่าจะมีหมู่คาร์บอกซิเลตที่เกาะอยู่กับโลหะโดยจะแสดงสเปกตรัมที่ 1600 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพฤติกรรมการสั่นแบบ asymmetric stretching และ symmetric stretching ตามลำดับ

จากรูป 3.2 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น ค่าความเข้มของพิก O-H จะลดลงเรื่อยๆ และหายไปที่อุณหภูมิประมาณ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ เนื่องจากสารตัวอย่างไม่มีผลึกของน้ำอยู่ในโมเลกุลอีกต่อไปนั่นเอง ส่วนพิกที่เกิดขึ้นที่ 1450 และ 1600 cm^{-1} นั้นพบว่ามีค่าความเข้มของพิกลดลงเรื่อยๆ เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้นเช่นเดียวกัน ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการสลายตัวของหมู่ออกซาเลตออกไป ในขณะที่พิกในช่วงประมาณ $400\text{--}900\text{ cm}^{-1}$

จะยังคงมีอยู่เสมอแม้ว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ แสดงให้เห็นว่ายังคงมีการเกิดพันธะระหว่างโลหะและออกซิเจนอยู่ในสารตัวอย่าง จากการใช้เทคนิค FT-IR ดังกล่าวนี้นี้ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าไม่มีส่วนของสารประกอบของสารอินทรีย์หลงเหลืออยู่ในสารตัวอย่างที่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยใช้ระยะเวลาเผาแซนนาน 2 ชั่วโมง เพราะสารประกอบอินทรีย์จะต้องมีการสั่นสะเทือนอยู่ในช่วงเลขคลื่นที่ทำการศึกษา ซึ่งเมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ร่วมกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG-DTA ดังที่ได้กล่าวมาพบว่ามีคุณสมบัติคล้อยกันดีและยืนยันถึงเงื่อนไขของอุณหภูมิที่เหมาะสมแก่การเผาไหม้ที่ 600 °C

4.4 การตรวจสอบการเกิดเฟสของแมกนีเซียมไนโอเบต

เมื่อนำสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแซนนาน 2 ชั่วโมง ไปตรวจสอบพฤติกรรมของการเกิดเฟสด้วยเทคนิค XRD พบว่าให้ผลดังแสดงในรูป 3.8 (c) โดยมีพีคหลักของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22.600 28.600 และ 37.000 ตามลำดับ ซึ่งเมื่อนำมาสอบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS ที่มีอยู่พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสาร Nb₂O₅ ที่อยู่ในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 27-1313 ที่มีพีคหลักอยู่ที่ตำแหน่ง 2θ เป็น 22.606 28.309 และ 34.371 มากที่สุด แต่อย่างไรก็ตามกลับไม่พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ตรงกับพีคหลักของแมกนีเซียมออกไซด์แต่อย่างใด ดังนั้นจึงได้ทำการตรวจวิเคราะห์ชนิดของธาตุในบริเวณที่จำกัดด้วยการใช้เทคนิค EDS เพื่อเป็นการยืนยันชนิดของสารประกอบที่เตรียมได้ต่อไป

4.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

เมื่อนำสารดังกล่าวไปทำการตรวจวิเคราะห์ชนิดของธาตุที่มีอยู่ภายในบริเวณจำกัด (เส้นผ่านศูนย์กลางของโพรบประมาณ 50 นาโนเมตร) ด้วยเทคนิค EDS พบว่าให้ผลดังแสดงในรูป 3.11 ซึ่งพบว่ามีสเปกตรัมเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของค่าพลังงานประมาณ 1.3 keV ซึ่งเป็นตำแหน่งที่ตรงกับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ของชั้น K ของอะตอมแมกนีเซียมพอดี และนอกจากนี้ยังมีพีคที่ตำแหน่งของค่าพลังงานประมาณ 2.20 keV ซึ่งเป็นตำแหน่งที่ตรงกับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ของชั้น L ของอะตอมไนโอเบียมพอดีเช่นกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารประกอบที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมงนี้มี Mg และ Nb เป็นองค์ประกอบหลักอยู่จริง และเมื่อนำผลการทดลองที่ได้ไปสอบเทียบกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของ

MgNb_2O_6 ที่ศึกษาโดย Ananta และคณะ [10] พบว่ามีความสอดคล้องกันเป็นอย่างดี กล่าวคือ จะพบพีคของพลังงานเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของ Mg ที่ 1.3 keV และ Nb ที่ 2.2 keV เช่นเดียวกัน

เมื่อทำการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างดังกล่าวกับสารประกอบแมกนีเซียมและไนโอเบียมทั้งหมดที่มีปรากฏอยู่ในฐานข้อมูล JCPDS (ปี ค.ศ. 2000) อีกครั้งพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างส่วนใหญ่จะมีความใกล้เคียงกับรูปแบบของสารประกอบ MgNb_2O_6 ใน JCPDS หมายเลข 33-0875 มากที่สุด ดังนั้นสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จึงน่าจะเป็น MgNb_2O_6 มากกว่า Nb_2O_5 เพราะจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นั้นไม่ปรากฏว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแมกนีเซียมออกไซด์อยู่แต่อย่างใด และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS นั้นยืนยันได้ว่าในสารประกอบดังกล่าวนี้มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบอยู่จริง แต่อย่างไรก็ตามสารที่เตรียมได้อาจจะเป็นสารที่มีสูตร MgNb_2O_6 ที่มีเฟสแตกต่างออกไปจาก MgNb_2O_6 หมายเลข 33-0875 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบออร์โธโรมบิกก็ได้ เพราะในปัจจุบันมีรายงานว่า MN นั้นเป็นพวก polymorph ที่มีอยู่หลายรูปแบบ [10] แต่เนื่องจากยังมีการศึกษาวิจัยในเรื่องของโครงสร้างผลึกของ MN อยู่ค่อนข้างน้อยทำให้ขาดข้อมูลพื้นฐานในเรื่องดังกล่าว และคาดว่าสารดังกล่าวนี้น่าจะมีโครงสร้างผลึกที่คล้ายคลึงกับของ Nb_2O_5 โดยอาจจะอยู่ในรูปแบบที่เรียกว่า derivative structure ซึ่งในปัจจุบันนี้ยังไม่มีข้อมูลปรากฏอยู่ในฐานข้อมูล JCPDS ที่จะบ่งชี้ได้ว่าเป็นเฟสใด จำเป็นจะต้องอาศัยการศึกษาวิจัยเพิ่มเติมต่อไปโดยการอาศัยการใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ควบคู่ไปกับการใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ในการจำลองโครงสร้างและรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นหรือใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของนิวตรอนควบคู่ไปกับการวิเคราะห์ข้อมูลโครงสร้างผลึกด้วยวิธี Rietveld ดังเช่นในตัวอย่างงานวิจัยที่มีปรากฏในการศึกษาสารชนิดอื่นๆ เช่น PMN [39, 40, 41] และ $\text{La}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ [42] เป็นต้น

4.6 ผลของอุณหภูมิในการตกตะกอน

จากการศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิของสารละลายที่จะทำการตกตะกอนโดยได้ทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 70.0 75.0 และ 80.0 °C ด้วยการใช้สารละลายที่มีค่าพีเอชคงที่ที่ 10.0 และใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เป็นเงื่อนไขควบคุม จากนั้นจึงทำการตรวจสอบพฤติกรรมของการเกิดเฟสของแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยเทคนิค XRD ดังผลแสดงในรูป 3.6 ซึ่งจากรูปจะเห็นว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารที่ได้จากการตกตะกอนด้วยการ

