

ผลของลิเทียมอะลูมิเนียมต่อการเผาผนึกเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล



นายเอกรินทร์ สุบุญ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

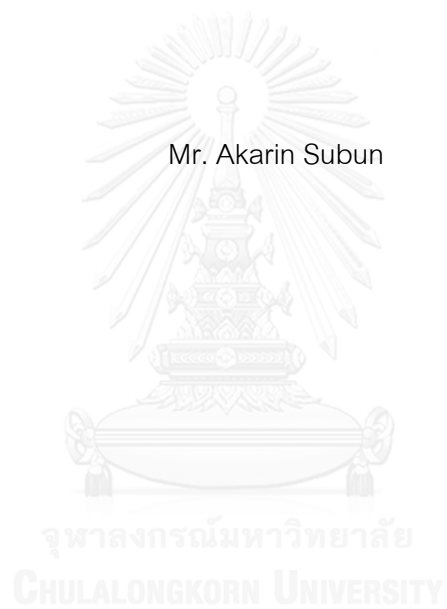
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF LITHIUM ALUMINATE ON SINTERING OF MAGNESIUM ALUMINATE
SPINEL CERAMIC

Mr. Akarin Subun



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2014

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของลิเทียมอะลูมิเนียมเตตออกาโรเฟอานิกเซอร์รามิก แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนล
โดย	นายเอกรินทร์ สุบุญ
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริวัณว์ เจียมศิริเลิศ)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)
.....กรรมการ
(อาจารย์ ดร. สุจาริณี สิ้นไชย)
.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. จรัสพร มงคลขจิต)

เอกรินทร์ สุนบุญ : ผลของลิเทียมอะลูมินเนตต่อการเผาผนึกเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินเนตสปิเนล (EFFECTS OF LITHIUM ALUMINATE ON SINTERING OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL CERAMIC) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ผศ. ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ , 98 หน้า.

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลของการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมินเนตต่อสมบัติการเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมินเนตสปิเนล โดยใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมินเนตสปิเนลทางการค้าจาก 2 บริษัท คือ S30CR และ TSP-15 ผสมกับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมินเนตในอัตราส่วนร้อยละ 0, 1, 5 และ 10 โดยมีมวล ขึ้นงานดิบจะนำไปอัดขึ้นรูปเป็นเม็ดกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียว ความดัน 50 เมกะพาสคัล เพื่อเปรียบเทียบผลของการเผาผนึกในอากาศในช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง และการเผาผนึกด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ การอัดร้อนที่ 1600-1700 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล การเผาผนึกในอากาศตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล พบว่าการเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ขึ้นงานจากผงตัวอย่างทั้งสองมีความหนาแน่นมากที่สุด โดยมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มากกว่าร้อยละ 98 การเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมินเนตร้อยละ 1 โดยมีมวล สามารถเพิ่มความหนาแน่นได้อย่างมาก ในช่วงอุณหภูมิ 1200-1400 องศาเซลเซียส และเพิ่มขึ้นเล็กน้อยที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส การอัดร้อนที่ 1700 องศาเซลเซียสขึ้นงานจากผงตัวอย่าง S30CR มีความโปร่งแสงมากกว่า TSP-15 การเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมินเนตทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นถึง 54.8 ไมครอน และ 60.3 ไมครอน ตามลำดับ การเผาผนึกในอากาศตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ขึ้นงานยังคงทึบแสงและมีขนาดเกรนใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง 4.6-6.3 ไมครอน สำหรับการส่องผ่านของแสงของขึ้นงานจากผงตัวอย่างทั้งสองยังมีค่าต่ำมากเนื่องจากเกิดการกระเจิงแสงจากรูพรุนขนาดเล็ก ๆ ที่พบในขึ้นงาน

ภาควิชา	วัสดุศาสตร์	ลายมือชื่อนิสิต
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ปีการศึกษา	2557	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5472168423 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: LITHIUM ALUMINATE / MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL /
TRANSPARENT ARMOR / ADDITIVE

AKARIN SUBUN: EFFECTS OF LITHIUM ALUMINATE ON SINTERING OF
MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL CERAMIC. ADVISOR: ASST. PROF.
THANAKORN WASANAPIARNPONG, D.Eng., CO-ADVISOR: ASST. PROF.
KARN SERIVALSATIT, Ph.D., 98 pp.

In this work, effects of Li_5AlO_4 addition on sinterability of MgAl_2O_4 spinel were investigated. Two-difference MgAl_2O_4 spinel powders (S30CR and TSP-15) were homogeneously added into an aqueous solutions of Li_5AlO_4 . The concentration of Li_5AlO_4 focused in this work were fix at 0, 1, 5 and 10 wt%. Green samples were pressed into pellet under 50 MPa . Then sintered by different process. Such as sintering in air at 1100-1600°C, hot-pressing at 1600-1700°C and sintering in air at 1600°C following by hot-isostatic pressing at 1500°C for 2 h under 200 MPa. The results showed the obtained green samples were sintered in air at 1600°C for 2 h had fine grain with high relative density over 98%. Using 1wt% of Li_5AlO_4 additions increased grain size and relative density of both samples. At 1600°C had similar reletivedensity. S30CR sample turned into translucent by Hot-pressed process at 1700°C under 40 MPa. On the other hand, TSP-15 sample still opaque. Sintered in air following by hot-isostatic pressed with Li_5AlO_4 doped highly increased grain size of both samples up to 54.81-60.26 micron. There was no improvement founded in hot-isostatic pressed process. Both samples still milky white and had nearly grain size about 4-6 micron. The light transmittance of both S30CR and TSP-15 sintered samples were low because of light scattering.

Department: Materials Science Student's Signature

Field of Study: Ceramic Technology Advisor's Signature

Academic Year: 2014 Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับงานวิจัยและการเขียนเล่มวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ได้รับความเมตตาจาก
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์และ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้
คำปรึกษา แนะนำ อบรม สั่งสอน ตลอดระยะเวลาในการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร. สุจาริณี สีนไชย ที่กรุณาเชื้อเพื่อวัตถุประสงค์ ตลอดจน
กรุณาให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางและความช่วยเหลือตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยมา
ด้วยดี อีกทั้งคอยอบรมสั่งสอน และคอยให้กำลังใจมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และคณาจารย์ทุกท่าน สำหรับการ
ตรวจแก้ไขข้อบกพร่องของรูปเล่มวิทยานิพนธ์และคำแนะนำต่างๆ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้
ถูกต้องและสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ คุณวิรพงษ์ ครอบนอม เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ XRD ที่ให้ความช่วยเหลือ
เป็นอย่างดีในการวิเคราะห์ทดสอบ

ขอขอบคุณ โครงการ การพัฒนาและผลิตกระดาษใส คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย ที่สนับสนุนด้านการวิจัย โดยได้รับสนับสนุนทุนการวิจัยจากกรมวิทยาศาสตร์
และเทคโนโลยีกลาโหม กระทรวงกลาโหม ผ่านศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์
แห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติปีงบประมาณ 2555-2557

ขอขอบคุณ พี่ น้อง และเพื่อน ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่คอยเป็นกำลังใจ ให้คำปรึกษา และช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายขอขอบพระคุณครอบครัวผู้วิจัย ที่คอยให้การสนับสนุน และเป็นกำลังใจมา
โดยตลอด

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ปรีทัศน์วรรณกรรม	3
2.1 วัสดุเซรามิกโปร่งใส	3
2.2 ปัจจัยที่ต้องควบคุมในวัสดุพหุผลึกเพื่อให้เกิดความโปร่งใส	3
2.2.1 การกระเจิงของแสงเนื่องจากความไม่ต่อเนื่องของเนื้อวัสดุ.....	5
2.2.2 โครงสร้างของวัสดุ.....	5
2.2.3 การหักเหของแสงเนื่องจากขอบเกรน.....	6
2.2.4 ขนาดของเกรนต่อการส่องผ่านของแสง	7
2.3 วัสดุเซรามิกที่นิยมนำมาใช้งานเป็นเซรามิกใส	7
2.3.1 อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ (AION)	8
2.3.2 เซอร์โคเนีย (Zirconia-ZrO ₂)	9
2.3.3 อิตเทรียมออกไซด์ (Y ₂ O ₃)	9

2.3.4	อิตเทรียมอะลูมิเนียมเนตการ์เนต (YAG)	9
2.3.5	แซฟไฟร์ (Sapphire)	10
2.3.6	แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนล (MgAl ₂ O ₄ spinel)	10
2.4	กระบวนการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลแบบใส	11
2.4.1	การขึ้นรูปผงวัตถุดิบ	11
2.4.1.1	การอัดขึ้นรูปทิศทางเดียว (Uniaxial pressing)	11
2.4.1.2	การอัดขึ้นรูปทุกทิศทางหรือการอัดเย็นทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing ; CIP)	12
2.4.2	การเผาผนึกเพื่อให้เกิดความแข็งแรงต่อชิ้นงาน	12
2.4.2.1	การอัดร้อน (Hot pressing ; HP)	12
2.4.2.2	การเผาผนึกด้วยสปาร์คพลาสมา (Spark plasma sintering ; SPS)	13
2.4.2.3	การอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot isostatic pressing ; HIP)	15
2.5	ทฤษฎีการเผาผนึกโดยมีเฟสของเหลวและสารตัวเติม	16
2.6	การเตรียมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนต	19
2.7	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	20
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย	27
3.1	วัตถุดิบ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	27
3.1.1	สารเคมีและวัตถุดิบ	27
3.1.2	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	28
3.2	การเตรียมผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลและสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนต	29
3.3	การขึ้นรูปชิ้นงาน	29
3.4	การเผาผนึกชิ้นงานดิบ	31
3.4.1	การเผาผนึกในอากาศ	31

3.4.2 การอัดรีดร้อน	31
3.4.3 การอัดรีดร้อนทุกทิศทาง	33
3.5 การตรวจสอบชิ้นงานดิบ	34
3.5.1 ความหนาแน่นชิ้นงานดิบ (Density).....	34
3.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis).....	34
3.6 การตรวจสอบชิ้นงานหลังเผา	36
3.6.1 ความหนาแน่น (Bulk density)	36
3.6.2 การดูดซึมน้ำของชิ้นงาน (Water absorption)	37
3.6.3 ความพรุนตัวของชิ้นงาน (Porosity)	38
3.6.4 การหดตัวหลังเผาของชิ้นงาน (Firing shrinkage)	38
3.6.5 การสูญเสียน้ำหนักของชิ้นงานหลังเผา (Weight loss).....	39
3.6.6 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟส	39
3.6.7 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน	40
3.6.8 การวัดขนาดเกรนเฉลี่ย.....	41
3.6.9 การส่องผ่านของแสง.....	42
3.7 แผนผังการทดลอง.....	44
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	47
4.1 การวิเคราะห์ผงวัตถุดิบ.....	47
4.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส.....	47
4.1.2 โครงสร้างจุลภาค	48
4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน.....	49
4.2 ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ.....	50

4.3 ผลกระทบของการเผาผลาญในอากาศของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR ที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง	51
4.3.1 อุณหภูมิที่องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล.....	51
4.3.2 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของการเผาผลาญชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล.....	52
4.3.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลร้อยละ 5 โดยมวล	54
4.3.4 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำ.....	57
4.3.5 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค	61
4.4 การเผาผลาญในอากาศของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR ที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส ยืนไฟที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงและที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง	62
4.4.1 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของการเผาผลาญที่มีการยืนไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง	62
4.4.2 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่เผาผลาญที่มีการยืนไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง.....	64
4.4.3 ลักษณะชิ้นงาน และโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังเผาผลาญที่มีการยืนไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง.....	67
4.4.4 เปรียบเทียบการหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองชนิด.....	69
4.4.5 เปรียบเทียบความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองชนิด	70
4.4.6 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15	74

4.5 การอัดเย้นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนังในอากาศ ยืนไฟ ที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง และอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	75
4.5.1 ความหนาแน่นชั้นงานดิบ	75
4.5.2 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของชั้นงานที่อัดเย้นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนังในอากาศ	76
4.5.3 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชั้นงานที่อัดเย้นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนังในอากาศ	78
4.5.4 โครงสร้างจุลภาคของชั้นงานที่อัดเย้นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนังในอากาศ ...	81
4.6 การขึ้นรูปชั้นงานและการเผาผนังด้วยเทคนิคต่างๆ	83
4.6.1 ลักษณะชั้นงานและโครงสร้างจุลภาคหลังการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1600-1700 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล	83
4.6.2 โครงสร้างจุลภาคหลังการเผาผนังที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	88
4.6.3 การส่องผ่านของแสง	89
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ	91
5.1 สรุปผลการวิจัย	91
5.2 ข้อเสนอแนะ	92
รายการอ้างอิง.....	93
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	98

สารบัญตาราง

ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำหลังเผาของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	59
ตารางที่ 4.2 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด.....	65
ตารางที่ 4.3 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15	72
ตารางที่ 4.4 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางและเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง.....	79

สารบัญรูป

รูปที่ 2.ปรากฏการณ์ของแสงเมื่อตกกระทบวัตถุ 1.....	3
รูปที่ 2.ปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดการกระเจิงในวัสดุพหุผลึก 2.....	5
รูปที่ 2.การส่องผ่านของแสงในวัสดุต่างๆ 3.....	8
รูปที่ 2.ลักษณะหนึ่งหน่วยของเซลล์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนด 4.....	10
รูปที่ 2.5 กระบวนการอัดเย็นทุกทิศทาง (CIP : Cold Isostatic Pressing).....	12
รูปที่ 2.6 กระบวนการอัดร้อน (HP : Hot Pressing).....	13
รูปที่ 2.ลักษณะการทำงานของเครื่องอัดด้วยสปาร์คพลาสมา 7.....	14
รูปที่ 2.8 การเปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้ในการเผาผนึกระหว่างการอัดร้อนและสปาร์คพลาสมา.....	15
รูปที่ 2. กระบวนการอัดร้อนทุกทิศทาง 9(HIP : Hot Isostatic Pressing).....	16
รูปที่ 2.10 กลไกการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลว.....	17
รูปที่ 2.11 ความตึงผิวของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นกับวัสดุเซรามิกหลัก.....	18
รูปที่ 2.12 แผนภูมิวิวิภาคระหว่างลิเทียมออกไซด์กับอะลูมินา ^[33]	20
รูปที่ 2.13 การส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 250-1750 nm ของชิ้นงาน a) เผาในอากาศ 1280°C/3h + HIP 1320°C/3h หนา 2 mm b) เผาในอากาศ 1280 °C/3h + HIP 1320°C/3h หนา 3.5 mm c) เผาในอากาศ 1370°C/3h หนา 2 mm.....	21
รูปที่ 2. ชิ้นงานที่มีความใสต่างกันตามลักษณะการเผาผนึก 14a) เผาในอากาศ 1280°C/3h b) เผาในอากาศ 1400°C/3h c) เผาในอากาศ 1280°C/3h + HIP 1320°C/3h d) เผาในอากาศ 1320°C/3h + HIP 1320°C/3h.....	22
รูปที่ 2.15 การส่องผ่านของแสงของชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ (ซ้าย)และไม่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ 2 โดยมีความหนา (ขวา).มิลลิเมตร 7.....	23
รูปที่ 2.16 ลักษณะของชิ้นงานหลังอัดร้อน มีความหนา 4 mm a) อัดร้อนที่ 1400°C b) อัดร้อนที่ 1450°C c) อัดร้อนที่ 1500°C.....	24

รูปที่ 2.17 การพัฒนาชิ้นงานให้มีการส่องผ่านของแสงที่มากขึ้น	25
รูปที่ 2. ชิ้นงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1830 mm หลังจากการอัดร้อน a) ภาคตัดขวางของ ชิ้นงาน b) การส่องผ่านของแสงที่ห่างจากตัวหนังสือด้านหลัง 4 mm	26
รูปที่ 3. เครื่องอัดทิศทางเดียว 1(Uniaxial pressing)	30
รูปที่ 3. เครื่องอัดเย็นทุกทิศทาง 2 (Cold isostatic pressing)	30
รูปที่ 3.3 เครื่องอัดร้อน (Hot pressing)	32
รูปที่ 3.4 เครื่องอัดร้อนทุกทาง (Hot isostatic pressing) ของบริษัท Kobelco, Ltd. รุ่น O ₂ - Dr. HIP	33
รูปที่ 3. เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน 5(Thermogravimetric Analysis) ของบริษัท Mettler-Toledo (Thailand)., Ltd. รุ่น DSC822 Module	35
รูปที่ 3.6 หม้อสุญญากาศสำหรับวัดความหนาแน่นตามหลักการแทนที่น้ำ	37
รูปที่ 3. เครื่อง 7X-ray diffractometer (XRD)	40
รูปที่ 3. เครื่อง 8 Scanning Electron Microscope (SEM)	41
รูปที่ 3. เครื่อง 9UV-VIS Spectrophotometer	43
รูปที่ 3.10 แผนผังการทดลองการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติม ลิเทียมอะลูมิเนียมโดยการเผาผนึกในอากาศ.....	44
รูปที่ 3.11 แผนผังการทดลองการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติม ลิเทียมอะลูมิเนียมโดยการอัดร้อน	45
รูปที่ 3. 12แผนผังการทดลองการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติม ลิเทียมอะลูมิเนียมโดยการอัดร้อนทุกทิศทาง	46
รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าของผงทั้ง 2 ชนิด คือ a (S30CR และ b) TSP-15.....	47
รูปที่ 4. โครงสร้างจุลภาคของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า 2a) S30CR และ b) TSP-15	48
รูปที่ 4.การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า 3.....	49

รูปที่ 4. ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงานดิบของแผงนี้เชื่อมอะลูมิเนียมเน็ตสปีเนลทางการค้าทั้ง สองตัวอย่างเมื่อมีการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเน็ตในปริมาณต่างๆ.....	51
รูปที่ 4.1100 องค์ประกอบทางเฟสของชั้นงานที่อุณหภูมิตั้งแต่ 5-องศาเซลเซียสของ 1600 โดยมวล 10 ชั้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเน็ตร้อยละ.....	52
รูปที่ 4. การหดตัวของชั้นงานจากแผง 6S30CR ที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส เมื่อมี การเติมสารตัวเติมในปริมาณต่างๆ.....	53
รูปที่ 4. น้ำหนักที่หายไปของชั้นงานที่อุณหภูมิ 71100-1600 องศาเซลเซียส เมื่อมีการเติมสาร ตัวเติมในปริมาณต่างๆ.....	54
รูปที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของแผงนี้เชื่อมอะลูมิเนียมเน็ตสปีเนลที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 5 โดย มวล.....	55
รูปที่ 4.9 สมบัติทางความร้อนของอะลูมิเนียมเน็ต.....	56
รูปที่ 4.สมบัติทางความร้อนของลิเทียมเน็ต 10.....	57
รูปที่ 4. ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 111100-1600 องศาเซลเซียส.....	60
รูปที่ 4. ความพรุนตัวของชั้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 121100-1600 องศาเซลเซียส.....	60
รูปที่ 4. การดูดซึมน้ำของชั้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 131100-1600 องศาเซลเซียส.....	61
รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชั้นงานแผงนี้เชื่อมอะลูมิเนียมเน็ตสปีเนลหลังเผาที่ อุณหภูมิ องศาเซลเซียส 1600a) ไม่เติมสารตัวเติม b) สารตัวร้อยละ 1c) สารตัวเติมร้อยละ และ 5d) สารตัวเติมร้อยละ 10.....	62
รูปที่ 4. การหดตัวของชั้นงานจากแผงทางการค้า 15S30CR ที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศา เซลเซียส โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด.....	63
รูปที่ 4.16 น้ำหนักที่หายไปของชั้นงานจากแผงทางการค้า S30CRที่อุณหภูมิ 1100-องศา 1600 เซลเซียส โดยมีการเย็นไฟ ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 1 องศาเซลเซียส 600.....	64
รูปที่ 4.17 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นงานจากแผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ 600 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 1 องศาเซลเซียส.....	66
รูปที่ 4.18 ความพรุนตัวของชั้นงานจากแผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ 600องศา เซลเซียส ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 1.....	66

รูปที่ 4.19 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ องศา 600 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 1 เซลเซียส	67
รูปที่ 4. ลักษณะชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์ที่อุณหภูมิ 201600 องศาเซลเซียส a) ไม่เย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส และ b) เย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส	68
รูปที่ 4.21 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์ (S30CR) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเย็นไฟ ชั่วโมง 1 องศาเซลเซียส 600a) ไม่เติมสารตัวเติม b) สารตัวร้อยละ 1c) สารตัวเติมน้อยละ 5 และ d) สารตัวเติมน้อยละ 10	68
รูปที่ 4. การหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์จากผงทงการค้า TSP-15	69
รูปที่ 4. น้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์จากผงทางการค้า 23TSP-15 .	70
รูปที่ 4.24 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์จากผง TSP-15	73
รูปที่ 4. ความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์จากผง 25TSP-15	73
รูปที่ 4. การดูดซึมน้ำของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตบิลไนต์จากผง 26TSP-15	74
รูปที่ 4. โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน 27TSP-15 A) ไม่เติมสารตัวเติม B) สารตัวเติมน้อยละ โดย 1 มวล C) สารตัวเติมน้อยละ โดยมวล และ 5 D) สารตัวเติมน้อยละ โดยมวล 10	75
รูปที่ 4. ความหนาแน่นของชิ้นงานดัดที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง	76
รูปที่ 4. 29 การหดตัวหลังเผาของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง	77
รูปที่ 4. น้ำหนักที่หายไปหลังเผาของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศแล 30 ไม่อัดเย็นทุกทิศทาง	78
รูปที่ 4.31 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง	79
รูปที่ 4. ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศทางและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง 32	80
รูปที่ 4. การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศทางและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง 33	80
รูปที่ 4.34 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางและเผาผืนที่ องศา 1600 เซลเซียส 2 ชั่วโมง C คือ ชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทาง และ X คือ ชิ้นงานที่ไม่ได้อัดเย็นทุกทิศทาง	82
รูปที่ 4. ชิ้นงานจากผงทั้งสองชนิดหลังอัดร้อนที่มีการเปลี่ยนสีไป 35	83
รูปที่ 4.36 อุณหภูมิต่างๆ ที่ใช้ในการเผา anneal เพื่อไล่คาร์บอนในชิ้นงาน	84

รูปที่ 4. แสดง 37 ปริมาณร้อยละของธาตุในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปเปิลโดยเทคนิค EDS 85

รูปที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 1600 องศาเซลเซียส 87

รูปที่ 4. 1700 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 39 องศาเซลเซียส 88

รูปที่ 4. โครงสร 4 ว่างจุลภาคหลังการเผาเนื้อที่ ชั่วโมงตามด้วยการอัด 2 องศาเซลเซียส 1600 ชั่วโมง 2 องศาเซลเซียส 1500 ร้อนทุกทิศทางที่ 89

รูปที่ 4.41 ค่าการส่องผ่านของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปเปิล- 90



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันได้มีการนำวัสดุเซรามิกชนิดโปร่งใสหลายชนิดมาใช้กันอย่างแพร่หลาย ตั้งแต่การใช้งานทั่วไป เช่น ทำเป็นช่องประตู หน้าต่าง จนถึงการใช้งานเฉพาะด้าน เช่น เลนส์สำหรับเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทำเกราะกันกระสุนแบบโปร่งใส โดยวัสดุเซรามิกชนิดโปร่งใสที่ได้รับความนิยมนำมาใช้งานมีด้วยกันหลายชนิด ได้แก่ อะลูมินาผลึกเดี่ยวหรือแซฟไฟร์ อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ (AION) และแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล ($MgAl_2O_4$ spinel)

โดยปัจจัยที่สำคัญในการเลือกใช้เซรามิกชนิดโปร่งใส มีหลายประการด้วยกัน เช่น ความผ่านของแสง และความหนาแน่น ซึ่งเมื่อพิจารณาแมกนีเซียมแข็งแรง จุดหลอมเหลว การส่งอะลูมินอสปิเนลแล้วจะพบว่ามีข้อได้เปรียบอะลูมินาผลึกเดี่ยวและอะลูมิเนียมออกไซด์อยู่บางประการ คือ ถึงแม้จะมีจุดหลอมเหลวและความแข็งที่ใกล้เคียงกัน แต่แมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลมีช่วงความยาวคลื่นในการส่งผ่านของแสงที่กว้างและมีราคาที่ย่อมเยากว่า จึงทำให้แมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเป็นที่สนใจและมีการพัฒนากันอย่างแพร่หลาย

นอกจากนี้การนำสารตัวเติมมาเป็นตัวลดจุดหลอมตัวโดยอาศัยหลักการเผาผนึกโดยอาศัยเฟสที่เป็นของเหลวยังเป็นอีกวิธีหนึ่งที่มีความนิยมอย่างมากเนื่องจากประสิทธิภาพในการผลิตที่เพิ่มขึ้น โดยสารตัวเติมที่นำมาใช้มีด้วยกันหลายชนิด แต่ที่นิยมและถูกนำมาใช้มากที่สุดคือ ลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) แต่ทั้งนี้การใช้ลิเทียมฟลูออไรด์ยังมีข้อจำกัดในการใช้เนื่องจากก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศเนื่องจากการสลายตัวของฟลูออไรด์เมื่อได้รับความร้อน เมื่อพิจารณาลิเทียมอะลูมินอสปิเนล (Li_5AlO_4) ซึ่งมีจุดหลอมตัวต่ำประมาณ 1116 องศาเซลเซียส และที่น่าสนใจยิ่งไปกว่านั้นคือยังไม่พบรายงานว่ามีนักวิจัยกลุ่มใดทำการทดลองใช้ลิเทียมอะลูมินอสปิเนลนี้ไปใช้เป็นตัวเติมในการผลิตเกราะกันกระสุนแบบใสจากแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล นอกจากนั้นจากการค้นคว้าพบว่างานวิจัยส่วนใหญ่ใช้สารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคละเอียดและมีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งมักจะใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลทางการค้า และมีการใช้สารตัวเติมช่วยเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพการเผาผนึกสูงสุด

ในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาผลของสารลิเทียมอะลูมินอสปิเนลที่มีต่อสมบัติการเผาผนึกเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลเพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาการผลิตเกราะกันกระสุนแบบโปร่งใส

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาผลของการเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตต่อสมบัติการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลให้มีความหนาแน่นสูง ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง และชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลมีค่าการส่องผ่านของแสงที่สูง

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาผลของปริมาณการเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตที่เป็นสารตัวเติมต่อสมบัติต่างๆ หลังการเผาเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล
2. ศึกษาผลของช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาชิ้นงาน
3. เปรียบเทียบผงวัตถุดิบทางการค้าสองชนิด
4. ศึกษาและเปรียบเทียบกระบวนการเผาชิ้นงานด้วยเทคนิคต่างๆ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่มีความหนาแน่นและความโปร่งแสงสูง โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำลง

ปริมาณความเข้มของแสงจากจุดกำเนิด (I_0) ที่ส่องตรงลงมาสู่พื้นผิวของวัสดุแข็ง จะมีค่าเท่ากับผลรวมของปริมาณความเข้มของแสงที่ส่องผ่าน ดูดกลืน และ หักเห โดยแทนด้วย I_T , I_R และ I_A ตามลำดับ เราจึงสามารถเขียนความสัมพันธ์ออกมาในรูปสมการได้ดังนี้

$$I_0 = I_T + I_R + I_A \quad (2.1)$$

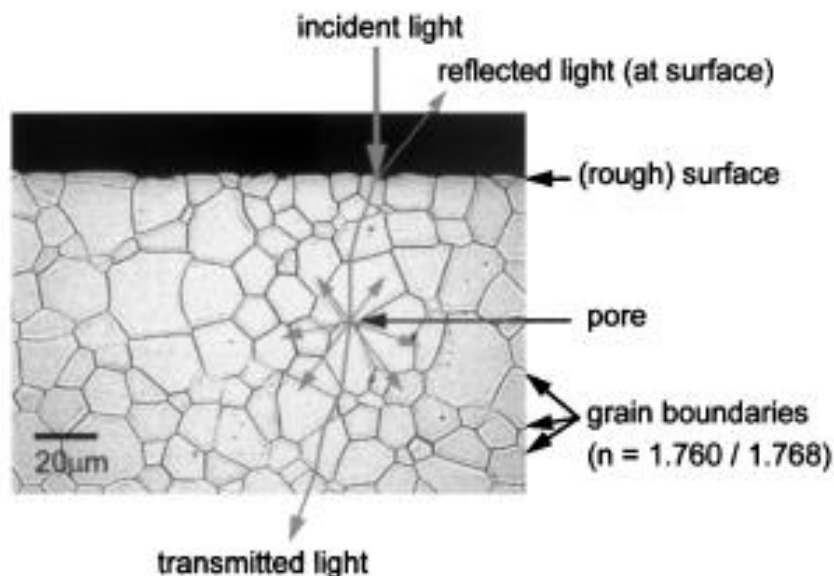
จัดรูปจากสมการ 2.1 ได้เป็น

$$1 = T + R + A \quad (2.2)$$

โดยที่ T , R และ A หมายถึงอัตราการส่องผ่านของแสง (I_T/I_0) อัตราการสะท้อนของแสง (I_R/I_0) และอัตราการดูดกลืนของแสง (I_A/I_0) ตามลำดับ เราจึงสามารถสรุปประเภทของวัสดุตามสมบัติการยอมให้แสงผ่านได้ออกเป็น 3 ประเภท^[2] คือ

1. วัสดุโปร่งใส (Transparent) หมายถึงวัสดุที่ยอมให้แสงผ่านได้เป็นส่วนใหญ่ มีการดูดกลืนและการหักเหเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย เราจึงสามารถมองเห็นทะลุผ่านวัสดุชนิดนี้ได้ เช่น กระจกใส แก้วใส
2. วัสดุโปร่งแสง (Translucent) หมายถึงวัสดุที่ยอมให้แสงทะลุผ่านได้ แต่เมื่อทะลุผ่านไป เนื้อของวัสดุเกิดการกระเจิงของแสงทำให้เราไม่สามารถมองเห็นทะลุวัสดุได้อย่างชัดเจน เช่น กระจกฝ้า
3. วัสดุทึบแสง (Opaque) หมายถึง วัสดุที่ไม่ยอมให้แสงเคลื่อนที่ผ่านได้เลย เช่น โลหะ ไม้

วัสดุเซรามิกหลายชนิดมีลักษณะโปร่งใส เนื่องจากความเป็นวัสดุผลึกเดี่ยว แต่เนื่องจากวัสดุผลึกเดี่ยวนั้นมีราคาแพงและมีข้อจำกัดในด้านขนาดของชิ้นงาน ดังนั้นจึงเกิดการนำวัสดุผลึกที่มีความแข็งแรงทางกล ความทนต่อสารเคมี และทนต่ออุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับวัสดุผลึกเดี่ยวมาใช้แทน ทำให้ปัญหาเรื่องขนาดของชิ้นงานและราคานั้นลดลง แต่อย่างไรก็ตามการใช้วัสดุผลึกยังคงมีปัจจัยที่ต้องคำนึงถึงเพื่อให้ชิ้นงานเกิดความใส^[3] เช่น การกระเจิงของแสงเนื่องจากความไม่ต่อเนื่องของเนื้อวัสดุ โครงสร้างของวัสดุ การหักเหของแสงเนื่องจากขอบเกรน และขนาดของเกรนต่อการส่องผ่านของแสง ดังแสดงในรูปที่ 2.2^[4]



รูปที่ 2.2 ปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดการกระเจิงในวัสดุพหุผลึก

2.2.1 การกระเจิงของแสงเนื่องจากความไม่ต่อเนื่องของเนื้อวัสดุ

เมื่อแสงเดินทางผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุจะเกิดการกระเจิงก็ต่อเมื่อแสงไปกระทบกับเนื้อวัสดุที่มีความหนาแน่นหรือมีดัชนีหักเหแตกต่างกัน ได้แก่ รูพรุนและเฟสเจือปน ซึ่งเป็นปัจจัยหลักที่ทำให้เกิดการกระเจิงของแสง วัสดุที่มีสิ่งเจือปนและรูพรุนมากๆ มักจะโปร่งแสงหรือทึบแสงเนื่องจากเกิดการกระเจิงแสงที่มาก โดยการกระเจิงของแสงเกิดขึ้นได้ 2 ลักษณะคือ แสงที่กระเจิงเมื่อตกกระทบแล้วไม่มีการเปลี่ยนรูปพลังงานไป เราจะเรียกว่า "Rayleigh scattering" ส่วนแสงที่ตกกระทบแล้วมีบางส่วนเปลี่ยนแปลงรูปของพลังงานไปเป็นการกระตุ้นระดับพลังงานอิเล็กทรอนิกส์รอบๆ ทำให้พลังงานมีค่าต่ำลงเรียกว่า "Raman scattering" โดยการควบคุมการกระเจิงในทั้งสองลักษณะนี้มักจะกระทำโดยการใส่สารตั้งต้นที่เป็นสารบริสุทธิ์ และควบคุมชิ้นงานให้มีความหนาแน่นสูง (Bulk density) มีความพรุนต่ำกว่าร้อยละ 0.1

2.2.2 โครงสร้างของวัสดุ

เมื่อแสงส่องมาตกกระทบกับผิวของวัสดุแล้วเกิดการหักเหผ่านตัววัสดุ จะเกิดการหักเหแล้วแยกแตกออกมาเป็นรังสีสองเส้น คือ Ordinary ray และ Extra ordinary ray เราจะเรียกปรากฏการณ์นี้ว่าการเกิด birefringence หรือ double refraction ซึ่งการเกิด birefringence นี้จะทำให้ภาพที่เรามองเห็นมีหลายภาพหรือมีลักษณะเป็นภาพซ้อนเกิดขึ้น ในการหาค่า birefringence จะหาได้จาก สมการดังนี้

$$\Delta n = n_e + n_o \quad (2.3)$$

การเกิด birefringence จะเกิดในวัสดุที่มีสมบัติเป็น anisotropic ซึ่ง anisotropic จะมีลักษณะของการวางตัวของแกนสมมติในโครงสร้างที่แตกต่างกันตามแนวนอนและแนวตั้ง ทำให้เมื่อแสงมาตกกระทบจะเกิดการหักเหภายใน 2 ครั้ง เกิดค่าดัชนีหักเหขึ้น 2 ค่า ดังนั้นในการเลือกวัสดุที่จะนำมาทำให้เกิดความใสสูง จึงมักจะเลือกวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นแบบ isotropic คือมีการวางตัวของแกนสมมติในโครงสร้างที่เท่ากันทั้งในแนวตั้งและแนวนอน เกิดการหักเหของลำแสงที่มาตกกระทบเท่ากัน มีค่าดัชนีหักเหเพียงค่าเดียว เช่น โครงสร้างแบบลูกบาศก์ เป็นต้น

2.2.3 การหักเหของแสงเนื่องจากขอบเกรน

เมื่อแสงตกกระทบลงบริเวณขอบเกรนที่มีค่าดัชนีหักเหต่างจากเนื้อของวัสดุจะเกิดการหักเหขึ้น การหักเหประเภทนี้มักจะเกิดขึ้นกับขอบเกรนที่มีขนาดใหญ่และหนา ซึ่งการหักเหนี้ยังจะเกิดได้มากขึ้นโดยขึ้นอยู่กับเกรนและขอบเกรนที่มีค่ามากกว่าความยาวคลื่นของแสง ถ้ามีค่ามากกว่าการหักเหก็จะเกิดขึ้นมากขึ้นเช่นกัน เราสามารถแสดงความสัมพันธ์ของลำแสงจากจุดกำเนิดกับทิศทางเคลื่อนที่ได้ โดยใช้กฎของสเนลล์ (Snell's law)

$$n_1 \sin \Theta_1 = n_2 \sin \Theta_2 \quad (2.4)$$

- กำหนดให้
- n_1 = ค่าดัชนีหักเหตัวกลางที่แสงตกกระทบชนิดที่ 1
 - n_2 = ค่าดัชนีหักเหตัวกลางที่แสงตกกระทบชนิดที่ 2
 - Θ_1 = มุมที่ลำแสงกระทำที่จุดตกกระทบของลำแสง
 - Θ_2 = มุมที่ลำแสงกระทำที่จุดสะท้อนของลำแสง

การหักเหของลำแสงที่วิ่งทะลุขอบเกรน 100 เกรน กับ 1000 เกรนย่อมมีค่าที่แตกต่างกัน ดังนั้นเราจึงต้องควบคุมจำนวนของขอบเกรนไม่ให้มีจำนวนและความหนามากเกินไป นอกจากนี้ยังต้องควบคุมความหนาของชั้นงานอีกด้วย

2.2.4 ขนาดของเกรนต่อการส่องผ่านของแสง

โดยปกติแล้วขณะที่แสงส่องผ่านวัสดุเซรามิกโปร่งใสการส่องผ่านของแสง (RIT: Real in-line transmission) จะลดลง โดยแปรผันตามความหนาที่เพิ่มขึ้น (d) ดังสมการ

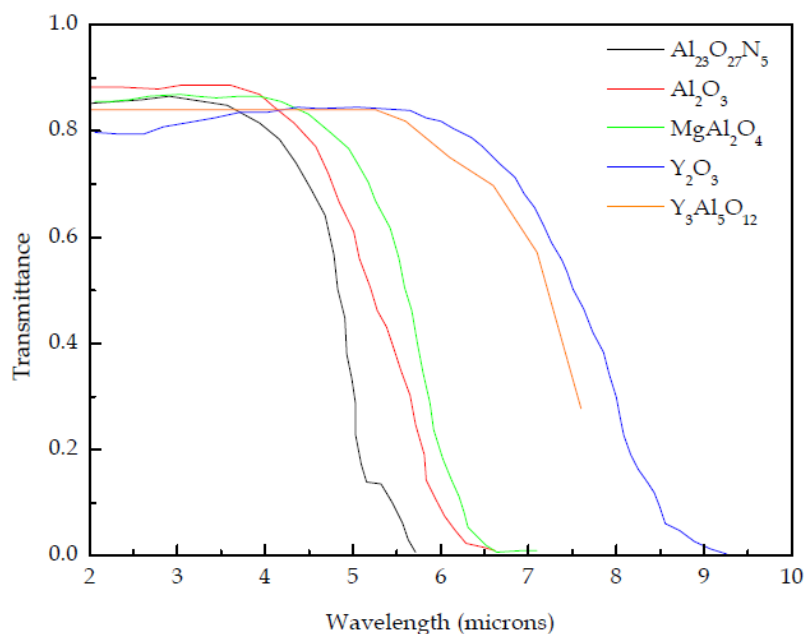
$$RIT = (1-R_s) \exp(-\gamma d) \quad (2.5)$$

