ต้นฉบับ หน้าขาดหาย

CORRELATION OF SOL-GEL PROCESSING PARAMETERS WITH MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF CERAMIC PRODUCT

Ms. Nopporn Thanabodeekij

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklaoma,
and Case Western Reserve University
2002

ISBN 974-03-1607-7

10 ก.ย. 2546
I20692110

Thesis Title	:	Correlation of Sol-gel Processing Parameters with Microstructure and Properties of Ceramic Product
By	:	Ms.Nopporn Thanabodeekij
Program	:	Polymer Science
Thesis Advisors	:	Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit
		Prof. Alexander M. Jamieson

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

K. Bunyakiat
..... College Director
(Assoc. Prof. Kunchana Bunyakiat)

Thesis Committee:

Sujitra Wongkasemjit
.....
(Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit)

.....
(Prof. Alexander M. Jamieson)

Anuvat Sirivat
.....
(Assoc. Prof. Anuvat Sirivat)

N. Yanumet
.....
(Asst. Prof. Nantaya Yanumet)

บทคัดย่อ

นพพร ธนบดีกิจ : สหสัมพันธ์ของปัจจัยที่ใช้ในกระบวนการโซล-เจลต่อโครงสร้างภายในของผลิตภัณฑ์เซรามิกซ์ (Correlation of Sol-gel Processing Parameters Microstructure and Properties of Ceramic Product), อาจารย์ที่ปรึกษา: รศ.ดร.สุจิตรา วงศ์เกษมจิตต์ และ ศ. อเลกซานเดอร์ เอ็ม. เจมิสัน 46 หน้า ISBN 974-03-1607-7

แมกนีเซียมอลูมิเนตสปิลเนลที่มีความบริสุทธิสูงสามารถเตรียมผ่านกระบวนการทางเคมีที่มีชื่อเรียกว่า "Oxide One Pot Synthesis Process, (OOPS)" โดยใช้อุณหภูมิต่ำ สารตั้งต้นที่ได้จากกระบวนการนี้เป็นสารประเภทโลหะแอลคอกไซต์ เมื่อนำไปผ่านกระบวนการโซล-เจล โดยกระบวนการนี้จะมีบทบาทสำคัญในการควบคุมลักษณะทางกายภาพของสาร ซึ่งมีผลต่อเนื่องไปถึงการนำสารเหล่านั้นมาใช้งาน เช่น ใช้ทำเป็นหัววัดความชื้น เพื่อศึกษาถึงความแตกต่างของสมบัติภายใต้สภาวะที่ควบคุม สารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 8-12 ได้นำมาใช้เป็นตัวย่อยสลายเพื่อศึกษาผลกระทบระหว่างสารละลายแต่ละ พีเอช กับสมบัติทางกายภาพที่เปลี่ยนแปลงไป เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคือ ฟูริเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์, เอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์, สแกนนิ่งอิเลกตรนไมโครสโคป และ การหาพื้นที่ผิวโดยเทคนิค บีอีที จากการทดลอง พบว่าสารตั้งต้นที่ผ่านกระบวนการ "โซล-เจล" มีการกระจายของขนาดช่องว่างภายในผลึกที่แคบมาก และยังก่อให้เกิดผลึกที่มีความสมบูรณ์สูง นอกจากนี้ยังมีความสามารถในการดูดซับโมเลกุลของน้ำบริเวณผิวหน้าสูงถึง 0.3 กรัมน้ำ/กรัมสารตัวอย่าง ซึ่งจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดความชื้นในอากาศที่มีประสิทธิภาพสูงได้

ABSTRACT

4372013063 : POLYMER SCIENCE PROGRAM
Nopporn Thanabodeekij: Correlation of Sol-gel Processing Parameters Microstructure and Properties of Ceramic Product.
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit and Prof. Alexander M. Jamieson, 46 pp. ISBN 974-03-1607-7
Keywords : Sol-gel process/ Magnesium Aluminate/ Metal Alkoxides/ Humidity sensor/ Rheological property