ใช้อุณหภูมิทั้งสามค่านี้มีความคล้ายคลึงกันมาก โดยมีพีคหลักอยู่ที่ค่า 2θ เท่ากับ 22.600 28.600 และ 37.000 ซึ่งเป็นชุดรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ตรงกับของ MgNb_2O_6 ดังที่ได้กล่าวมานั่นเอง ซึ่งผลการทดลองนี้ได้แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิของสารละลายไม่ค่อยมีผลต่อพฤติกรรมการก่อเกิดเฟสของ MgNb_2O_6 นัก แต่เมื่อพิจารณาถึงน้ำหนักของตะกอนที่ได้ดังแสดงในตาราง 3.2 กลับพบว่าเมื่ออุณหภูมิของสารละลายที่ทำการตกตะกอนเพิ่มมากยิ่งขึ้นจะทำให้ได้ตะกอนที่มีน้ำหนักมากขึ้นด้วย โดยการตกตะกอนที่อุณหภูมิ 80.0 °C จะทำให้ได้ตะกอนที่มีน้ำหนักมากที่สุด ซึ่งคาดว่าอาจเป็นผลมาจากอุณหภูมิในสารละลายไปมีผลต่อการสลายตัวของไดเอซิลออกซาเลตไปเป็นกรดออกซาลิก โดยเมื่อใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นจะทำให้ไดเอซิลออกซาเลตสามารถเกิดการสลายตัวได้ดีขึ้น จึงทำให้ตะกอนที่ได้มีน้ำหนักมากขึ้นนั่นเอง ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้อุณหภูมิในการตกตะกอนที่ 80.0 °C มาเป็นอุณหภูมิของสารละลายที่ใช้ในการตกตะกอนสารประกอบออกซาเลตของแมกนีเซียมและไนโอเบียม

4.7 ผลของค่าพีเอชในสารละลายที่ทำการตกตะกอน

เมื่อสามารถทำการหาค่าของอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตกตะกอนในสารละลาย (80 °C) ได้แล้วจึงได้ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าพีเอชในสารละลายที่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสบ้าง โดยได้เลือกทำการศึกษาสารละลายที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 8 9 10 และ 11 โดยการนำตะกอนที่ได้จากสารละลายแต่ละค่าพีเอชไปเผาแคลไซน์ที่ 600 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังผลแสดงในรูป 3.7 พร้อมกับข้อมูลน้ำหนักของตะกอนแสดงในตาราง 3.3-3.5 จากรูป 3.7 จะเห็นได้ว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารที่เตรียมได้จากการตกตะกอนสารละลายที่มีค่าพีเอชต่างกันทั้งหมดมีรูปแบบที่คล้ายคลึงกัน โดยมีพีคหลักอยู่ที่ค่า 2θ เท่ากับ 22.600 28.600 และ 37.000 ซึ่งมีความคล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ MgNb_2O_6 ดังที่ได้กล่าวมา ซึ่งถือได้ว่าการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยเทคนิคออกซาเลตในงานวิจัยนี้มีความเสถียรของการตกตะกอนอยู่ในช่วงค่าพีเอชที่กว้าง (ตั้งแต่ 8-11)

4.8 ผลของอุณหภูมิแคลไซน์ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร

จากการศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ MgNb_2O_6 โดยได้ทำการเผาตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนสารละลายที่อุณหภูมิ 80°C และมีค่าพีเอชเป็น 10 ด้วยการใช้อุณหภูมิแคลไซน์ในช่วง $500\text{--}1300^\circ\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้ไปทำการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ผลดังแสดงในรูป 3.8-3.10

จากรูป 3.8(a) และ 3.8(b) ซึ่งแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตะกอนที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์ และของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500°C ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าไม่มีร่องรอยของเฟส MgNb_2O_6 เกิดขึ้นเลย และพิกที่ที่เกิดขึ้นก็มีความเข้มที่ค่อนข้างต่ำมากจนไม่สามารถทำการบ่งชี้ได้อย่างแม่นยำว่าเป็นเฟสใด ส่วนรูป 3.8(c) นั้นเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 600°C ซึ่งพบว่ามีพีคหลักอยู่ที่ค่า 2θ เท่ากับ 22.600 28.600 และ 37.000 ซึ่งมีความคล้ายคลึงกับชุดค่า 2θ ของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสาร MgNb_2O_6 ดังที่ได้เคยกล่าวมานั่นเอง