R_s แสดงถึงค่าการสูญเสียจากการสะท้อนที่ผิวของชิ้นงานจากลำแสงตกกระทบ

γ แสดงถึงค่าสัมประสิทธิ์ความสามารถในการกระเจิงของวัสดุซึ่งรวมถึงขอบเกรนและรูพรุน ซึ่งจากสมการข้างต้น การกระเจิงของแสงจะขึ้นอยู่กับขนาดของเกรนของชิ้นงาน ความยาวคลื่น และความหนาของชิ้นงาน จึงต้องควบคุมขนาดของเกรนให้มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของรูพรุนให้น้อย เพื่อที่จะเพิ่มการส่องผ่านของแสงให้ดีขึ้น

2.3 วัสดุเซรามิกที่นิยมนำมาใช้งานเป็นเซรามิกใส

ในปัจจุบันการใช้งานทางด้านเซรามิกใสเป็นที่นิยมเพิ่มมากขึ้นเนื่องจากการประยุกต์ใช้งานทางด้านที่ต้องการความแข็งแรงทางกลและการใช้งานที่ทนต่ออุณหภูมิสูงมากขึ้น ซึ่งการนำเซรามิกใสไปใช้งานนั้นมีด้วยกันหลากหลาย เช่น ใช้เป็นกระจกในอาคารหรือร้านค้า กระจกสำหรับยานพาหนะ รวมไปถึงฝาครอบตัวนำวิถีแบบเลเซอร์ เป็นต้น ในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้มุ่งเน้นไปในการประยุกต์ใช้งานเกี่ยวกับทางการแพทย์ เพื่อสำหรับใช้เป็นเกราะกันกระสุนแบบใส ในการใช้งานเป็นเกราะกันกระสุนแบบใสนั้นมีกลุ่มนักวิจัยจำนวนมากได้ทำการวิจัยและพัฒนาามากกว่า 40 ปี โดยวัสดุเซรามิกหลายชนิดถูกนำมาศึกษาใช้งาน โดยพิจารณาจากค่าการส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.3^[5]



รูปที่ 2.3 การส่องผ่านของแสงในวัสดุต่างๆ

2.3.1 อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (AION)

มีรูปร่างและลักษณะโครงสร้างเป็นทรงลูกบาศก์ ซึ่งอะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์จัดเป็นหนึ่งในวัสดุที่น้ำหนักเบาในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นเกราะกันกระสุนแบบใส เนื่องจากมีกลุ่มนักวิจัยได้นำไปพัฒนาเป็นกระจกสำหรับเครื่องบินขับไล่ ผาครอบมิสไซล์^[6] ซึ่งอะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์มีความสามารถทนต่ออุณหภูมิสูงถึง 1200 องศาเซลเซียส รวมถึงมีน้ำหนักที่เบา ทนต่อการออกซิเดชันและทนต่อรังสี อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์มีความสามารถในการส่องผ่านของแสงได้มากกว่าร้อยละ 80 ในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรดถึงใกล้ช่วงแสงที่ตามองเห็น (visible light) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ยังมีความแข็งที่สูงกว่า fused silica glass ถึง 4 เท่า มีความแข็งร้อยละ 85 ของอะลูมินาผลึกเดี่ยว และแข็งมากกว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลประมาณร้อยละ 15 ในการรวมตัวของไนโตรเจนกับอะลูมิเนียมออกไซด์นั้นมีความสมดุลในลักษณะของกลุ่มสปิเนลเนื่องจากมีลักษณะเป็น isotropic (cubic structure) ในปี 1998 T.M. Hartnett และคณะ^[7] สามารถผลิตอะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์แบบใสในช่วงคลื่นอินฟราเรดได้โดยการเผาผนึกที่ 1880 องศาเซลเซียส ในเตาแก๊สไนโตรเจน แต่อย่างไรก็ตามวัสดุนี้จะสูญเสียความสมดุลไปเมื่อใช้ในบรรยากาศที่มีแก๊สไนโตรเจน (N_2) ต่ำและใช้งานในอุณหภูมิที่สูงกว่า 1640 องศาเซลเซียส นอกจากนี้การค้นหาและกระบวนการสังเคราะห์อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ยังมีปัญหาในเรื่องต้นทุนค่าใช้จ่ายวัตถุดิบและการจัดสิทธิบัตรของบริษัท Raytheon^[8] อีกด้วย

2.3.2 เซอร์โคเนีย (Zirconia-ZrO₂)

มีรูปร่างลักษณะโครงสร้างเป็นลูกบาศก์ นำไปใช้ในการทำเป็นวัสดุใสในประเภทงานที่แตกต่างออกไปจากอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ส่วนใหญ่มักนำไปใช้งานทางด้านอุตสาหกรรม ถึงแม้ว่าเซอร์โคเนียจะไม่ได้เป็นกลุ่มที่มีความแข็งที่สุดในเซรามิกและดัชนีหักเหมีค่าประมาณ 2.2 แต่เซอร์โคเนียแบบลูกบาศก์ผลึกเดี่ยวสามารถนำไปใช้เป็นพวกเครื่องประดับ อัญมณี จากการที่มีค่าดัชนีหักเหที่สูงและใกล้เคียงกับเพชร ในอนาคตคาดว่าจะการนำเซอร์โคเนียผลึกเดี่ยวจะลดลง เนื่องจากการแทนที่ด้วยการผลิตวัสดุเซรามิกอื่น ที่สามารถทำให้เป็นผลึกเดียวนั้นมีการพัฒนาขึ้นอย่างมาก และสามารถผลิตให้มีรูปร่างซับซ้อนได้มากกว่าอีกด้วย Peuchert และคณะ^[9] สามารถสังเคราะห์เซอร์โคเนียใส มีการส่องผ่านของแสงประมาณร้อยละ 65 ด้วยวิธีการเผาผนึกในสุญญากาศตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางโดยมีการใช้สารตัวเติมไททาเนียมออกไซด์

2.3.3 อิตเทรียมออกไซด์ (Y₂O₃)

เป็นอีกวัสดุเซรามิกหนึ่งที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ ใช้ในกระจกใสกันความร้อนเนื่องจากมีคุณสมบัติเด่นในเรื่องทนต่อการกัดกร่อน เสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และมีลักษณะโปร่งใสในช่วงคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่กว้าง ในปี 1980 Lukin และคณะ^[10] ได้ผลิตชิ้นงาน อิตเทรียมออกไซด์ ที่มีความโปร่งใสสูง จากการเผาผนึกที่ 1900 องศาเซลเซียสในสุญญากาศ ซึ่ง อิตเทรียมออกไซด์ นี้มีความน่าสนใจและเหมาะที่จะนำไปใช้งานอินฟราเรดเพราะช่วงความยาวคลื่นที่สามารถคงความใสไว้ได้มีขนาดกว้าง นอกจากนี้ยังนำไปใช้งานเป็นวัสดุทนไฟเพราะจุดหลอมเหลวที่สูงถึง 2430 องศาเซลเซียส และมีค่าการขยายตัวทางความร้อนที่ต่ำ แต่ลักษณะเด่นที่สุดของ อิตเทรียมออกไซด์ คือมีการแผ่รังสีที่น้อยเมื่อได้รับความร้อน

2.3.4 อิตเทรียมอะลูมิเนียมเตทการ์เนต (YAG)

เป็นวัสดุพหุผลึกที่โครงสร้างเป็นลูกบาศก์ นิยมนำมาใช้งานที่เป็นโครงสร้างเนื่องจากความแข็งแรงของตัวมันเอง เช่นให้เป็นส่วนเนื้อ (matrix) ในวัสดุเชิงประกอบ (composite) ใน gas turbine engine จากการที่ในโครงสร้างของ YAG มีช่องว่างมากพอให้เติมประจุบวกแทรกลงไปได้ จึงมักนำมาเติมลงไปด้วยโลหะกลุ่มทรานซิชันเพื่อใช้ในงานเฉพาะทาง แต่ที่ได้รับความนิยมมากที่สุดคือการเติม Nd³⁺ ลงไปเพื่อนำไปใช้งานทางด้านเลเซอร์^[11] ในปี 2004 Wen และคณะ^[12] ได้ผลิตชิ้นงาน YAG พหุผลึกที่มีความโปร่งใสร้อยละ 63 ในช่วงคลื่นที่ตามองเห็น และร้อยละ 70

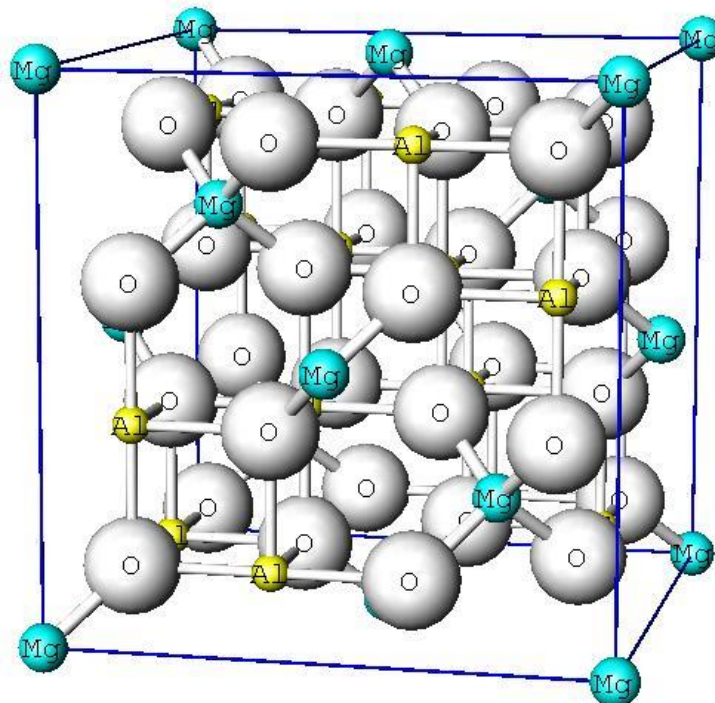
ในช่วงคลื่นอินฟราเรด โดยการเผาผนึกแบบอนุภาคของแข็ง (solid state sintering) ระหว่าง อิตเทรียมออกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียสในสุญญากาศ

2.3.5 แซฟไฟร์ (Sapphire)

เกิดจากอะลูมินาผลึกเดี่ยว (Al_2O_3) มีลักษณะโครงสร้างแบบ rhombohedral ใช้เป็นวัสดุ วัสดุในอุตสาหกรรมเพราะมีความแข็งแรงสูงมากรองลงมาจากเพชร แซฟไฟร์ที่พบมีทั้งตามธรรมชาติ และสังเคราะห์ขึ้นมา โดยในการสังเคราะห์แซฟไฟร์จะไม่สามารถใช้วิธีหล่อแบบหรืออัดขึ้นรูปได้ วิธีเดียวที่จะขึ้นรูปแซฟไฟร์ได้คือวิธีการโตของเกรน (grain growth) แซฟไฟร์มีความแข็งแรงสูงมากและทนอุณหภูมิได้ถึง 2050 องศาเซลเซียส แต่การใช้แซฟไฟร์ในการนำมาทำเป็นกระจกใส่นั้น ยังมีข้อจำกัดเนื่องจากราคาต้นทุนในการผลิตที่สูง^[13]

2.3.6 แมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล (MgAl_2O_4 spinel)

มีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์ ในหนึ่งหน่วยของเซลล์ประกอบด้วย 32 ไอออน ดังรูปที่ 2.4^[14]



รูปที่ 2.4 ลักษณะหนึ่งหน่วยของเซลล์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล

จะเห็นได้ว่ามีโครงสร้างแบบ face center cubic (FCC) โดยที่แมกนีเซียมไอออนอยู่ที่ตำแหน่ง tetrahedral และอะลูมิเนียมไอออนจะอยู่ที่ตำแหน่ง octahedral ทั้งสองไอออนนี้จะถูกเชื่อมต่อกันด้วยออกซิเจนไอออน แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลนี้มีช่วงการส่องผ่านของแสงในช่วง 0.2 ถึง 5.5 ไมโครเมตร ซึ่งเมื่อเทียบกับอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์และแซฟไฟร์ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจะมีช่วงกว้างของความยาวคลื่นการส่องผ่านของแสงที่มากกว่า^[15] แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลมีจุดหลอมเหลวสูงประมาณ 2135 องศาเซลเซียส ทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมี และทนต่อการชุบแข็ง แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลสามารถนำไปใช้งานได้หลายประเภท ตั้งแต่การใช้งานทั่วไปคือเป็นวัสดุทนไฟในเตาหลอม^[16] จนถึงงานเฉพาะทางที่ต้องการสมบัติเฉพาะเจาะจงเช่น ฝาครอบเซ็นเซอร์ หัวครอบจรวด^[17] ในงานทางด้านการผลิตกระจกกันกระสุนแบบใส แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลนี้ยังได้รับความนิยมเป็นอย่างมากเพราะมีน้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับโลหะ สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าเมื่อเทียบกับ AION และ Sapphire อีกทั้งต้นทุนในการผลิตยังต่ำกว่าวัสดุอื่นๆ ที่มีสมบัติใกล้เคียงกัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลมาทำการศึกษาและทดลอง

2.4 กระบวนการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบใส

ในการขึ้นรูปผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีการส่องผ่านของแสงที่สูงมักจะเริ่มต้นจากสารตั้งต้นที่มีความละเอียดในระดับนาโนเมตรและมีความบริสุทธิ์สูง ในส่วนของกระบวนการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลมีอยู่หลายวิธี เช่นการเตรียมเป็นสารละลายแล้วใช้วิธีการตกตะกอน การเตรียมด้วย Flame spray pyrolysis แต่ในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นไปที่วิธีการขึ้นรูปชิ้นงานจากผงทางการค้า โดยขึ้นรูปชิ้นงานจนเป็นเซรามิกใส โดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วนหลักคือ การขึ้นรูปผงวัตถุดิบและการเผาผนึกเพื่อให้เกิดความแข็งแรงของชิ้นงาน

2.4.1 การขึ้นรูปผงวัตถุดิบ

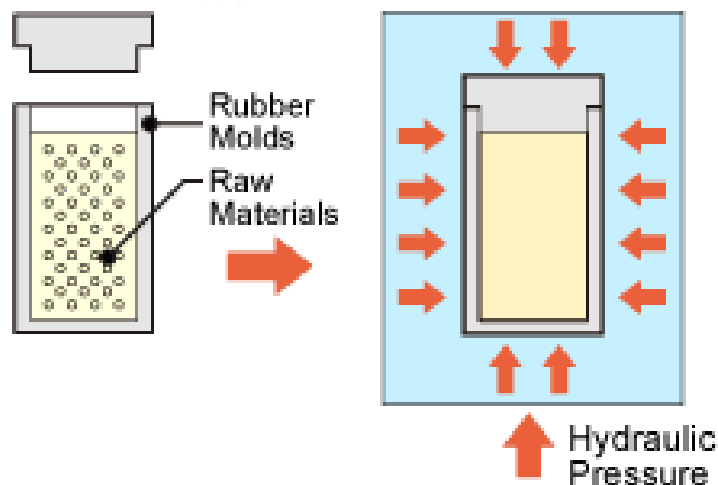
ในการขึ้นรูปชิ้นงานจากผงวัตถุดิบนั้นมีด้วยกันหลากหลายวิธีขึ้นอยู่กับว่าสารตั้งต้นที่ใช้ นั้นมีลักษณะอย่างไร (แก๊ส ของเหลว ของแข็ง) ซึ่งโดยส่วนใหญ่การขึ้นรูปเซรามิกพหุผลึกมักจะใช้สารตั้งต้นที่เป็นผง ประกอบกับในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นไปที่การพัฒนาเพื่อให้ชิ้นงานมีความโปร่งใส ดังนั้นจึงต้องใช้วิธีการขึ้นรูปผงวัตถุดิบให้มีความหนาแน่นสูงที่สุดโดยวิธีการอัด

2.4.1.1 การอัดขึ้นรูปทิศทางเดียว (Uniaxial pressing)

เป็นวิธีการขึ้นรูปแบบง่ายที่มีการใช้โดยทั่วไป เริ่มต้นจากการใส่ผงวัตถุดิบลงในแม่พิมพ์ที่มีรูปร่างตามที่ต้องการจะขึ้นรูป จากนั้นอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ชิ้นงานจะมีความหนาแน่นและเกาะกันมากขึ้น

2.4.1.2 การอัดขึ้นรูปทุกทิศทางหรือการอัดเย็นทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing ; CIP)

เป็นอีกวิธีการขึ้นรูปผงวัสดุที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมากเนื่องจากเป็นวิธีการที่ให้ความหนาแน่นกับชิ้นงานได้อย่างสม่ำเสมอและยังสามารถทำได้ในระยะเวลาสั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ^[18] ซึ่งแสดงให้เห็นถึงกระบวนการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง โดยปกติการส่งความดันไปที่ชิ้นงานจะส่งผ่านตัวกลางที่เป็นของเหลว เช่น น้ำหรือน้ำมันไฮดรอลิก ตัวกลางดังกล่าวจะเข้าไปดันชิ้นงานที่ผลึกอยู่ในถุงสุญญากาศ ทำให้ได้ชิ้นงานที่มีความสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน



รูปที่ 2.5 กระบวนการอัดเย็นทุกทิศทาง (CIP : Cold Isostatic Pressing)

CHULALONGKORN UNIVERSITY

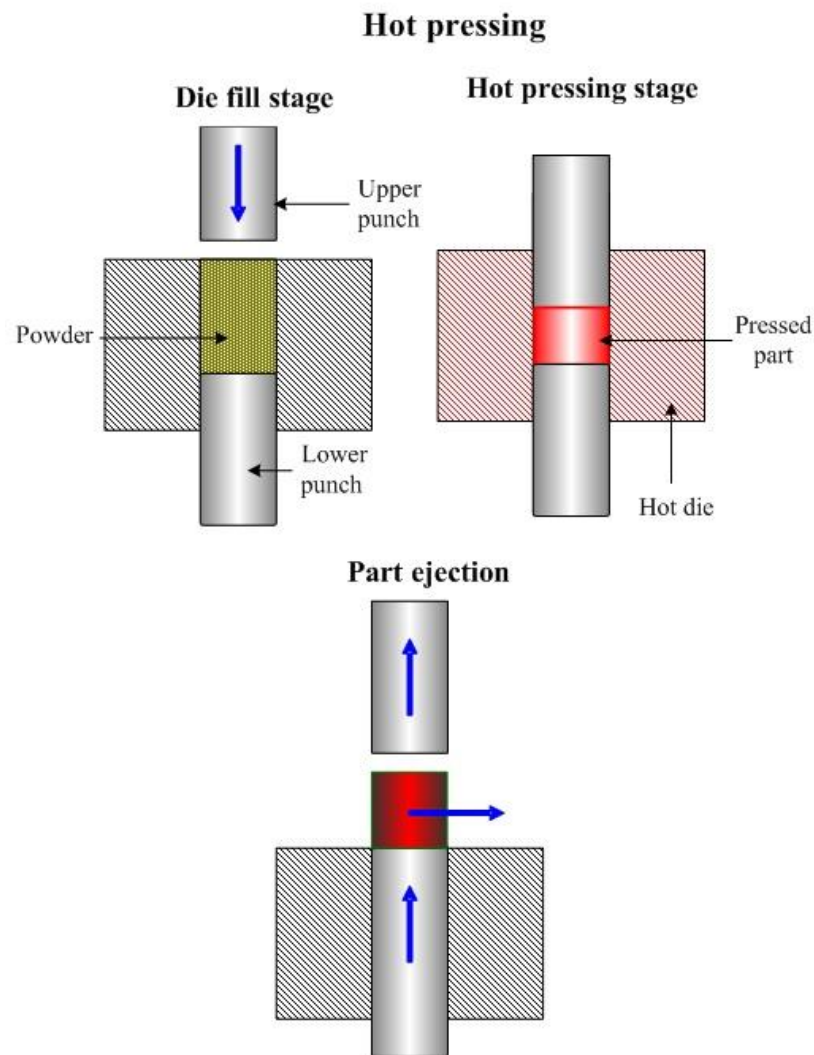
2.4.2 การเผาขึ้นรูปเพื่อให้เกิดความแข็งแรงต่อชิ้นงาน

เป็นวิธีการที่ใช้กันทั่วไปในกระบวนการเตรียมวัสดุเซรามิก การเผาขึ้นรูป (sintering หรือ firing) จะทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นมากขึ้น โดยการที่อุณหภูมิของวัสดุต้องการที่จะลดพลังงานพื้นผิวที่เป็นแรงผลักดันในการเผาขึ้นรูป (driving force) ลงจึงเกิดการเคลื่อนตัวของอนุภาคเข้ามาใกล้กัน ทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันเกิดความหนาแน่นที่มากขึ้น นอกจากนั้นยังมีกระบวนการที่มีการใช้เทคโนโลยีเฉพาะเจาะจงในการให้ความแข็งแรงกับวัสดุเซรามิก ได้แก่

2.4.2.1 การอัดร้อน (Hot pressing ; HP)

เป็นวิธีการที่มีการประยุกต์ใช้ความดันเข้ามาช่วยในการเผาขึ้นรูป เพื่อเป็นการเร่งให้อนุภาคของผงวัสดุเข้ามารวมตัวเชื่อมต่อกันมากขึ้น ชิ้นงานที่ได้จึงมีความหนาแน่นมากขึ้นตามไปด้วย การอัดร้อนเป็นวิธีการขึ้นรูปที่เหมาะสมกับชิ้นงานที่มีรูปร่างไม่ซับซ้อน มักจะเริ่มกระบวนการ

ด้วยการนำผงวัสดุบดใส่ลงในแม่พิมพ์ที่ทำมาจากแกรไฟต์ เนื่องจากแกรไฟต์เป็นวัสดุที่ทนต่อการใช้งานที่อุณหภูมิสูงและมีราคาไม่แพงเมื่อเทียบกับวัสดุอื่น ในรูปที่ 2.6^[19] แสดงให้เห็นถึงลักษณะของการอัดร้อน

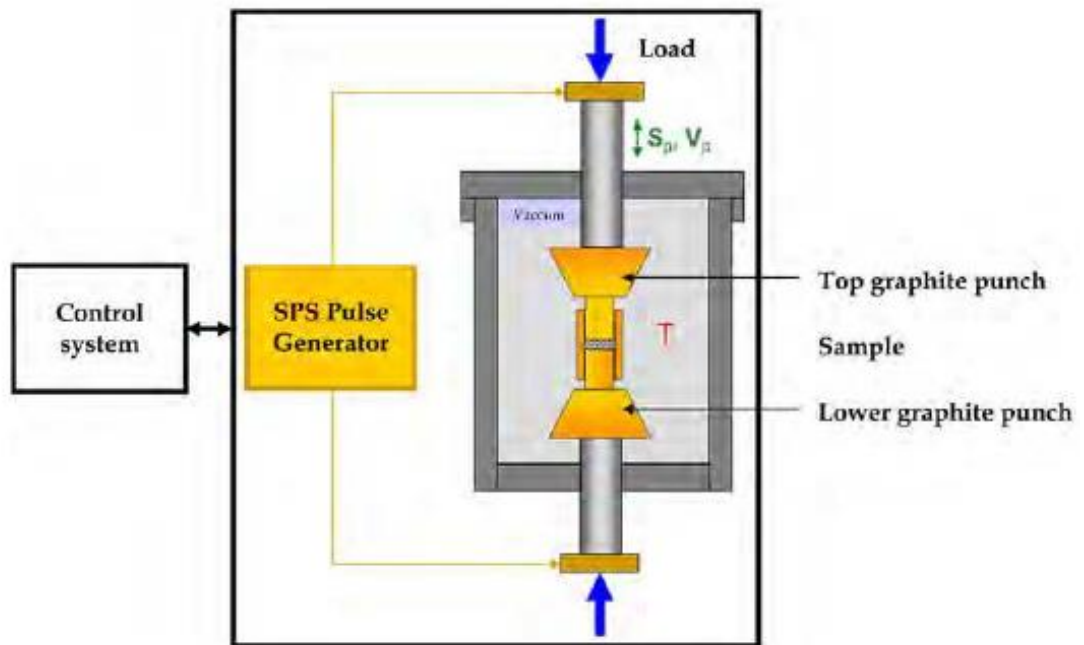


รูปที่ 2.6 กระบวนการอัดร้อน (HP : Hot Pressing)

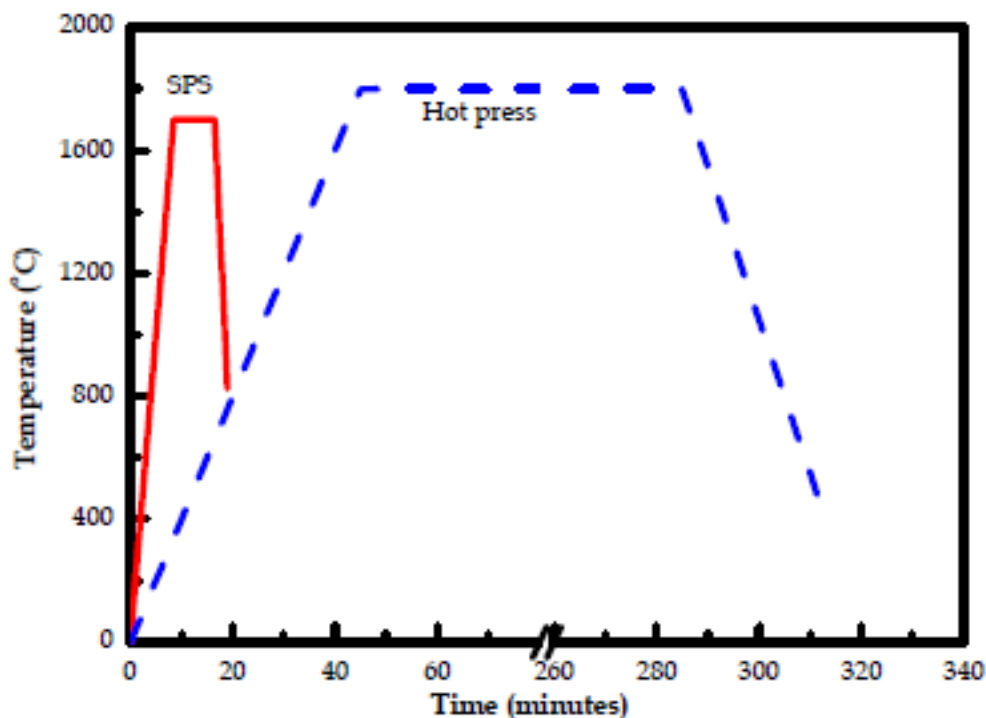
2.4.2.2 การเผาผนึกด้วยสปาร์คพลาสมา (Spark plasma sintering ; SPS)

เป็นวิธีการให้ความแข็งแรงกับวัสดุเซรามิกที่พัฒนามาจากการอัดร้อน ลักษณะของการทำงานของอุปกรณ์จะคล้ายคลึงกับการอัดร้อน แตกต่างกันตรงที่การเผาผนึกด้วยสปาร์คพลาสมาจะใช้กระแสไฟฟ้ากระแสตรงความต่างศักย์สูง ส่งเป็นจังหวะๆ เข้าสู่หัวกดของแม่พิมพ์แกรไฟต์เกิดการสปาร์คระหว่างขั้วไฟฟ้า ทำให้แก๊สเฉื่อย (อาร์กอน) ที่อยู่บริเวณช่องว่างระหว่างอนุภาคผงวัสดุแตกตัวเป็นพลาสมาที่มีอุณหภูมิสูง ในขณะที่เครื่องให้แรงกดดันทิศทางตั้ง

ฉากขึ้นงาน จึงทำให้การเผาผนึกด้วยสปาร์คพลาสมา มีข้อดีเหนือการอัดร้อนในเรื่องของการย่นระยะเวลาในการเผาขึ้นงาน เพราะมีอัตราในการให้ความร้อนที่สูงกว่าการอัดร้อนมาก รูปที่ 2.7 เป็นการแสดงถึงลักษณะการทำงานการเผาด้วยสปาร์คพลาสมา^[20] และรูปที่ 2.8 จะเป็นการเปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้ในการเผาผนึกระหว่างการอัดร้อนและสปาร์คพลาสมา^[20]



รูปที่ 2.7 ลักษณะการทำงานของการเผาผนึกด้วยสปาร์คพลาสมา

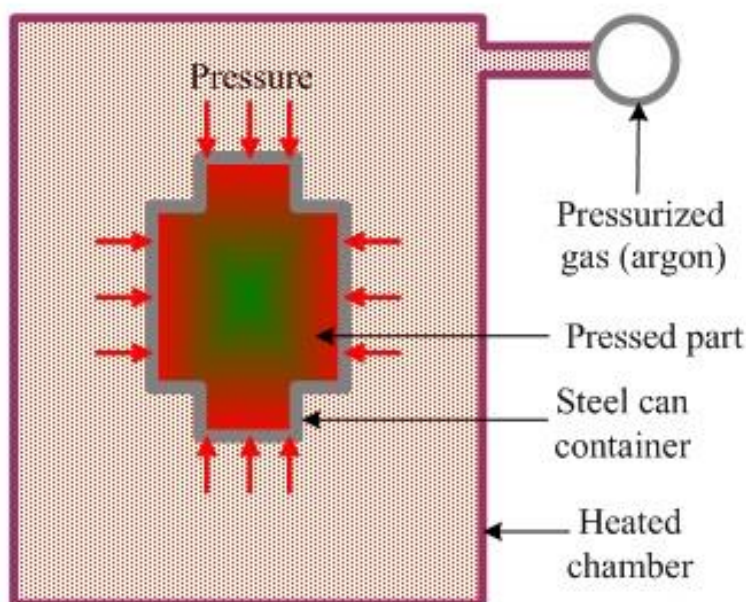


รูปที่ 2.8 การเปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้ในการเผาไหม้ระหว่างการอัดร้อนและสปาร์คพลาสมา

2.4.2.3 การอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot isostatic pressing ; HIP)

เป็นอีกหนึ่งวิธีการให้ความแข็งแรงกับวัสดุเซรามิกที่มีประสิทธิภาพสูงในการให้ความหนาแน่นและการส่องผ่านของแสงที่สูง จากรูปที่ 2.9^[19] เป็นการแสดงให้เห็นถึงวิธีการทำงานของการอัดร้อนทุกทิศทาง หลักการจะคล้ายกับการอัดเย็นทุกทิศทางคือมีการให้ความดันผ่านตัวกลางในทุกทิศทาง แต่จะแตกต่างกันตรงที่ตัวกลางที่ใช้ในการอัดร้อนทุกทิศทางจะเป็นแก๊ส เช่น แก๊สเฉื่อย (อาร์กอน) เพื่อเป็นการป้องกันการเกิดออกซิเดชัน การทำปฏิกิริยากับชิ้นงานหรือแก๊สเฉื่อยผสมออกซิเจนสำหรับวัสดุออกไซด์ และยังมีให้ความร้อนในลักษณะเดียวกับการเผาไหม้ด้วย โดยชิ้นงานที่จะเผาจะต้องบรรจุอยู่แคปซูลโลหะหรือแก้ว เพื่อเป็นตัวส่งผ่านความดัน หรือหากจะไม่ใช่แคปซูลชิ้นงานก็จะต้องมีความพรุนตัวต่ำมากจนไม่มีรูพรุนแบบเปิดหลงเหลืออยู่

Hot isostatic pressing

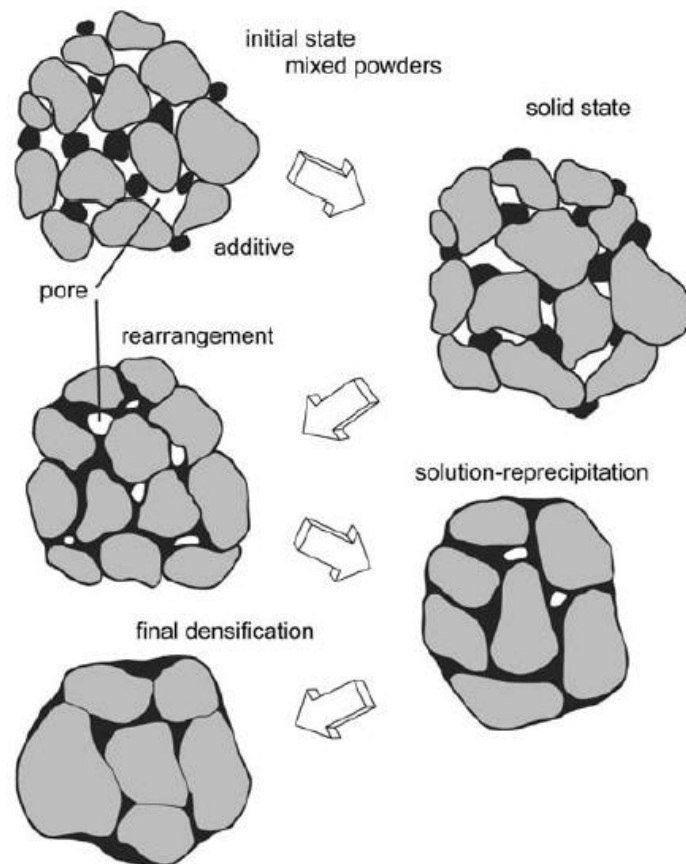


รูปที่ 2.9 กระบวนการอัดร้อนทุกทิศทาง (HIP : Hot Isostatic Pressing)

2.5 ทฤษฎีการเผาผนึกโดยมีเฟสของเหลวและสารตัวเติม

กระบวนการเผาผนึกเซรามิกเป็นกระบวนการที่มีบทบาทสำคัญต่อการผลิตเซรามิก เนื่องจากเป็นการสร้างความแข็งแรงให้กับชิ้นงาน ถ้าจะแบ่งพฤติกรรมของการเผาผนึกนั้นจะสามารถแบ่งได้ 2 ลักษณะ^[5]คือ การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง (Solid state sintering) การเผาผนึกแบบนี้จะเป็นการเผาผนึกที่มีสารตั้งต้นเป็นอนุภาคของแข็งไปจนถึงอุณหภูมิที่ใช้เผา และจะสังเกตถึงลักษณะการเคลื่อนของอนุภาคของแข็งที่เคลื่อนตัวเข้าหากันเพื่อลดปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้น แต่ในงานวิจัยนี้จะให้ความสนใจกับการเผาผนึกอีกแบบหนึ่ง คือการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลว (Liquid phase sintering)

โดยการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวนั้นจะมีส่วนที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นในระหว่างการเผาผนึก เพื่อช่วยยึดอนุภาคของวัสดุเซรามิกให้เชื่อมต่อเข้าไว้ด้วยกัน เฟสที่เป็นของเหลวในทางเซรามิกจะเรียกว่าสารตัวเติม (sintering aids หรือ additives) ซึ่งมักจะมีอุณหภูมิของจุดหลอมเหลวที่ต่ำกว่าวัสดุเซรามิกหลัก กลไกของการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลวจะแสดงดังรูปที่ 2.10^[21]



รูปที่ 2.10 กลไกการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลว

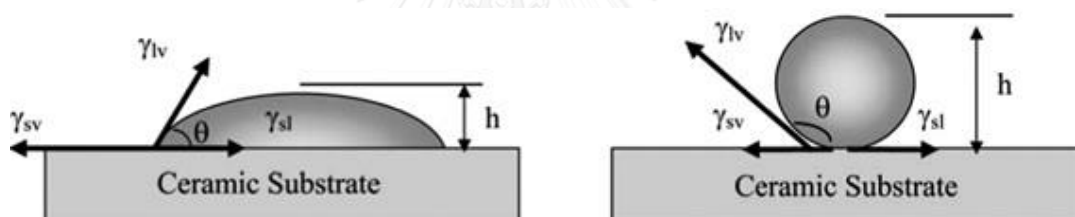
จากรูปที่ 2.10 กลไกการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลวจะเริ่มต้นจากการผสมกันของผงวัสดุที่ต่างชนิดกัน (initial state) เราสามารถสังเกตเห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาคสารตัวเติม รูปพรุน และอนุภาควัสดุเซรามิกหลักได้ว่ายังไม่เกิดการเชื่อมต่อกัน แต่เมื่อให้ความร้อนเข้าไป ส่วนที่เป็นสารตัวเติมจะเริ่มเปลี่ยนสถานะเป็นของเหลวที่จุดหลอมตัว เมื่อสารตัวเติมเปลี่ยนเป็นสถานะของเหลวจนหมด จะเกิดกระบวนการที่สำคัญของการเผาผนึกแบบมีเฟสของของเหลวขึ้น คือเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ (rearrangement) โดยสารตัวเติมจะหลอมละลายกลายเป็นของเหลวทั้งหมดที่จุดหลอมเหลว จากนั้นจะเคลื่อนที่เข้าไปล้อมรอบอนุภาคของวัสดุเซรามิกหลักและรูปพรุน ทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันของวัสดุเซรามิกหลักเกิดได้มากขึ้น รูปพรุนเริ่มกระจายตัวห่างกันและลดปริมาณลงตามลำดับ จนถึงขั้นตอนสุดท้าย (final densification) อนุภาควัสดุเซรามิกหลักจะเข้ามาใกล้ชิดกันหมด รูปพรุนในตอนแรกจะหายไป ทำให้เกิดความหนาแน่นที่มากขึ้นได้ที่อุณหภูมิไม่สูงนัก