Very high purity $MgAl_2O_4$ spinel precursor can be prepared via the low temperature process called "Oxide One Pot Synthesis Process (OOPS)". Sol-gel processing of such precursors offers the opportunity to prepare spinels with controlled microstructures, which is key to optimizing their properties for application as humidity sensors. Sol-gel processing of a double alkoxide precursor was carried out in buffer solutions in the range pH 8-12, to investigate the effect on the physical properties of the sintered ceramic products. The structure and morphology of the latter were characterized using FTIR, XRD, SEM and BET surface area measurements. Sol-gel processing results in a sintered product with narrow pore size distribution and containing a spinel phase of high crystallinity. At higher pH values, increasing amounts of an α-Al_2O_3 phase are formed. At all pH values, the sintered product exhibits high water adsorption, up to 0.31 g H_2O/g sample.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author greatly appreciates her advisors and her committee, Prof. Alexander M. Jamieson, Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit for their useful suggestions and recommendation including problem solving which made this thesis successful. She also would like to give special thank to Assoc. Prof. Anuvat Sirivat for his kindness in training how to use the liquid rheology instrument and giving valuable information.

She would like to thank all PPC staffs and friends for their help and facilities during the two academic years.

Finally, acknowledgement is gratefully made to her family for their help, love, understanding, and financial support.

TABLE OF CONTENTS

		PAGE
	Title Page	i
	Abstract (in English)	iii
	Abstract (in Thai)	iv
	Acknowledgements	v
	Table of Contents	vi
	List of Tables	vii
	List of Figures	viii
CHAPTER		
I	**INTRODUCTION**	1
II	**CORRELATION OF SOL-GEL PROCESSING PARAMETERS WITH MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF CERAMIC PRODUCT**	13
	Abstract	13
	Introduction	14
	Experimental	15
	Results and Discussion	17
	Conclusions	24
	References	24
III	**CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS**	45
	CURRICULUM VITAE	46

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
	Chapter II	
1	BET Analysis of Ceramic Products	42
2	Moisture Adsorption of Ceramic Products	43
3	Gelation Times of $MgAl_2O_4$ Precursor as a Function of pH	44

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
	Chapter II	
1	Structure of $MgAl_2O_4$ double alkoxide precursor produced by the OOPS process	29
2	FTIR spectrum of $MgAl_2O_4$ double alkoxide precursor	30
3	XRD pattern of $MgAl_2O_4$ double alkoxide precursor after sintering at various temperatures shown. The 311 and 400 peaks used to assess purity of the spinel phase are identified.	31
4	Time evolution of the FTIR spectrum of $MgAl_2O_4$ precursor during the hydrolysis reaction as a function of pH: (a) precursor (b) pH 8 (c) pH 9 (d) pH 10 (e) pH 11 (f) pH 12	32
5	Effect of pH and sintering temperature on the FTIR spectrum of ceramic product: (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 (d) pH 11 (e) pH 12	33
6	Effect of pH and temperature on the crystal structure of ceramic Product (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 (d) pH 11 (e) pH 12	34
7	SEM photographs of ceramic product sintered at 1200 °C following sol-gel processing at 30 °C: (a) precursor (b) pH 8 (c) pH 9 (d) pH 10 (e) pH 11 (f) pH 12	35
8	SEM photographs of ceramic products sintered at 1300 °C following sol-gel processing at 30 °C: (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 (d) pH 11 (e) pH 12	36
9	SEM photographs of ceramic products sintered at 1200 °C following sol-gel processing at 40 °C: (a) pH8 (b) pH9	37
10	Pore size distribution of ceramic products sintered at 1200 °C: (a) precursor (b) pH8 (c) pH10 (d) pH 12	38

FIGURE **PAGE**

11 Rheological charcterisation of the sol-gel transition of $MgAl_2O_4$ precursor dissolved in buffer of pH 9: 39
(a) n and n vs. time (b) tanδ vs. time (c) η^* vs. time