จากรูป 3.9(a) ซึ่งเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700°C จะเห็นได้ว่ารูปแบบของชุดพิกที่ได้ยังคงมีความคล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงที่ผ่านการเผาที่ 600°C ส่วนรูป 3.9 (b) ซึ่งเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 800°C นั้นพบว่าโดยทั่วไปแล้วมีชุดของพิกส่วนใหญ่คล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C แต่พิกที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 28.600 จะเริ่มปรากฏการแยกออกเป็น 2 พิกคือ ที่ตำแหน่งของค่า 2θ เท่ากับ 28.300 และที่ 2θ เท่ากับ 28.900 แต่ข้อมูลที่ได้นี้ยังไม่เพียงพอที่จะสามารถบ่งชี้ชัดได้ว่าเป็นเฟสของสารใด

เมื่อได้ทำการทดลองเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้นเป็นที่ 900°C (รูป 3.9(d)) 1000°C 1100°C 1200°C และ 1300°C (รูป 3.10) พบว่าสารที่เกิดขึ้นจะมีพีคของเฟส $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$ เกิดขึ้น โดยมีพีคหลักที่ตำแหน่งของค่า 2θ เท่ากับ 24.766 24.766 และ 25.886 ซึ่งตรงกับข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 26-1219 ที่มีเฟสเป็นแบบโมโนคลินิก และนอก

จากนี้ยังพบอีกว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้นจะทำให้เกิดเฟสของ $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$ มากยิ่งขึ้นตามไปด้วย

4.9 ผลของระยะเวลาเผาแช่ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร

จากการศึกษาถึงอิทธิพลของระยะเวลาในการเผาแช่ที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังผลแสดงในรูป 3.3-3.5 พบว่าไม่สามารถยืนยันชนิดของเฟสที่ปรากฏจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกที่ผ่านการเผาที่ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมงได้ (รูป 3.3(a)) ส่วนผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 3 และ 4 ชั่วโมง (รูป 3.3 (b) และ (c)) นั้น พบว่ามีลักษณะของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่คล้ายคลึงกับเฟสของ MgNb_2O_6 เช่นเดียวกับที่พบในผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง

รูป 3.4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมงซึ่งไม่สามารถบ่งชี้ได้ว่าเป็นเฟสของสารใด ส่วนผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 3 และ 4 ชั่วโมงนั้นกลับพบว่า มีลักษณะของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่คล้ายคลึงกันและตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ซึ่งตรงกับเฟสของ MgNb_2O_6 ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น

รูป 3.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่นาน 1 2 ชั่วโมงและ 3 ชั่วโมงซึ่งจะเห็นได้ว่ามีลักษณะของรูปแบบที่คล้ายคลึงกันกับผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแช่เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ซึ่งสอดคล้องกับเฟสของ MgNb_2O_6 ดังที่กล่าวมา

จากผลการทดลองที่ได้ทั้งหมดจะเห็นได้ว่าอุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาแคลไซน์มีอิทธิพลอย่างมากต่อการเกิดเฟสของสาร ในงานวิจัยนี้สามารถทำการเตรียมสารประกอบของแมกนีเซียมไนโอเบตได้ด้วยการใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยการให้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง หรือการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยให้ระยะเวลาเผาแช่นาน 1 ชั่วโมง เมื่อนำ

มาพิจารณาเปรียบเทียบกับผลการศึกษาของ Saha และคณะ [20] ที่ได้ทำการทดลองเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์โดยต้องทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงถึง 1100°C และใช้เวลาในการเผาประมาณ 20 ชั่วโมง และผลการทดลองของ Ananta และคณะ [10] ที่ได้ทำการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยเทคนิคการบดย่อยแบบสั่นกระแทกโดยต้องทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150°C และใช้ระยะเวลาในการเผาประมาณ 4 ชั่วโมงจึงจะได้เฟสของแมกนีเซียมไนโอเบตที่บริสุทธิ์ จะเห็นได้ว่าวิธีการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตโดยวิธีออกซาเลตที่ใช้ในงานวิจัยนี้สามารถลดระดับของอุณหภูมิที่ต้องใช้ในการเผาแคลไซน์และระยะเวลาในการเผาแห้งได้อย่างมาก ทำให้สามารถลดปริมาณพลังงานและค่าใช้จ่ายในการผลิตผงแมกนีเซียมไนโอเบตได้เป็นอย่างดีอีกด้วย

4.10 ลักษณะสัณฐานและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

4.10.1 ผลของค่าพีเอชต่อขนาดอนุภาค

เมื่อนำผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาประมาณ 2 ชั่วโมงที่ได้จากการตกตะกอนสารละลายที่มีค่าพีเอชต่างๆ ไปตรวจสอบหาลักษณะสัณฐานด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังผลแสดงในรูป 3.12 พบว่าลักษณะของผงที่เตรียมได้จากทุกค่าพีเอชจะมีความคล้ายคลึงกันกล่าวคือ มีลักษณะเป็นอนุภาคของผงละเอียดที่เกาะกันแน่นเป็นก้อนกระจุก โดยอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลม ในขณะที่อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะมีรูปร่างที่ไม่ค่อยแน่นอนเนื่องจากเกิดมาจากการเกาะกลุ่มกันแน่นของอนุภาคที่มีขนาดเล็กแบบไม่สม่ำเสมออีกทีนั่นเอง เมื่อพิจารณาถึงขนาดของอนุภาคผงที่เตรียมได้โดยเฉลี่ยจากรูปถ่าย SEM เหล่านี้พบว่าผงที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 0.1-0.4 ไมโครเมตร

เมื่อนำผงที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบพฤติกรรมการแตกตัวของขนาดอนุภาคผงด้วยการใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาคพบว่าได้ผลดังแสดงในรูป 3.15-3.18 เมื่อพิจารณารูปที่ 3.15 ซึ่งแสดงพฤติกรรมการแตกตัวของขนาดอนุภาคของผงที่เตรียมได้จากการตกตะกอนสารละลายที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 8 ทั้งแบบที่ไม่ได้ผ่านการบด (A) แบบที่ผ่านการบดเป็นเวลานาน 30 นาที (B) และแบบที่ผ่านการบดเป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง (C) จะเห็นได้ว่าผงที่ไม่ได้ผ่านการบดย่อยลดขนาดเลยจะมีพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงที่กว้างประมาณ 0.1-400 ไมโครเมตร

ซึ่งจัดได้ว่าเป็นช่วงที่กว้างมากเมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลจากรูปถ่าย SEM ที่แสดงภาพของอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดประมาณ 0.1-0.4 ไมโครเมตร เท่านั้น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของผงที่เตรียมได้มีการเกาะกันอยู่แน่นโดยไม่แตกออกเป็นอนุภาคเดี่ยว แต่เมื่อนำสารดังกล่าวไปทำการบดแล้วจึงนำไปวิเคราะห์พฤติกรรมการกระจายตัวพบว่าให้ผลดังแสดงด้วยกราฟ B ซึ่งจะเห็นได้ว่าประมาณครึ่งหนึ่งของปริมาณอนุภาคเดิมมีขนาดเปลี่ยนไปอยู่ที่ประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร โดยอนุภาคที่เหลือมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 1-60 ไมโครเมตร และเมื่อนำสารตัวอย่างไปทำการบดโดยเพิ่มเวลาในการบดให้นานถึง 1 ชั่วโมงแล้วจึงนำไปตรวจสอบพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอีกครั้ง พบว่าประมาณร้อยละ 65 ของอนุภาคทั้งหมดมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอยู่ที่ช่วงประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร ส่วนผงที่เตรียมได้จากการตกตะกอนสารละลายที่มีค่าพีเอช 9 10 และ 11 พบว่าให้ผลในทำนองเดียวกันนี้ดังแสดงในรูป 3.16 3.17 และ 3.18 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วจะเกิดมีการเกาะกันเป็นก้อนกระจุกเสมอ ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคของผงที่เตรียมได้มีขนาดเล็กมากจึงทำให้เกิดความไม่เสถียรเพราะมีพลังงานพื้นผิวสูงมากจึงพยายามเกาะกันเป็นก้อนกระจุกเพื่อลดพลังงานพื้นผิวนั่นเอง ดังนั้นวิธีการเตรียมผงด้วยเทคนิคออกซาเลตจึงสามารถช่วยให้ได้ผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่มีขนาดอนุภาคเล็กอยู่ในช่วงประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร ได้ดี แต่อย่างไรก็ตามผงที่เตรียมได้ดังกล่าวก็มักจะเกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนกระจุกอยู่เสมอ จำเป็นต้องอาศัยเทคนิคการบดย่อยเข้ามาช่วยอีกที ซึ่งพฤติกรรมดังกล่าวนี้มีความสอดคล้องกับผลการศึกษาของ Hong และคณะ [5] ที่ได้ทำการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พวกเขาสามารถทำการเตรียมผง MN ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กได้โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 0.53 ไมโครเมตร และพบว่าผงที่ได้จะเกิดการยึดเกาะกันเป็นก้อนกระจุกเช่นเดียวกัน