ทั้งนี้การเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวยังต้องคำนึงถึงปัจจัยที่ทำให้เกิดประสิทธิภาพมากที่สุด คือ ขนาดอนุภาคผงวัตถุดิบที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะทำให้รูพรุนที่เกิดขึ้นระหว่างอนุภาคมีขนาดเล็กตามไปด้วย เมื่อพิจารณาอนุภาคจะพบส่วนที่เป็นส่วนโค้งกลมและมีพื้นที่ผิวมาก จึงเกิดแรงผลักดันในการเผาผนึกขึ้นมาก ระบบต้องการลดพลังงานพื้นผิวลงจึงเกิดการดึงเข้าหากันของอนุภาค การเผาผนึกจึงเกิดได้ง่ายขึ้น

1. ขนาดอนุภาค ผงวัตถุดิบที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะทำให้รูพรุนที่เกิดขึ้นระหว่างอนุภาคมีขนาดเล็กตามไปด้วย เมื่อพิจารณาอนุภาคจะพบส่วนที่เป็นส่วนโค้งกลมและมีพื้นที่ผิวมาก จึงเกิดแรงผลักดันในการเผาผนึกขึ้นมาก ระบบต้องการลดพลังงานพื้นผิวลงจึงเกิดการดึงเข้าหากันของอนุภาค การเผาผนึกจึงเกิดได้ง่ายขึ้น

2. ความหนืดของเฟสของเหลว ถ้าของเหลวที่เกิดขึ้นมีแรงตึงผิวต่ำและมีการไหลตัวที่ดีความสามารถในการกระจายตัวเข้าไปล้อมรอบอนุภาควัสดุเซรามิกหลักและรูพรุนจะเกิดได้ดีมากกว่าของเหลวที่มีความหนืดสูง มีการไหลตัวต่ำ

3. ความตึงผิวของเฟสของเหลว ค่าความตึงผิวที่ต่ำจะมีความสามารถในการกระจายตัวเข้าปกคลุมพื้นที่ผิวของรูพรุนและวัสดุเซรามิกหลักได้ง่ายขึ้น จากรูปที่ 2.11^[23] แสดงให้เห็นถึงลักษณะความตึงผิวของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นกับวัสดุเซรามิกหลัก



รูปที่ 2.11 ความตึงผิวของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นกับวัสดุเซรามิกหลัก

จะเห็นได้ว่ามุมที่เกิดขึ้นระหว่างผิวของเฟสที่เป็นของเหลวที่กระทำกับผิววัสดุเซรามิกหลัก (contact angle) จะแทนด้วย θ ถ้ามุม θ มีขนาดเล็กจะแสดงให้เห็นถึงความสามารถในการครอบคลุมพื้นที่ผิวที่ดีของเฟสที่เป็นของเหลว แต่ในทางกลับกันถ้ามุม θ มีขนาดใหญ่มากกว่า 90° จะเกิดการแยกเป็นหยดของเฟสที่เป็นของเหลวบนผิวของวัสดุเซรามิกหลัก

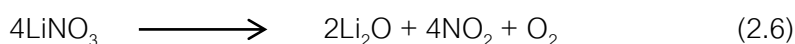
ในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีความโปร่งใสสูงนั้น กระบวนการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวจะนำมาใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการเผาผนึก โดยจะเห็นได้จากสารตัวเติมที่ถูกนำมาใช้นั้นมีมากมายหลายชนิด เช่น อะลูมิเนียมฟลูออไรด์ (AlF_3)^[24] โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3)^[25] เซอร์โคเนียมซิลิเกต (ZrSiO_4)^[26] อิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3)^[27] เป็นต้น แต่ที่ได้รับความนิยมและสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผนึกให้สูงที่สุดคือ ลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF)^[28-30]

ลิเทียมฟลูออไรด์มีโครงสร้างในลักษณะลูกบาศก์ มีจุดหลอมเหลวประมาณ 845 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นธาตุในหมู่ที่ 1 ของตารางธาตุจึงมีสมบัติในการเป็นสารช่วยลดจุดสุกตัวทางเซรามิก (flux) ที่แรง เมื่อใช้เป็นสารตัวเติมในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ด้วยหลักการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวจึงสามารถได้รับชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำลง แต่การใช้ลิเทียมฟลูออไรด์นั้นในขณะเผาผนึกจะเกิดสลายตัวของแก๊สฟลูออรีนซึ่งมีความเป็นพิษในบรรยากาศ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล (Li_5AlO_4) ที่มีสมบัติในการเป็นสารช่วยลดจุดสุกตัวที่แรงในทางเซรามิกเช่นเดียวกับลิเทียมฟลูออไรด์ และมีจุดหลอมเหลวต่ำประมาณ 1116 องศาเซลเซียส นอกจากนั้นจากการสืบค้นข้อมูลทางวิชาการยังไม่พบการใช้สารตัวเติมประเภทลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลในกระบวนการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบโปร่งใส จึงมีความน่าสนใจที่จะทำการศึกษาผลของการเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมในการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบโปร่งใส

2.6 การเตรียมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล

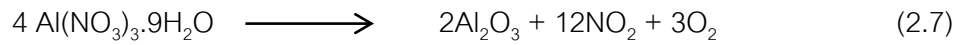
จากแผนภูมิวัฏภาคระหว่างลิเทียมออกไซด์ (Li_2O) และอะลูมินา (Al_2O_3) ดังแสดงในรูปที่ 2.12 จะเห็นได้ว่าการเตรียมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล (Li_5AlO_4) สามารถเตรียมได้จากการคำนวณหาอัตราส่วนโมลของลิเทียมออกไซด์ต่ออะลูมินาโดยใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยที่เฟสของลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจะเกิดขึ้นได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1116 องศาเซลเซียส โดยอัตราส่วนลิเทียมออกไซด์ในลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจะคิดเป็นร้อยละ 59.44 โดยมวล และอัตราส่วนอะลูมินาในลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจะคิดเป็นร้อยละ 40.56 โดยมวล การทดลองนี้ได้ใช้สารตั้งต้นในการเตรียมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลคือ ลิเทียมไนเตรต (LiNO_3) และ อะลูมิเนียมไนเตรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ที่มีความบริสุทธิ์สูงเป็นแหล่งให้ลิเทียมออกไซด์และอะลูมินา ตามลำดับ

จากสมการการสลายตัวของลิเทียมไนเตรต^[31]

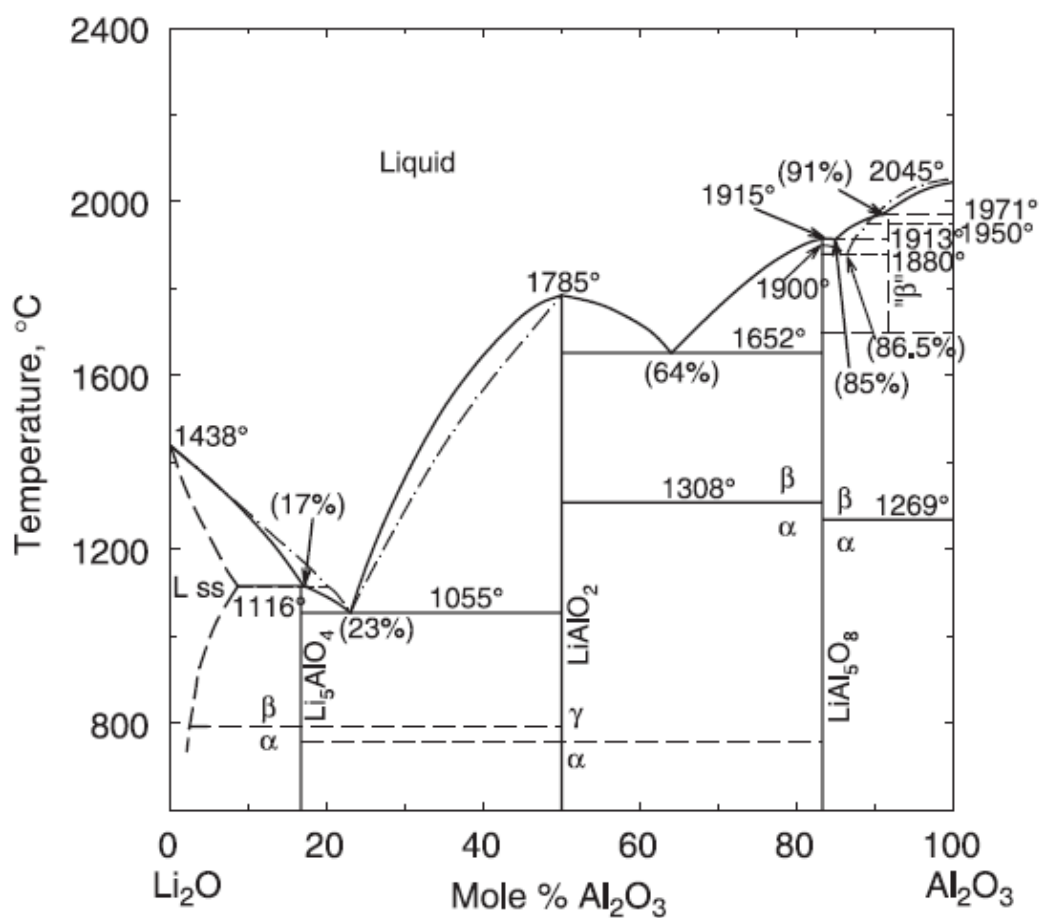


จะเห็นได้ว่าจากอัตราส่วนโมลจากสมการการสลายตัวข้างต้นปริมาณลิเทียมออกไซด์ที่จะได้จากสารตั้งต้นลิเทียมไนเตรตคิดเป็นร้อยละ 21.67

จากสมการการสลายตัวของอะลูมิเนียมไนเตรต^[32]



จะเห็นได้ว่าจากอัตราส่วนโมลจากสมการการสลายตัวข้างต้นปริมาณอะลูมินาที่จะได้จากสารตั้งต้นอะลูมิเนียมไนเตรตคิดเป็นร้อยละ 13.59

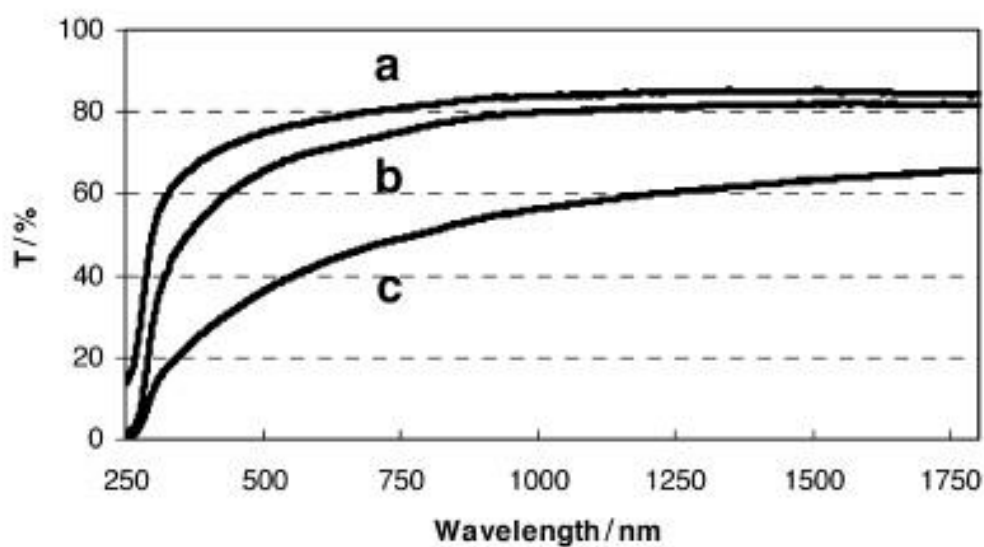


รูปที่ 2.12 แผนภูมิวัฏภาคระหว่างลิเทียมออกไซด์กับอะลูมินา^[33]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

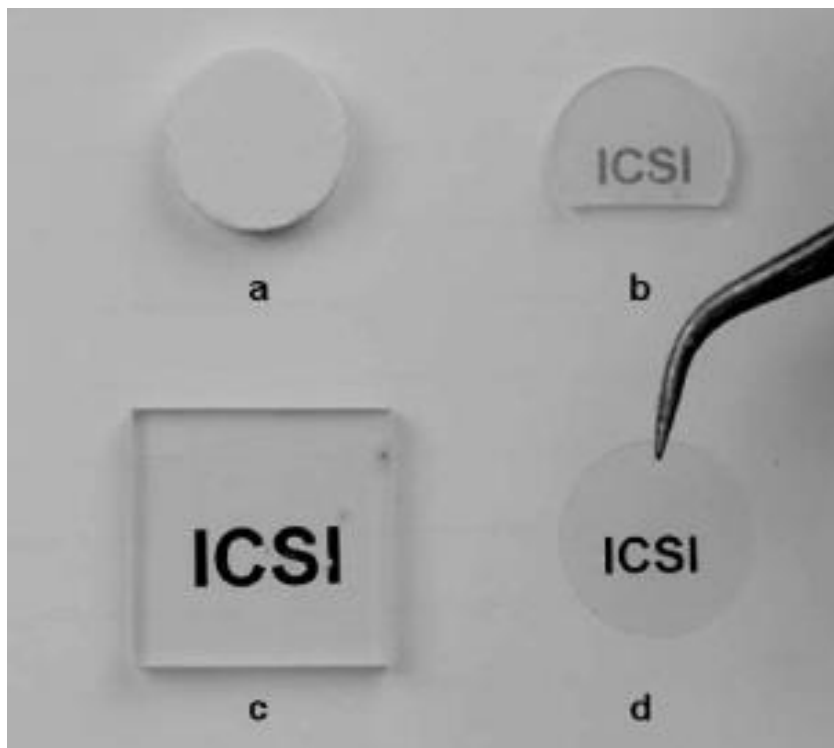
Goldstein และคณะ^[34] ได้ทำการศึกษาถึงบทบาทของเกรนที่มีขนาดเล็กในการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำต่อการส่องผ่านของแสงของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลพหุผลึก โดยใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าของบริษัท Nanocerox, Inc เป็นสารตั้งต้น พื้นที่ผิวจำเพาะของผงทางการค้านี้มีค่าประมาณ 30 ตารางเมตรต่อกรัม เตรียมด้วยวิธีการ flame spray pyrolysis โดย

นำมาสลายการจับตัวเป็นก้อนใน isopropyl alcohol อบจนแห้งด้วยความร้อนและร้อนผ่านตะแกรงขนาด 71 mesh และนำไปขึ้นรูปเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตรหนา 3-8 มิลลิเมตร ด้วยการอัดเย็นทุกทิศทางและเผาผนึกในอากาศในช่วงอุณหภูมิ 1250-1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1320 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ชิ้นงานที่มีการส่องผ่านของแสงสูงถึงร้อยละ 80 ด้วยความหนา 2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.13 และ รูปที่ 2.14



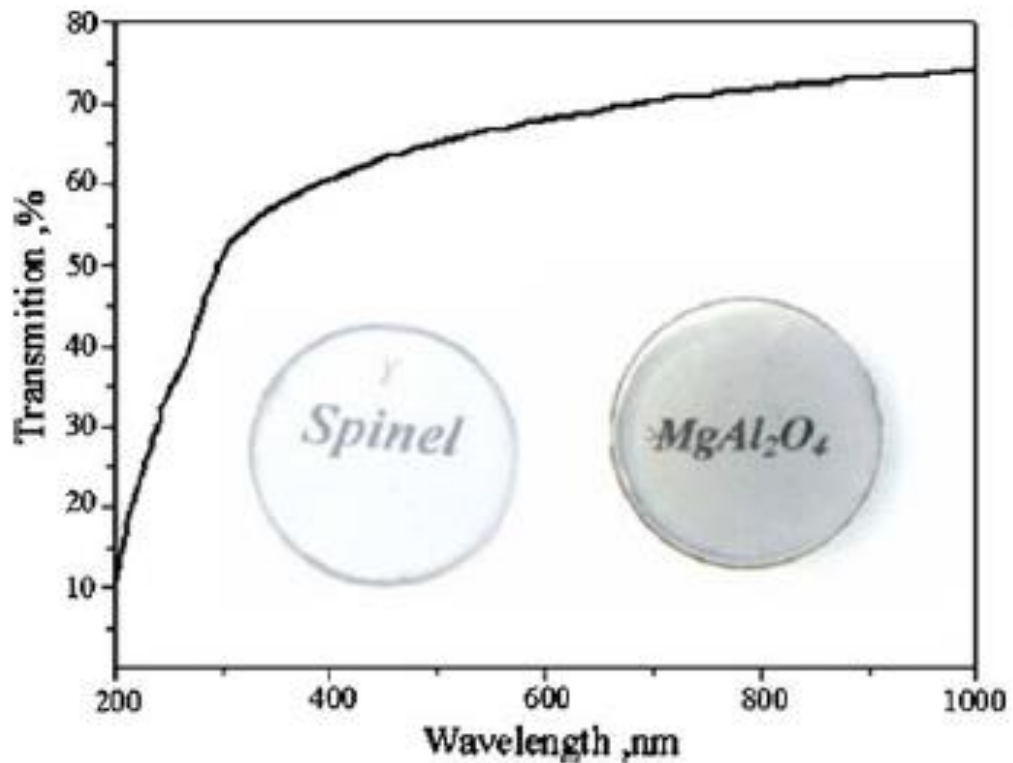
รูปที่ 2.13 การส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 250-1750 nm ของชิ้นงาน

a) เเผาในอากาศ 1280°C/3h + HIP 1320°C/3h หนา 2 mm b) เเผาในอากาศ 1280°C/3h + HIP 1320°C/3h หนา 3.5 mm c) เเผาในอากาศ 1370°C/3h หนา 2 mm



รูปที่ 2.14 ชิ้นงานที่มีความใสต่างกันตามลักษณะการเผาผนึก a) เผาในอากาศ 1280°C/3h
 b) เผาในอากาศ 1400°C/3h c) เผาในอากาศ 1280°C/3h + HIP 1320°C/3h
 d) เผาในอากาศ 1320°C/3h + HIP 1320°C/3h

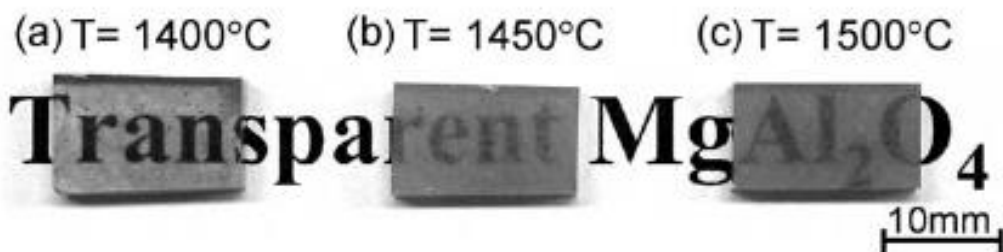
Frage และคณะ^[35]ได้ทำการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนไตรด์แบบโปร่งใสด้วยวิธีการเผาผนึกแบบสปาร์คพลาสมา โดยมีการใช้ลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเป็นสารตัวเติม สารตั้งต้นนี้ใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ทางการค้าของบริษัท SASOL NORTH AMERICA, Inc ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 17 ตารางเมตรต่อกรัม ขึ้นรูปด้วยการนำผงวัตถุดิบที่เตรียมได้ไปใส่ในแม่พิมพ์แกรไฟต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร โดยทำการเผาผนึกแบบสปาร์คพลาสมาที่อุณหภูมิสูงสุด 1600 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 20 กิโลนิวตัน พบว่าชิ้นงานที่ผสมสารตัวเติมมีค่าการส่องผ่านของแสงสูงถึงร้อยละ 75 ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 การส่องผ่านของแสงของชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ (ซ้าย) และไม่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ (ขวา) โดยมีความหนา 2.7 มิลลิเมตร

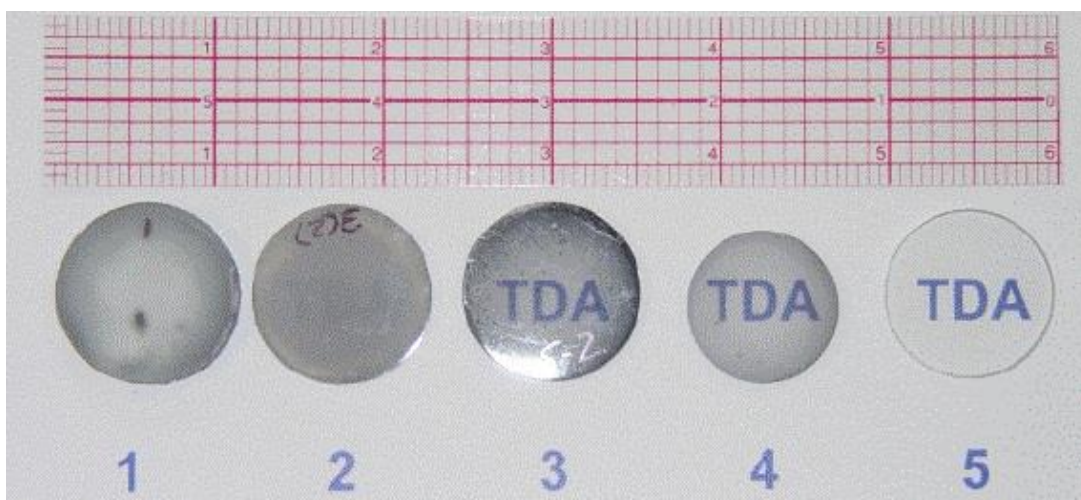
Glide และคณะ^[36] ได้ศึกษาผลของพารามิเตอร์ต่างๆ ในการอัดร้อนและการอัดร้อนทุกทิศทางต่อการส่องผ่านของแสงของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าของบริษัท Baikowski Group Co., Ltd โดยทำการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยการอัดร้อนที่ความดัน 20 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1620-1650 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอัดร้อนทุกทิศทางในช่วงอุณหภูมิ 1500-1900 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 100-200 เมกะพาสคัล ปรากฏว่าชิ้นงานที่ผ่านการอัดร้อนจะมีค่าการส่องผ่านของแสงร้อยละ 40 ด้วยความหนา 6 มิลลิเมตร แต่การส่องผ่านของแสงจะเพิ่มขึ้นอย่างมากหลังจากผ่านการอัดร้อนทุกทิศทางอีกครั้งหนึ่งที่อุณหภูมิ 1900 องศาเซลเซียส โดยค่าการส่องผ่านของแสงสูงถึงร้อยละ 82.5

Dericioglu และคณะ^[37] ได้ศึกษาผลของขอบเกรนต่อการส่องผ่านของแสงของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล โดยการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลจากการเผาผลาญระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์กับอะลูมิเนียมออกไซด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โมล ผสมโดยการบดเปียกในเอธิลแอลกอฮอล์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง อบด้วยความร้อน 80 องศาเซลเซียส ร้อนผ่านตะแกรงจนได้ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล จากนั้นขึ้นรูปชิ้นงานด้วยการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1400 1450 และ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงตามลำดับ ได้ชิ้นงานแผ่นสี่เหลี่ยมขนาด 65 มิลลิเมตรหนา 6 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ความดัน 189 เมกะพาสคัล ได้ชิ้นงานดังรูปที่ 2.16 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 1400 องศาเซลเซียส จะมีการส่องผ่านของแสงสูงที่สุดประมาณร้อยละ 60-70 แต่ในการอัดร้อนที่อุณหภูมิสูงขึ้น ชิ้นงานกลับมีการส่องผ่านของแสงที่แย่ง คาดว่าเกิดจากการแตกตามรอยขอบเกรนจากการอัดชิ้นงาน ซึ่งเป็นสาเหตุหลักทำให้การกระเจิงของแสงเกิดมากขึ้น



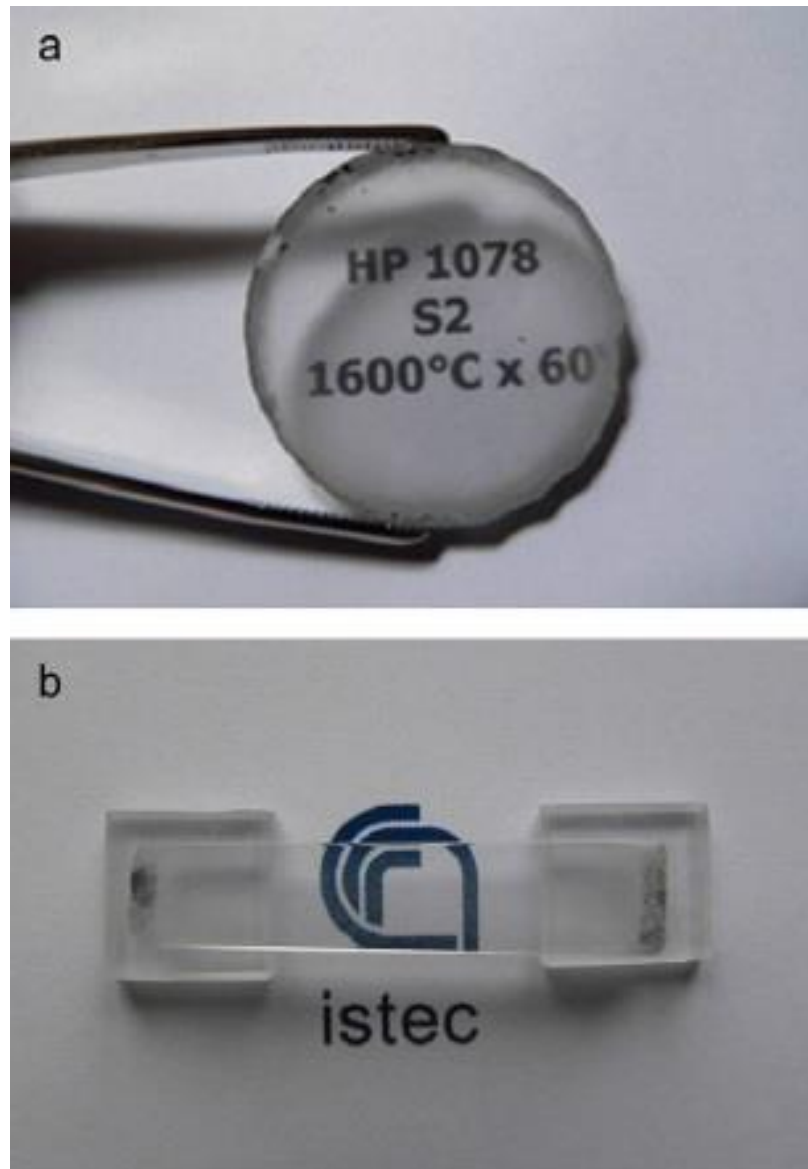
รูปที่ 2.16 ลักษณะของชิ้นงานหลังอัดร้อน มีความหนา 4 mm a) อัดร้อนที่ 1400°C
b) อัดร้อนที่ 1450°C c) อัดร้อนที่ 1500°C

Cook และคณะ^[38] ได้ทำการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลขึ้นด้วยวิธีการ sol-gel จากนั้นนำไปพ่นฝอยอบแห้ง (spray drying) จนได้ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่มีพื้นที่ผิวประมาณ 250 ตารางเมตรต่อกรัม จากนั้นนำไปขึ้นรูปด้วยการอัดร้อน โดยใช้ความดันประมาณ เมกะพาสคัล 3.54 ในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 950-1200 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นระยะเวลา 15 ถึง 120 นาที ก่อนจะเพิ่มความดันเป็น 34.5 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิสูงสุด 1550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เบื้องต้นพบชิ้นงานที่มีความทึบแสง จึงทำการปรับเปลี่ยนสูตรด้วยการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ลงไปเป็นสารตัวเติมจนได้ชิ้นงานที่มีความโปร่งใสมากขึ้นดังรูปที่ 2.17 แต่ในรูปที่ 2.17 ชิ้นงานที่ 5 ที่มีการส่องผ่านของแสงมากที่สุดยังพบจุดสีดำในชิ้นงาน คาดว่าเกิดจากการที่มีสิ่งเจือปนลงไปเป็นสารตั้งต้น นอกจากนี้การที่สารตั้งต้นมีพื้นที่ผิวมากยังก่อให้เกิดขอบเกรนที่มากขึ้น ส่งผลให้การส่องผ่านของแสงลดลง



รูปที่ 2.17 การพัฒนาชิ้นงานให้มีการส่องผ่านของแสงที่มากขึ้น

Esposito และคณะ^[39]ได้ผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลด้วยการอัดร้อน โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลด้วยการเผาผนึกของสารตั้งต้นแมกนีเซียมออกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ จากนั้นผสมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเพื่อเป็นสารตัวเติมด้วยการบดเปียก อบและร่อนผ่านตะแกรง จนได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลที่มีขนาด 130 ไมโครเมตร ขึ้นรูปชิ้นงานโดยนำผงวัตถุดิบที่เตรียมไว้ใส่ในแม่พิมพ์แกรไฟต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร พบว่าการอัดร้อนโดยการเย็นไฟที่อุณหภูมิ 1220 องศาเซลเซียส จากนั้นให้ความดัน 40 เมกะพาสคัลจนถึงอุณหภูมิ 1585 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะทำให้ได้ชิ้นงานที่มีการส่องผ่านของแสงสูงที่สุดประมาณร้อยละ 78.5 ดังแสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 ชิ้นงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 mm หลังจากการอัดร้อน a) ภาควัดตัดขวางของชิ้นงาน b) การส่องผ่านของแสงที่ห่างจากตัวหนังสือด้านหลัง 4 mm

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงอิทธิพลของสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนตต่อการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปีเนล โดยมีการเปรียบเทียบคุณสมบัติที่ใช้ในการเผาผนึกของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปีเนลทางการค้า เปรียบเทียบปริมาณสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนตโดยน้ำหนักต่อการเผาผนึกของชิ้นงาน การอัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนึก รวมไปถึงการอัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการอัดร้อน สำหรับเนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงวัตถุดิบสารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง การวิเคราะห์ผงวัตถุดิบ ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน การวัดสมบัติทางกายภาพ การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค รวมถึงการวัดค่าการส่องผ่านของแสง โดยแบ่งออกเป็นหัวข้อต่างๆ ดังต่อไปนี้

3.1 วัตถุดิบ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีและวัตถุดิบ

- ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปีเนลทางการค้า ($MgAl_2O_4$, S30CR) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ของบริษัท Baikowski Group Co., Ltd ประเทศฝรั่งเศส
- ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปีเนลทางการค้า ($MgAl_2O_4$, TSP-15) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ของบริษัท Taimei Chemicals Co., Ltd ประเทศญี่ปุ่น
- ลิเทียมไนเตรต ($LiNO_3$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98 ของบริษัท Fluka Chemicals Co., Ltd. ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- อะลูมิเนียมไนเตรต ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98 ของบริษัท QREC Chemical Co., Ltd ประเทศนิวซีแลนด์
- แมกนีเซียมไนเตรต ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 ของบริษัท QREC Chemical Co., Ltd ประเทศนิวซีแลนด์
- เอทานอล (C_2H_5OH) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 ของบริษัท QREC Chemical Co., Ltd ประเทศนิวซีแลนด์

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- ปีกเกอร์
- Magnetic stirrer
- เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง
- ช้อนตักสาร
- แท่งแก้วคนสาร
- แผ่นร้อน
- ตู้อบ
- ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 100 mesh
- เครื่องอัดทิศทางเดียว
- เครื่องอัดเป็นทุกทิศทาง
- เครื่องอัดร้อนทิศทางเดียว
- เต้าเผาไฟฟ้า
- เครื่องขัด
- แม่พิมพ์โลหะเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร
- Alumina crucible
- หม้อวัดความหนาแน่น
- X-ray Diffractometer (XRD) Cu-K α ที่ 40 kV 40 mA
- Scanning Electron Microscope (SEM)
- Thermogravimetric Analyzer (TGA)
- Optical Microscope
- UV-VIS Spectrophotometer (Analytica Specord 100 spectrometer)

3.2 การเตรียมผงผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียม

ในงานวิจัยฉบับนี้จะทำการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ลงในผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า 2 ชนิดของบริษัท Baikowski Group Co., Ltd (S30CR) และบริษัท Taimei Chemicals Co., Ltd (TSP-15) ในอัตราส่วนสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 0, 1, 5 และ 10 โดยมวลตามลำดับ โดยในการผสมจะทำการชั่งคำนวณหาปริมาณลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 2.6 ยกตัวอย่างเช่น ในการเตรียมผงผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์กับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 1 โดยมวล ขนาด 30 กรัม จะใช้ลิเทียมไฮดรอกไซด์ 0.83 กรัม และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 0.88 กรัม นำมาละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันในน้ำกลั่น ปริมาตร 200 มิลลิลิตร เมื่อสารทั้งสองละลายเป็นเนื้อเดียวกันแล้วจะเติมผงแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เพื่อไม่ให้เกิด 2 กรัมลงไป จากนั้นปั่นสารทิ้งไว้เป็นเวลา 29.7 ชั่วโมง อัตราส่วนสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แล้วจึงอบการตกตะกอนของผงให้ความร้อนที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จนแห้งสนิทจึงนำไปบดร่อนผ่านตะแกรงขนาด 150 ไมครอน ผงผสมที่ได้จะถูกเก็บรักษาในกล่องดูดความชื้นเพื่อรอการขึ้นรูปและวิเคราะห์หัตถุสมบัติเบื้องต้นต่อไป

3.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน

การขึ้นรูปชิ้นงานจะนำผงผสมที่เราเตรียมไว้ข้างต้นจากหัวข้อ 3.2 ซึ่งน้ำหนักประมาณ 1 กรัม และ 2.5 กรัม สำหรับขึ้นรูปในแม่พิมพ์โลหะทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร และ 25 มิลลิเมตร ตามลำดับ ชิ้นรูปขึ้นงานดิบเบื้องต้นด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียว ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ด้วยความดันขนาด 50 เมกะพาสคัล บางส่วนของชิ้นงานดิบจะถูกนำไปเพิ่มความหนาแน่นขึ้นอีกด้วยเครื่องอัดเย็นทุกทิศทาง ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล คงไว้ที่ความดันสูงสุดเป็นเวลา 5 นาที โดยก่อนที่จะนำชิ้นงานดิบมาอัดเย็นทุกทิศทาง ชิ้นงานจะต้องทำการปิดผนึกในถุงพลาสติกเพื่อป้องกันน้ำที่ใช้เป็นตัวกลางในการอัดเย็นทุกทิศทางซึมเข้าไป จนชิ้นงานเกิดความเสียหายได้ ชิ้นงานดิบที่ได้หลังจากให้ความหนาแน่นทั้งสองวิธี จะนำมาวัดขนาด ชั่งน้ำหนัก และเก็บรักษาไว้ในกล่องดูดความชื้นเพื่อรอการเผาผนึกและวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.1 เครื่องอัดทิศทางเดียว (Uniaxial pressing)



รูปที่ 3.2 เครื่องอัดเย็นทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing)

3.4 การเผาผนึกชิ้นงานดิบ

3.4.1 การเผาผนึกในอากาศ

หลังจากการขึ้นรูปชิ้นงานดิบในหัวข้อ 3.3 ชิ้นงานดิบที่ได้จะนำไปเผาผนึกในอากาศเพื่อเพิ่มความแข็งแรง โดยใช้เตาเผาไฟฟ้า การเผาผนึกในงานวิจัยฉบับนี้ จะเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ถึง 1600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ยืนไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาเปรียบเทียบกับ การเผาผนึกที่มีอุณหภูมิสูงสุดและการยืนไฟเหมือนกัน แต่จะเพิ่มช่วงการยืนไฟ 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเข้าไป เพื่อไล่แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่ใช้ออกไป ชิ้นงานหลังเผาจะนำไปวัดขนาด ชั่งน้ำหนัก และรอการวิเคราะห์ต่อไป

3.4.2 การอัดร้อน

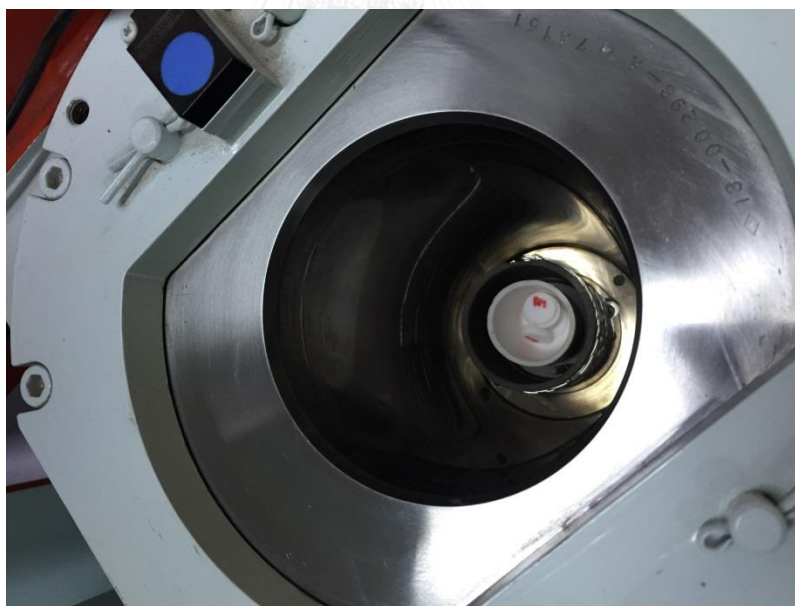
ชิ้นงานดิบที่ผ่านการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล ในหัวข้อ 3.3 จะนำมาเผาผนึกเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ชิ้นงานด้วยการอัดร้อน โดยกระบวนการอัดร้อนจะต้องนำชิ้นงานมาเรียงเป็นชั้นๆ ในลักษณะทรงกระบอก ในแม่พิมพ์แกรไฟต์ โดยแต่ละชั้นของชิ้นงานจะถูกขึ้นด้วยแผ่นแกรไฟต์หนา 0.8 มิลลิเมตร เพื่อป้องกันไม่ให้อุณหภูมิหลังการอัดร้อนติดกัน จากนั้นจึงทำการอัดร้อนด้วยเครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยตารางการอัดร้อนจะเริ่มให้ความดันขนาด 40 เมกะพาสคัล แก่ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส จากนั้นยืนไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส และ 1700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ชิ้นงานที่ได้หลังจากการอัดร้อนจะต้องนำไปเผา anneal อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการไล่อนุภาคของคาร์บอนจากแม่พิมพ์แกรไฟต์ที่แพร่เข้าไปในชิ้นงานในขณะที่ทำการอัดร้อน จึงทำให้ชิ้นงานมีลักษณะหมองคล้ำ ชิ้นงานหลังจากการเผา anneal แล้วจะรอการวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดร้อน (Hot pressing)

3.4.3 การอัดร้อนทุกทิศทาง

ชิ้นงานดิบที่ผ่านการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล ในหัวข้อ 3.3 จะนำมาเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเย็นไฟเป็นเวลา 2 เพื่อเพิ่มความ ชั่วโมงแข็งแรงให้แก่ชิ้นงาน และนำไปอัดร้อนทุกทิศทาง โดยกระบวนการอัดร้อนทุกทิศทางจะต้องนำชิ้นงานมาเรียงเป็นชั้นๆในลักษณะทรงกระบอก ในเตาเผา จากนั้นจึงทำการเผาอัดร้อนทุกทิศทางด้วยเครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยตารางการอัดร้อนทุกทิศทางจะให้ความร้อนแก่ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เย็นไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีการให้ความดัน 200 เมกะพาสคัล แก่ชิ้นงานผ่านตัวกลางที่เป็นแก๊สเฉื่อยอาร์กอน ชิ้นงานที่ได้หลังจากการอัดร้อนทุกทิศทางจะต้องนำไปเผา anneal อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เย็นไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการลด oxygen vacancy ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานจากการเคลื่อนที่ของออกซิเจน ชิ้นงานหลังจากการเผา anneal แล้วจะรอการวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.4 เครื่องอัดร้อนทุกทาง (Hot isostatic pressing) ของบริษัท Kobelco, Ltd.

รุ่น O₂-Dr. HIP

3.5 การตรวจสอบชิ้นงานดิบ

3.5.1 ความหนาแน่นชิ้นงานดิบ (Density)

ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ จะสามารถหาได้จากผลหารของมวลและปริมาตร โดยรวมของวัตถุ

ดังสมการ

$$D = \frac{M}{V}$$

โดยที่

D = ความหนาแน่นของวัตถุ (หน่วย กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

M = มวลของวัตถุ (หน่วย กรัม)

V = ปริมาตรของวัตถุ (หน่วย ลูกบาศก์เซนติเมตร)

โดยการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานดิบจะได้ค่า M วัดขนาดของชิ้นงานด้วยเวอร์เนียร์คาลิเปอร์ คำนวณค่าปริมาตรจากรูปทรงกระบอกตามรูปร่างของชิ้นงานจะได้ค่า V จากนั้นนำค่าทั้งสองมาเข้าสมการจะได้ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ

3.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis)

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนสามารถตรวจสอบได้โดยเครื่องมือ Thermogravimetric Analysis ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ซึ่งจะเป็นการวิเคราะห์หาน้ำหนักที่สูญเสียไปของผงวัตถุดิบในแต่ละช่วงอุณหภูมิ โดยมีการควบคุมบรรยากาศให้ใกล้เคียงกับการเผาไหม้ในอากาศ และจะทำการบันทึกข้อมูลของการสลายตัวของสาร แสดงผลออกมาในรูปแบบกราฟอุณหภูมิต่อน้ำหนักที่หายไปของวัตถุดิบ



รูปที่ 3.5 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis) ของบริษัท Mettler-Toledo (Thailand), Ltd. รุ่น DSC822 Module

3.6 การตรวจสอบชิ้นงานหลังเผา

3.6.1 ความหนาแน่น (Bulk density)

ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาสามารถคำนวณได้จากวิธีการแทนที่น้ำตามหลักการของ Archimedes ด้วยเครื่องมือ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ค่าความหนาแน่นหลังเผาจะเป็นผลหารของน้ำหนักแห้งกับผลต่างระหว่างน้ำหนักอิมมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศกับน้ำหนักอิมมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำ

ดังสมการ

$$\text{Bulk density} = \frac{D}{W - S}$$

โดยที่

Bulk density = ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผา

(หน่วย กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

D = น้ำหนักแห้งของชิ้นงานชั่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

W = น้ำหนักอิมมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานชั่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

S = น้ำหนักอิมมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานชั่งในน้ำ (กรัม หน่วย)

โดยการอบชิ้นงานจนแห้งสนิทแล้วนำไปชั่งน้ำหนักจะได้น้ำหนักแห้งที่เป็นค่า D จากนั้นนำไปใส่ในหม้อตุ๋นความชื้นเป็นเวลา ชั่วโมงแล้วรินน้ำจนท่วมชิ้นงานทิ้งไว้เป็น 15 เวลานาที จากนั้นนำชิ้นงานที่อิมมัตว์ด้วยน้ำไปชั่งในน้ำและในอากาศ แล้วจึงคำนวณค่าตามสมการข้างต้นจะได้ค่าความหนาแน่นชิ้นงานหลังเผา



รูปที่ 3.6 หม้อสุญญากาศสำหรับวัดความหนาแน่นตามหลักการแทนที่น้ำ

3.6.2 การดูดซึมน้ำของชิ้นงาน (Water absorption)

การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาสามารถคำนวณหาได้จากหลักการแทนที่น้ำตามหลักการของ Archimedes

ดังสมการ

$$\% \text{water absorption} = \frac{W - D}{D} \times 100$$

โดยที่

%Water absorption = การดูดซึมน้ำของชิ้นงาน (หน่วย ร้อยละ)

D = น้ำหนักแห้งของชิ้นงานซึ่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

W = น้ำหนักอิมมัตด้วยน้ำของชิ้นงานซึ่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

โดยการอบชิ้นงานจนแห้งสนิทแล้วนำไปชั่งน้ำหนักจะได้น้ำหนักแห้งที่เป็นค่า D จากนั้นนำไปใส่ในหม้อดูดความชื้นเป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้วรินน้ำจนท่วมชิ้นงานทิ้งไว้เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำชิ้นงานที่อิมมัตด้วยน้ำไปชั่งในน้ำและในอากาศ แล้วจึงคำนวณค่าตามสมการข้างต้นจะได้ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำชิ้นงานหลังเผา

3.6.3 ความพรุนตัวของชิ้นงาน (Porosity)

ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา สามารถคำนวณหาได้จากหลักการแทนที่น้ำ ตามหลักการของ Archimedes

ดังสมการ

$$\%Porosity = \frac{W - D}{W - S} \times 100$$

โดยที่

%Porosity = ความพรุนตัวของชิ้นงาน (หน่วย ร้อยละ)

D = น้ำหนักแห้งของชิ้นงานซึ่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

W = น้ำหนักอิมมิตัวด้วยน้ำของชิ้นงานซึ่งในอากาศ (หน่วย กรัม)

S = น้ำหนักอิมมิตัวด้วยน้ำของชิ้นงานซึ่งในน้ำ (หน่วย กรัม)

โดยการอบชิ้นงานจนแห้งสนิทแล้วนำไปชั่งน้ำหนักจะได้น้ำหนักแห้งที่เป็นค่า D จากนั้นนำไปใส่ในหม้อดูดความชื้นเป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้วรินน้ำจนท่วมชิ้นงานทิ้งไว้เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำชิ้นงานที่อิมมิตัวด้วยน้ำไปชั่งในน้ำและในอากาศ แล้วจึงคำนวณค่าตามสมการข้างต้นจะได้ค่าร้อยละความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา

3.6.4 การหดตัวหลังเผาของชิ้นงาน (Firing shrinkage)

การหดตัวหลังเผาของชิ้นงานสามารถหาได้จากผลหารของการเปลี่ยนแปลงความยาวของชิ้นงานก่อนและหลังเผา กับ ความยาวก่อนเผา

ดังสมการ

$$\%Firing\ shrinkage = \frac{F_i - F_f}{F_i} \times 100$$

โดยที่

%Firing shrinkage = การหดตัวของชิ้นงานหลังเผา (หน่วย ร้อยละ)

F_i = ความยาวของชิ้นงานเริ่มต้น (หน่วย มิลลิเมตร)

F_f = ความยาวของชิ้นงานหลังเผา (หน่วย มิลลิเมตร)

โดยการวัดขนาดความยาวของชิ้นงานดิบก่อนเผาด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์จะได้ค่า F_i และวัดขนาดความยาวของชิ้นงานหลังเผาด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์จะได้ค่า F_f จากนั้นนำค่าทั้งสองมาเข้าสมการจะได้ค่าร้อยละการหดตัวหลังเผา

3.6.5 การสูญเสียน้ำหนักของชิ้นงานหลังเผา (Weight loss)

การสูญเสียน้ำหนักของชิ้นงานหลังเผาสามารถหาได้จากผลหารของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานก่อนและหลังเผา กับ น้ำหนักของชิ้นงานหลังเผาดังสมการ

$$\%Weight\ loss = \frac{W_i - W_f}{W_i} \times 100$$

โดยที่

$\%Weight\ loss$ = การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงาน (หน่วย ร้อยละ)

W_i = น้ำหนักของชิ้นงานก่อนเผา (หน่วย กรัม)

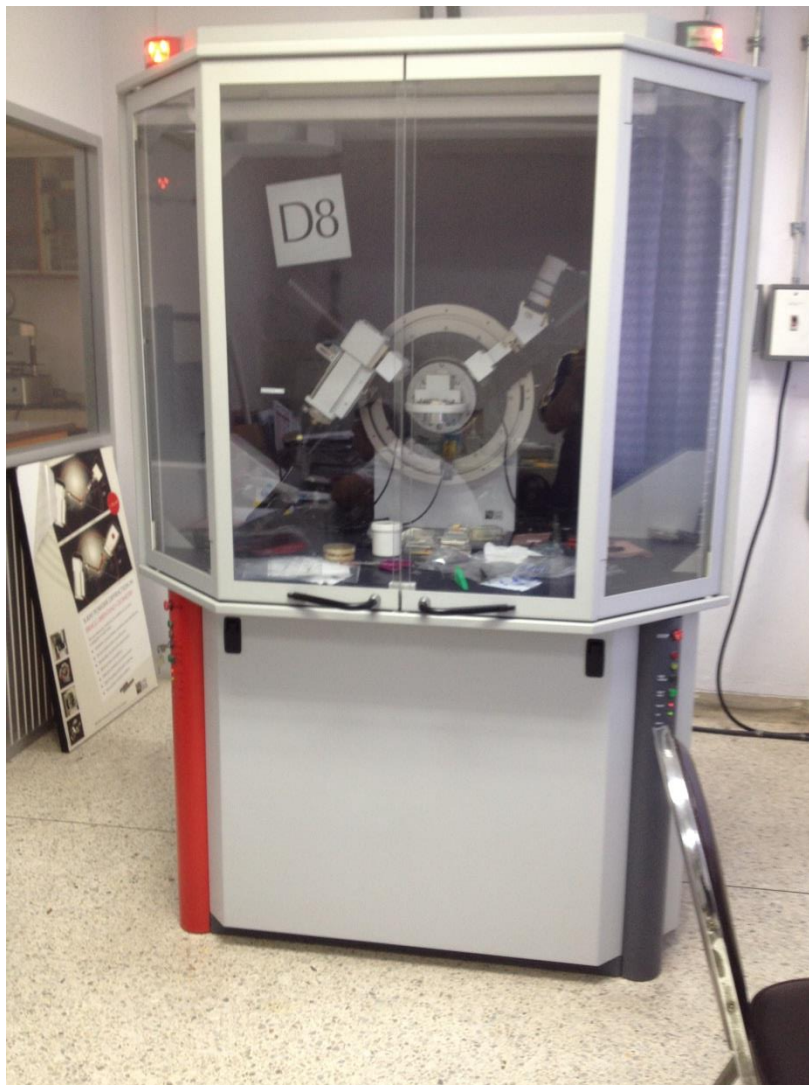
W_f = น้ำหนักของชิ้นงานหลังเผา (กรัม หน่วย)

โดยการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานก่อนเผาจะได้ค่า W_i แล้วชั่งน้ำหนักของชิ้นงานหลังเผาจะได้ค่า W_f จากนั้นนำค่าทั้งสองเข้าสมการข้างต้นจะได้ค่าร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของชิ้นงานหลังเผา

3.6.6 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟส

การวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียม สามารถตรวจสอบได้โดยการใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่ทราบความยาวคลื่น โดยรังสีเอ็กซ์จะตกกระทบลงไปบนผิวของชิ้นงาน ถ้าชิ้นงานมีลักษณะเป็นผลึก จะเกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอ็กซ์ในองศาที่แตกต่างกันของระนาบผลึก โดยรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนไปจะมีส่วน Detector ทำหน้าที่รับข้อมูลและแปลงค่าแสดงออกมาในรูปแบบของกราฟ โดยในการทดลองนี้จะตรวจสอบองค์ประกอบทางเฟสด้วยเครื่องมือ X-ray Diffractometer

ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ของบริษัท Bruker รุ่น D8 Advanced โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ radiation ในช่วง 2Θ เท่ากับ 10-80 องศา



รูปที่ 3.7 เครื่อง X-ray diffractometer (XRD)

3.6.7 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสามารถตรวจสอบได้ด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) ของบริษัท JEOL รุ่น JSM-6480 LV ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยมีหลักการคือส่วนที่ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอนภายในเครื่องจะสร้างและยิงลำแสงอิเล็กตรอนลงไปตกกระทบกับผิวของชิ้นงานที่ทำการเคลือบด้วยทอง จะทำให้อิเล็กตรอนที่ผิวของชิ้นงานเกิดการกระตุ้นและคลายพลังงานออกมาเกิดเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ส่วนที่ทำหน้าที่เป็น

Detector จะทำการเก็บข้อมูลและแปลงสัญญาณออกมาเป็นภาพ โดยในการเตรียมชิ้นงานให้การทดลองนี้จะต้องขัดชิ้นงานให้เรียบด้วยแผ่นซิลิคอนคาร์ไบด์ ความละเอียดตั้งแต่เบอร์ 120, 240, 360, 480, 600, 1200 และ 2500 ตามลำดับ จากนั้นขัดละเอียดอีกครั้งด้วยผงเพชรขนาด 6, 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ หลังจากการขัด ชิ้นงานจะถูกทำความสะอาดและนำไปกัดผิวด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าการเผาผนึก 100 องศาเซลเซียส ยืนไฟ 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมง เพื่อให้ภาพโครงสร้างจุลภาคแสดงขอบเกรนได้ชัดเจนยิ่งขึ้น



รูปที่ 3.8 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

3.6.8 การวัดขนาดเกรนเฉลี่ย

การวัดขนาดเกรนเฉลี่ยสามารถหาได้จากวิธีการ Linear intercept^[40] โดยการนำภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคในหัวข้อ 3.7.7 มาลากเส้นผ่านเกรนให้ได้ความยาว 75 มิลลิเมตรต่อเส้น อย่างน้อย 5 เส้นต่อภาพ โดยในแต่ละเส้นจะต้องผ่านเกรนอย่างน้อย 20 เกรนจากนั้นคำนวณค่าต่างๆ

ดังสมการ

$$D_{av} = \frac{1_t - 1_p}{n_i m} \times 10^3 \times 1.56$$

โดยที่

D_{av} = ขนาดเกรนเฉลี่ย (หน่วย ไมครอน)

l_t = ความยาวรวมของเส้นตรงทั้งหมดที่ลากผ่านเกรน (หน่วย มิลลิเมตร)

l_p = ความยาวรวมของเส้นตรงที่ลากผ่านรูพรุน (หน่วย มิลลิเมตร)

n_t = จำนวนจุดตัดที่เส้นตรงลากผ่านขอบเกรน

m = กำลังขยายของรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาค

โดยการวัดความยาวของเส้นตรงที่ลากผ่านขอบเกรนแรกจนถึงขอบเกรนสุดท้าย จะได้ค่า l_t จากนั้นวัดความยาวเส้นตรงที่ลากผ่านรูพรุนจะได้ค่า l_p ถ้าเส้นตรงลากผ่านขอบเกรน จะนับค่า n_t เป็น 1 แต่ถ้าผ่านจุดร่วมของเกรน (Triple point) จะนับค่า n_t เป็น 1.5 ส่วนค่า m จะหาได้จากกำลังขยายของรูปโครงสร้างจุลภาคที่ใช้ จากนั้นนำค่าที่ได้ทั้งหมดเข้าสมการข้างต้น จะได้ค่าขนาดเกรนเฉลี่ย

3.6.9 การส่องผ่านของแสง

การส่องผ่านของแสงสามารถตรวจสอบได้จากเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer ของบริษัท Analytica รุ่น Specord 100 spectrometer ดังแสดงในรูปที่ 3.9 เพื่อหาช่วงของการส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตั้งแต่ 200 นาโนเมตร ถึง 900 นาโนเมตร โดยในการเตรียมชิ้นงานในการทดลองนี้จะใช้ชิ้นงานจากการอัดรีดที่ผ่านการเผา anneal ไล่อุณหภูมิของคาร์บอนที่แพร่เข้าไปในชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้ว มาขัดชิ้นงานให้เรียบด้วยแผ่นซิลิคอนคาร์ไบด์ความละเอียดตั้งแต่เบอร์ 120, 240, 360, 480, 600, 1200 และ 2500 ตามลำดับ จากนั้นขัดละเอียดอีกครั้งด้วยผงเพชรขนาด 6, 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ โดยต้องทำในลักษณะเดียวกันทั้งสองด้านเพื่อให้เกิดเป็นระนาบขึ้น

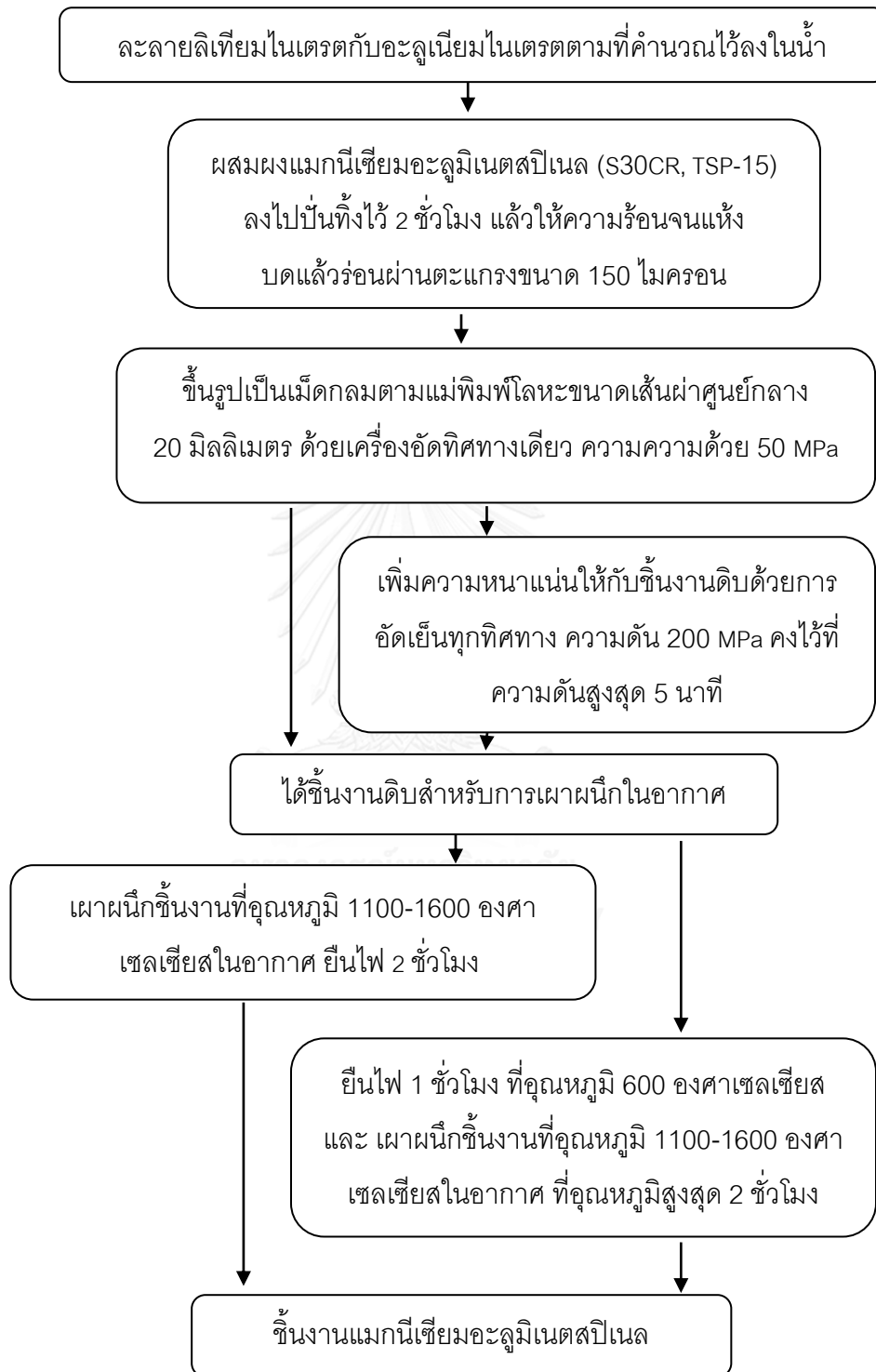


รูปที่ 3.9 เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

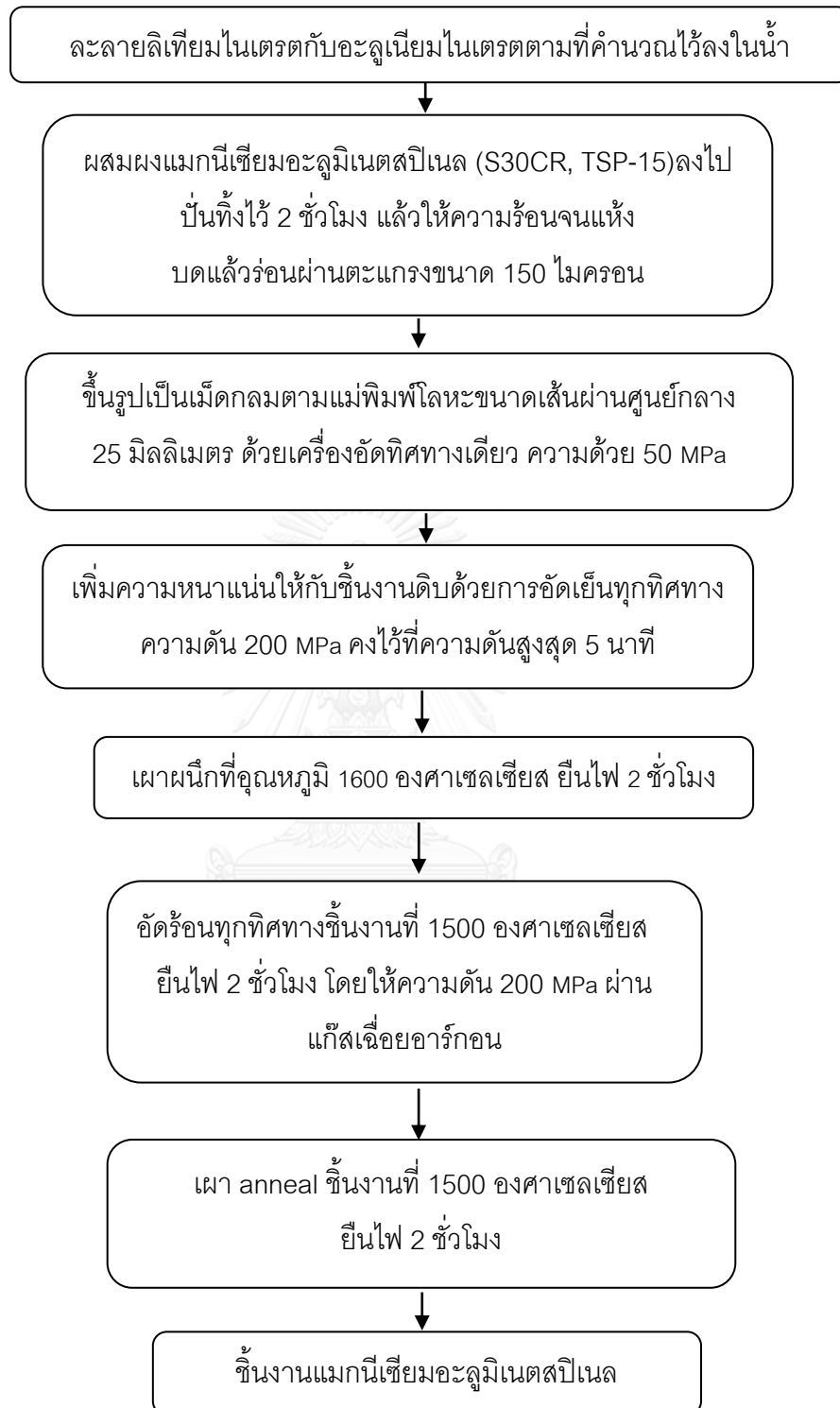
CHULALONGKORN UNIVERSITY

โดยขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานของผงผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์กับสารตัวเติม
ลิเทียมไนเตรตด้วยวิธีการการเผาผนึกในอากาศและการอัดร้อน สามารถสรุปเป็นแผนผังรูปภาพ
ได้ดังแสดงในรูปที่ 3.10 ถึงรูปที่ 3.12

3.7 แผนผังการทดลอง



รูปที่ 3.10 แผนผังการทดลองการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์กับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมโดยการเผาในอากาศ



รูปที่ 3.12 แผนผังการผลิตการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์กับสารตัวเติมลิเทียม
อะลูมิเนียมโดยการอัดร้อนทุกทิศทาง

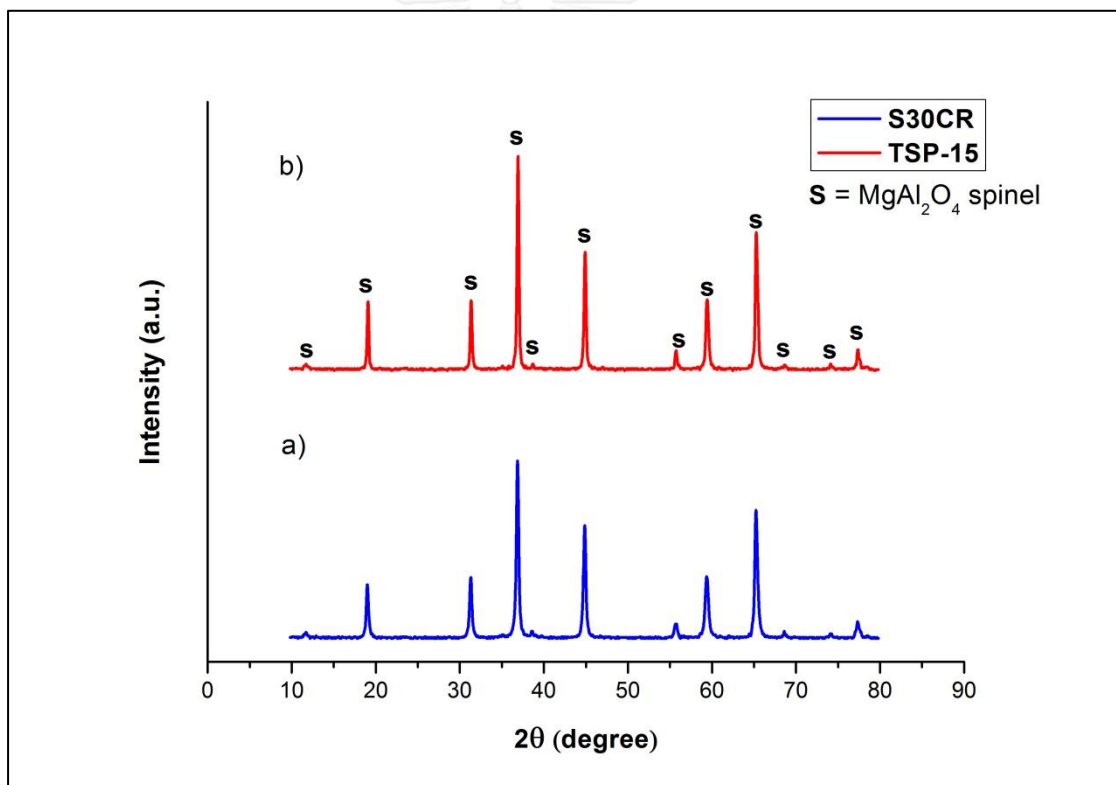
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

4.1 การวิเคราะห์ผงวัสดุ

4.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลทางการค้าของผงทั้งสองตัวอย่าง คือ S30CR และ TSP-15 ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง x-ray diffraction (XRD) โดยจากรูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสแสดงให้เห็นถึงการไม่มีเฟสอื่นปนในผงทั้งสองตัวอย่าง ซึ่งพีคสูงสุดแสดงถึงความเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลสอดคล้องกับ JCPDS#00-021-1152 $MgAl_2O_4$ spinel

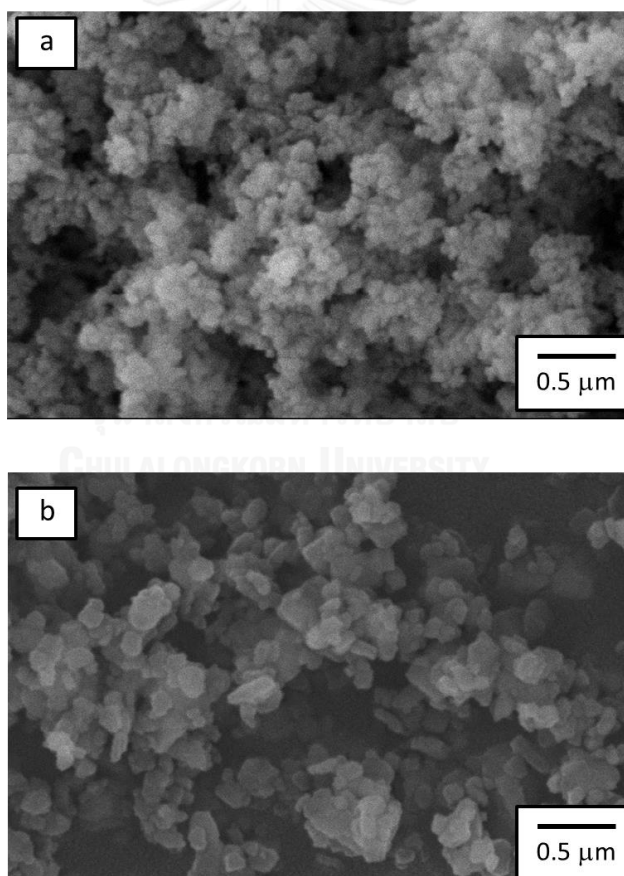


รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลทางการค้าของผงทั้ง 2 ชนิด คือ

a) S30CR และ b) TSP-15

4.1.2 โครงสร้างจุลภาค

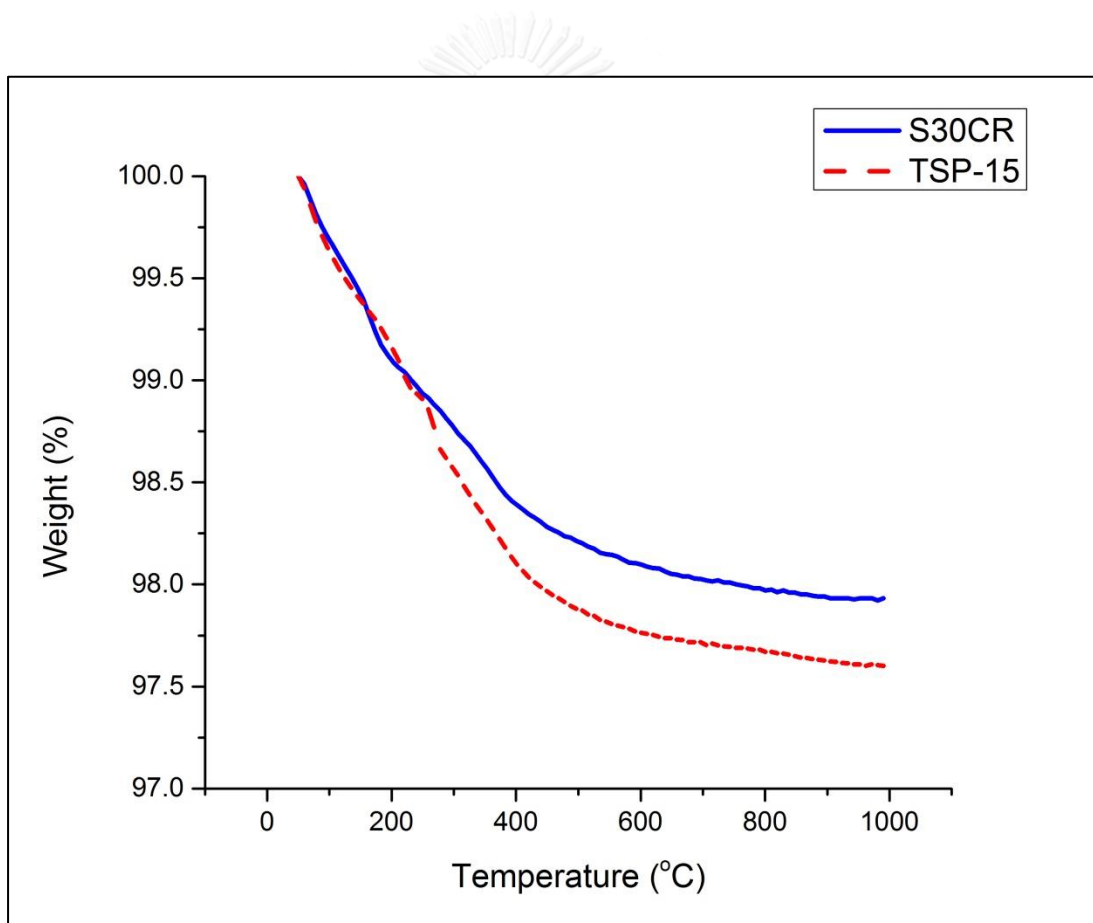
การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทั้งสองตัวอย่างสามารถตรวจสอบได้จากเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) จากรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นลักษณะของอนุภาคของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้าของผงทั้งสองตัวอย่างที่กำลังขยาย 30,000X เห็นได้ว่าผงมีอนุภาคที่ค่อนข้างเป็นทรงกลม โดยผงตัวอย่าง S30CR จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าและมีขนาดการกระจายตัวของอนุภาคสม่ำเสมอกว่าผงตัวอย่าง TSP-15 ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยที่ทางบริษัททั้งสองให้ข้อมูลไว้คือ S30CR มีขนาดประมาณ ไมครอน และ 0.2TSP-15 มีขนาดประมาณ 0.36 ไมครอน แต่จะเห็นได้ว่า S30CR มีการเกาะกันเป็นกลุ่มของอนุภาค (agglomerate) หนาแน่นกว่า TSP-15 ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคตั้งแต่ 0.2–0.36 ไมครอน



รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า a) S30CR และ b) TSP-15

4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

จากรูปที่ 4.3 แสดงถึงสมบัติทางความร้อนของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้าทั้งสองตัวอย่าง คือ S30CR และ TSP-15 ที่ช่วงอุณหภูมิ 50-1000 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศออกซิเดชัน จะเห็นได้ว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้าทั้งสองตัวอย่างมีการสลายตัวออกเพียงเล็กน้อยในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 500 องศาเซลเซียส คือการสลายตัวออกไปของความชื้นที่ผิวของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล โดยผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล S30CR และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล TSP-15 มีการสลายตัวออกไปของความชื้นที่ผิวใกล้เคียงกัน คือ ร้อย 2.03 และร้อยละ 2.40 ตามลำดับ ทำให้ที่อุณหภูมิสิ้นสุดการทดลองคงเหลือน้ำหนัก ร้อยละ 97.97 และร้อยละ 97.6 ตามลำดับ