ส่วนผลการศึกษาของ Ananta และคณะ [10] นั้นพบว่าการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์จะได้อนุภาคผงที่มีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีขนาดค่อนข้างโตโดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วงประมาณ 1-15 ไมโครเมตรและมีการเกาะกันเป็นก้อนกระจุกบ้างเล็กน้อย

4.10.2 ผลของอุณหภูมิแคลไซน์ต่อลักษณะสัณฐานของผง

จากการศึกษาถึงพฤติกรรมของการเปลี่ยนแปลงของลักษณะสัณฐานของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิในช่วง 500-1300 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง พบว่าให้ผลดังแสดงในรูป 3.13 และ 3.14

รูป 3.13(a) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C ซึ่งจะเห็นได้ว่าลักษณะของผงที่ได้มีรูปร่างเป็นทรงกลมที่มีขนาดไม่เท่ากัน โดยกลุ่มผงที่มีขนาดเล็กจะมีการเกาะกันแน่น ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยประมาณ 0.25-1.12 ไมโครเมตร ซึ่งคาดว่าผงที่มีขนาดอนุภาคใหญ่น่าจะเกิดขึ้นจากกระบวนการเติบโตของผงที่มีขนาดเล็กบางเกรนนั่นเอง

รูป 3.13(b) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C ซึ่งมีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมที่ยึดเกาะกันเป็นก้อนกระจุกโดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วงประมาณ 0.17-0.50 ไมโครเมตร

รูป 3.13(c) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C ซึ่งมีลักษณะโดยทั่วไปคล้ายคลึงกับผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C และประกอบไปด้วยผงที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกันสองกลุ่มที่มีการยึดเกาะกันอยู่อย่างหนาแน่น

รูป 3.13(d) และ 3.14(a) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C และ 900 °C ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าอนุภาคผงเหล่านี้มีร่องรอยของการหลอมรวมตัวเข้าหากันอยู่มาก แต่ก็ยังพอที่จะสังเกตเห็นได้ว่าอนุภาคของผงเหล่านี้มีรูปร่างเป็นทรงกลม

รูป 3.14(b) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °C ซึ่งโดยทั่วไปแล้วจัดว่ามีรูปร่างของอนุภาคไม่แน่นอน และมีหลายบริเวณที่สังเกตพบการหลอมติดกันของอนุภาค แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิแคลไซน์ที่ใช้ค่อนข้างสูงเกินไป

ส่วนรูป 3.14(c) 3.14(d) และรูป 3.14(e) นั้นแสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °C 1200 °C และ 1300 °C ตามลำดับ ซึ่งจะสังเกตเห็นได้ว่าอนุภาคผงที่ได้มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งสี่เหลี่ยมผืนผ้ามีขนาดที่แตกต่างกันไป ซึ่งเป็นลักษณะสัณฐานที่แตกต่างไปจากที่พบในกรณีของผงที่เผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่ำ (500-1000 °C) อย่างชัดเจน จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์เกิดมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจากทรงกลมไปเป็นแท่งสี่เหลี่ยมได้เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงกว่า 1000 °C ขึ้นไป เมื่อนำข้อมูล SEM

เหล่านี้ไปพิจารณาร่วมกันผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าในช่วงอุณหภูมิแคลไซน์ 600-700 °C ผงที่มีลักษณะเป็นทรงกลมนั้นมีเฟสที่ตรงกับของ MgNb_2O_6 นั้นเอง และในขณะที่ ผงที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 1100-1300 °C นั้นพบว่าการเกิดขึ้นของเฟสที่ตรงกับ $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแท่งเหล็มนั้นเป็นอนุภาคของ $\text{Mg}_{0.66}\text{Nb}_{11.33}\text{O}_{29}$ ดังนั้นการศึกษาลักษณะสัณฐานของอนุภาคผงที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จึงเป็น ข้อมูลที่มีประโยชน์ต่อการจำแนกชนิดของเฟสได้ในระดับหนึ่งด้วย

4.11 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้พบว่าสามารถทำการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตได้ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมแบบออกซาเลต โดยใช้ไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์และแมกนีเซียมเฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และมีไดเอทิลออกซาเลตเป็นตัวตกตะกอน โดยการใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Mg: Nb เป็น 1: 2 สำหรับสภาวะที่เหมาะสมต่อการตกตะกอนคือ การใช้อุณหภูมิสารละลายในช่วงประมาณ 70.0-80.0 °C และที่ค่าพีเอชอยู่ในช่วงประมาณ 8-11 ส่วนเงื่อนไขของการแคลไซน์ที่สามารถใช้ในการเตรียมสารโดยใช้พลังงานน้อยที่สุดคือการเผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 500 °C โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง หรือการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 1 ชั่วโมง ซึ่งผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมได้นี้ น่าจะเป็นเฟสที่มีโครงสร้างผลึกที่คล้ายคลึงกับของไนโอเบียมออกไซด์ สำหรับลักษณะสัณฐานของผงที่เตรียมได้นั้นโดยทั่วไปแล้วมีลักษณะเป็นทรงกลมที่เกาะกันแน่นเป็นก้อนกระจุกซึ่งสามารถทำลายการเกาะกันได้ด้วยวิธีการบด ส่วนพฤติกรรมการแตกตัวของขนาดอนุภาคส่วนใหญ่นั้นอยู่ที่ประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร ซึ่งถือว่าอนุภาคมีขนาดเล็ก เมื่อนำไปทำปฏิกิริยากับเลดออกไซด์เพื่อเตรียมเป็นเลดแมกนีเซียมไนโอเบต คาดว่าน่าจะทำให้สามารถเตรียมผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดอนุภาคที่เล็กซึ่งเหมาะสมต่อการใช้งานต่อไปได้ดี

4.12 ข้อเสนอแนะ

1. ในงานวิจัยนี้ยังไม่สามารถอธิบายถึงกลไกการเกิดตะกอนรวมทั้งปฏิกิริยาของตะกอนที่ได้ จึงน่าจะเป็นประเด็นที่น่าสนใจอันหนึ่งสำหรับการศึกษาวิจัยต่อไปในอนาคต
2. ควรทำการศึกษาหาโครงสร้างผลึกของผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) แล้วนำข้อมูลที่ได้ไปจำลองโครงสร้างผลึกโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่จำเพาะเพื่อหาข้อมูลมายืนยันชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น
3. ควรทำการศึกษาถึงอิทธิพลของเวลาที่ทำการตั้งตะกอนทิ้งไว้ที่มีต่อขนาดอนุภาคของตะกอนรวมทั้งขนาดอนุภาคของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์
4. การศึกษาวิจัยเรื่องขนาดอนุภาคและพฤติกรรมการแตกแฉงของขนาดอนุภาคผงที่เตรียมได้จากเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ต่างๆ พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของการบดย่อยควบคู่ไปด้วยก็เป็นเรื่องที่น่าสนใจ และ
5. ควรทดลองนำผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมได้ไปใช้เป็นตัวกลางในการเตรียมสารเลดแมกนีเซียมไนโอเบตต่อไป พร้อมกับตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงที่เตรียมได้