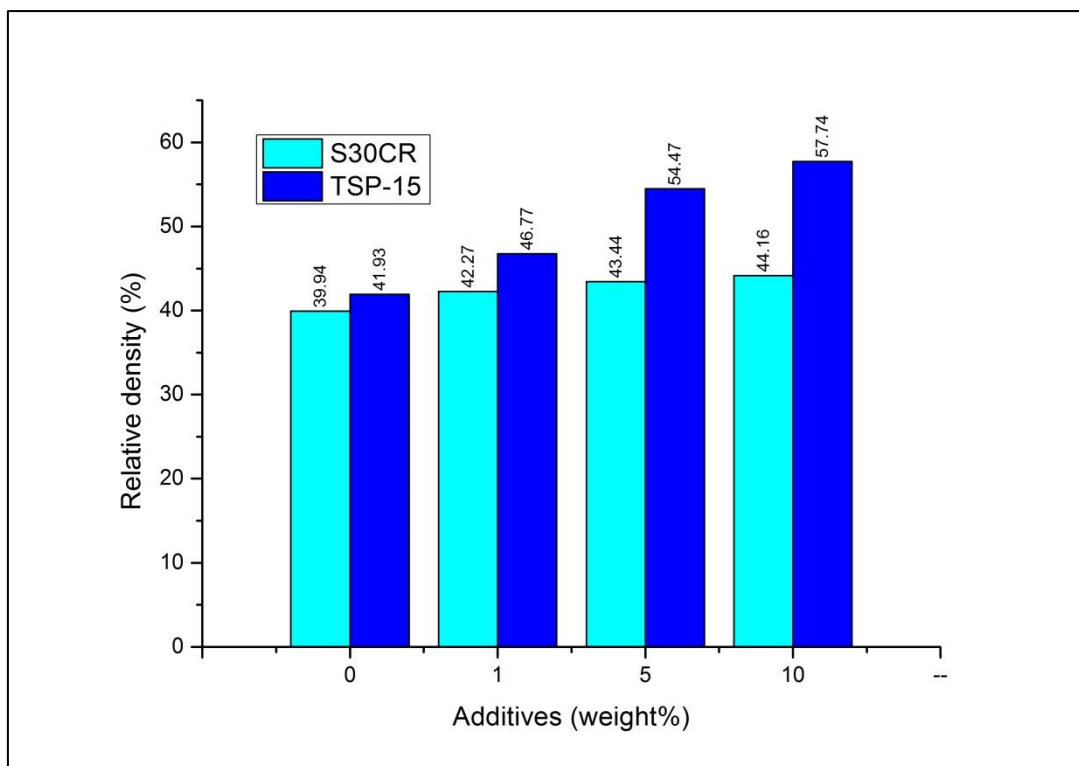


รูปที่ 4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า

4.2 ความหนาแน่นของชั้นงานดิบ

ชั้นงานดิบที่ขึ้นรูปด้วยการอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล จากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทั้งสองตัวอย่าง คือ S30CR และ TSP-15 โดยขึ้นรูปเป็นแผ่นกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ย 1.90 และ 2.20 มิลลิเมตร ความหนาโดยเฉลี่ย 20.1 มิลลิเมตร ตามลำดับ จากการคำนวณความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร) เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (3.58 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร) จะพบว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า TSP-15 มีค่าความหนาแน่นชั้นงานดิบสูงกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า S30CR เล็กน้อย คือ ร้อยละ 41.93 และ ร้อยละ 39.94 ตามลำดับ ซึ่งเกิดจากการที่ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า TSP-15 มีขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคมากกว่า ทำให้ขณะอัดตัวด้วยความดัน อนุภาคเข้ามาใกล้ชิดกันมากกว่าในทางกลับกันผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า S30CR มีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าและเกิดการจับกลุ่มกันของอนุภาคทำให้ขณะอัดตัวด้วยความดันอนุภาคขยับมาชิดกันได้น้อยกว่า

การเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ลงในร้อยละ 1 5 และ 10 โดยมวล จะทำให้ความหนาแน่นของชั้นงานดิบเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามลำดับ โดยชั้นงานดิบจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า S30CR จะเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 42.27 43.44 และ 44.16 ตามลำดับ ส่วนชั้นงานดิบจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า TSP-15 จะเพิ่มขึ้น คือ ร้อยละ 46.77 54.47 และ 57.74 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งสาเหตุของความหนาแน่นชั้นงานดิบที่เพิ่มขึ้นมานี้เล็กน้อยนั้นมาจากสารตั้งต้นที่ใช้เป็นสารตัวเติมเตรียมมาจากกลุ่มของไนเตรต (NO_3^-) ที่มีความสามารถในการดูดความชื้นได้ดี ทำให้เกิดความชื้นขึ้นเล็กน้อยในชั้นงานดิบ อนุภาคของชั้นงานดิบจึงสามารถเคลื่อนตัวเข้ามาใกล้กันได้มากขึ้นขณะได้รับแรงอัด ส่งผลให้ความหนาแน่นของชั้นงานดิบโดยรวมเพิ่มขึ้นตามลำดับ



รูปที่ 4.4 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ชิ้นงานดิบของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าทั้งสองตัวอย่างเมื่อมีการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตในปริมาณต่างๆ

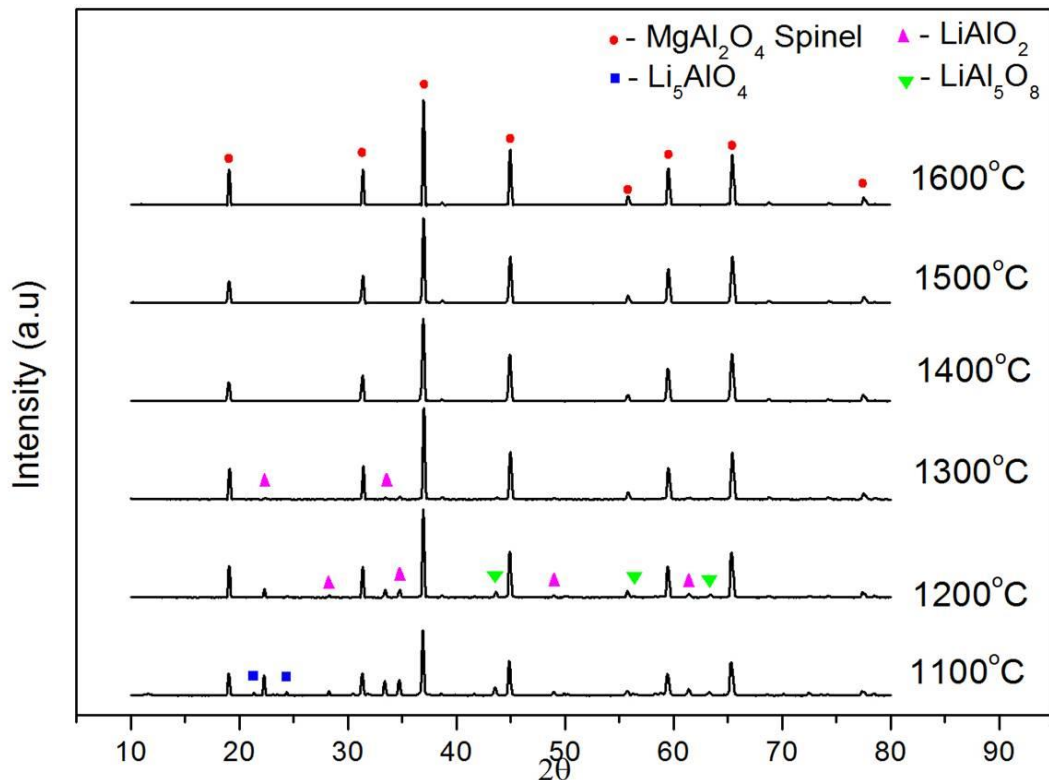
4.3 ผลกระทบของการเผาผนึกในอากาศของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR ที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง

4.3.1 อุณหภูมิต่อองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนต

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลสามารถตรวจสอบได้ด้วยเครื่องมือ x-ray diffraction (XRD) เพื่อยืนยันเฟสความเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลในแต่ละช่วงอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป

จากรูปที่ 4.5 พบว่าองค์ประกอบทางเฟสของสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนต (Li_5AlO_4) เริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส โดยเกิดร่วมกับกับเฟสของ LiAlO_2 และ LiAl_5O_8 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นที่ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการสลายไปของลิเทียมอะลูมิเนียมเนตที่มีอุณหภูมิหลอมเหลวที่ 1116 องศาเซลเซียส คงเหลือเพียงเฟสของ LiAlO_2 และ LiAl_5O_8 โดยในอุณหภูมิ องศาเซลเซียสพบการสลายไปของเฟส 1300 LiAl_5O_8 คงเหลือไว้เพียงเฟสของ LiAlO_2 และสลายออกไปจนหมดเหลือเพียงเฟส

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนล เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1400 องศาเซลเซียส อธิบายได้ว่าการเติมสารลิเทียมอะลูมิเนียมลงไปเพื่อเป็นสารตัวเติม จะทำให้เกิดการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลว ช่วยในการเผาผนึกในช่วงกลางของกระบวนการหรือในช่วงการจัดตัวเรียงใหม่ (rearrangement) เท่านั้น และสามารถกำจัดได้ออกไปจนหมดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1400 องศาเซลเซียส เหลือเพียงเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลตามที่ต้องการ

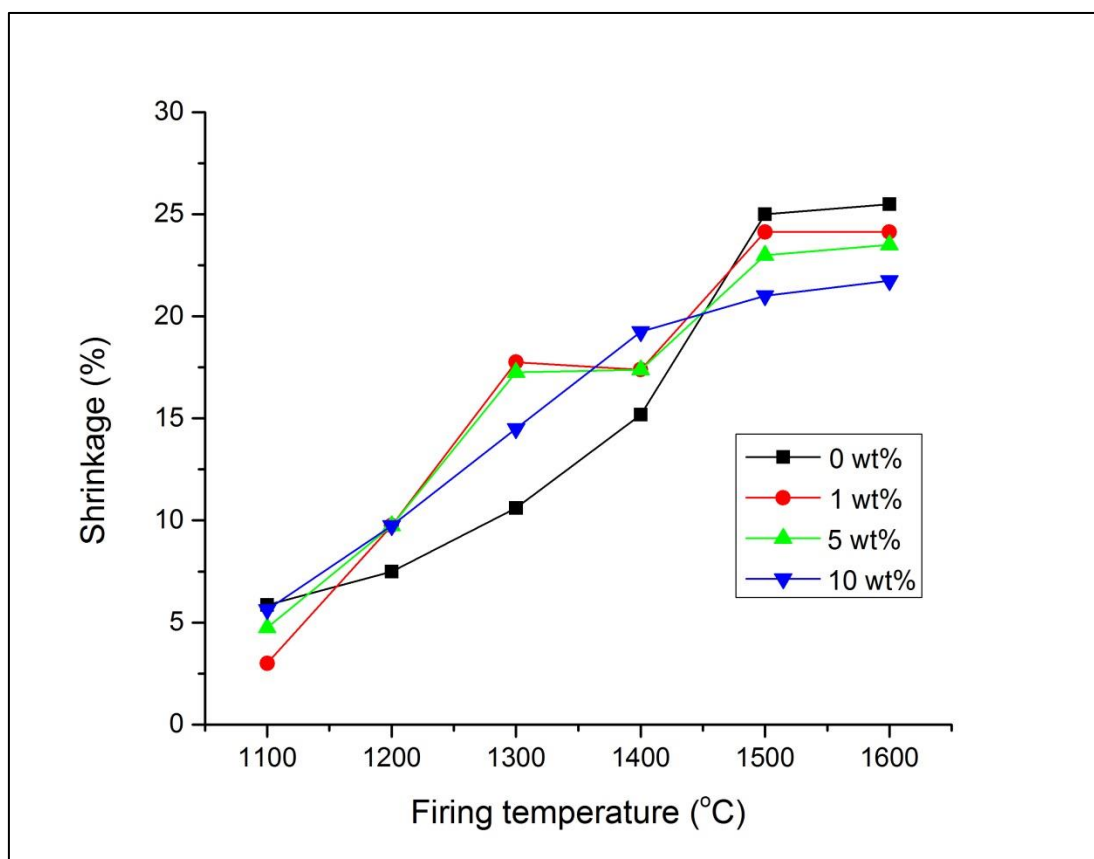


รูปที่ 4.5 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1100-1600 องศาเซลเซียสของชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมร้อยละ 10 โดยมวล

4.3.2 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนล

การหดตัวหลังการเผาชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลสามารถหาได้จากการวัดขนาดที่เปลี่ยนไปขณะก่อนและหลังเผาชิ้นงาน จากรูปที่ 4.6 แสดงให้เห็นถึงการหดตัวของชิ้นงานตั้งแต่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส โดยจะเห็นได้ว่าชิ้นงาน S30CR ที่ไม่ผสมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมมีการหดตัวหลังเผาใกล้เคียงกับสูตรที่ผสมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมในช่วงอุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส คือมีการหดตัวโดยประมาณร้อยละ 5 ในช่วง 1200-1400 องศาเซลเซียส สูตรที่ผสมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมจะมีการหดตัว

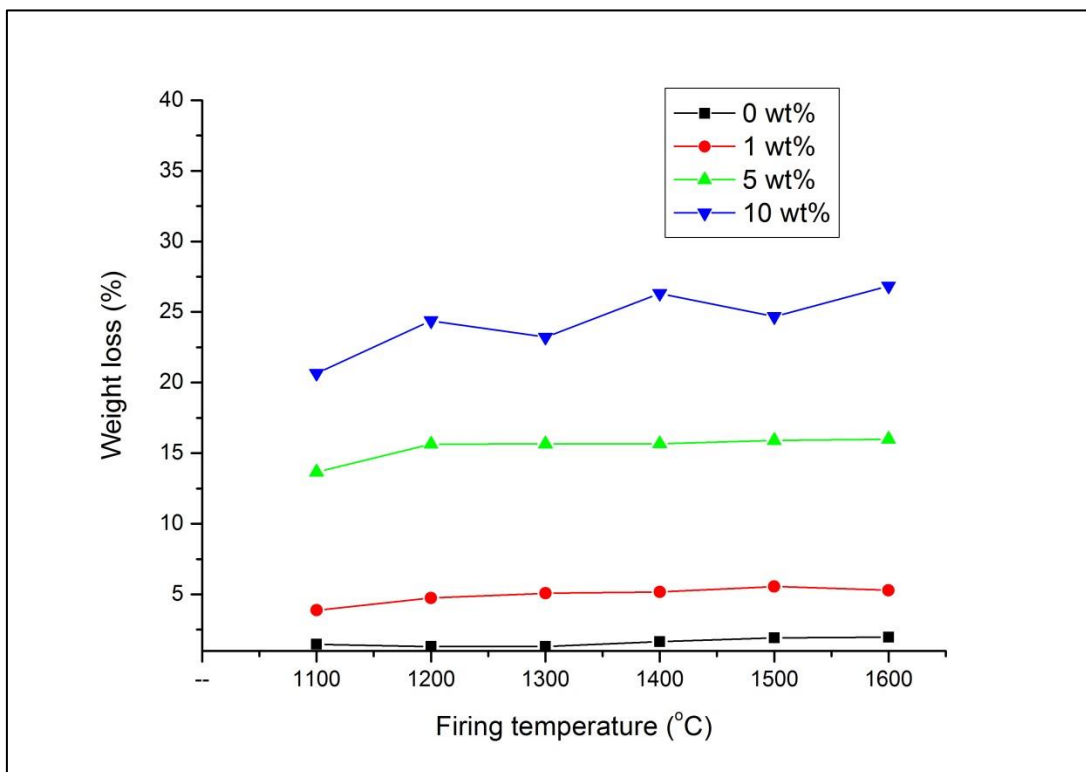
มากกว่า S30CR ที่ไม่ได้ผสมสารตัวเติมเนื่องจากในช่วงอุณหภูมินี้ลิเทียมอะลูมิเนตที่ผสมลงไปจะเกิดการหลอมเหลวและจะถูกเผาไล่ออกไปจนหมด ที่ช่วงอุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานจะมีการหดตัวที่คงที่และสูตรที่ผสมสารตัวเติมจะมีค่าการหดตัวน้อยกว่า S30CR ที่ไม่ได้ผสมสารตัวเติมเล็กน้อย คือมีการหดตัวโดยประมาณร้อยละ 23



รูปที่ 4.6 การหดตัวของชิ้นงานจากผง S30CR ที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส เมื่อมีการเติมสารตัวเติมในปริมาณต่างๆ

จากรูปที่ 4.7 แสดงให้เห็นถึงน้ำหนักที่หายไปหลังจากการเผาผนึกของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลที่เผาผนึกในช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส เห็นได้ว่าชิ้นงานจากผง S30CR ที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนตจะมีค่าน้ำหนักที่หายไปสูงกว่าสูตรที่ไม่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนตในทุกช่วงอุณหภูมิ โดยจะเพิ่มมากขึ้นตามจำนวนร้อยละของสารตัวเติมที่ผสมลงไป ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนตลงไปร้อยละ 10 โดยมวลจะมีค่าน้ำหนักที่หายไปสูงถึง

ร้อยละ 26.84 ซึ่งมีค่ามากกว่าค่าที่ควรจะเป็นมากจึงทำการวิเคราะห์การสลายตัวของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ต่อไป

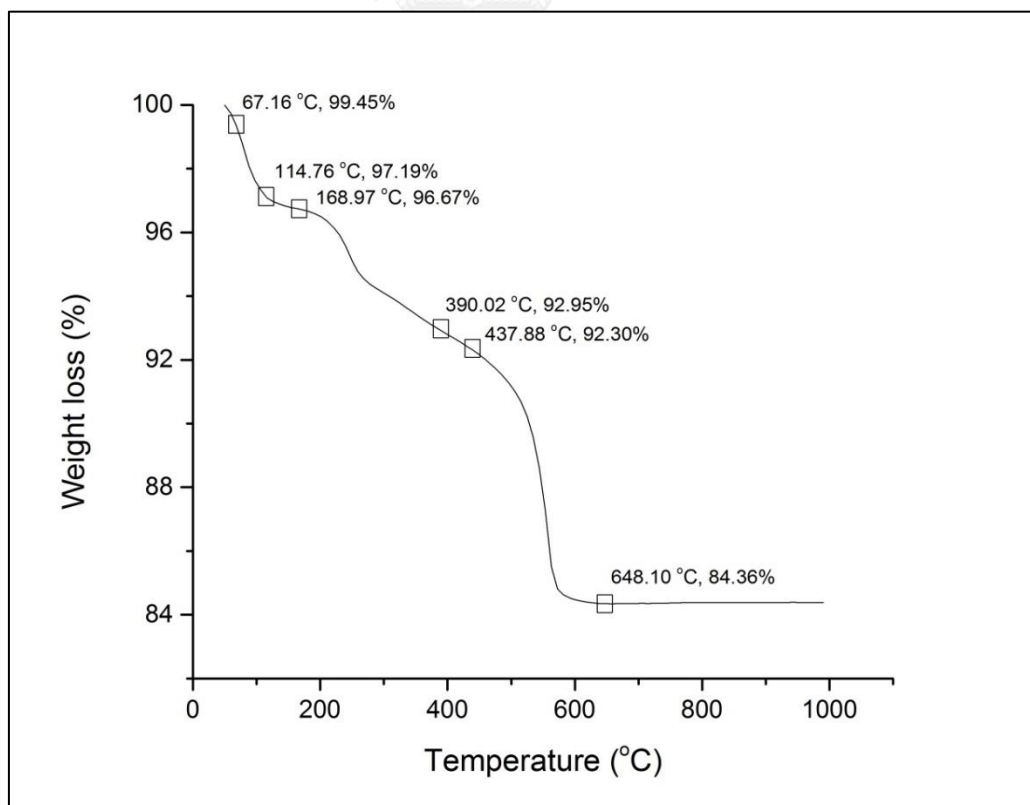


รูปที่ 4.7 น้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส เมื่อมีการเติมสารตัวเติมในปริมาณต่างๆ

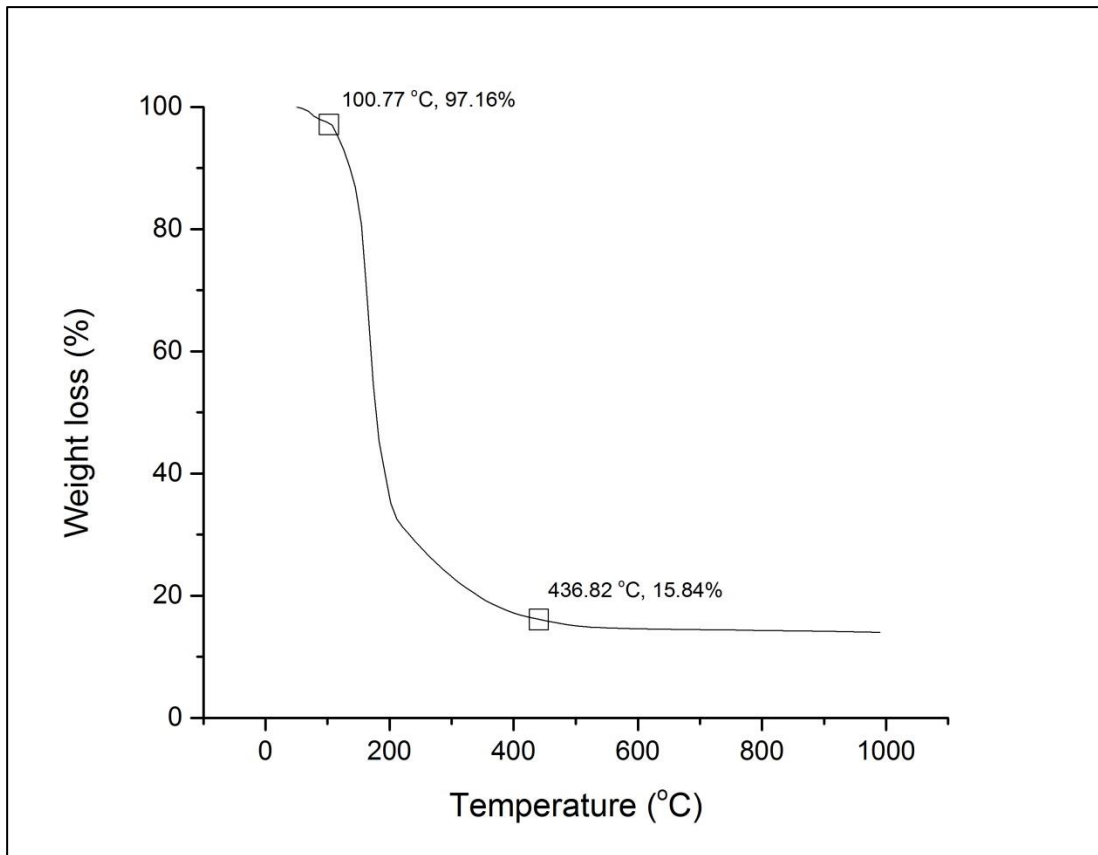
4.3.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 5 โดยมวล

เนื่องจากชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากผง S30CR ที่ได้เติมสารตัวเติมลงไปมีค่าน้ำหนักที่หายไปหลังจากการเผาผนึกมากเกินไปเกินกว่าค่าของสารตัวเติมที่เติมลงไปมาก กล่าวคือเติมสารตัวเติมลงไปร้อยละ 5 โดยมวล แต่กลับพบว่าค่าน้ำหนักที่หายไปหลังการเผาผนึกมีค่าสูงถึงร้อยละ 15.99 เนื่องจากการเตรียมสารตัวเติมในหัวข้อ 2.6 สารตั้งต้นที่ใช้มีปริมาณของ NO_2 และน้ำปนอยู่จำนวนมาก ค่าน้ำหนักที่หายไปจึงเพิ่มขึ้นจากการออกไปของ NO_2 และน้ำที่อุณหภูมิสูง จากนั้นนำมาวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนเพื่อช่วยในการอธิบายพฤติกรรมดังกล่าวของสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ต่อการเผาผนึกดังแสดงในรูปที่ 4.8

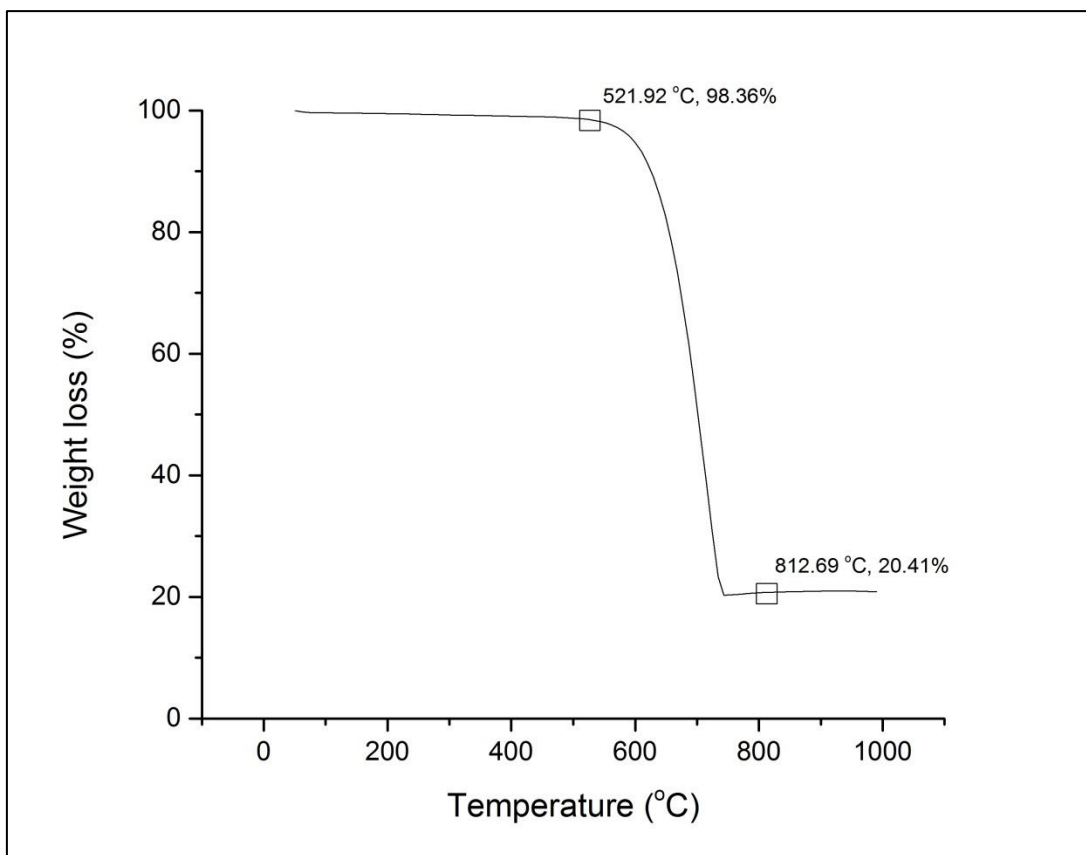
จากรูปที่ 4.8 แสดงสมบัติทางความร้อนของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมร้อยละ 5 โดยมวลลงไปและให้อุณหภูมิตั้งแต่ 50-1000 องศาเซลเซียสในบรรยากาศออกซิเดชัน พบว่าเกิดช่วงของการสลายตัวด้วยกัน 3 ช่วง ช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 67.16-114.76 องศาเซลเซียส เกิดการสลายตัวไปของความชื้นที่อยู่ในผงสปีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลประมาณร้อยละ 3 โดยจะเห็นได้จากรูปที่ 4.8 ช่วงที่สองแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวออกไปอีกประมาณร้อยละ 5 ที่อุณหภูมิ 168.97-390.02 องศาเซลเซียส เนื่องมาจากการใช้สารตั้งต้นเพื่อเตรียมเป็นสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรต และ ลิเทียมไนเตรต โดยในช่วงอุณหภูมินี้จะเกิดการสลายตัวออกไปของแก๊สไนเตรตจากสารอะลูมิเนียมไนเตรตที่เราเติมลงไป^[41] ดังแสดงในรูปที่ 4.9 และช่วงที่สามของการสลายตัวจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 437.88-648.10 องศาเซลเซียส จะเกิดการสลายตัวไปของลิเทียมไนเตรต^[42] ดังแสดงในรูปที่ 4.10 ทำให้น้ำหนักหายไปอีกร้อยละ 7 ซึ่งเมื่อพิจารณาทั้งสามช่วงการสลายตัวตั้งแต่อุณหภูมิ 50-1000 องศาเซลเซียส จะพบว่ามี การสลายตัวไปทั้งสิ้นประมาณร้อยละ 15 ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณน้ำหนักที่หายไปหลังจากการเผาไหม้ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมร้อยละ 5 โดยมวล ที่กล่าวมาในหัวข้อ 4.3.2



รูปที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 5 โดยมวล



รูปที่ 4.9 สมบัติทางความร้อนของอะลูมิเนียมไนเตรด



รูปที่ 4.10 สมบัติทางความร้อนของลิเทียมไนเตรด

4.3.4 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำ

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดสปิเนลจากผง S30CR หลังจากการเผาผนึกที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส เมื่อทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่น ความพรุนตัว และการดูดซึมน้ำจะแสดงในตาราง 4.1 และรูปที่ 4.11 ถึงรูปที่ 4.13

พบว่าที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ยังไม่มีความแตกต่างกันมากในการเติมและไม่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไนเตรดต่อความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดสปิเนล ในช่วง 1200-1400 องศาเซลเซียส การเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไนเตรดลงไปปริมาณร้อยละ 1.5 และ 10 โดยมวล สามารถเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานให้สูงขึ้นถึงร้อยละ 93.28 เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี เนื่องจากเกิดการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวขึ้น นอกจากนั้นยังพบเฟสที่มีความหนาแน่นสูงของ LiAlO_2 ซึ่งเห็นได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสในหัวข้อที่ 4.3.1 ช่วงอุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมไนเตรดที่เติมลงไปจะสลายตัวออกไปจนหมดเหลือแต่เพียงเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรดสปิเนล ทำให้ความหนาแน่นในช่วงอุณหภูมินี้ของทุก

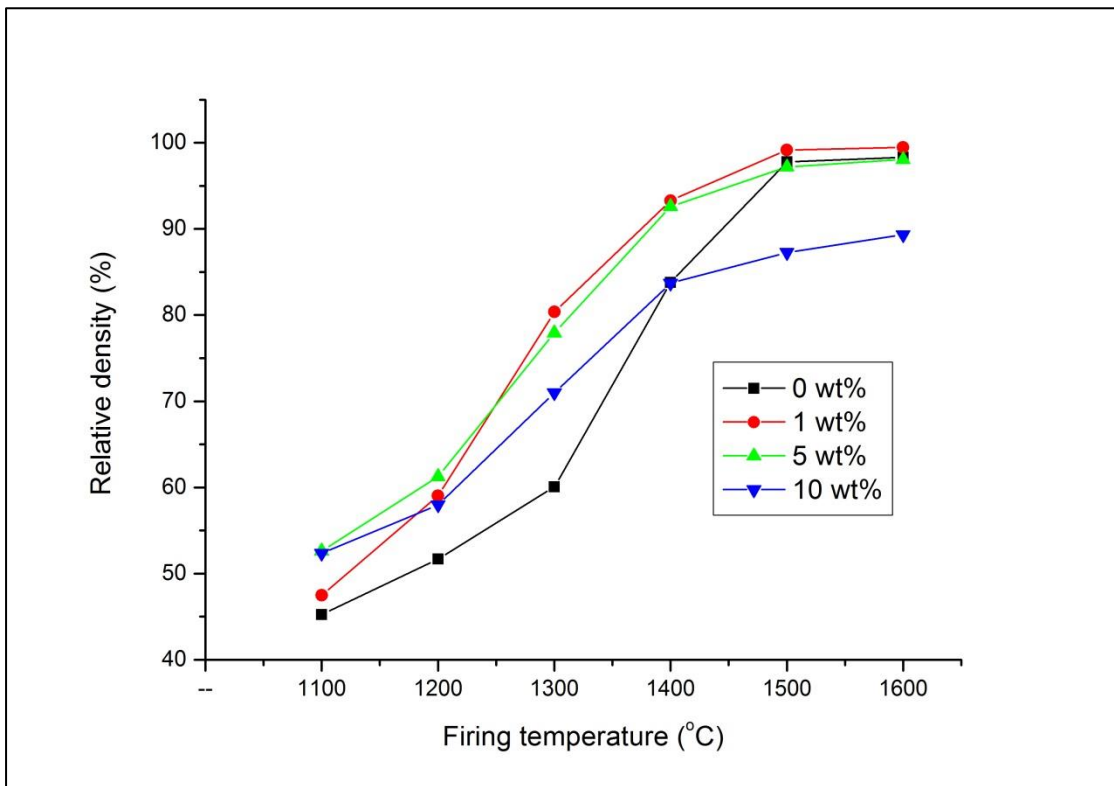
สูตรมีค่าใกล้เคียงกัน โดยสูตรที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตลงไปร้อยละ 1 โดยมวลจะให้ค่าความหนาแน่นมากที่สุดคือร้อยละ 99.47 ในทางตรงกันข้ามการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตลงไปร้อยละ 10 โดยมวล จะมีค่าความหนาแน่นต่ำที่สุดมีค่าความหนาแน่นเพียงร้อยละ 89.33 เทียบกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งเป็นการเติมสารตัวเติมในปริมาณที่มากเกินไป เมื่ออุณหภูมิมากขึ้นสารตัวระเหยออกไป จึงเกิดความพรุนตัว

ในส่วนของร้อยละความพรุนตัวและร้อยละการดูดซึมน้ำของชิ้นงานทั้ง 4 สูตรพบว่าค่าไปในทางเดียวกันในชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเต โดยเมื่อแนวโน้มที่ลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 1100-1400 องศาเซลเซียส แต่ที่อุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส ทั้ง 4 สูตรจะมีค่าใกล้เคียงกัน โดยสูตรที่ทำการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตร้อยละ 10 โดยมวลจะมีค่ามากที่สุด

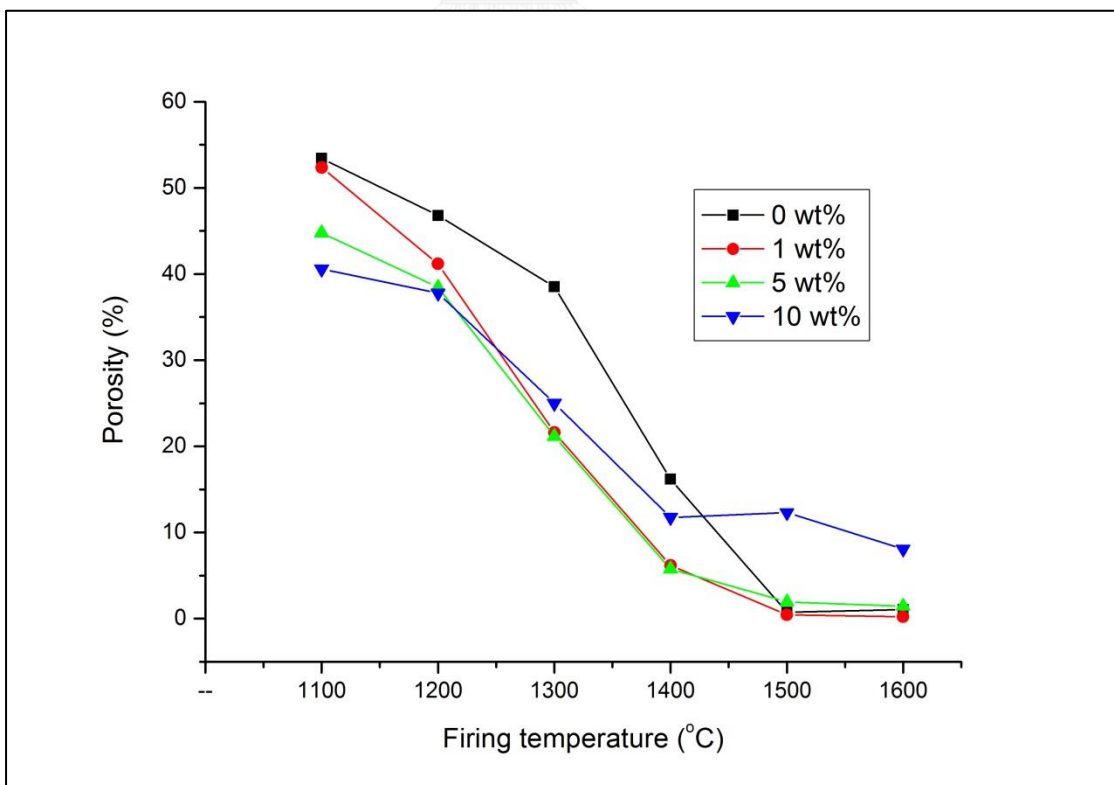
จึงสามารถสรุปได้ว่าพฤติกรรมของการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตลงในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเพื่อให้เกิดการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวจะสามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นในช่วงกลางของการเผาผนึกหรือในช่วงการจัดเรียงตัวใหม่ (rearrangement) และจะสลายตัวออกไปจนหมดก่อนจะถึงขั้นตอนสุดท้ายของการเผาผนึก (final densification)

ตาราง 4.1 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำหลังเผาของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล

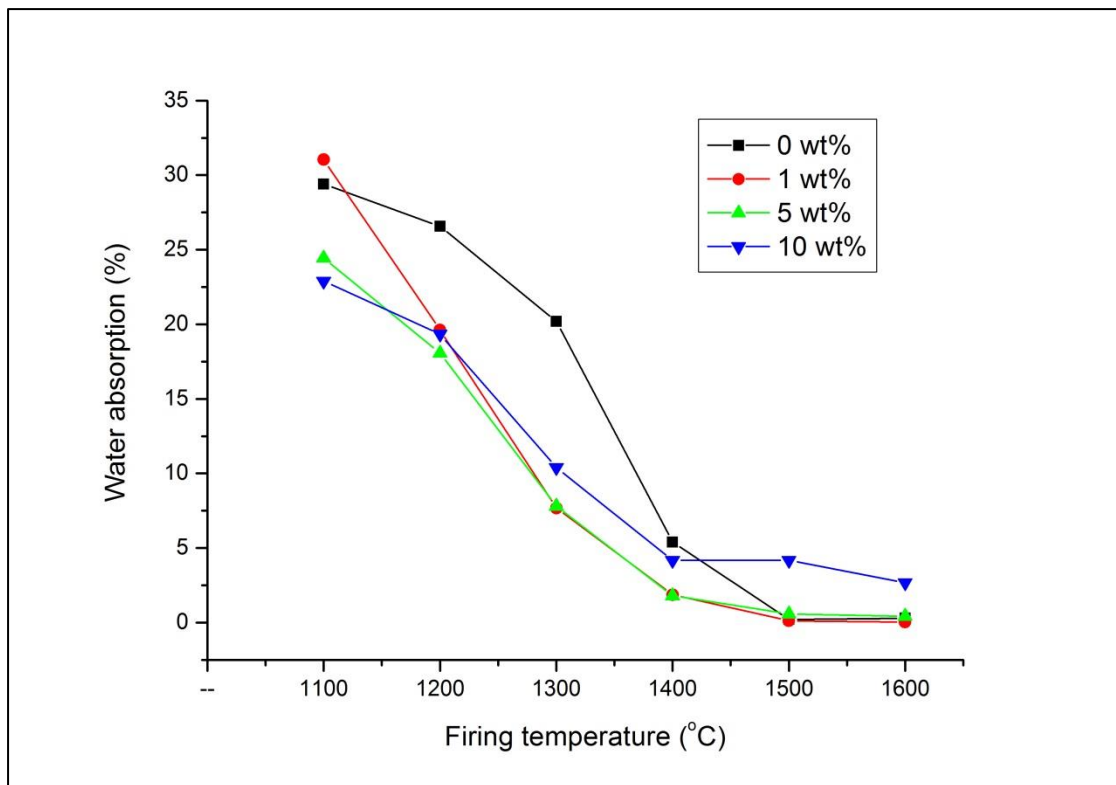
Compositions	Temperature (°C)	Properties		
		Bulk density (g/cm ³)	Porosity (%)	Water absorption (%)
S30CR	1100	1.62	53.43	29.41
	1200	1.85	46.78	26.58
	1300	2.15	38.54	20.19
	1400	3.00	16.18	5.39
	1500	3.50	0.73	0.21
	1600	3.52	1.03	0.3
S30CR +1wt% additive	1100	1.69	52.37	31.04
	1200	2.10	41.17	19.62
	1300	2.86	21.61	7.67
	1400	3.32	6.18	1.86
	1500	3.53	0.43	0.12
	1600	3.54	0.23	0.03
S30CR +5wt% additive	1100	1.83	44.78	24.44
	1200	2.13	38.46	18.07
	1300	2.71	21.16	7.81
	1400	3.22	5.77	1.80
	1500	3.38	1.94	0.58
	1600	3.41	1.45	0.43
S30CR +10wt% additive	1100	1.77	40.57	22.89
	1200	1.96	37.78	19.34
	1300	2.40	25.00	10.40
	1400	2.83	11.75	4.17
	1500	2.95	12.29	4.17
	1600	3.02	8.07	2.67



รูปที่ 4.11 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.12 ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส

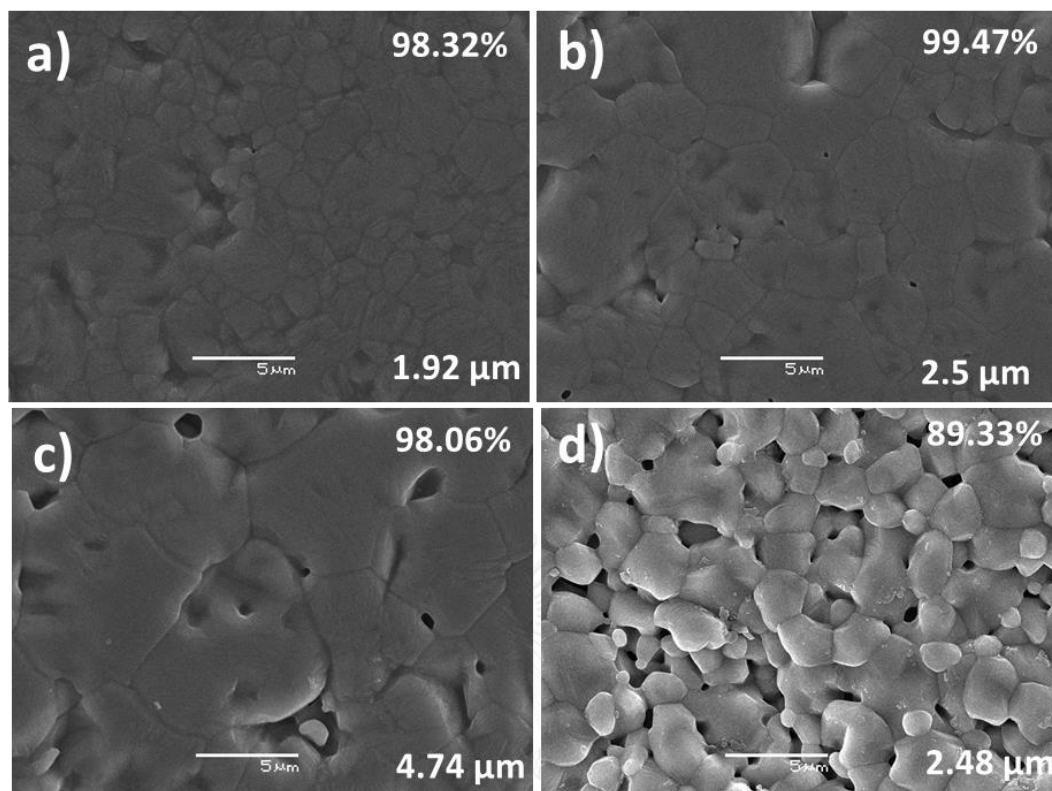


รูปที่ 4.13 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส

4.3.5 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

จากรูปที่ 4.14 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนต์สปีเนลที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ยืนไฟ 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 0, 1 และ 5 โดยมวล มีขอบเกรนเชื่อมติดกันแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วง final densification ของการเผาแบบมีเฟสของเหลว โดยขนาดเกรนเฉลี่ยจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารตัวเติมที่เติมเข้าไป คือ 1.92 ไมครอน 2.5 ไมครอน และ 4.74 ไมครอน ตามลำดับ

แต่สำหรับชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนต์สปีเนลที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมร้อยละ 10 โดยมวล จะพบรูพรุนกระจายอยู่ทั่วชิ้นงานในปริมาณมาก โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ 2.48 ไมครอน ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นนี้เกิดจากการเติมสารตัวเติมในปริมาณมากเกินไป เมื่อสารตัวเติมระเหยออกไปจากชิ้นงาน จะคงเหลือรูพรุนไว้ในชิ้นงาน และเมื่อเข้าสู่ช่วง final stage อนุภาคของชิ้นงานไม่สามารถขยับเข้ามาใกล้กันได้จึงคงความเป็นรูพรุนไว้สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ในหัวข้อ 4.3.4

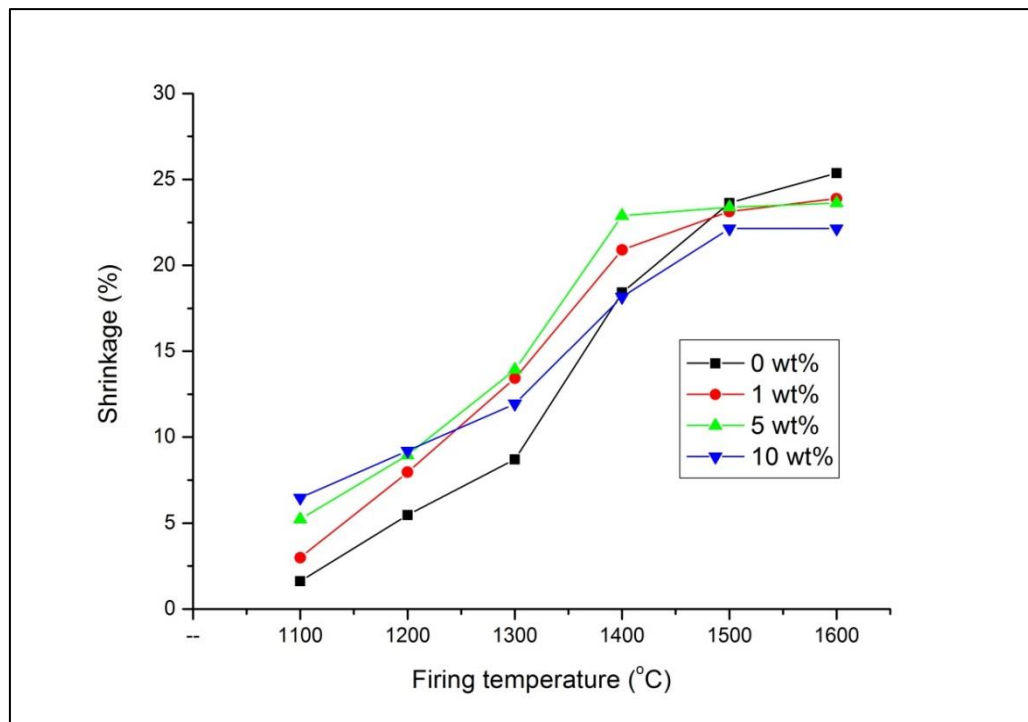


รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเน็ตสปีเนลหลังเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส a) ไม่เติมสารตัวเติม b) สารตัวร้อยละ 1 c) สารตัวเต็มร้อยละ 5 และ d) สารตัวเต็มร้อยละ 10

4.4 การเผาผืนึกในอากาศของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเน็ตสปีเนลทางการค้า S30CR ที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส ยืนไฟที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงและที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง

4.4.1 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของการเผาผืนึกที่มีการยืนไฟ 600 องศาเซลเซียส ชั่วโมง 2 ชั่วโมงก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 1

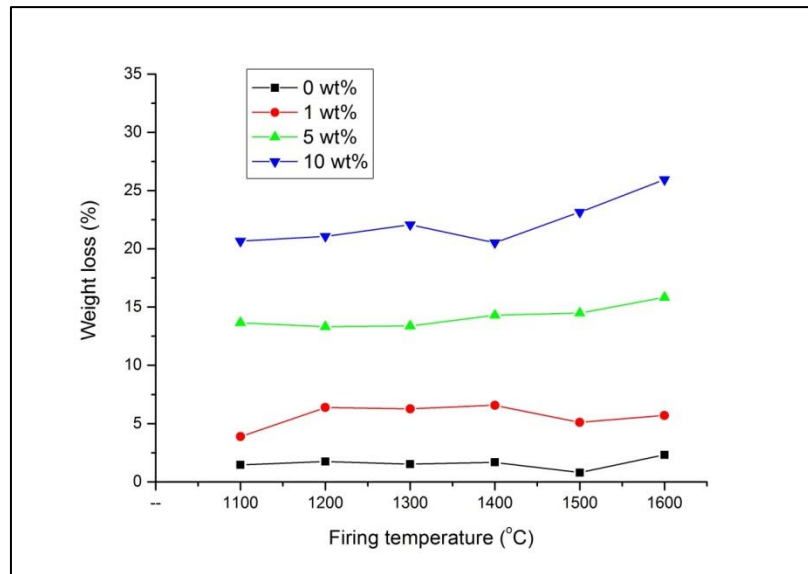
จากรูปที่ 4.15 แสดงให้เห็นถึงการหดตัวของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการยืนไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง พบว่าค่าการหดตัวหลังเผาผืนึกจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่มากขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่ไม่ได้เติมสารตัวเติมจะมีค่าการหดตัวร้อยละ 25 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการวิเคราะห์การหดตัวในหัวข้อที่ 4.3.2 คือร้อยละ 23 จึงสามารถสรุปได้ว่าการยืนไฟที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ไม่ส่งผลต่อการหดตัวของชิ้นงาน



รูปที่ 4.15 การหดตัวของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR ที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส

โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด

จากError! Reference source not found. แสดงให้เห็นถึงน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานหลังการเผาผนึกจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณร้อยละสารตัวเติมที่เติมลงไปในชิ้นงาน โดยชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 10 โดยมวล จะมีค่าน้ำหนักที่หายไปหลังการเผาผนึกสูงถึงร้อยละ 25.94 เมื่อเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์น้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานในหัวข้อ 4.3.2 พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน จึงสามารถสรุปได้ว่าการเย็นไฟที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ไม่ส่งผลต่อน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานหลังการเผาผนึก



รูปที่ 4.16 น้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR ที่อุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด

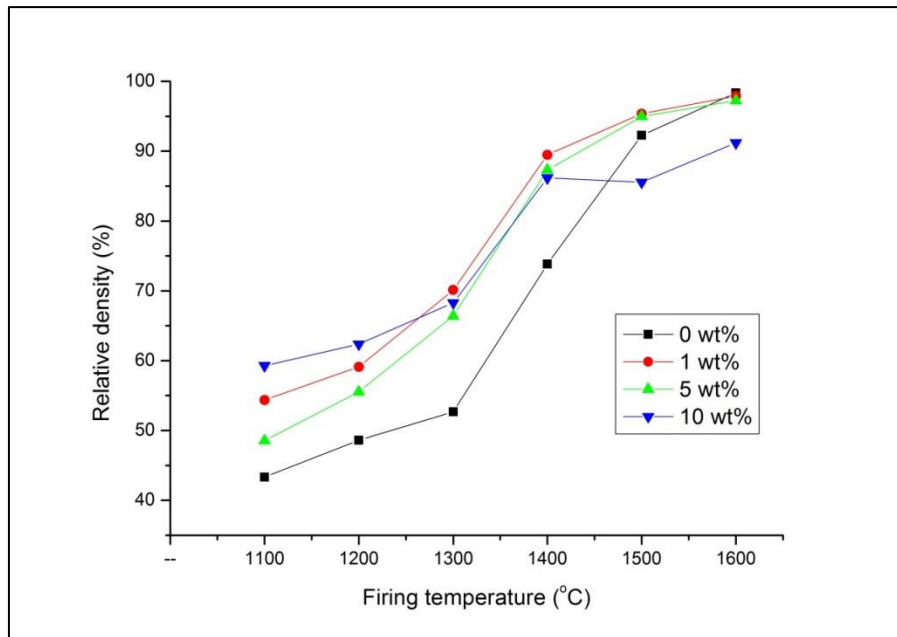
4.4.2 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่เผาผนึกที่มีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลหลังจากการเผาผนึกที่ช่วงอุณหภูมิ 1100-1600 องศาเซลเซียส ที่มีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง เมื่อทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำจะแสดงในตาราง 4.2 และรูปที่ 4.17 ถึงรูปที่ 4.19

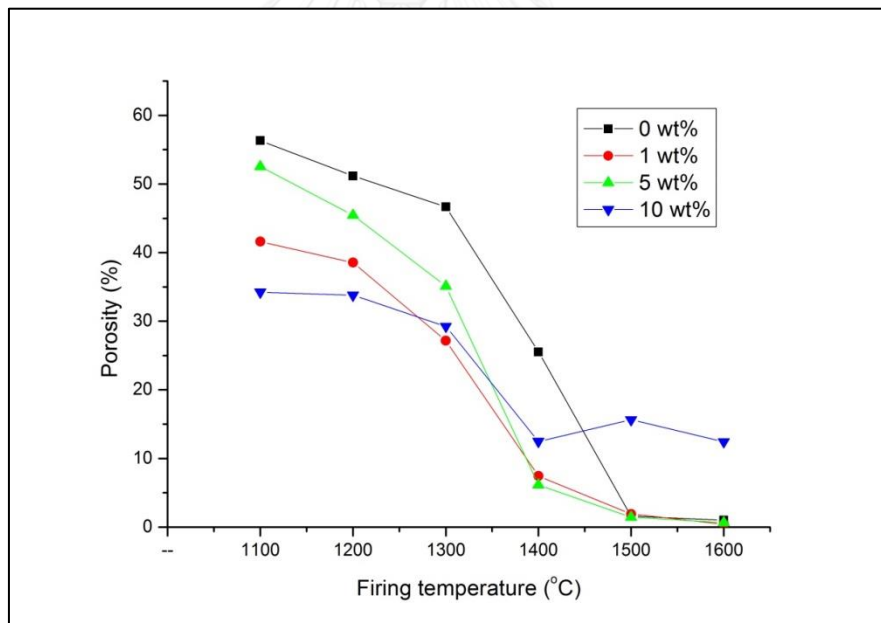
พบว่าที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดย 10 ไปร้อยละมวลจะให้ค่าความหนาแน่นต่ำที่สุดมีค่าความหนาแน่นเพียงร้อยละ 91.20 ในส่วนของร้อยละความพรุนตัวและร้อยละการดูดซึมน้ำของชิ้นงานทั้ง 4 สูตร พบว่ามีค่าไปในทางเดียวกันในชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล โดยมีแนวโน้มที่ลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 1100-1400 องศาเซลเซียส แต่ที่จะมีค่าใกล้เคียงกันที่อุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส ทั้ง 4 สูตร โดยสูตรที่ทำการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลร้อยละ 10 โดยมวลจะมีค่ามากที่สุด ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ในหัวข้อ 4.3.4 เช่นกัน จึงสามารถสรุปได้ว่าการเย็นไฟที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ไม่ส่งผลต่อค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงาน

ตาราง 4.2 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำขึ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมี การเย็นไฟ ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 1 องศาเซลเซียส 600

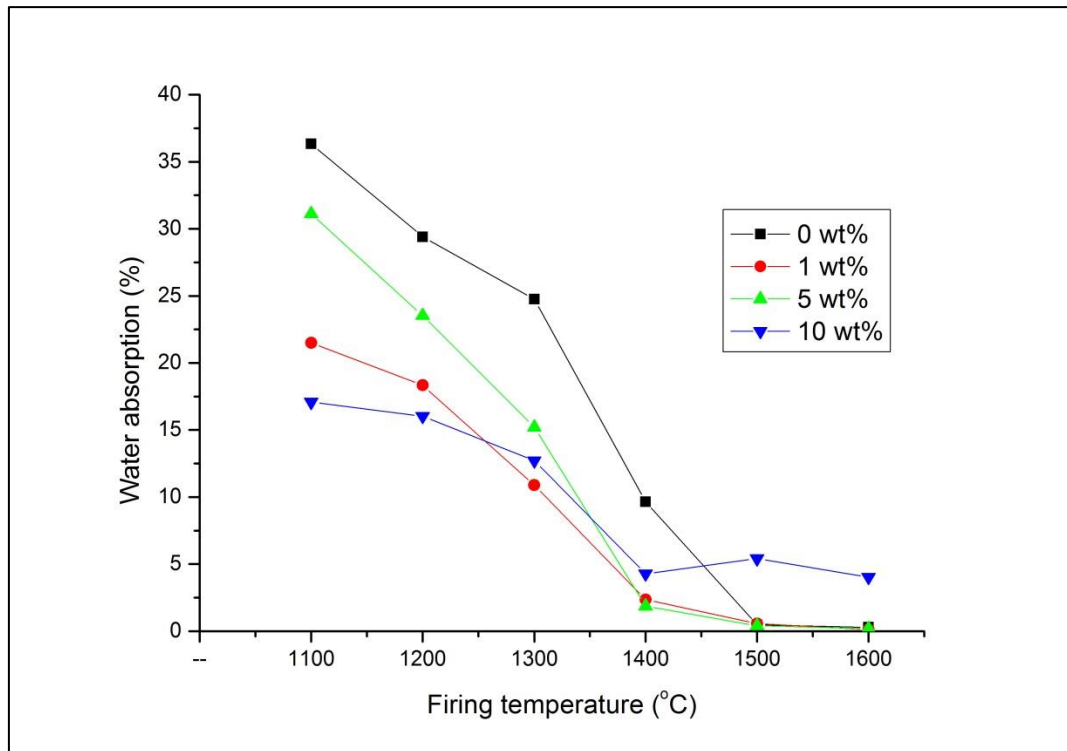
Compositions	Temperature (°C)	Properties		
		Bulk desity (g/cm ³)	Porosity (%)	Water absorption (%)
S30CR	1100	1.55	56.33	36.33
	1200	1.74	51.18	29.41
	1300	1.89	46.68	24.75
	1400	2.64	25.54	9.66
	1500	3.30	1.57	0.47
	1600	3.52	1.01	0.29
S30CR +1wt% additive	1100	1.94	41.60	21.50
	1200	2.10	38.55	18.33
	1300	2.50	27.15	10.88
	1400	3.18	7.45	2.34
	1500	3.39	1.91	0.56
	1600	3.48	0.41	0.12
S30CR +5wt% additive	1100	1.69	52.53	31.12
	1200	1.93	45.44	23.53
	1300	2.31	35.11	15.21
	1400	3.28	6.14	1.87
	1500	3.47	1.43	0.41
	1600	3.51	0.65	0.19
S30CR +10wt% additive	1100	2.00	34.24	17.68
	1200	2.11	33.80	16.03
	1300	2.31	29.25	12.71
	1400	2.91	12.48	4.28
	1500	2.89	15.63	5.41
	1600	3.08	12.43	4.03



รูปที่ 4.17 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนยี่นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด



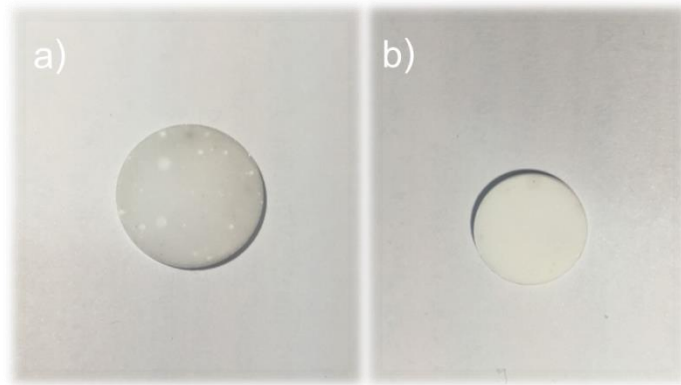
รูปที่ 4.18 ความพรุนตัวของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนยี่นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด



รูปที่ 4.19 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR โดยมีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเย็นไฟ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด

4.4.3 ลักษณะชิ้นงาน และโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังเผาฟีนิกที่มีการเย็นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนเย็นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง

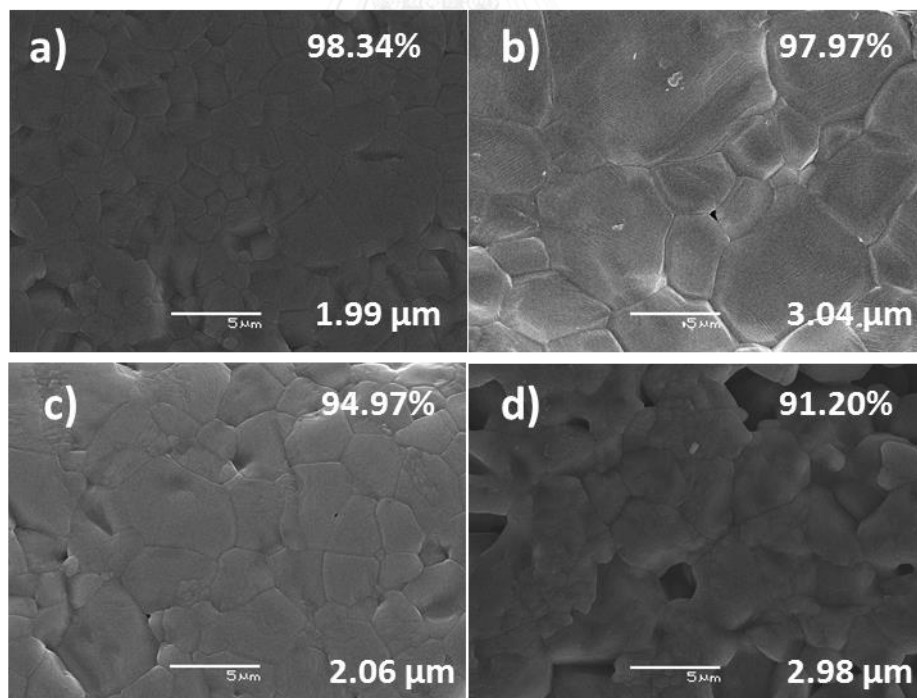
จากรูปที่ 4.20 แสดงลักษณะชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลหลังเผาฟีนิกที่ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าในรูป a) ชิ้นงานที่ไม่ได้เย็นไฟที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ชิ้นงานมีจุดสีขาวขุ่นเป็นก้อนกระจายตัวอยู่ทั่วทั้งชิ้น ส่วนในรูป b) จะไม่พบลักษณะจุดสีขาวขุ่นดังกล่าว ซึ่งชิ้นงานรูป b) มีความสม่ำเสมอของชิ้นงานมากกว่า จึงสามารถสรุปได้ว่าการเย็นไฟที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง จะช่วยให้ชิ้นงานมีความสม่ำเสมอมากกว่าไม่ได้เย็นไฟ จึงมีความเหมาะสมมากกว่าสำหรับการทดลองในขั้นต่อไป



รูปที่ 4.20 ลักษณะชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

a) ไม่ยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส และ b) ยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.21 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิกที่มีการยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนยี่นไฟที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยและการชิดกันของขอบเกรนใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ในหัวข้อ 4.3.5 จึงสามารถสรุปได้ว่าการยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ไม่ส่งผลต่อขนาดเกรนเฉลี่ยของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก

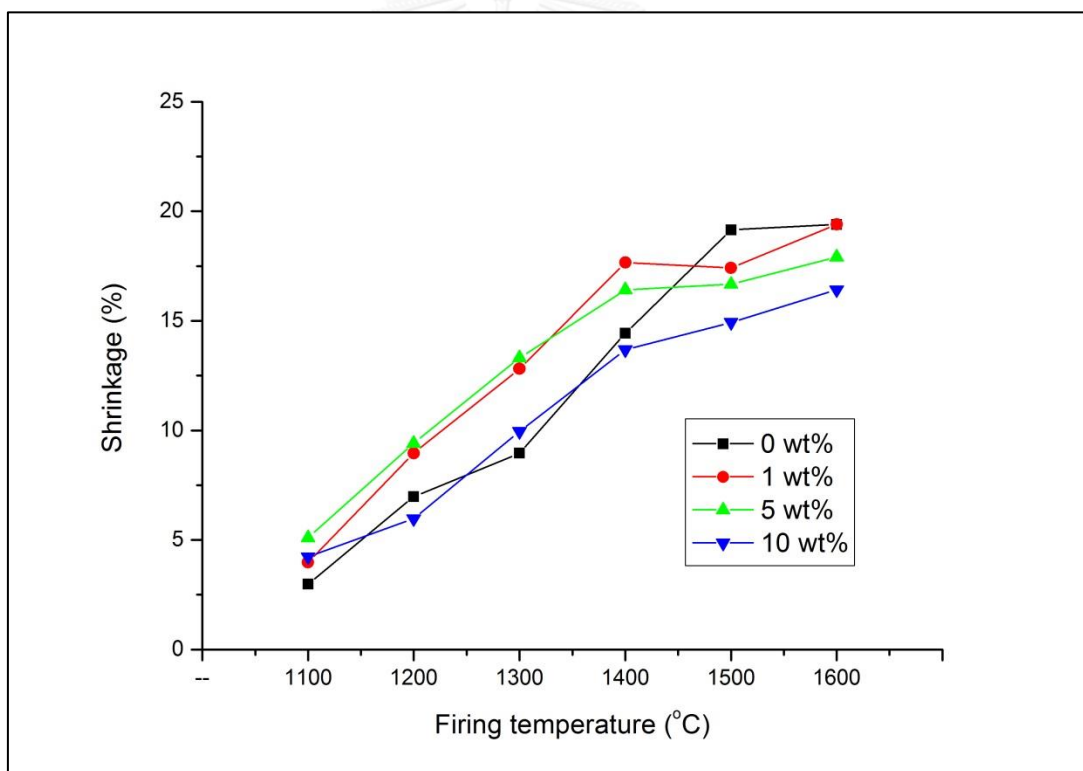


รูปที่ 4.21 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก (S30CR) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสยี่นไฟ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง a) ไม่เติมสารตัวเติม b) สารตัวร้อยละ 1 c)

สารตัวเติมร้อยละ 5 และ d) สารตัวเติมร้อยละ 10

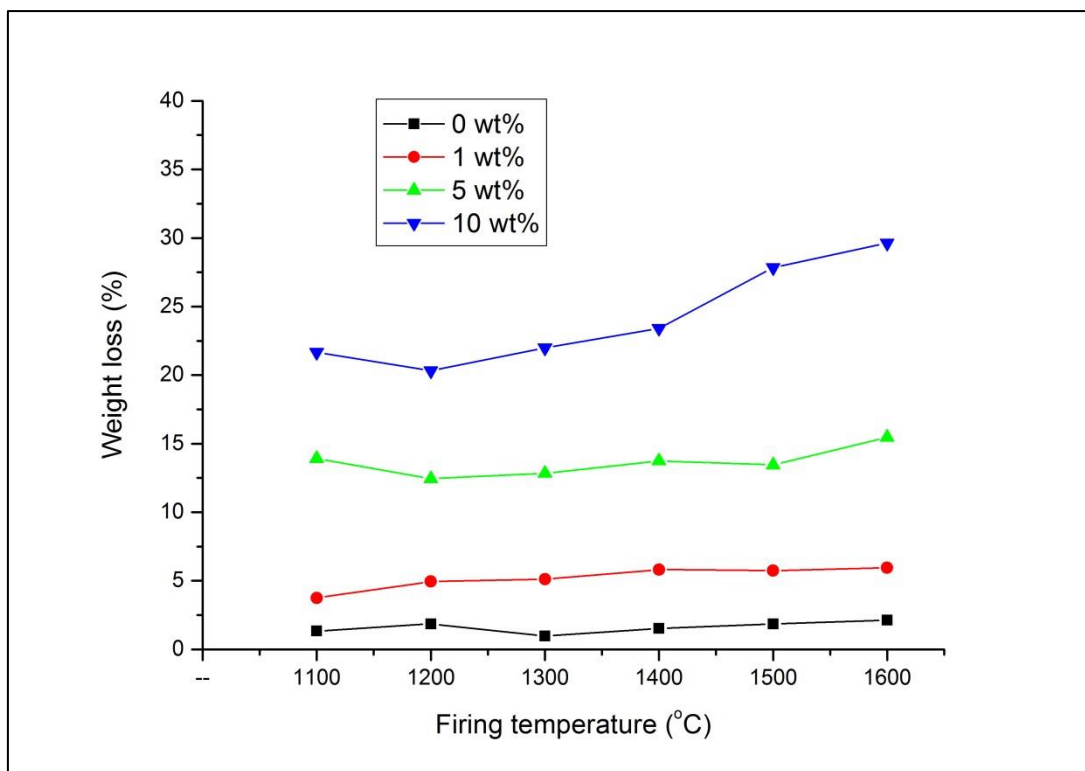
4.4.4 เปรียบเทียบการหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองชนิด

จากรูปที่ 4.22 แสดงการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า TSP-15 เมื่อเปรียบเทียบกับการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า S30CR ในรูปที่ 4.15 พบว่าที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า S30CR มีการหดตัวมากกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 ประมาณร้อยละ 7 ในชิ้นงานที่ไม่ได้เติมสารตัวเติม และจะมีการหดตัวลดลงเล็กน้อยตามปริมาณสารตัวเติมที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้การหดตัวที่มากกว่าของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR เนื่องจากผงวัตถุดิบ S30CR มีขนาดเล็กกว่าผงวัตถุดิบ TSP-15 มาก จึงมีการฟุ้งและรวมตัวกันเป็นกลุ่มทำให้ชิ้นงานดิบเบื้องต้นมีขนาดใหญ่กว่าชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15



รูปที่ 4.22 การหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า TSP-15

จากรูปที่ 4.23 แสดงน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผง TSP-15 เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผง S30CR ใน Error! Reference source not found. พบว่าน้ำหนักที่หายไปมีค่าใกล้เคียงกัน โดยจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและปริมาณสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมลงไป



รูปที่ 4.23 น้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า TSP-15

4.4.5 เปรียบเทียบความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองชนิด

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผงทางการค้า TSP-15 เมื่อทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำจะแสดงในตาราง 4.3 และรูปที่ 4.24 ถึงรูปที่ 4.26

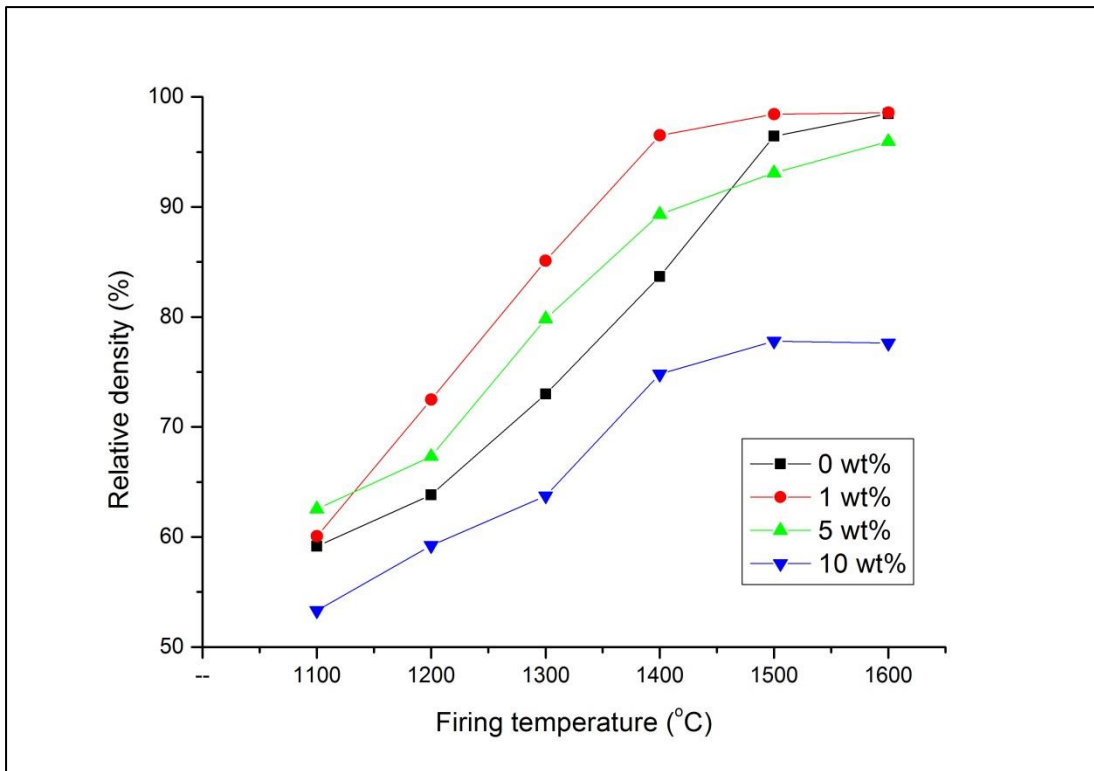
ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ผง S30CR ที่ไม่เติมสารตัวเติมจะมีค่าความหนาแน่นต่ำที่สุด คือร้อยละ 43.31 แต่จะเพิ่มขึ้นได้อย่างชัดเจนเมื่อเติมสารตัวเติมลงไป โดยเพิ่มขึ้นประมาณร้อยละ 10 แต่เมื่อเทียบกับผงทางการค้า TSP-15 ชิ้นงานที่เติมและไม่เติมสารตัวเติมจะยังไม่แตกต่างกันมาก โดยมีค่าความหนาแน่นประมาณร้อยละ 60 เนื่องจากผงทางการค้า S30CR มีขนาดละเอียด ทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารตัวเติมมากกว่า อัตราเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานที่เติมและไม่เติมสารตัวเติมจึงแตกต่างกันอย่างชัดเจน^[43, 44] ที่ช่วงอุณหภูมิ 1200-1400 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมของผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างจะมีอัตราเพิ่มความหนาแน่นขึ้นอย่างรวดเร็วเนื่องจากเกิดเฟสของเหลวขึ้น และจะเริ่มมีความหนาแน่นคงที่เมื่อเข้าสู่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส โดยความหนาแน่นสูงสุดจะมีค่าใกล้เคียงกัน ประมาณร้อยละ 98.5

ในส่วนขอร้อยละความพุนตัวและร้อยละการดูดซึมน้ำของขึ้นงานจากผงทาง การค้าทั้งสองตัวอย่าง พบว่ามีค่าไปในทางเดียวกันในขึ้นงานที่เติมสารตัวเติมลิเทียม อะลูมิเนียม โดยมีแนวโน้มที่ลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 1100-1400 องศาเซลเซียส แต่ที่อุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียสจะมีค่าใกล้เคียงกัน โดยสูตรที่ทำการเติมสารตัว เติมลิเทียมอะลูมิเนียมร้อยละ 10 โดยมีผลจะมีค่ามากที่สุด กล่าวคือเป็นการเติมสารตัวเติมที่ มากเกินไป ไม่เหมาะสมที่จะนำไปทดลองในขั้นต่อไป

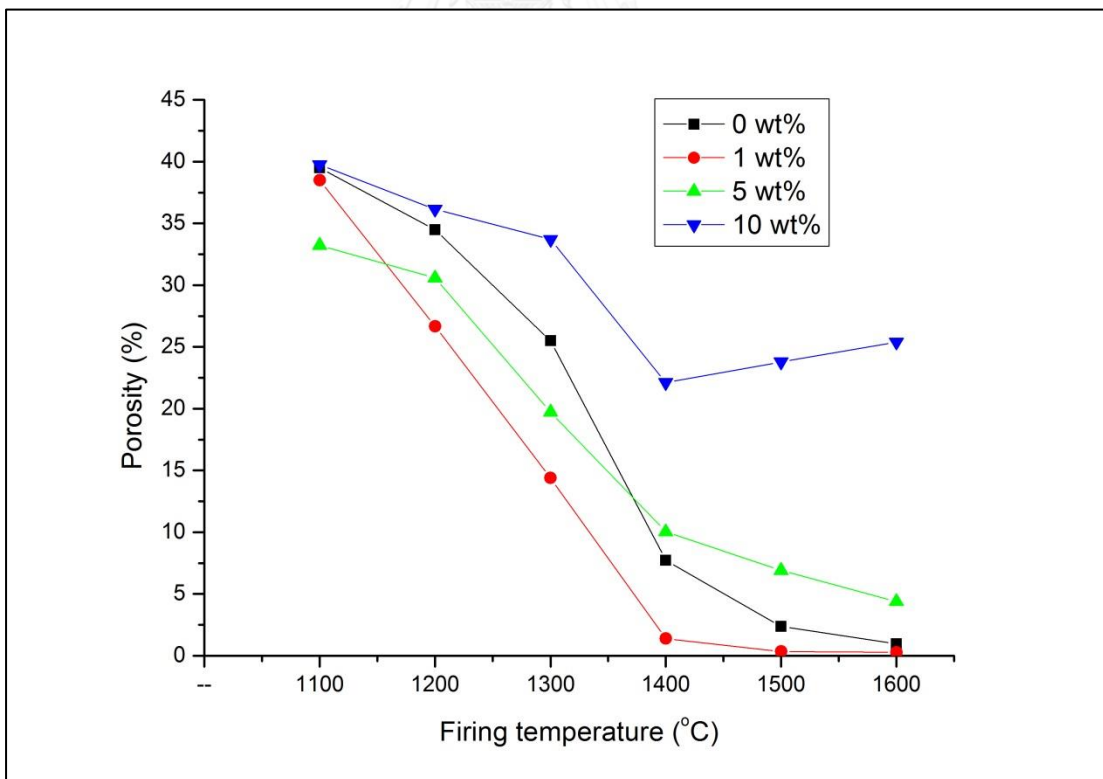


ตาราง 4.3 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานจากผง TSP-15

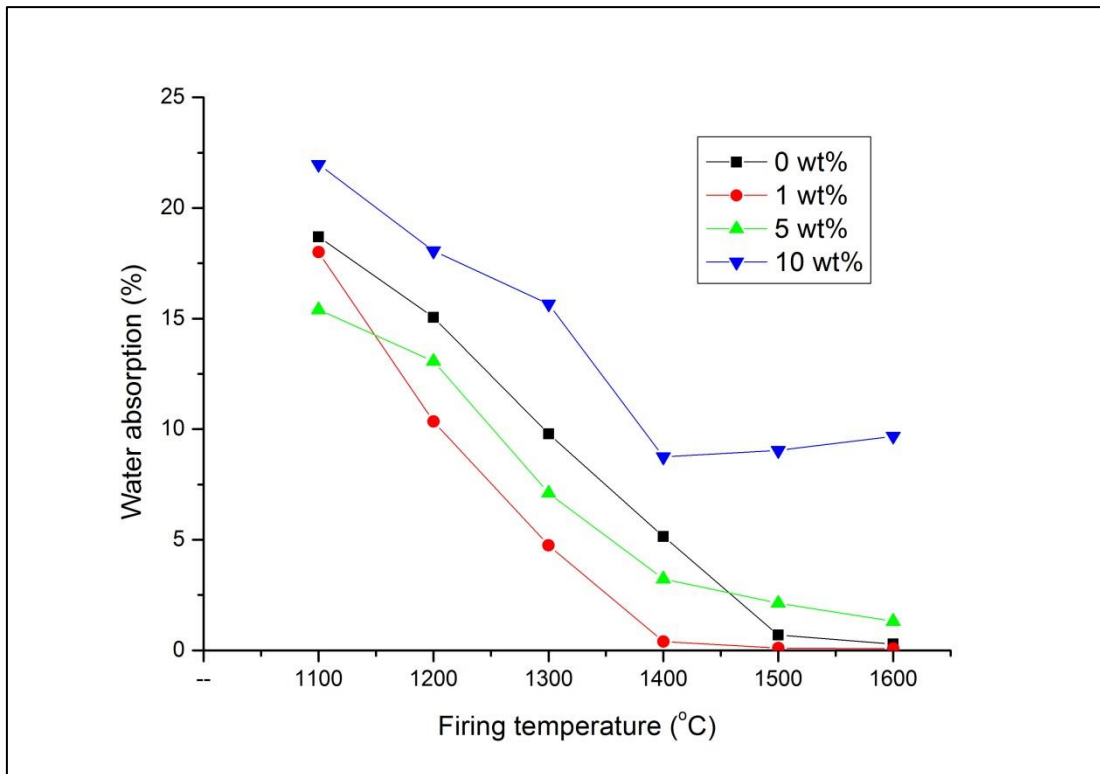
Compositions	Temperature (°C)	Properties		
		Bulk density (g/cm ³)	Porosity (%)	Water absorption (%)
TSP-15	1100	2.12	39.49	18.70
	1200	2.61	25.50	9.76
	1300	2.28	34.48	15.09
	1400	3.00	7.71	5.15
	1500	3.45	2.36	0.69
	1600	3.53	0.97	0.28
TSP-15 + 1wt% additive	1100	2.14	38.49	18.00
	1200	2.58	26.66	10.34
	1300	3.03	14.39	4.75
	1400	3.43	1.38	0.40
	1500	3.50	0.34	0.10
	1600	3.51	0.28	0.08
TSP-15 + 5wt% additive	1100	2.18	33.23	15.40
	1200	2.34	30.58	13.07
	1300	2.78	19.73	7.11
	1400	3.11	10.03	3.23
	1500	3.24	6.90	2.13
	1600	3.34	4.38	1.31
TSP-15 + 10wt% additive	1100	1.81	39.74	21.97
	1200	2.00	36.15	18.06
	1300	2.15	33.70	15.66
	1400	2.53	22.11	8.75
	1500	2.63	23.79	9.04
	1600	2.62	25.39	9.68



รูปที่ 4.24 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเคลือบเงินจากผง TSP-15



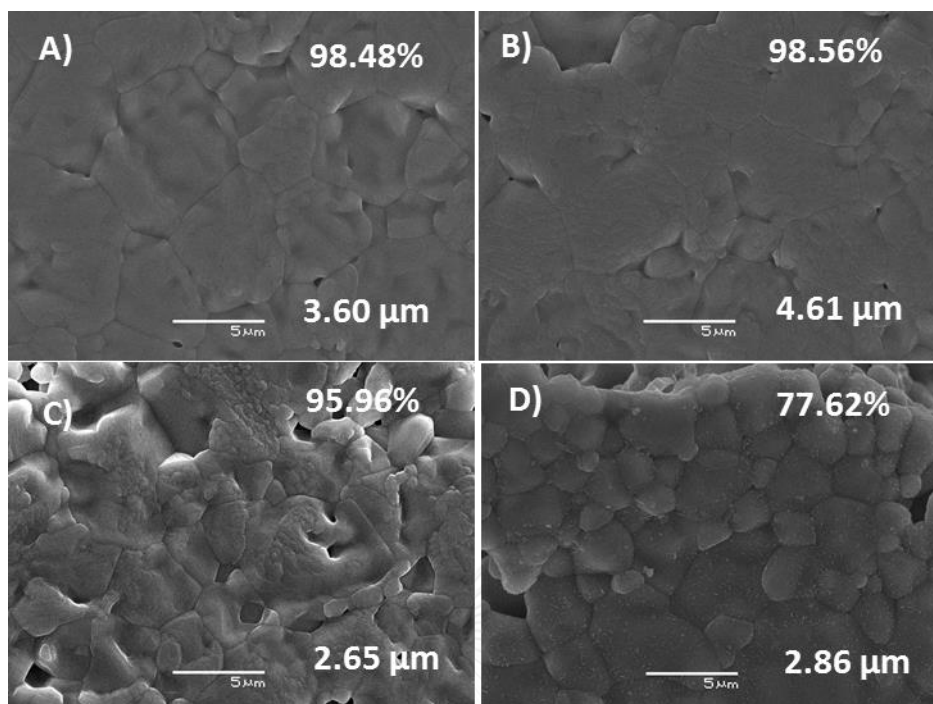
รูปที่ 4.25 ความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเคลือบเงินจากผง TSP-15



รูปที่ 4.26 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลจากผง TSP-15

4.4.6 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15

จากรูปที่ 4.27 แสดงรูปโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15 ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าในชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 0, 1 และ 5 โดยมวล จะมีการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเข้ามาใกล้ชิดกัน การกระจายตัวของขนาดเกรนสม่ำเสมอ มีค่าใกล้เคียงกันประมาณ 3-4 ไมครอน ซึ่งแตกต่างจากรูปที่ 4.21 ที่เป็นโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน S30CR ที่มีขนาดเกรนเฉลี่ยเล็กกว่า คือประมาณ 2-3 ไมครอน แต่พบการกระจายตัวของเกรนขนาดใหญ่และเล็กปะปนกันจำนวนมาก ในส่วนของชิ้นงานที่เติมสารตัวเติมร้อยละ 10 โดยมวล พบรูพรุนขนาดใหญ่กระจายตัวทั่วชิ้นงานทั้งสองตัวอย่าง



รูปที่ 4.27 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน TSP-15 A) ไม่เติมสารตัวเติม B) สารตัวเติมร้อยละ 1 โดยมวล C) สารตัวเติมร้อยละ 5 โดยมวล และ D) สารตัวเติมร้อยละ 10 โดยมวล

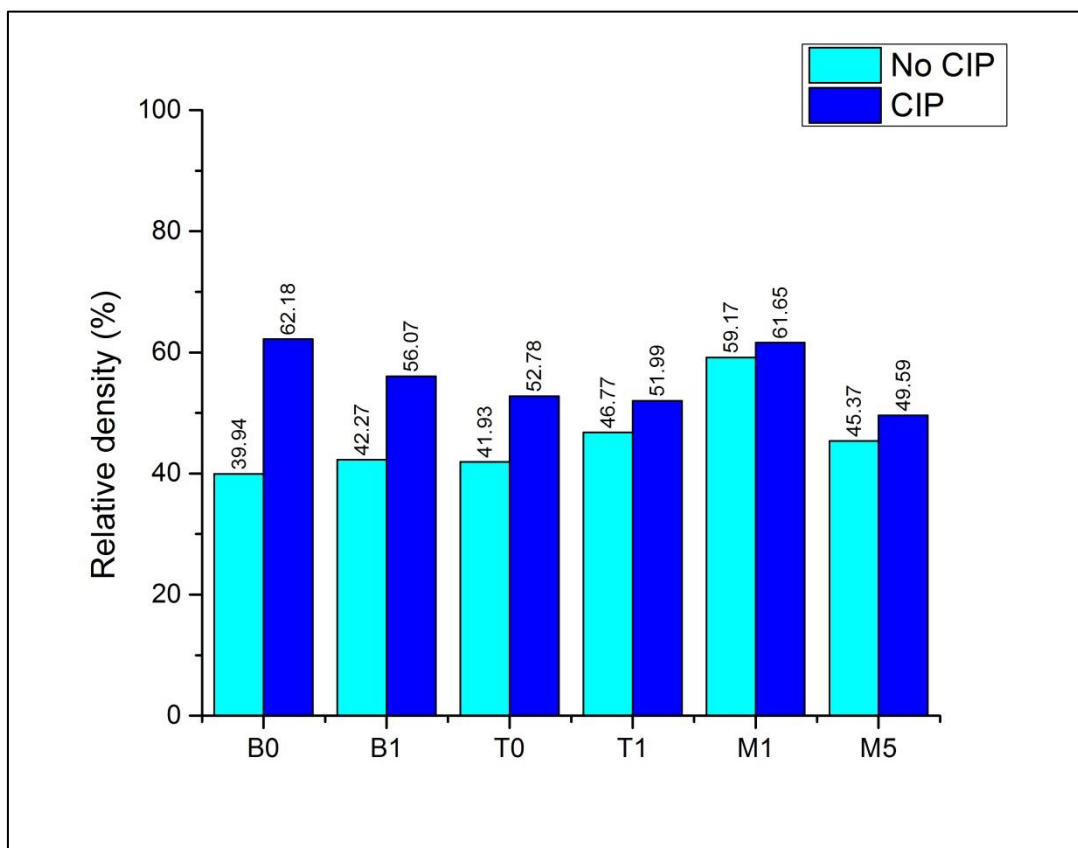
4.5 การอัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการเผาในอากาศ ยืนไฟ ที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง และ อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

4.5.1 ความหนาแน่นชิ้นงานดิบ

หลังจากขึ้นรูปชิ้นงานดิบเบื้องต้นด้วยความดันทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลแล้ว ชิ้นงานส่วนหนึ่งจะนำมาอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล คงไว้ 5 นาที เพื่อทำการเปรียบเทียบผลของการอัดเย็นทุกทิศทางต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน โดยในการทดลองนี้จะคัดเลือกเฉพาะสูตรที่มีความเหมาะสมมาทำการทดลอง และจะเพิ่มชิ้นงานที่มีการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตตผลสมกับแมกนีเซียมไนเตรต ในอัตราส่วน Al_2O_3 1 : 1 MgO ตามหลักการคำนวณในหัวข้อ 2.6

จากรูปที่ 4.28 ใช้สัญลักษณ์แทนสูตรของชิ้นงาน โดย B แทนชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR, T แทนชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15, M แทนชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR ที่เติมแมกนีเซียมไนเตรตเพิ่มลงไป และตัวเลขหมายถึงปริมาณสารตัวเติมที่เติมลงไปเป็นร้อยละโดยมวล พบว่าการอัดเย็นทุกทิศทางสามารถเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานดิบได้มากขึ้นในทุกสูตร โดยหลังจากอัดเย็นทุกทิศทางแล้ว ชิ้นงานดิบจะมีความหนาแน่นมากกว่า ร้อยละ 49.59 และจะมากที่สุดที่สุดในสูตร B0 ที่เพิ่มขึ้นถึงร้อยละ 62.18 ในส่วนของ

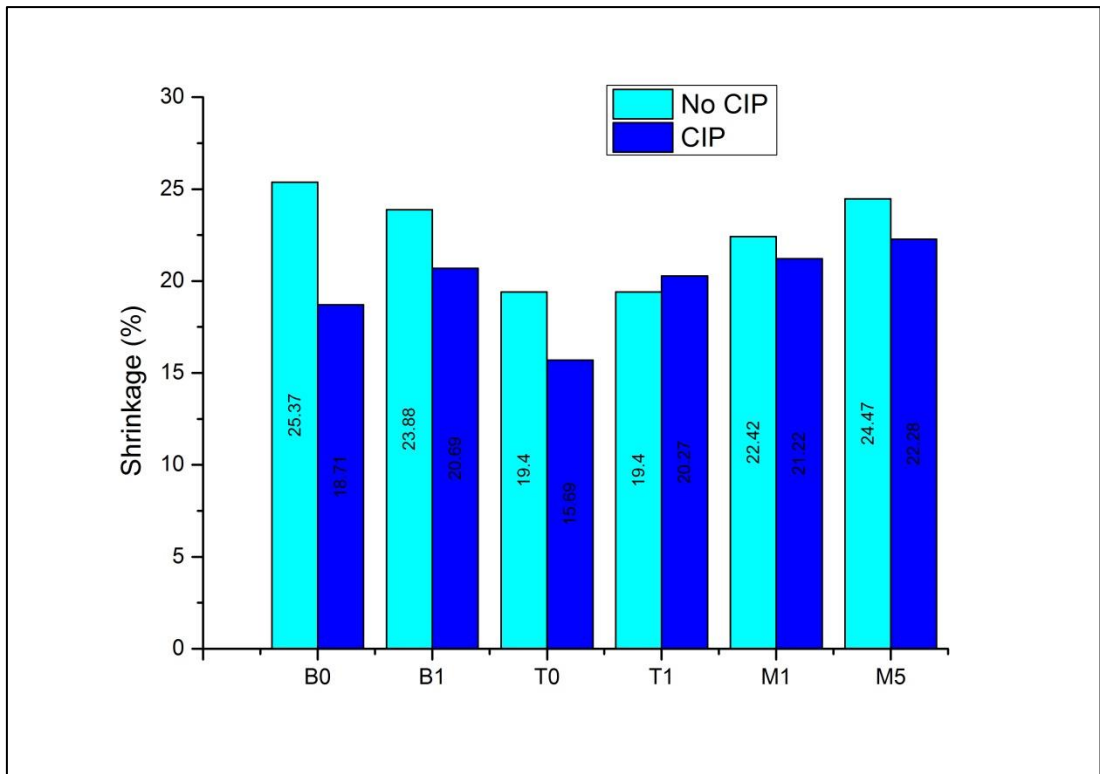
สูตร M1 และ M5 ที่เพิ่มขึ้นมา พบว่าการอัดเย็นทุกทิศทางสามารถเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานดิบได้เล็กน้อย จึงสามารถสรุปได้ว่าการอัดเย็นทุกทิศทางนอกจากเป็นการให้แรงที่สม่ำเสมอแก่ชิ้นงานแล้วยังสามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานดิบในทุกสูตร



รูปที่ 4.28 ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง

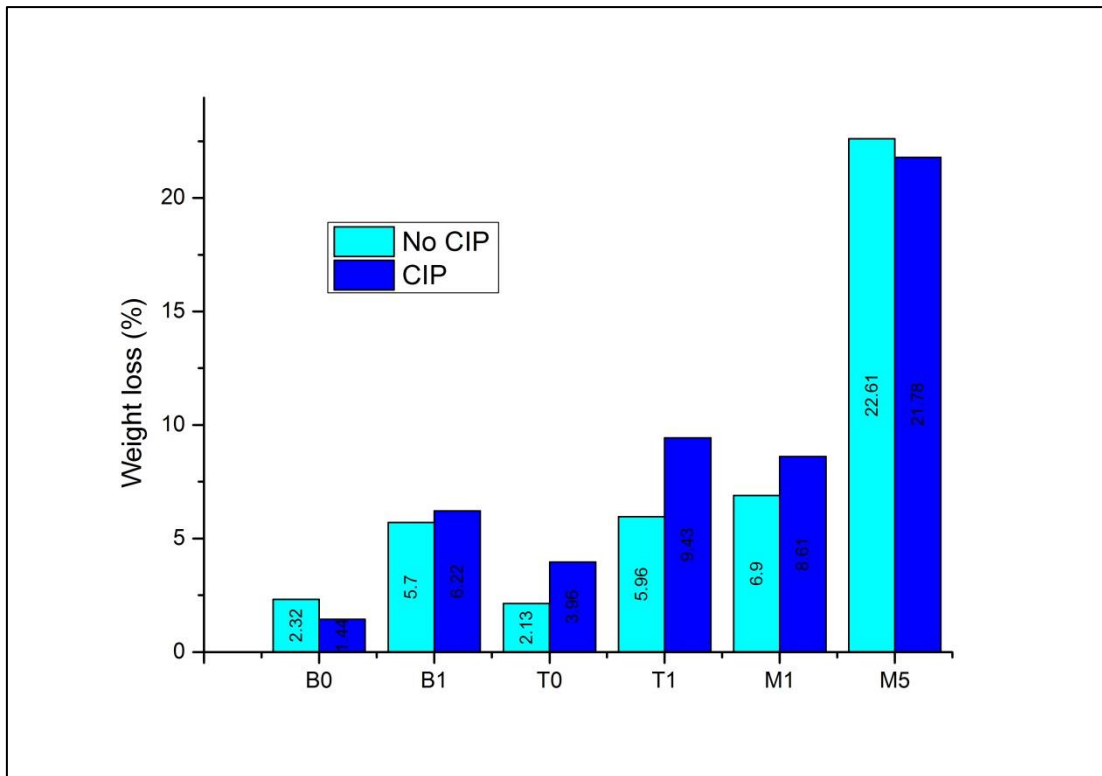
4.5.2 การหดตัวและน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผืนึกในอากาศ

จากรูปที่ 4.29 แสดงการเปรียบเทียบการหดตัวหลังเผาของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลที่อัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัลและอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที หลังเผาผืนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบการหดตัวของชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR ลดลงอย่างชัดเจน ชิ้นงานมีความสมบูรณ์มากขึ้น ไม่บิดหรือโค้งงอจากการหดตัวอีก ส่วนในกลุ่มของชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15 พบการหดตัวลดลงเพียงเล็กน้อย ประมาณร้อยละ 4.71 ในสูตร T0 และมีค่าใกล้เคียงกับการอัดทิศทางเดียวในสูตร T1



รูปที่ 4.29 การหดตัวหลังเผาของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง

จากรูปที่ 4.30 แสดงการเปรียบเทียบน้ำหนักที่หายไปหลังเผาของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่อัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัลและอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที หลังเผาหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างมีค่าไม่แตกต่างจากการอัดทิศทางเดียว คือน้ำหนักที่หายไปยังคงขึ้นตามปริมาณสารตัวเติมที่เติมลงไป โดยสูตร M5 ที่มีการเติมสารตัวเติมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลผสมกับแมกนีเซียมไนเตรตจะมีค่ามากที่สุดสูงถึงร้อยละ 21.78



รูปที่ 4.30 น้ำหนักที่หายไปหลังเผาของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง

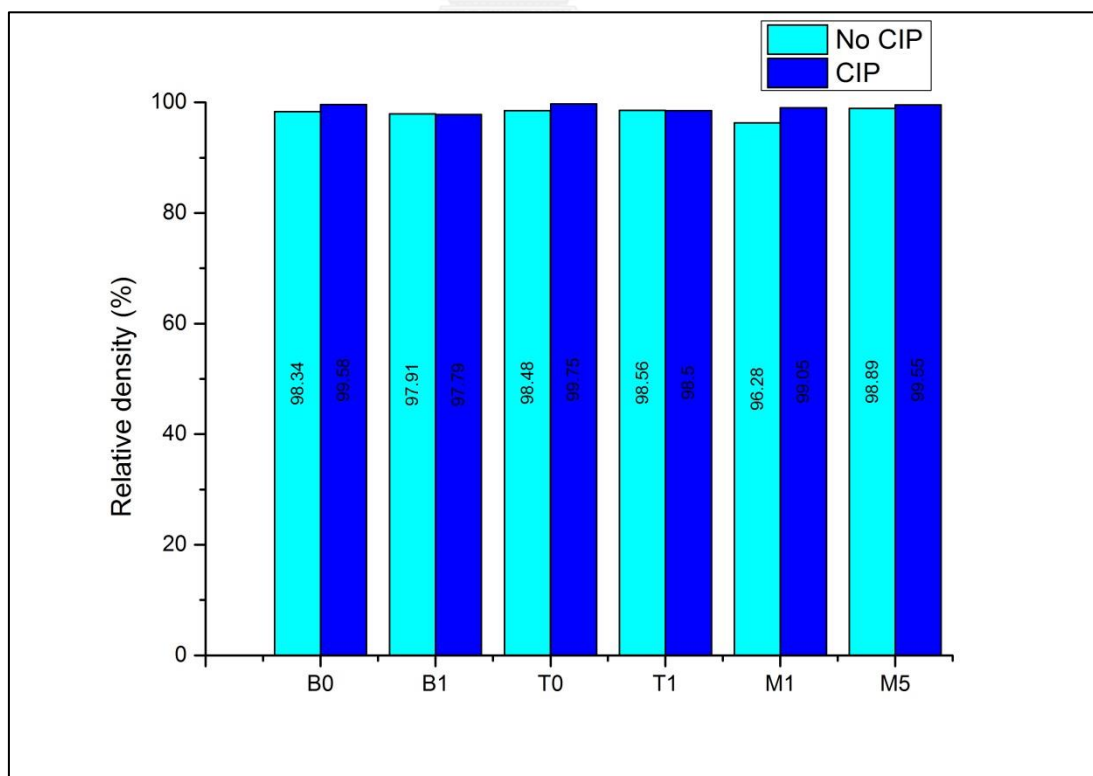
4.5.3 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการเผาในอากาศ

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสเตปเปิลที่อัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที และเผาที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง เมื่อทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำจะแสดงในตาราง 4.4 และรูปที่ 4.31 ถึงรูปที่ 4.33

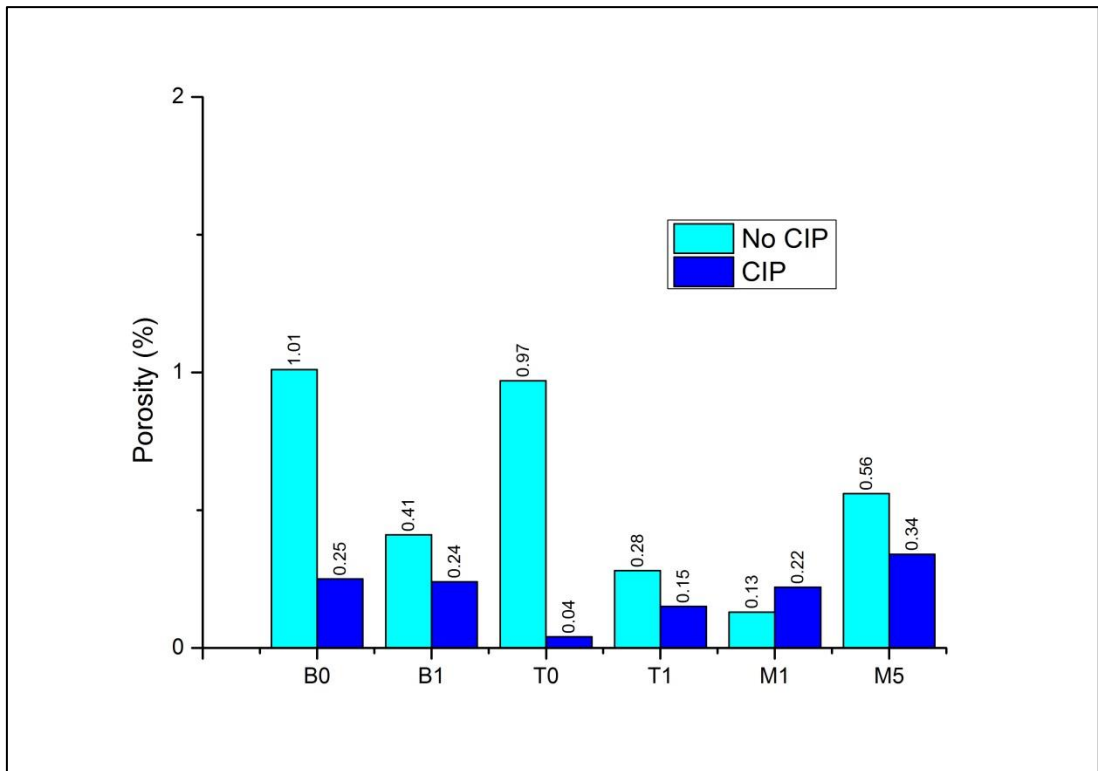
ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยในทุกสูตรโดยมีค่าใกล้เคียงร้อยละ 100 ในส่วนของร้อยละความพรุนตัวและร้อยละการดูดซึมน้ำของชิ้นงาน พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน จึงสามารถสรุปได้ว่าการอัดเย็นทุกทิศทางจะช่วยให้อนุภาคของผงวัสดุดิบและสารตัวเติมขยับเข้ามาใกล้กันมากขึ้นส่งผลให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น รูปพรุนและการดูดซึมน้ำมีค่าต่ำมาก ซึ่งเหมาะสมในการทำวัสดุโปรงใสต่อไป

ตาราง 4.4 ความหนาแน่น ความพรุนตัวและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางและเผา
ผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

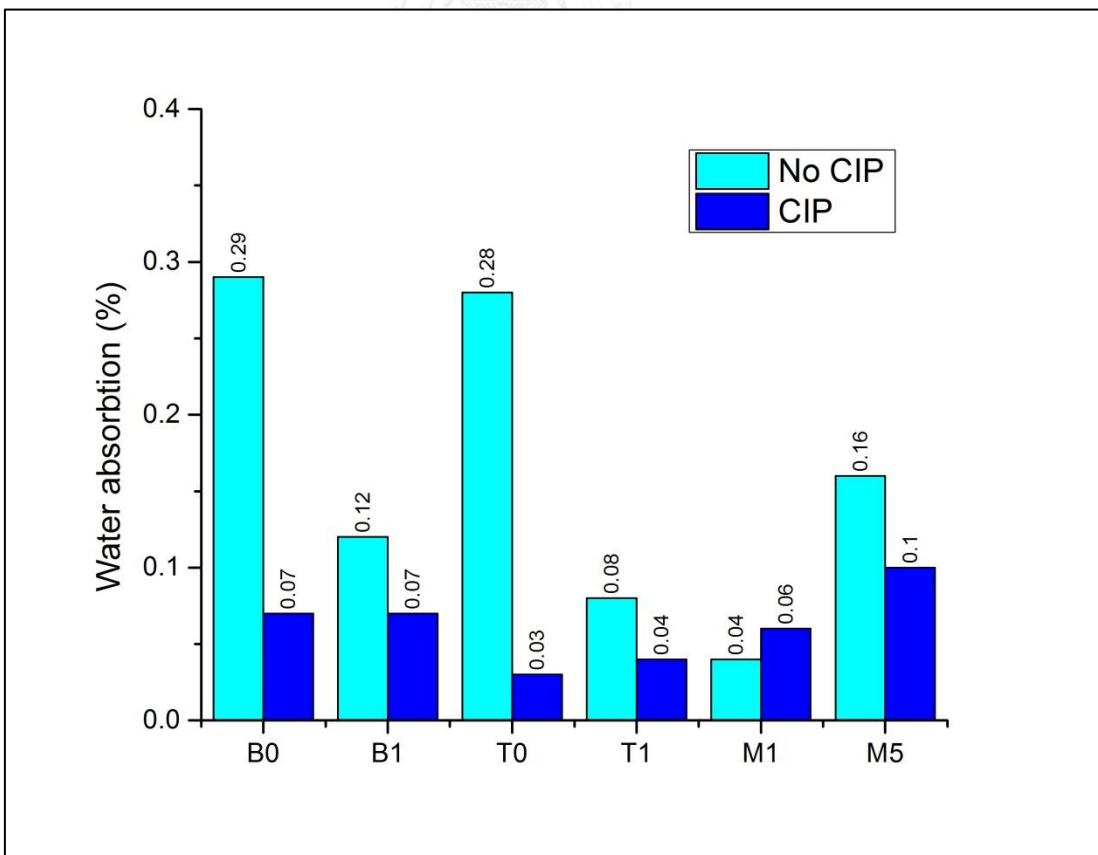
Composition	Temperature (°C)	Properties		
		Bulk density (g/cm ³)	Porosity (%)	Water absorption (%)
B0	1600	3.57	0.25	0.07
B1	1600	3.49	0.24	0.07
T0	1600	3.57	0.04	0.03
T1	1600	3.51	0.15	0.04
M1 No CIP	1600	3.43	0.13	0.04
M5 No CIP	1600	3.48	0.56	0.16
M1+CIP	1600	3.53	0.22	0.06
M5+CIP	1600	3.50	0.34	0.10



รูปที่ 4.31 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง



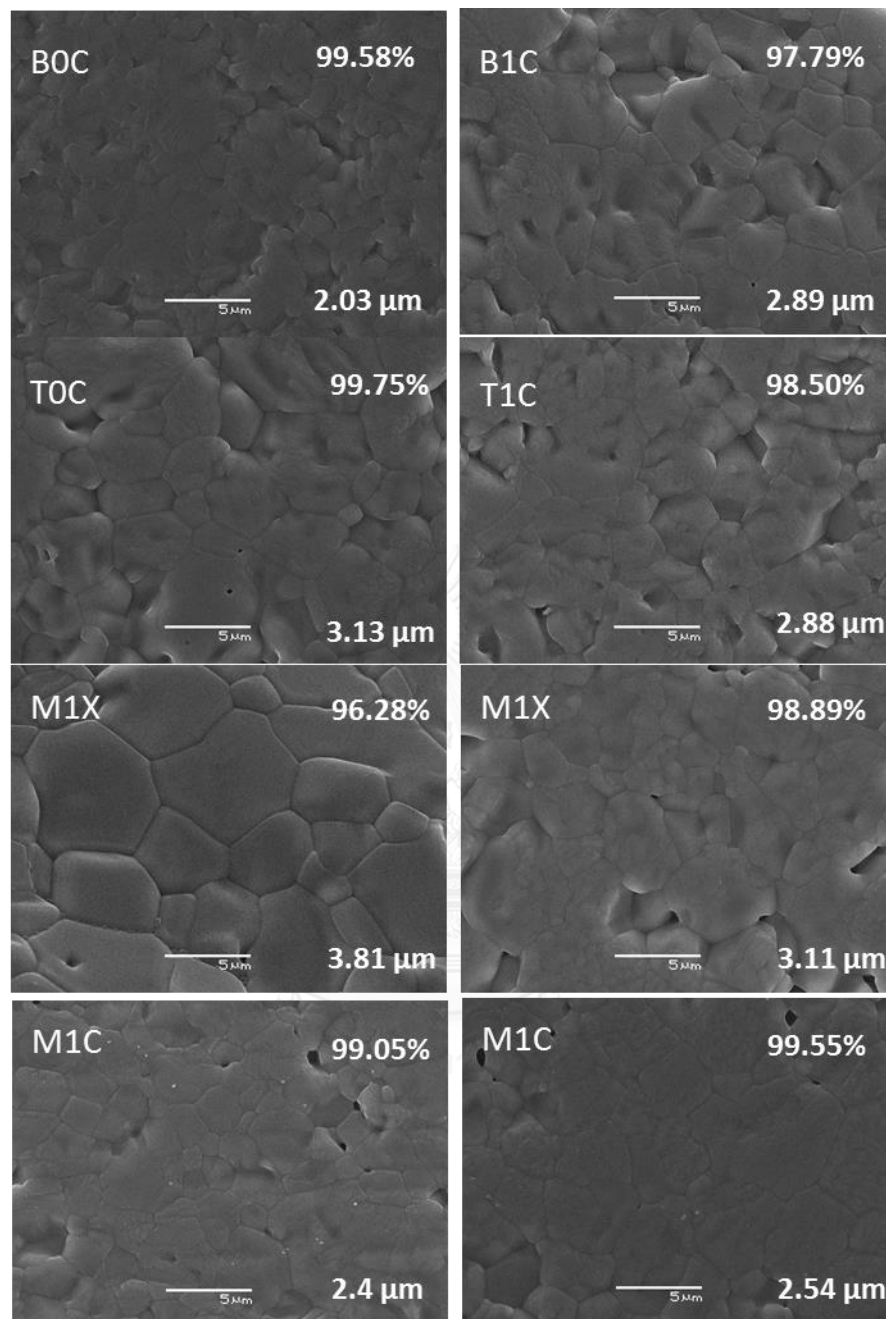
รูปที่ 4.32 ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศทางและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง



รูปที่ 4.33 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาที่อัดเย็นทุกทิศทางและไม่อัดเย็นทุกทิศทาง

4.5.4 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการเผาผนึกในอากาศ

จากรูปที่ 4.34 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่อัดเย็นทุกทิศทางและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยของสูตร B0, B1, T0 และ T1 ที่อัดเย็นทุกทิศทางมีขนาดใกล้เคียงกับขนาดเกรนเฉลี่ยของการอัดทิศทางเดียว คือประมาณ 2.03, 2.89, 3.13 และ 2.88 ไมครอน ตามลำดับ แต่เมื่อพิจารณาสูตรที่เติมสารตัวลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแมกนีเซียมในเตาโดยไม่ได้อัดเย็นทุกทิศทาง (M1X, M5X) พบว่าเกิดการโตของเกรนแบบผิดปกติ (abnormal grain growth) ซึ่งเกิดจากระเหยออกไปของเฟสที่เป็นของเหลว คงเหลือไว้เพียงอะลูมินาและแมกนีเซียมออกไซด์ที่ผสมเพิ่มลงไป อนุภาคทั้งสองมีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าจึงพบการกระจายของขนาดเกรนที่แตกต่างกันมากดังกล่าว^[45] จึงสามารถสรุปได้ว่าการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที แล้วเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล

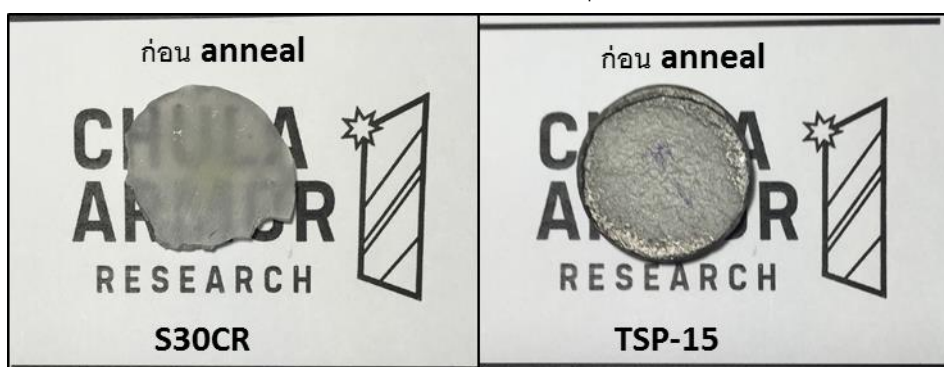


รูปที่ 4.34 โครงสร้างจุลภาคของชั้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางและเฉาผนังที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง C คือ ชั้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทาง และ X คือ ชั้นงานที่ไม่ได้อัดเย็นทุกทิศทาง

4.6 การขึ้นรูปชิ้นงานและการเผาผนึกด้วยเทคนิคต่างๆ

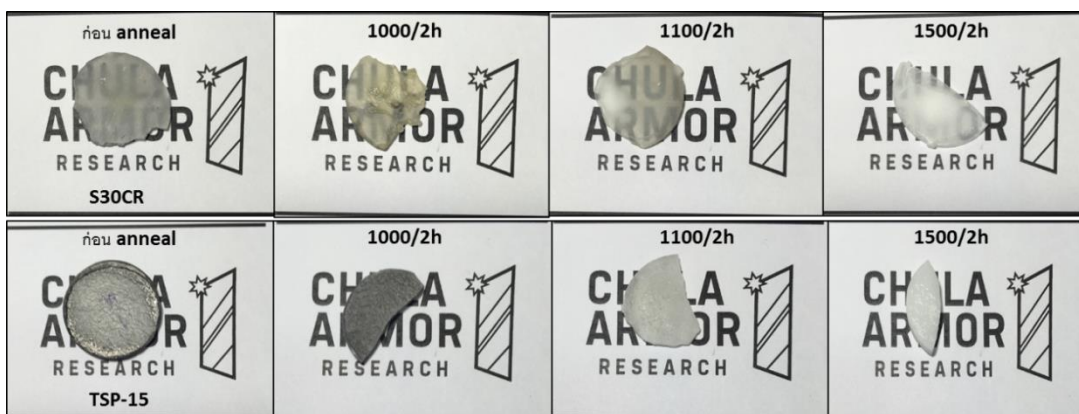
4.6.1 ลักษณะชิ้นงานและโครงสร้างจุลภาคหลังการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1600-1700 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล

จากรูปที่ 4.35 แสดงให้เห็นถึงชิ้นงานหลังการอัดร้อนพบว่าชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR มีลักษณะโปร่งแสงมากขึ้น ส่วนชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15 ยังคงมีลักษณะทึบแสง นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงานทั้งสองมีสีที่เปลี่ยนไปเป็นสีเทา เนื่องจากแม่พิมพ์ที่ใช้ในการอัดร้อนทำมาจากแกรไฟต์จึงเกิดการแพร่เข้าไปในชิ้นงานของอนุภาคคาร์บอน จึงทำการเผา anneal เพื่อไล่คาร์บอนในอนุภาคออก



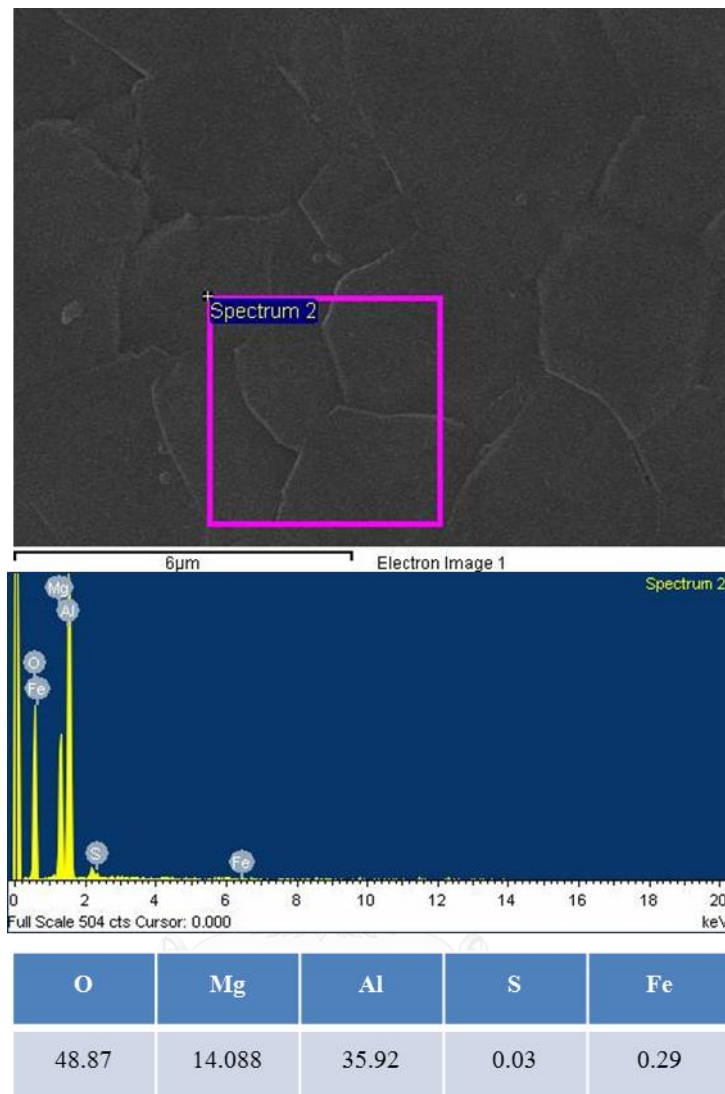
รูปที่ 4.35 ชิ้นงานจากผงทั้งสองชนิดหลังอัดร้อนที่มีการเปลี่ยนสีไป

จากรูปที่ 4.36 แสดงอุณหภูมิต่างๆ ที่ใช้ในการเผา anneal เพื่อไล่อนุภาคคาร์บอนออกจากชิ้นงาน พบว่าที่อุณหภูมิการเผา anneal 1000-1100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ชิ้นงานจากผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างยังคงมีสีเทาจากอนุภาคคาร์บอนหลงเหลืออยู่ที่อุณหภูมิการเผา anneal 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ชิ้นงานจึงเปลี่ยนเป็นสีขาว แต่เมื่อพิจารณาไปที่การเผา anneal 1000 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงของผงทางการค้า S30CR พบลักษณะชิ้นงานมีการเปลี่ยนเป็นสีเหลือง ซึ่งคาดว่าเกิดจากการที่มี Fe^{3+} ปะปนอยู่ในชิ้นงาน^[46] จึงได้ทำการตรวจสอบชิ้นงานด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS) เพื่อยืนยันว่าพบ Fe^{3+} ปะปนอยู่ในชิ้นงาน



รูปที่ 4.36 คุณภาพต่างๆ ที่ใช้ในการเผา anneal เพื่อได้คาร์บอนในชิ้นงาน

จากรูปที่ 4.37 แสดงปริมาณของธาตุในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลโดยเทคนิค EDS พบว่ามีปริมาณของ Fe และ S ปะปนอยู่ในชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR ร้อยละ 0.29 โดยมวล และร้อยละ 0.03 โดยมวล ตามลำดับ^[47] ทำให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นดีเกลือ

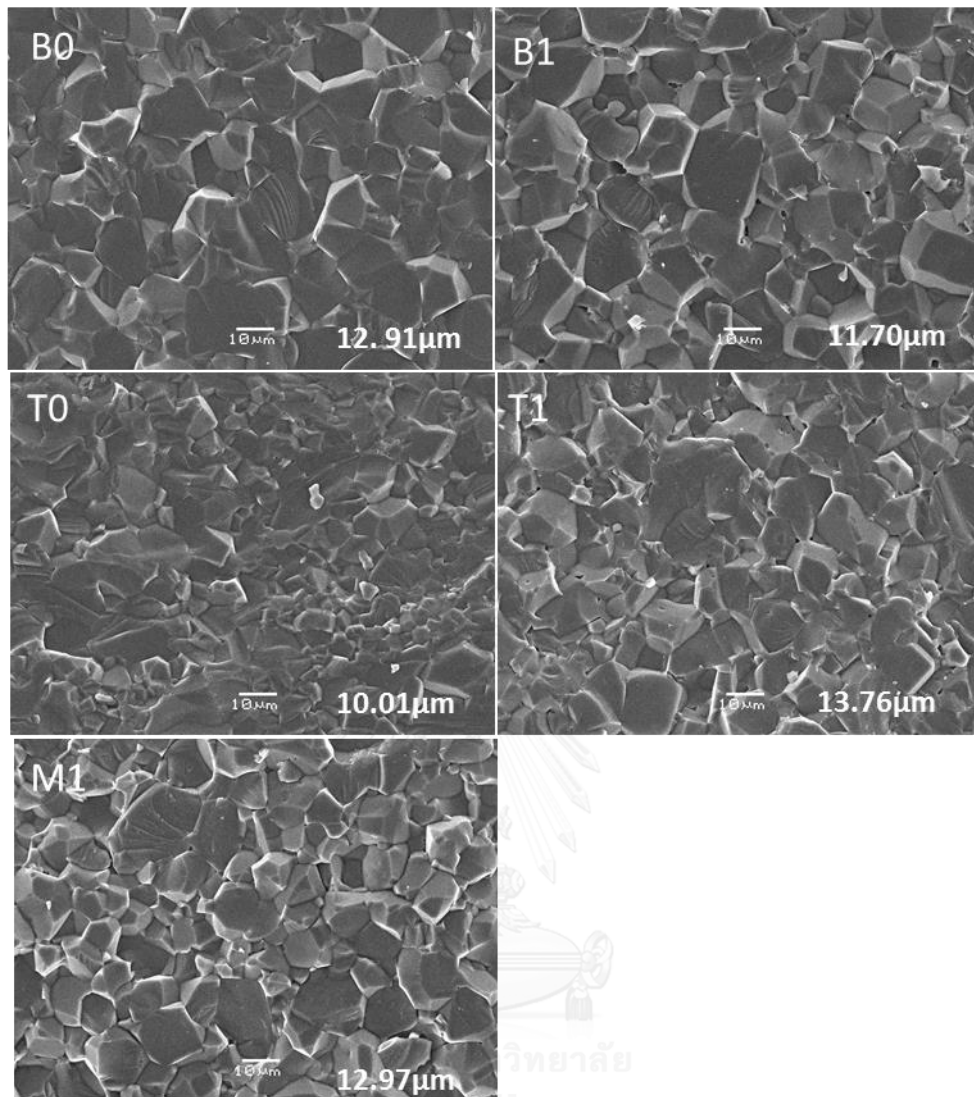


รูปที่ 4.37 แสดงปริมาณร้อยละของธาตุในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยเทคนิค EDS

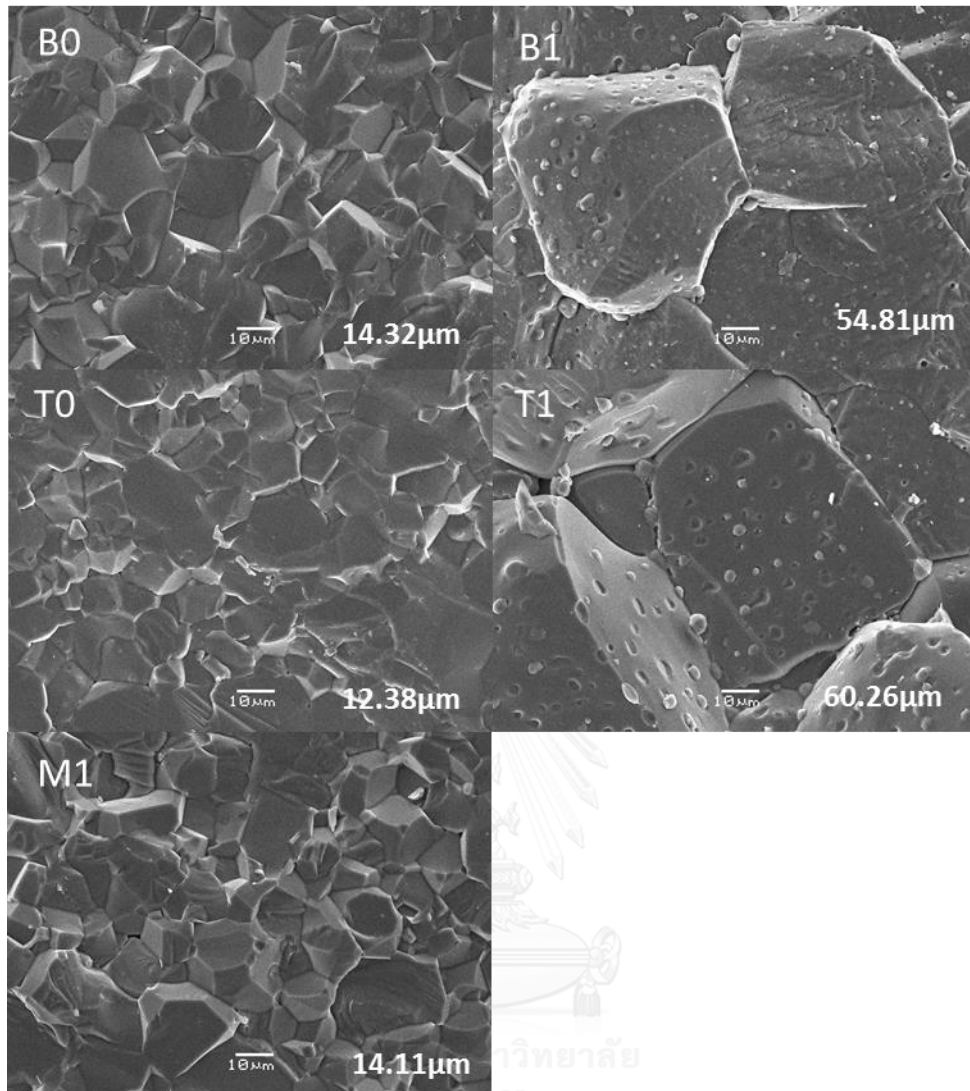
จากรูปที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 1600 องศาเซลเซียสพบว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เติมสารตัวเติมของผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างมีการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเข้ามาชิดกัน มีการกระจายตัวของขนาดเกรนใกล้เคียงกันคือ 12.91 ไมครอนในชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR และ 10.01 ไมครอนในผงทางการค้า TSP-15 เมื่อเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลลงไปพบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นเล็กน้อยแต่การกระจายตัวของขนาดเกรนจะกว้างขึ้นมีทั้งขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน โดยจะเห็นได้ชัดเจนจากสูตร M1 อีกทั้งยังพบรูพรุนกระจายตัวอยู่ตามขอบเกรนอีกด้วย ซึ่งสามารถคาดเดาพฤติกรรมของการเกิดเกรนในลักษณะนี้ได้ว่าสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เติมลงไปเมื่ออุณหภูมิถึงจุดหลอมเหลวประมาณ 1116 องศาเซลเซียสก่อนจะเข้าสู่หลอมจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟสของเหลวช่วงของการจัดเรียงตัวใหม่ แต่เนื่องจากการอัดร้อนเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นมีการแพร่กระจายตัวในวง

แคบทำให้เกิดเฟสของเหลวไม่ครอบคลุมทุกพื้นที่ของอนุภาค บางพื้นที่จึงเกิดการเผาผลาญแบบเฟสของเหลวทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ แต่ในพื้นที่ที่เฟสของเหลวแพร่ไปไม่ถึงจะเกิดการเผาผลาญแบบ solid-stage แทนทำให้เกรนที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็ก^[48]

จากรูปที่ 4.39 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 1700 องศาเซลเซียสพบว่า ในชิ้นงานที่ไม่เติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียม เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ขนาดเกรนเฉลี่ยก็เพิ่มขึ้นมาเล็กน้อย แต่เมื่อพิจารณาที่สูตรที่เติมสารตัวเติมของผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างพบว่าเกรนมีขนาดโตขึ้นอย่างมากสูงถึง 54.81 ไมครอนในชิ้นงานจากผงทางการค้า S30CR และ 60.26 ไมครอนในชิ้นงานจากผงทางการค้า TSP-15 อีกทั้งยังพบรูพรุนตกค้างอยู่ในเกรนอีกด้วย ซึ่งสามารถคาดเดาพฤติกรรมกรเกิดเกรนในลักษณะนี้ได้ว่าจากการที่ผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างได้สังเคราะห์ขึ้นมาจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเฟต^[49] สารปนเปื้อนเหล่านี้โดยเฉพาะซิลเฟต และคาร์บอนจะระเหยอยู่ในบรรยากาศการอัดร้อน และจะจับตัวกับออกซิเจนเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ เมื่อยึดระยะเวลาและอุณหภูมิการอัดร้อนออกไปถึง 1700 องศาเซลเซียส นอกจากขนาดเกรนจะใหญ่ขึ้นอย่างมากแล้วสารประกอบเหล่านี้ก็จะเกิดเป็นรูพรุนตกค้างอยู่ตามขอบเกรนอีกด้วย^[50]



รูปที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคของชั้นงานที่อัตราอนที่ องศาเซลเซียส 1600

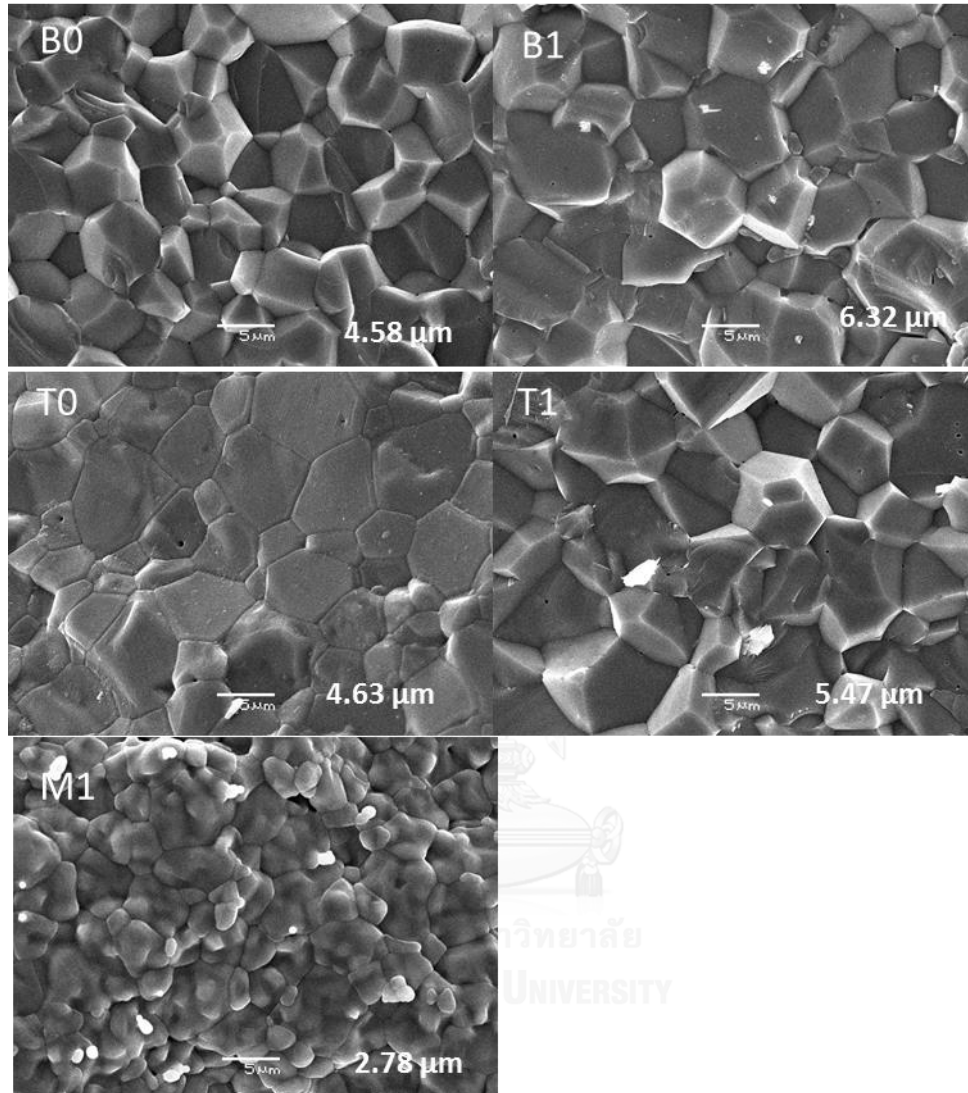


รูปที่ 4.39 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดร้อนที่ องศาเซลเซียส 1700

4.6.2 โครงสร้างจุลภาคหลังการเผาที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.40 แสดงโครงสร้างจุลภาคหลังการเผาที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเทียบกับการเผาในอากาศโดยไม่อัดร้อนทุกทิศทางในรูปที่ 4.34 ขนาดเกรนเฉลี่ยของทุกสูตรมีขนาดใหญ่ขึ้นจากการอัดร้อนทุกทิศทาง มีเพียงสูตรที่เติม MgO (M1) ที่มีขนาดใกล้เคียงกับการเผาในอากาศ นอกจากนี้ยังพบว่าในทุกสูตรจะมีรูพรุนตามขอบเกรนและรูพรุนภายในเกรนกระจายตัวอยู่ทั่ว โดยเฉพาะในสูตรที่มีการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียม

คาดว่าเกิดจากที่เกรนมีการเติบโตที่รวดเร็วและอุณหภูมิในการอัดร้อนทุกทิศทางไม่เพียงพอต่อการแพร่ของรูพรุนภายในเกรนออกไปสู่ผิวของชิ้นงานได้

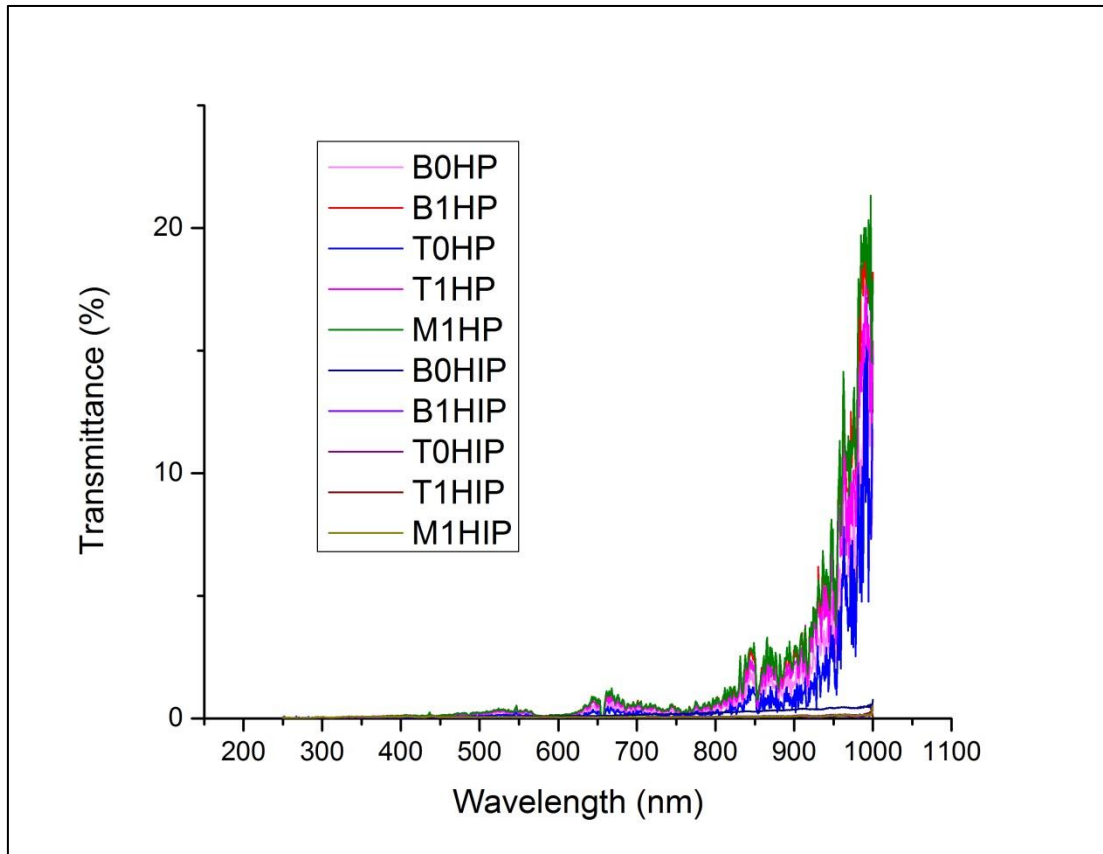


รูปที่ 4.40 โครงสร้างจุลภาคหลังการเผาเนื้อที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

4.6.3 การส่องผ่านของแสง

การวัดค่าการส่องผ่านของแสงในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์จะเลือกวัดจากชิ้นงานที่ลักษณะโปร่งแสงจากการอัดร้อนที่ 1700 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล และชิ้นงานจากการเผาเนื้อที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1500 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล จากรูปที่ 4.41 พบว่าค่าการส่องผ่านของแสงมีค่าต่ำมากในช่วงความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร

(visible light) ซึ่งมีค่าเพียงร้อยละ 1-3 ในกลุ่มของชิ้นงานจากการอัดร้อน หลังจากช่วงความยาวคลื่น 800 นาโนเมตร ค่าการส่องผ่านของแสงจะเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 15-20 ซึ่งจะเห็นได้ว่าถึงแม้ชิ้นงานจะมีความหนาแน่นที่สูงกว่าร้อยละ 99 รูปพูนขนาดเล็กตามขอบเกรนและภายในเกรนจากรูปที่ 4.38 ถึงรูปที่ 4.40 เป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดการกระเจิงของแสงและชิ้นงานไม่โปร่งใสในที่สุด^[51]



รูปที่ 4.41 ค่าการส่องผ่านของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์-

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาอิทธิพลของสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตต่อการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล และทำการเปรียบเทียบผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าจาก บริษัท 2 รวมถึงศึกษาเทคนิคการเผาผนึกด้วยเทคนิคต่างๆ เพื่อศึกษาความเป็นได้และหาแนวทางในการผลิต เพราะกันกระสุนแบบใส ข้อมูลจากการทดลองสามารถนำมาสรุปผลได้ดังนี้

- 1) ชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานจะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงที่สุด โดยการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตร้อยละ 1 โดยมวลจะช่วยให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 1200-1400 องศาเซลเซียส
- 2) การเผาผนึกโดยมีการขึ้นไฟที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนขึ้นไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะใกล้เคียงกันกับไม่ขึ้นไฟที่ 600 องศาเซลเซียส แต่การขึ้นไฟที่ 600 องศาเซลเซียสจะช่วยให้ชิ้นงานมีความสม่ำเสมอดีขึ้น
- 3) ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้า S30CR มีความหนาแน่นชิ้นงานดิบต่ำกว่าผงทางการค้า TSP-15 แต่เมื่อเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์จะมีค่าใกล้เคียงกัน
- 4) การอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที จะช่วยให้ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบสูงขึ้นถึงร้อยละ 60 ชิ้นงานที่ได้จะมีความสม่ำเสมอมากขึ้น
- 5) การเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตร้อยละ 1 โดยมวล ส่งผลต่อการเผาผนึกในอากาศของผงทางการค้าทั้งสองตัวอย่างในทิศทางเดียวกัน ก็สามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานให้สูงขึ้นในช่วง 1200-1400 องศาเซลเซียส และขนาดเกรนจะมีขนาดใหญ่ขึ้น
- 6) การอัดร้อนที่ 1700 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะโปร่งแสง สามารถเห็นเงาสะท้อนจากด้านหลังชิ้นงานได้เล็กน้อย และการเติมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมเนตแล้วทำการอัดร้อนขนาดเกรนจะโตขึ้นถึง 60 ไมครอน
- 7) การเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทาง 1500 องศาเซลเซียส ด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล ชิ้นงานที่ได้ยังคงมีลักษณะทึบแสง และพบรูพรุนตามขอบเกรนและภายในเกรนกระจายอยู่ในเกรน

8) จากการทดลองในงานวิจัยนี้ การอัดร้อนและการเผาผนึกแล้วตามด้วยการอัดร้อน ทุกทิศทางยังมีค่าการส่องผ่านของแสงของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเคลือบสปีเนลที่ต่ำมาก ประมาณ ร้อย 1-3 ในช่วงแสงที่ตามองเห็น

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ปรับปรุงวิธีการผสมสารตัวเติมลิเทียมอะลูมิเนียมลงในผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเคลือบสปีเนลให้เข้ากันมากขึ้นโดยการบดเปียก
- 2) ในการอัดร้อนควรจัดเรียงชิ้นงานให้ได้ระนาบ เพื่อป้องกันชิ้นงานเสียหายจากความดัน



รายการอ้างอิง

- (1) Barsoum, M.W., *Fundamentals of ceramics*. 1997, New York: The McGraw-Hill.
- (2) สมพงษ์ ใจดี, พิสิศักดิ์ มหาวิทยาลัย 4. 2551, กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- (3) Lupei, V., A. Lupei, and A. Ikesue, Transparent polycrystalline ceramic laser materials. Optical Materials. 30 (2008): 1781-1786.
- (4) Apetz, R. and M.P.B. van Bruggen, Transparent Alumina: A Light-Scattering Model. Journal of the American Ceramic Society. 86 (2003): 480-486.
- (5) German, R.M., *Sintering theory and practice*. 1996, New York: A Wiley-interscience publication.
- (6) McCauley, J.W., P. Patel, M. Chen, G. Gilde, E. Strassburger, B. Paliwal, K.T. Ramesh, and D.P. Dandekar, ALON: A brief history of its emergence and evolution. Journal of the European Ceramic Society. 29 (2009): 223-236.
- (7) Hartnett, T.M., S.D. Bernstein, E.A. Maguire, and R.W. Tustison, Optical properties of ALON (aluminum oxynitride). 3060 (1997): 284-295.
- (8) Patel, P.J. and G.A. Gilde, Transparent armor materials: needs and requirements. Ceramic transactions. 134 (2002): 573-586.
- (9) Peuchert, U., Y. Okano, Y. Menke, S. Reichel, and A. Ikesue, Transparent cubic-ZrO₂ ceramics for application as optical lenses. Journal of the European Ceramic Society. 29 (2009): 283-291.
- (10) Lukin, E.S., A.S. Vlasov, M.A. Zubakhina, and A.M. Datsenko, Effect of γ radiation on the optical properties of transparent yttrium-oxide ceramics. Glass and Ceramics. 37 (1980): 255-258.
- (11) Savastru, D., E. Ristici, T. Dragu, C. Cotirlan, S. Miclos, and M. Mustata, Nd:YAG laser system for ophthalmic microsurgery. 5830 (2005): 454-458.
- (12) Wen, L., X. Sun, Z. Xiu, S. Chen, and C.-T. Tsai, Synthesis of nanocrystalline yttria powder and fabrication of transparent YAG ceramics. Journal of the European Ceramic Society. 24 (2004): 2681-2688.
- (13) Guild Optical Associates, I. *Sapphire Properties*. 2010 [cited 16 August 2013]; Available from: <http://www.guildoptics.com/sapphires.php>.

- (14) Project, T. *Spinel ($MgAl_2O_4$) structure*. 2012 [cited 16 August 2013]; Available from: http://www.geocities.jp/ohba_lab_ob_page/structure6.html.
- (15) Reimanis, I., H. Kleebe, R. Cook, and A. DiGiovanni, *Transparent spinel fabricated from novel powders: synthesis, microstructure and optical properties*. 2004, DTIC Document.
- (16) Braulio, M.A.L., A.G.T. Martinez, A.P. Luz, C. Liebske, and V.C. Pandolfelli, Basic slag attack of spinel-containing refractory castables. *Ceramics International*. 37 (2011): 1935-1945.
- (17) LaRoche, A., J. Kutsch, K. Rozenberg, and L. Fehrenbacher, Manufacturing issues for polycrystalline transparent spinel domes. *Proceedings of SPIE*. 7302 (2009): 73020D.
- (18) Corporation, K. *Typical forming process of fine ceramics*. 2003 [cited 16 August 2013]; Available from: <http://global.kyocera.com/fcworld/first/process03.html>.
- (19) Kopeliovich, D. *Solid state fabrication of Metal Matrix Composites*. 2007 [cited 16 August 2013]; Available from: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=solid_state_fabrication_of_metal_matrix_composites.
- (20) Lakshmanan, A., *Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques*. 2012, Spain: InTech.
- (21) German, R., P. Suri, and S. Park, Review: liquid phase sintering. *Journal of Materials Science*. 44 (2009): 1-39.
- (22) Boch, P. and J.C. Niepce, *Ceramic materials*. 2007, Great Britain: ISTE Ltd.
- (23) Nascimento, R.M.d., A.E. Martinelli, and A.J.A. Buschinelli, Review Article: recent advances in metal-ceramic brazing. *Cerâmica*. 49 (2003): 178-198.
- (24) Ganesh, I., S. Bhattacharjee, B.P. Saha, R. Johnson, and Y.R. Mahajan, A new sintering aid for magnesium aluminate spinel. *Ceramics International*. 27 (2001): 773-779.
- (25) Sarkar, R., S. Kumar Das, and G. Banerjee, Effect of addition of Cr_2O_3 on the properties of reaction sintered $MgO-A_2O_3$ spinels. *Journal of the European Ceramic Society*. 22 (2002): 1243-1250.
- (26) Lampropoulou, P.G. and C.G. Katagas, Effects of zirconium silicate and chromite addition on the microstructure and bulk density of magnesia–magnesium aluminate spinel-based refractory materials. *Ceramics International*. 34 (2008): 1247-1252.

- (27) Aksel, C. and T. Aksoy, Improvements on the thermal shock behaviour of MgO–spinel composite refractories by incorporation of zircon-3mol% Y_2O_3 . Ceramics International. 38 (2012): 3673-3681.
- (28) Rozenburg, K., I. Reimanis, H.J. Kleebe, and R.L. Cook, Chemical interaction between LiF and $MgAl_2O_4$ spinel during sintering. Journal of the American Ceramic Society. 90 (2007): 2038-2042.
- (29) Rozenburg, K., I.E. Reimanis, H.J. Kleebe, and R.L. Cook, Sintering kinetics of a $MgAl_2O_4$ spinel doped with LiF. Journal of the American Ceramic Society. 91 (2008): 444-450.
- (30) Villalobos, G.R., J.S. Sanghera, and I.D. Aggarwal, Degradation of magnesium aluminum spinel by lithium fluoride sintering aid. Journal of the American Ceramic Society. 88 (2005): 1321-1322.
- (31) Olivares, R.I. and W. Edwards, $LiNO_3 \cdot NaNO_3 \cdot KNO_3$ salt for thermal energy storage: Thermal stability evaluation in different atmospheres. Thermochimica Acta. 560 (2013): 34-42.
- (32) El-Shereafy, E., M.M. Abousekkina, A. Mashaly, and M. El-Ashry, Mechanism of thermal decomposition and γ -pyrolysis of aluminum nitrate nonahydrate $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 237 (1998): 183-186.
- (33) Kulkarni, N.S., T.M. Besmann, and K.E. Spear, Thermodynamic Optimization of Lithia–Alumina. Journal of the American Ceramic Society. 91 (2008): 4074-4083.
- (34) Goldstein, A., A. Goldenberg, and M. Hefetz, Transparent polycrystalline $MgAl_2O_4$ spinel with submicron grains, by low temperature sintering. Journal of the Ceramic Society of Japan. 117 (2009): 1281-1283.
- (35) Frage, N., S. Cohen, S. Meir, S. Kalabukhov, and M. Dariel, Spark plasma sintering (SPS) of transparent magnesium-aluminate spinel. Journal of Materials Science. 42 (2007): 3273-3275.
- (36) Gilde, G., P. Patel, P. Patterson, D. Blodgett, D. Duncan, and D. Hahn, Evaluation of Hot Pressing and Hot Isostatic Pressing Parameters on the Optical Properties of Spinel. Journal of the American Ceramic Society. 88 (2005): 2747-2751.

- (37) Dericioglu, A.F. and Y. Kagawa, Effect of grain boundary microcracking on the light transmittance of sintered transparent $MgAl_2O_4$. Journal of the European Ceramic Society. 23 (2003): 951-959.
- (38) Cook, R., M. Kochis, I. Reimanis, and H.-J. Kleebe, A new powder production route for transparent spinel windows: powder synthesis and window properties. 5786 (2005): 41-47.
- (39) Esposito, L., A. Piancastelli, and S. Martelli, Production and characterization of transparent $MgAl_2O_4$ prepared by hot pressing. Journal of the European Ceramic Society. 33 (2013): 737-747.
- (40) Fukabori, A., L. An, A. Ito, V. Chani, K. Kamada, A. Yoshikawa, T. Ikegami, and T. Goto, Correlation between crystal grain sizes of transparent ceramics and scintillation light yields. Ceramics International. 38 (2012): 2119-2123.
- (41) Melnikov, P., V.A. Nascimento, I.V. Arkhangelsky, and L.Z. Zanoni Consolo, Thermal decomposition mechanism of aluminum nitrate octahydrate and characterization of intermediate products by the technique of computerized modeling. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 111 (2013): 543-548.
- (42) Godoi, F.C.d., D.-W. Wang, Q. Zeng, K.-H. Wu, and I.R. Gentle, Dependence of $LiNO_3$ decomposition on cathode binders in Li-S batteries. Journal of Power Sources. 288 (2015): 13-19.
- (43) Ting, C.-J. and H.-Y. Lu, Defect Reactions and the Controlling Mechanism in the Sintering of Magnesium Aluminate Spinel. Journal of the American Ceramic Society. 82 (1999): 841-848.
- (44) Reimanis, I.E. and H.-J. Kleebe, Reactions in the sintering of $MgAl_2O_4$ spinel doped with LiF. International Journal of Materials Research. 98 (2007): 1273-1278.
- (45) Krell, A., T. Hutzler, J. Klimke, and A. Potthoff, *Nano-Processing for Larger Fine-Grained Windows of Transparent Spinel*, in *Advances in Ceramics Armor VI*. 2010, John Wiley & Sons, Inc. p. 167-182.
- (46) research, W. *Mineral $MgAl_2O_4$* . 2007 [cited 21 june 2015]; Available from: <http://scienceworld.wolfram.com/chemistry/Spinel.html>.

- (47) Benameur, N., G. Bernard-Granger, A. Addad, S. Raffy, and C. Guizard, Sintering Analysis of a Fine-Grained Alumina–Magnesia Spinel Powder. Journal of the American Ceramic Society. 94 (2011): 1388-1396.
- (48) Chen, C.-F., F.P. Doty, R.J.T. Houk, R.O. Loutfy, H.M. Volz, and P. Yang, Characterizations of a Hot-Pressed Polycrystalline Spinel:Ce Scintillator. Journal of the American Ceramic Society. 93 (2010): 2399-2402.
- (49) Harris, D.C., History of development of polycrystalline optical spinel in the U.S. 5786 (2005): 1-22.
- (50) Reimanis, I. and H.-J. Kleebe, A Review on the Sintering and Microstructure Development of Transparent Spinel (MgAl_2O_4). Journal of the American Ceramic Society. 92 (2009): 1472-1480.
- (51) Tsukuma, K., Transparent MgAl_2O_4 Spinel Ceramics Produced by HIP Post-Sintering. Journal of the Ceramic Society of Japan. 114 (2006): 802-806.

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายเอกรินทร์ สุนบุญ เกิดวันที่ 2 พฤศจิกายน พ.ศ. 2531 ที่จังหวัดลพบุรี สำเร็จ การศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในเดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2553 และเข้าศึกษาต่อใน ระดับปริญญาโทบัณฑิต วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต หลักสูตรเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุ ศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในเดือนมิถุนายน พ.ศ.2554 และสำเร็จ การศึกษาในปีการศึกษาปี 2557

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “PREPARATION EFFECT OF Li_5AlO_4 ON SINTERABILITY OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL” ในการประชุมทางวิชาการ The 6th Pure and Applied Chemistry International Conference 2012 (PACCON 2012) ระหว่างวันที่ 11-13 มกราคม พ.ศ. 2555 จัดโดยภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และสมาคมเคมีแห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์ ณ โรงแรมดิเอ็มเพรส เชียงใหม่ และได้รับการตีพิมพ์ผลงานแบบ Proceeding

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “EFFECT OF Li_5AlO_4 ADDITIONS ON THE SINTERING AND PROPERTIES OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL” ในการประชุมทางวิชาการ International Conference on Traditional and Advanced Ceramics ICTA2012 ระหว่างวันที่ 22-25 สิงหาคม พ.ศ. 2555 ณ โรงแรมดิเอ็มเมอรัล และได้รับการตีพิมพ์ผลงานแบบ Journal ของ Suranaree Journal of Science and Technology

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Oral presentation เรื่อง “EFFECTS OF Li_5AlO_4 ADDITIONS ON DENSIFICATION AND PROPERTIES OF MgAl_2O_4 SPINEL” ในการประชุมทางวิชาการ The 8th Mathematics and Physical Sciences Graduate Congress (MPSGC) ระหว่างวันที่ 8-10 ธันวาคม พ.ศ. 2555 จัดโดย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย