

การเตรียมคอร์สเดย์ไรต์จากทอล์กและแอนดาส์ไฮต์โดยการสังเคราะห์ที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2561  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

PREPARATION OF CORDIERITE FROM TALC AND ANDALUSITE BY MECHANICAL  
ACTIVATION ASSISTED SYNTHESIS



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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2018

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมคอร์เดียร์ไรต์จากทัลก์และแอนดาลูไซต์โดยการสังเคราะห์ที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล
โดย	น.ส.ชัชรินทร์ ไวโรจนกิจ
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	อาจารย์ ดร.สุจาริณี สิ้นไชย

---

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ  
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(อาจารย์ ดร.สุจาริณี สิ้นไชย)	
.....	กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจิตวรกุล)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายสมร นิยมสรวณ)	

ชัชรินทร์ ไวโรจนกิจ : การเตรียมคอร์เดียไรต์จากทัลก์และแอนดาลูไซต์โดยการสังเคราะห์ที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล. ( PREPARATION OF CORDIERITE FROM TALC AND ANDALUSITE BY MECHANICAL ACTIVATION ASSISTED SYNTHESIS) อ.ที่ปรึกษาหลัก : อ. ดร.สุจาริณี สีนไชย

ในงานวิจัยนี้ มุ่งเน้นศึกษาการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความสำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก เนื่องจากมีสมบัติการขยายตัวทางความร้อนต่ำมาก ทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันและมีความแข็งแรงที่ดี งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ที่จะศึกษาอิทธิพลของการกระตุ้นเชิงกลที่ส่งผลต่อการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์โดยใช้แอนดาลูไซต์เป็นวัตถุดิบ ขั้นตอนการทดลองประกอบด้วย การเตรียมสารผสมในอัตราส่วนของวัตถุดิบตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์ ได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา บดสารผสมด้วยหม้อบดแพลนเนตารีโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10 ต่อ 1 ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 0 15 30 60 และ 90 นาที จากนั้นทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C เวลายืนไฟ 2 ชั่วโมง จากการศึกษาพบว่า การนำการกระตุ้นเชิงกลมารวมใช้ในการสังเคราะห์สามารถลดอุณหภูมิการปรากฏตัวของคอร์เดียไรต์ในองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยนี้เฟสคอร์เดียไรต์เริ่มปรากฏที่อุณหภูมิ 1150°C ในผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ในขณะที่ ณ อุณหภูมิสังเคราะห์เดียวกัน ไม่พบคอร์เดียไรต์ในผงที่เตรียมจากสารที่ไม่ผ่านการบด ความเข้มพีคหลักของคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มความเร็วรอบและเวลาที่ใช้บด โดยสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที มีความเข้มพีคสูงสุด เนื่องจากการบดส่งผลให้ความเป็นผลึกของสารผสมลดลงและเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของระบบจากสารผสมที่ไม่ผ่านการบดจาก 0.25 m<sup>2</sup>/g เป็น 6.48 m<sup>2</sup>/g เมื่อผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 500 rpm 90 นาที แต่อย่างไรก็ตาม พบว่าการใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10:1 ปรากฏเฟสเซอร์คอนจากการปนเปื้อนระหว่างกระบวนการบดในผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C และ 1350°C และทำให้ความเข้มพีคคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำลง นอกจากนี้ จากการตรวจสอบสมบัติผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการขึ้นรูปสารผสมที่ผ่านกระบวนการบดในสภาวะต่างๆ และเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า ความแข็งแรงดัดของชิ้นงานมีค่าสูงขึ้นเมื่อความเร็วรอบบดและเวลาบดเพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดเท่ากับ 13.07 MPa และจากการศึกษาอิทธิพลการใช้สารตัวเติมโซเดียมโบเรตแอนไฮไดรส์ ในงานวิจัยนี้พบว่าการเติมสารตัวเติมไม่ส่งผลช่วยให้เฟสคอร์เดียไรต์ปรากฏขึ้นในระบบที่อุณหภูมิต่ำลง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก  
ปีการศึกษา 2561

ลายมือชื่อนิสิต .....  
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

# # 5971937023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: Mechanical activation, Planetary ball mill, Cordierite

Chatcharin Vairojanakit : PREPARATION OF CORDIERITE FROM TALC AND ANDALUSITE BY MECHANICAL ACTIVATION ASSISTED SYNTHESIS. Advisor: SUJARINEE SINCHAI, Ph.D.

Cordierite is known as a candidate material for many applications because of its low thermal expansion coefficient, high thermal shock resistance and good mechanical strength. In this research, the effects of mechanical activation assisted synthesis of cordierite using talc, andalusite and silica as starting materials on the phase formation in the synthesized powder were investigated. The starting mixture with stoichiometric composition of cordierite ( $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ ) was prepared and ground in planetary ball mill at the rotational speed of 300 and 500 rpm for 0, 15, 30, 60 and 90 min. The ball to powder weight ratio was fixed as 10:1. The powder mixtures were heat treated in air at the temperature ranging from 1150 to 1350°C for 2 hours. It was found that cordierite phase formation could be observed at lower temperature by using mechanical activation assisted synthesis. Cordierite phase firstly appeared at 1150°C in the powder which milled at 300 rpm for 30 min by planetary ball milling while no cordierite phase was formed in un-milled powder at this synthesis temperature. Major peak intensity of cordierite tended to increase with milling time and speed whereas the highest value was found in the powder milled at 500 rpm for 90 min. High-energy milling caused a destructive crystallinity and increased the specific surface area from 0.25 m<sup>2</sup>/g in un-milled mixture to 6.48 m<sup>2</sup>/g in the mixture milled at 500 rpm for 90 min. However, by using the ball to powder weight ratio of 10:1, zircon phase derived from contamination during milling process appeared in the system at the synthesis temperature of 1250°C and 1350°C. Such zircon formation affected on the reduction of cordierite peak intensities. In addition, sintered specimens were prepared by mixtures those milled at various conditions and heat treated at 1350°C for 2 hours. The flexural strength of specimens increased with milling time and speed whereas the maximum value of 13.07 MPa was obtained. The influences of using Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> as an additive was also studied but there was no evidence of cordierite phase formation improvement by Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> addition in this study.

Field of Study: Ceramic Technology

Student's Signature .....

Academic Year: 2018

Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ดี เนื่องจากได้รับการสนับสนุน และให้ความช่วยเหลือ ทั้งด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัยจากบุคคลและหน่วยงานต่างๆที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

ขอขอบคุณ อาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษา ให้ทั้งกำลังใจ และกำลังใจทั้งในการดำเนินการวิจัย คอยชี้แนะหาแนวทางแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงานวิจัย สนับสนุนค่าใช้จ่ายที่จำเป็นแก่ผู้วิจัยด้วยความเมตตาตลอดมา อบรมสั่งสอนและให้ความรู้แก่ผู้วิจัยเพื่อให้เป็น นักวิจัยที่ดีในภายภาคหน้าอีกทั้งมอบโอกาสที่ดีให้แก่ผู้วิจัยตลอดระยะเวลาที่ผ่านมา

ขอขอบคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน สำหรับการเสียสละเวลาตรวจแก้ไขข้อบกพร่อง ของรูปเล่มวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำต่างๆ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้ถูกต้องและสมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบคุณ นายวิรพงษ์ ทรัพย์งาม เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ XRD นางสาวบงกช พุฒแก้ว เจ้าหน้าที่ ปฏิบัติการ SEM นางสาวกรรณิการ์ เศรษฐ์รักษา ที่คอยช่วยแนะนำและคอยช่วยเหลือในทุกๆด้าน ตลอดจนเพื่อน ร่วมรุ่นทุกคนและผู้เกี่ยวข้องที่ไม่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัวผู้วิจัย และนายชัยศิริ บุญนำเศรษฐ์ ที่คอยอบรมสั่งสอน ให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจทุกครั้งที่มีประสบปัญหา ทำให้สามารถแก้ไขและดำเนินชีวิตได้อย่างเข้มแข็ง จนทำให้ งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ชัชรินทร์ ไวโรจนกิจ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุแห่งใจ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	3
1.3 เป้าหมายของโครงการ.....	3
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง .....	4
2.1 คอร์เดียไรต์.....	4
2.1.1 โครงสร้างของผลึกคอร์เดียไรต์.....	4
2.1.2 สมบัติและประโยชน์ใช้งาน.....	5
2.2 การสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์ .....	7
2.2.1 สารตั้งต้นในการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์.....	8
2.2.2 การนำสารตัวเติมมาใช้ในการสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์ .....	10
2.3 การสังเคราะห์ผงเซรามิกด้วยการกระตุ้นเชิงกล .....	11
2.3.1 การกระตุ้นเชิงกล (mechanical activation method).....	11
2.3.2 งานวิจัยการสังเคราะห์ผงเซรามิกที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล.....	21
2.3.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์ที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล.....	23



บทที่ 3 วิธีการดำเนินวิจัย.....	26
3.1 วัตถุประสงค์ สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย .....	26
3.1.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย .....	26
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย .....	26
3.2 วิธีการทดลอง .....	27
3.2.1 การเตรียมสารตั้งต้นและส่วนผสมที่ใช้ในการทดลอง .....	27
3.2.2 การลดขนาดส่วนผสมด้วยเครื่องบดชนิดแพลเน็ตทารี .....	27
3.2.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน .....	28
3.2.4 การเผาสังเคราะห์คอร์เตียไรต์และการเผาผนึกชิ้นงาน .....	28
3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงวัตถุประสงค์และสารที่สังเคราะห์ได้ .....	28
3.3.1 องค์ประกอบเฟส .....	28
3.3.2 องค์ประกอบทางเคมี .....	29
3.3.3 ขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค .....	29
3.3.4 รูปร่างลักษณะ และโครงสร้างจุลภาค .....	29
3.3.5 ปฏิกริยาและการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อน .....	30
3.4 การตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานคอร์เตียไรต์หลังเผาผนึก .....	30
3.4.1 การหดตัว .....	30
3.4.2 ความหนาแน่นและรูพรุนปรากฏ .....	31
3.4.3 ค่าความแข็งแรงดัด .....	31
3.4.4 โครงสร้างจุลภาค .....	32
3.5 แผนผังการทดลอง .....	33
บทที่ 4 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง.....	34
4.1 ลักษณะเฉพาะของวัตถุประสงค์ .....	34
4.1.1 องค์ประกอบเฟส .....	34

4.1.2	องค์ประกอบทางเคมี .....	35
4.1.3	การกระจายขนาดอนุภาคของผงวัตุดิบ .....	35
4.1.4	โครงสร้างจุลภาคของวัตุดิบ .....	37
4.2	อิทธิพลจากการกระตุ้นเชิงกล .....	38
4.2.1	ลักษณะเฉพาะของสารผสมหลังการกระตุ้นเชิงกล .....	38
4.2.2	ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์ได้ .....	46
4.2.2.1	ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์จากสารที่ไม่ผ่านการบด .....	46
4.2.2.2	ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบด .....	49
4.2.3	อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสาร .....	63
4.2.4	สมบัติทางกายภาพ ความแข็งแรง และโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ .....	68
4.2.4.1	การหดตัว .....	68
4.2.4.2	ความหนาแน่นและรูพรุนปรากฏ .....	69
4.2.4.3	ความแข็งแรงดัด .....	70
4.3	ผลของสารตัวเติมต่อการเกิดเฟส .....	73
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัย .....	77
บรรณานุกรม	.....	80
ภาคผนวก	.....	87
ประวัติผู้เขียน	.....	89

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของคอร์เดียไรต์.....	6
ตารางที่ 2.2 เฟสที่เกิดขึ้นในเนื้อดินปั้นและคอร์เดียไรต์ที่เผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1300°C.....	10
ตารางที่ 2.3 ความเร็วของลูกบิดและพลังงานจากการบิดด้วยหม้อบดชนิดต่างๆ.....	14
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบ.....	35
ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาค D <sub>10</sub> D <sub>50</sub> และ D <sub>90</sub> ของวัตถุดิบ.....	36
ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาค และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารก่อนและหลังการบิดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 15 30 60 และ 90 นาที.....	42
ตารางที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมหลังผ่านการบิดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm....	44
ตารางที่ 4.5 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบิด.....	48
ตารางที่ 4.6 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบิด และผ่านการบิดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบิดต่อสารเท่ากับ 10:1.....	54
ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C จากสารที่ไม่ผ่านการบิด และผ่านการบิดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบิดต่อสารเท่ากับ 10:1.....	55
ตารางที่ 4.8 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารที่ไม่ผ่านการบิด และผ่านการบิดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที.....	56
ตารางที่ 4.9 ตัวแปรทางจลนศาสตร์ระหว่างกระบวนการบิดที่คำนวณได้ในงานวิจัยนี้ เปรียบเทียบกับสภาวะการบิดแตกต่างกัน (อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบิดต่อสาร เท่ากับ 10 ต่อ 1).....	60

ตารางที่ 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้  
อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารต่างกัน ..... 65

ตารางที่ 4.11 ตัวแปรทางจลนศาสตร์ระหว่างกระบวนการบดที่คำนวณได้ในงานวิจัยนี้ เปรียบเทียบที่  
ความเร็วรอบ 300 rpm 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารที่แตกต่างกัน.. 66

ตารางที่ 4.12 สมบัติทางกายภาพและความแข็งแรงดัดของผลิตภัณฑ์ ที่เตรียมจากสารผสมที่ผ่านการ  
บด ณ สภาวะที่แตกต่างกัน ..... 68

ตารางที่ 4.13 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานคอร์เดียไรต์หลังเผา 2 ครั้งที่อุณหภูมิ  
1150°C และ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที ที่เตรียมจากสารที่ผ่าน  
การบด ณ สภาวะที่แตกต่างกัน..... 71



## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกคอร์เดียไรต์อโรโรมบิกตามแนวแกน C .....	5
รูปที่ 2.2 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานคอร์เดียไรต์.....	6
รูปที่ 2.3 แผนภาพเฟสไดอะแกรมของระบบ MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> .....	7
รูปที่ 2.4 (a) รูปเสมือนจำลองแสดงการเคลื่อนไหวของวัตถุดิบและลูกบิด ทิศของแรงหนีศูนย์กลาง และทิศของแรงโคริโอลิสที่เกิดจากการหมุนของหม้อบด และ (b) เครื่องแพลเนตารีมิลล์ ยี่ห้อ Fritsch รุ่น Pulverisette 6 classic line.....	12
รูปที่ 2.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง specific impact energy ( $E_w$ ; kJ/(s·kg)) ต่อ revolution speed ( $N_r$ ; rps) ณ อัตราส่วนความเร็วรอบของหม้อบดต่อแผ่นรอง (r) เป็น 1.9 และระยะระหว่างแกนหมุนของ หม้อบดและแผ่นรองมีค่าเท่ากับ 300 mm.....	13
รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงการเคลื่อนไหวและแรงที่กระทำต่อลูกบิดและสารภายในหม้อบดแพลเนตารี .....	13
รูปที่ 2.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะของทัลก์และเวลาที่ใช้ในการบดด้วยเครื่องบดที่ แตกต่างกันได้แก่ เครื่องบดแพลเนตารี (น้ำหนักผง = 10 g, $N_r$ = 710 rpm) เครื่องบดไวเบอร์ชั่น (น้ำหนักผง = 300 g, $N_r$ = 1700 rpm) และทัมบลิงมิลล์ (น้ำหนักผง = 300 g, $N_r$ = 105 rpm).....	15
รูปที่ 2.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า specific impact energy ( $E_w$ ; kJ/(s·kg)) และอัตราส่วน ความเร็วรอบของหม้อบดต่อความเร็วรอบของแผ่นรอง.....	15
รูปที่ 2.9 พารามิเตอร์ในกระบวนการบดด้วยหม้อบดแพลเนตารี .....	16
รูปที่ 2.10 กราฟพลังงานจากการบดที่ถ่ายทอดไปยังผงวัตถุดิบในการชน 1 ครั้ง ต่อความเร็วรอบใน การหมุนของเครื่องบดแพลเนตารี AGO-2 เมื่อใช้ชนิดและขนาดของลูกบิดที่ต่างกัน .....	18
รูปที่ 2.11 กราฟ XRD ของส่วนผสม (a) ที่ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลา 15 นาที - 8 ชั่วโมง (b) ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลาในการบดต่างกัน 15 นาที - 8 ชั่วโมง และเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800°C ในเตาไมโครเวฟ .....	22

รูปที่ 2.12 โครงสร้างจุลภาควิเคราะห์ด้วยเทคนิค FESEM ของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เตรียมจากผงวัตถุดิบที่ผ่านการบดที่เวลา (a) 2 ชั่วโมง (b) 4 ชั่วโมง (c) 6 ชั่วโมง และ (d) 8 ชั่วโมง ..... 23

รูปที่ 2.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่ไม่ผ่านการบดและที่ผ่านการบดในหม้อบด แอตไตรเตอร์ที่ความเร็วรอบ 1000 rpm เป็นเวลา (a) ไม่ผ่านการบด (b) 30 นาที (c) 45 นาที (d) 60 นาที..... 24

รูปที่ 3.1 การทดสอบความต้านทานต่อแรงดัดด้วยเทคนิค 3-point bending..... 32

รูปที่ 4.1 องค์ประกอบเฟสของวัตถุดิบ ได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา ..... 34

รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบที่ใช้ในงานวิจัย ..... 36

รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของวัตถุดิบ (a) ทัลก์ (b) แอนดาลูไซต์ และ (c) ซิลิกา ..... 37

รูปที่ 4.4 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที ..... 39

รูปที่ 4.5 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที ..... 39

รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที 40

รูปที่ 4.7 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที..... 41

รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) และพื้นที่ผิวจำเพาะ กับเวลาที่ใช้ในการบด เมื่อใช้ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ..... 43

รูปที่ 4.9 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของสารผสม (a) ก่อนบด และ (b) หลังผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที ..... 43

รูปที่ 4.10 ปฏิกริยาเมื่อได้รับความร้อนของสารผสมตั้งต้น (a) ไม่ผ่านการบด และ (b) ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที ..... 45

รูปที่ 4.11 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบด ( C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, F = forsterite, E = enstatite, Q = quartz) ..... 48

รูปที่ 4.12 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที ( C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, E = enstatite, Q = quartz) ..... 51

รูปที่ 4.13 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที ( C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, E = enstatite, Q = quartz) ..... 51

รูปที่ 4.14 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ (a) 300 rpm (b) 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที ( C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, E = enstatite, F = forsterite, Z = zircon)..... 52

รูปที่ 4.15 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C จากสารที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ (a) 300 rpm 90 นาที และ (b) 500 rpm 90 นาที ( C = cordierite, S = spinel, Z = zircon)..... 53

รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบด กับเวลาที่ใช้ในการบด..... 57

รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์กับอุณหภูมิการสังเคราะห์ ในผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ (a) 300 rpm และ (b) 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที..... 58

รูปที่ 4.18(a) ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะกับพลังงานจลน์สะสมในการบด ( $E_{cum}$ ) เมื่อบดด้วยความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm และ (b) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มพีคหลักของเฟสคอร์เดียไรต์ในผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C กับค่าพลังงานจลน์สะสมในการบด ( $E_{cum}$ ) เมื่อบดด้วย ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ..... 61

รูปที่ 4.19 โครงสร้างจุลภาคของผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (ภาพซ้าย) 1250°C (ภาพขวา) 1350°C (a และ b) จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบด (c และ d) ผ่านการบด 300 rpm 30 นาที (e และ f) 300 rpm 90 นาที (g และ h ) ผ่านการบด 500 rpm 30 นาที และ (i และ j) 500 rpm 90 นาที ..... 62

- รูปที่ 4.20 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารที่ผ่านการบด 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ (a) 1:1 (b) 5:1 และ (c) 10:1 ..... 63
- รูปที่ 4.21 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร เท่ากับ (a) 1:1 (b) 5:1 และ (c) 10:1 ทำการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที..... 64
- รูปที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมี ตรวจสอบด้วยเทคนิค energy dispersive x-ray analysis (EDX) ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากผ่านการบดที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็น 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ..... 67
- รูปที่ 4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบดและความเข้มฟลักซ์ของเฟส คอร์ดิเอไรต์ในผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กับอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร (บดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที)..... 67
- รูปที่ 4.24 การหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ..... 69
- รูปที่ 4.25 ความแข็งแรงดัดของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด ณ สภาวะการบดที่แตกต่างกัน ..... 70
- รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคของภาคตัดขวางของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบดที่สภาวะการบด a – e (a.1-e.1) เผาที่อุณหภูมิ 1350°C และ (a.2-e.2) เผาที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1350°C .. 72
- รูปที่ 4.27 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C จากสารที่ผ่านการบดด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 % ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที (C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, M = magnesite, D : Dolomite, Q = quartz)..... 73
- รูปที่ 4.28 โครงสร้างจุลภาคของ (a) สารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง ลูกบดต่อสารเป็น 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที และ(b-d) ผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C ..... 74
- รูปที่ 4.29 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C และผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ที่กำลังขยาย  $\times 10000$  เท่า..... 75



รูปที่ 4.30 องค์กรประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C ที่มีการเติมสารตัวเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ในปริมาณ 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก..... 76

รูปที่ 4.31 องค์กรประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1250°C ที่มีการเติมสารตัวเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ในปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ..... 76



## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุเห็นใจ

ปัจจุบัน ประเทศไทยประสบปัญหาทางด้านมลพิษทางอากาศอย่างมากจากควัน ฝุ่นละออง และก๊าซพิษต่างๆ ซึ่งสาเหตุหลักของปัญหาเหล่านี้เกิดจากควันของโรงงานอุตสาหกรรมและควันไอเสียจากรถยนต์ที่เกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ของเชื้อเพลิง ทำให้มีปริมาณก๊าซที่ส่งผลร้ายโดยตรงต่อสุขภาพมนุษย์ เช่น สารไฮโดรคาร์บอน ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ และก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ในอากาศ เป็นต้น ทั้งยังปล่อยอนุภาคคาร์บอนขนาดเล็กเป็นเขม่าออกสู่สิ่งแวดล้อมอีกด้วย สำหรับอุตสาหกรรมรถยนต์ โดยเฉพาะเครื่องยนต์ดีเซล กระบวนการเผาไหม้ในเครื่องยนต์มักเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ส่งผลโดยตรงต่อสิ่งแวดล้อม จึงเป็นเหตุให้ปัจจุบันมีมาตรฐานบังคับการควบคุมการปลดปล่อยไอเสีย โดยมักใช้วิธีการบำบัดไอเสียแทนการออกแบบเครื่องยนต์ใหม่ซึ่งมีต้นทุนที่สูงกว่ามาก ทำให้บริเวณท่อไอเสียจะต้องมีการติดตั้งอุปกรณ์ที่เรียกว่าแคทาลิติกคอนเวอร์เตอร์ (catalytic converter) หรือเครื่องฟอกไอเสียเชิงเร่งปฏิกิริยา เป็นอุปกรณ์เซรามิกรังผึ้งที่ทำหน้าที่เปลี่ยนก๊าซต่างๆที่เกิดกระบวนการเผาไหม้ของเครื่องยนต์ที่เป็นพิษให้เป็นสารที่ไม่เป็นพิษระหว่างเกิดกระบวนการเผาไหม้ โดยมีสารที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคลือบบนผิวของแคทาลิติกคอนเวอร์เตอร์ นอกจากนี้ ยังมีอุปกรณ์กรองเขม่าไอเสีย (diesel particulate filter หรือ DPF) มีทำหน้าที่กรองและเก็บเขม่าคาร์บอนจากกระบวนการเผาไหม้ด้วยชั้นกรองรังผึ้งเซรามิก โดยวัสดุที่นำไปใช้ควรต้องเป็นวัสดุที่มีสมบัติค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำมาก ทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน และมีความทนทานต่อความร้อน ซึ่งหนึ่งในวัสดุสำคัญที่ถูกนำมาใช้ คือ คอर्टเดี่ยวไรต์<sup>[1-3]</sup>

คอर्टเดี่ยวไรต์เป็นสารประกอบประเภทแมกนีเซียมอะลูมิเนียมซิลิเกต ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความสำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ เช่น ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำมากในช่วง  $1.4-2.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  ทำให้มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี นำความร้อนต่ำ มีความทนไฟสูง และมีสมบัติเชิงกลที่ดี จึงได้ถูกนำไปใช้งานหลากหลาย เช่น วัสดุทนไฟ อุปกรณ์ในเตาเผา แคทาลิติกคอนเวอร์เตอร์ วัสดุฉนวนความร้อน เป็นต้น<sup>[1, 2]</sup> คอर्टเดี่ยวไรต์หาพบได้ยากในธรรมชาติเนื่องจากโครงสร้างและองค์ประกอบเคมีที่ซับซ้อน โดยทั่วไปคอर्टเดี่ยวไรต์มักถูกสังเคราะห์จากผงแมกนีเซีย อะลูมินาและซิลิกา โดยผ่านกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็งที่อุณหภูมิสูงกว่า 1400 องศาเซลเซียส หากต้องการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำลง

การใช้วัตถุดิบธรรมชาติในการสังเคราะห์ เช่น แมกนีไซต์ ( $MgCO_3$ ) ดิน ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ) ควอตซ์ ( $SiO_2$ ) ทัลก์ ( $3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$ ) โดโลไมต์ ( $CaMg(CO_3)_2$ ) แอนดาลูไซต์ ( $Al_2SiO_5$ ) เป็นต้น<sup>[4, 5]</sup> ในสัดส่วนที่เหมาะสมอาจจะช่วยลดอุณหภูมิการเผาได้เพราะในวัตถุดิบธรรมชาติมักมีสารเจือปนอยู่ เช่น  $Na_2O$   $K_2O$   $TiO_2$  เป็นต้น เพราะสารเจือปนเหล่านี้จะทำให้เกิดสารประกอบเป็นเฟสแก้วในระบบ ซึ่งทำให้สามารถช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นได้ แต่หากสภาวะการสังเคราะห์ไม่เหมาะสมก็อาจทำให้เกิดเฟสแก้วหรือเฟสอื่นๆ ที่ไม่ต้องการซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติของสารที่สังเคราะห์ จึงมีความจำเป็นจะต้องปรับสัดส่วนวัตถุดิบให้เหมาะสมหรือใช้สารตัวเติมต่างๆ ได้แก่  $ZrO_2$   $B_2O_3$  หรือ  $P_2O_5$  เพื่อลดอุณหภูมิการสังเคราะห์และช่วยเพิ่มความหนาแน่นให้กับผลิตภัณฑ์ ดังนั้น การพัฒนาการผลิตคอร์เดียไรต์สำหรับใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกภายในประเทศ โดยการใช้วัตถุดิบที่มีราคาไม่แพง และสามารถสังเคราะห์ได้คอร์เดียไรต์ที่มีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิต่ำจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจ

วิธีการกระตุ้นเชิงกลเป็นกระบวนการที่ใช้แรงเชิงกลในการบดวัตถุดิบ แรงดังกล่าวประกอบด้วยแรงกระแทกระหว่างผงวัตถุดิบกับลูกบด แรงเสียดทานและแรงเฉือนระหว่างวัตถุดิบ ทำให้เกิดสภาวะกึ่งเสถียรในโครงสร้างวัตถุดิบเนื่องจากอนุภาคถูกทำลายโครงสร้าง เกิดการเคลื่อนที่ของอะตอมจากตำแหน่งเดิม อีกทั้งการบดทำให้วัตถุดิบละเอียดขึ้น ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะและพลังงานพื้นผิว ทำให้เพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาและอัตราการแพร่ของมวลสารในกลไกการแพร่ที่ขอบเกรนระหว่างการเผาผนึกซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิการเกิดเฟสและเพิ่มปริมาณเฟส นอกจากนี้ ยังสามารถช่วยพัฒนาความหนาแน่นให้กับชิ้นงานได้อีกด้วย<sup>[6, 7]</sup> วิธีการกระตุ้นเชิงกลเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก ซับซ้อน เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและใช้ต้นทุนไม่สูงมาก เครื่องมือที่ใช้ในการบดมีหลายชนิด เช่น ทัม-บลิงมิลล์ แอทไตรเตอร์ และแพลเนตทารี หม้อบดชนิดแพลเนตทารีเป็นหม้อบดที่มีลักษณะการหมุนของหม้อบดแบบหมุนรอบตัวเอง ในขณะที่ตั้งอยู่บนแผ่นรองที่หมุนในทิศทางตรงกันข้ามกับทิศทางหมุนของหม้อบด ซึ่งส่งผลให้แรงที่กระทำภายในหม้อบดนอกจากจะมีแรงโน้มถ่วงของโลก ยังมีการเกิดแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางและแรงโคริโอลิส (coriolis force) อีกด้วย ทำให้หม้อบดชนิดนี้เป็นหม้อบดที่ให้พลังงานในการบดวัตถุดิบสูงกว่าชนิดอื่นมาก จึงสามารถช่วยลดระยะเวลาในการบดลงเมื่อเทียบกับการบดชนิดอื่นอีกด้วย<sup>[8]</sup>

ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเล็งเห็นว่าทัลก์เป็นแหล่งที่ให้ซิลิกาและแมกนีเซียที่มีราคาถูกและนิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ ในขณะที่แร่แอนดาลูไซต์เป็นแหล่งที่ให้ซิลิกาและอะลูมินาที่มีสิ่งเจือปนน้อยซึ่งผู้วิจัยคาดว่าจะสามารถช่วยลดการเกิดเฟสรองอื่นๆที่จะเกิดขึ้นในระบบ และจากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่าคอร์เดียไรต์สามารถสังเคราะห์ได้จากทัลก์และแร่แอนดาลู-

ไซต์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้ที่อุณหภูมิสูง ผู้วิจัยจึงสนใจที่จะนำวิธีการกระตุ้นเชิงกลมาใช้ ร่วมกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เพื่อช่วยลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ อีกทั้งผู้วิจัย เล็งเห็นว่ายังไม่มีการศึกษากระบวนการนี้ในระบบวัตถุดิบการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากทัลก์และ แอนดาลูไซต์ ด้วยเหตุนี้จึงเป็นอีกหนึ่งแรงจูงใจให้ผู้วิจัยทำการศึกษา

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะสังเคราะห์คอร์เดียไรต์โดยใช้วัตถุดิบหลักจากธรรมชาติ ได้แก่ ทัลก์ซึ่งเป็นแหล่งของซิลิกาและแมกนีเซีย และแอนดาลูไซต์ซึ่งเป็นแหล่งของซิลิกาและอะลูมินา และใช้สารตัวเติมในการสังเคราะห์ ได้แก่ โซเดียมบอเรตแอนไฮไดรส์ ซึ่งมีผลการวิจัยรายงานว่า สามารถช่วยให้เฟสคอร์เดียไรต์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำลงจากเดิม นอกจากนี้ ยังได้นำเทคนิคทางเคมี เชิงกลมาใช้เพื่อช่วยลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ซึ่งทำได้โดยการบดส่วนผสมตั้งต้นด้วยหม้อบดชนิด แพลเนตทารี งานวิจัยนี้จะมุ่งเน้นศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ ความเร็วรอบและเวลาที่ใช้ในการบด ปริมาณสารตัวเติม และอุณหภูมิการสังเคราะห์ ว่ามีผลต่อเฟสที่ เกิด โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์อย่างไร โดยผู้วิจัยมีความ คาดหวังว่าจะสามารถสังเคราะห์วัสดุคอร์เดียไรต์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $1200^{\circ}\text{C}$

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.2.1 เพื่อผลิตวัสดุคอร์เดียไรต์คุณภาพจากทัลก์และแอนดาลูไซต์ ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี
- 1.2.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของความเร็วรอบการบดและเวลาที่ใช้บดด้วยหม้อบดชนิดแพลเนตทารี ปริมาณสารตัวเติมโซเดียมบอเรตแอนไฮไดรส์ และอุณหภูมิการสังเคราะห์ ที่มีผลต่อการเกิด เฟส และสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์

## 1.3 เป้าหมายของโครงการ

ได้วัสดุคอร์เดียไรต์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $1200^{\circ}\text{C}$

## บทที่ 2

### วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

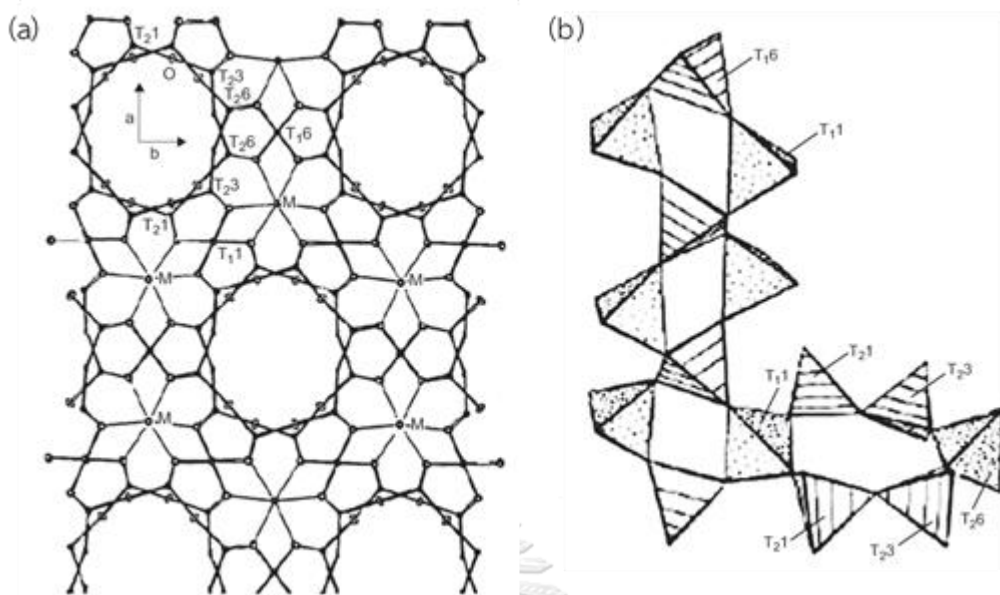
#### 2.1 คอร์ดีไรต์

##### 2.1.1 โครงสร้างของผลึกคอร์ดีไรต์

คอร์ดีไรต์ (Cordierite) เป็นสารประกอบประเภทแมกนีเซียมอะลูมิเนียมซิลิเกตที่มีสูตรเคมี  $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$  ประกอบด้วย MgO 13.7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  34.9% และ  $\text{SiO}_2$  51.4% แร่คอร์ดีไรต์ในธรรมชาติพบได้น้อยมาก เนื่องจากมีช่วงอุณหภูมิการเกิดแคบ (1345 - 1460°C) อีกทั้งยังมีโครงสร้างผลึกที่ซับซ้อน คือมีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิกหรือซูโดเฮกซะโกนอล มีแลตทิซพารามิเตอร์ด้าน  $a = 17.079$   $b = 9.730$  และ  $c = 9.356$  Å ปรากฏการณ์อัญรูป (polymorphism) ของผลึกคอร์ดีไรต์มี 3 รูปแบบ ได้แก่ (1)  $\alpha$ -cordierite หรือ Indialite มีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (space group P6/mcc) เสถียรอยู่ในช่วง 1450°C-1460°C (2)  $\beta$ -cordierite มีโครงสร้างผลึกเป็นออร์โธโรมบิก (space group Cccm) เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1450°C และ (3)  $\mu$ -cordierite เป็นเฟสกึ่งเสถียร (meta stable phase)<sup>[9, 10]</sup>

โครงสร้างของคอร์ดีไรต์ เป็น tetrahedral framework structure ซึ่งถูกจัดอยู่ในสารประเภทซิลิเกต และเป็นคลาสย่อยของวงแหวนซิลิเกต ภายในโครงสร้างประกอบด้วย tetragonal ของ Si และ Al [ $(\text{Si}/\text{Al})\text{O}_4$ ] จำนวน 6 หน่วย เชื่อมกันเป็นวงแหวน หรือเรียกว่า six-membered rings ( $\text{Si}_6\text{O}_{18}$ ) ซึ่งเรียงสองวงซ้อนกัน ทำมุมประมาณ 30° ซึ่งกันและกัน six-membered rings เหล่านี้เชื่อมอยู่กับสายโซ่ (single chain) ของ four-membered rings ตามแนวแกน C ซึ่งวงแหวนเหล่านี้ก็จะเชื่อมต่อกันทางด้านข้างและแนวตั้งอย่างเป็นระเบียบ<sup>[10]</sup>

จากโครงสร้างที่ได้กล่าวมาข้างต้นทำให้ไอออน  $\text{Mg}^{2+}$  เข้าไปอยู่ในช่องว่างระหว่างวงแหวนกับสายโซ่ 3 เส้น และมีสูตรเคมีเป็น  $[\text{MgO}_6]$  octahedra นอกจากนั้น โครงสร้างคอร์ดีไรต์ตั้งที่กล่าวมาจะเกิดช่องว่างขนาดเล็กบริเวณระหว่างชั้นของยูนิทเซลล์และเกิดช่องว่างเฮกซะโกนอลขนาดใหญ่ตามแกน C ซึ่งแคตไอออนหรือโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  สามารถเข้าไปแทรกได้ ด้วยโครงสร้างลักษณะนี้ทำให้คอร์ดีไรต์เป็นวัสดุที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำมากสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกคอร์เดียไรต์อโรโมบิกตามแนวแกน C<sup>[10]</sup>

(a) T<sub>1</sub> และ T<sub>2</sub> แสดงเตตระฮีดรอลของ Al อะตอม ส่วน T<sub>1</sub> T<sub>2</sub> T<sub>3</sub> แสดงของเตตระฮีดรอลของ Si อะตอม และออกตะฮีดรอล M อะตอม คือ Mg และ Fe

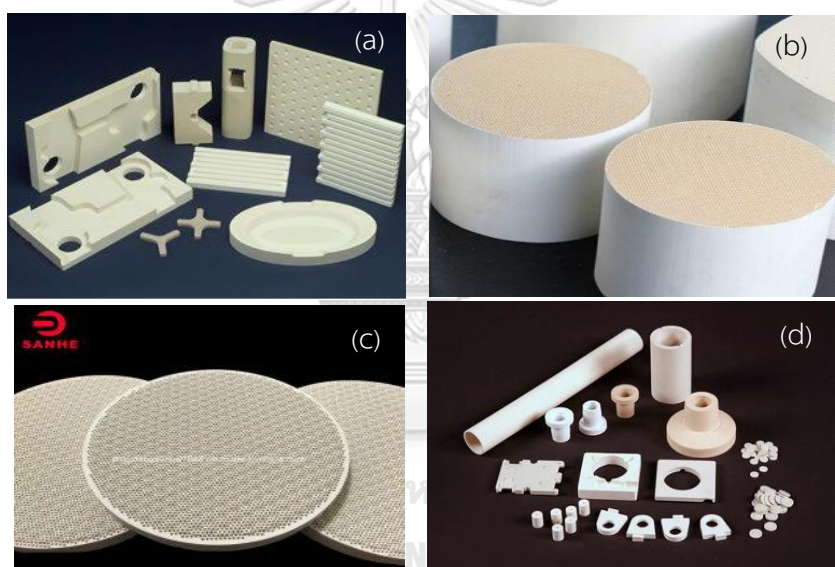
(b) six-membered ring ที่อยู่ตามแนวแกน C ของสายโซ่ที่เกิดจาก four-membered rings

### 2.1.2 สมบัติและประโยชน์ใช้งาน

คอร์เดียไรต์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีสมบัติโดดเด่น คือ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (COE) ต่ำมากในช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 1000°C ( $1.4-2.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนแบบแอนไอโซทรอปิกโดยที่ตามแนวแกน a และ b มีค่า  $2.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ในขณะที่แกน c มีค่าเท่ากับ  $-0.9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ส่งผลให้ชิ้นงานคอร์เดียไรต์ทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน<sup>[11, 12]</sup> เป็นฉนวนไฟฟ้า มีความหนาแน่นต่ำ ทนทานต่อความร้อนและการกัดกร่อนสูง เสถียรที่อุณหภูมิสูง (ตารางที่ 2.1) ด้วยคุณสมบัติเหล่านี้ คอร์เดียไรต์จึงถูกนำไปใช้งานทางเซรามิกอย่างกว้างขวาง เช่น อุปกรณ์ในเตาเผา คะตะไลติกคอนเวอร์เตอร์ อุปกรณ์กรองเขม่าไอเสีย แผงวงจรไฟฟ้า วัสดุทนไฟ เป็นต้น<sup>[2, 13]</sup>

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของคอร์เดียไรต์<sup>[1]</sup>

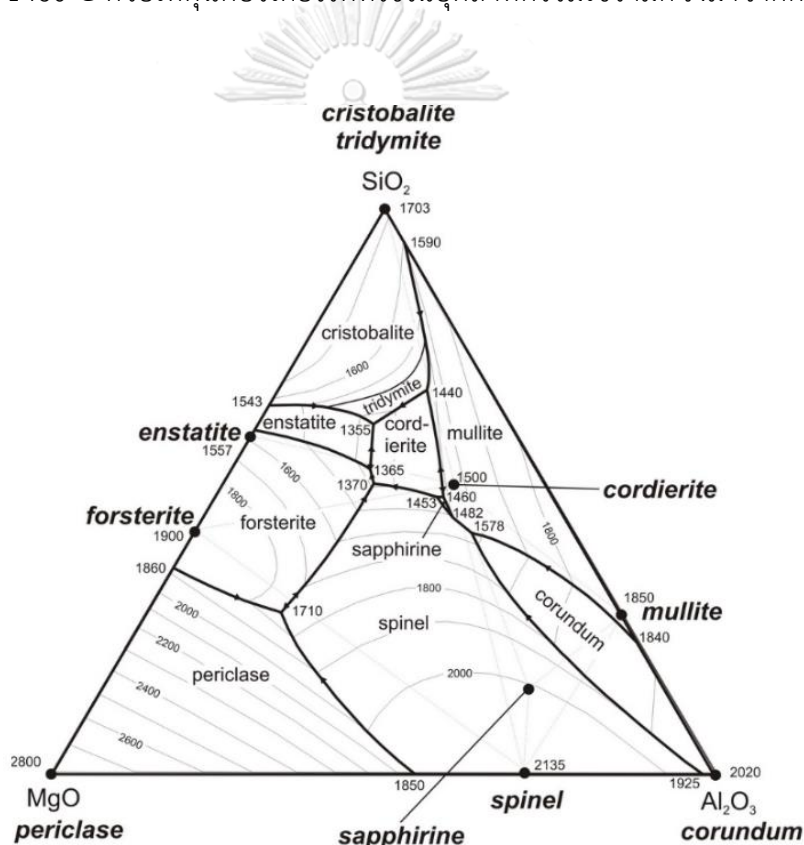
สมบัติ	ค่า
ความหนาแน่น (Density; g/cm <sup>3</sup> )	2.0-2.53
จุดหลอมเหลว (Melting point; °C)	1460
ความต้านทานต่อแรงดัด (Flexural strength; MPa)	120-245
มอดุลัสของยัง (Young's modulus; GPa)	139-150
การนำความร้อน (Thermal conductivity; W/m.k)	1.25-1.67

รูปที่ 2.2 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานคอร์เดียไรต์<sup>[14-17]</sup>

- (a) kiln furniture                      (b) catalytic converter  
(c) spark protection plates      (d) electrical insulator

## 2.2 การสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์

แร่คอร์เดียไรต์ที่เกิดขึ้นในธรรมชาตินั้นพบได้น้อยมาก เนื่องจากคอร์เดียไรต์มีโครงสร้างผลึกและมีปริมาณสารสัมพันธ์ทางเคมีที่ซับซ้อน คอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิสูงจะมีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล ๓ อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 1450°C สามารถเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นเฟส  $\beta$  หรือ  $\mu$  ที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 860-1010°C ขึ้นอยู่กับลักษณะและวิธีให้ความร้อน เมื่อพิจารณาระบบเฟส  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$  การเกิดเฟสของคอร์เดียไรต์ตามปริมาณสารสัมพันธ์ ( $2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$ ) นั้นเกิดได้ยาก เนื่องจากคอร์เดียไรต์มีจุดหลอมตัวที่ 1460°C และมีช่วงอุณหภูมิการเกิดแคบ คืออยู่ในช่วง 1345-1460°C ด้วยเหตุนี้คอร์เดียไรต์ที่ใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกจึงมาจากการสังเคราะห์ทั้งสิ้น<sup>[1, 18]</sup>



รูปที่ 2.3 แผนภาพเฟสไดอะแกรมของระบบ  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ <sup>[19]</sup>

การสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์สามารถทำได้หลากหลายวิธี โดยผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ต่างกันก็จะมีสมบัติและคุณลักษณะที่แตกต่างกัน ตัวอย่างเทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ ได้แก่ โซลเจล (sol-gel)<sup>[20, 21]</sup> วิธีการตกตะกอนจากสารละลายร่วม (co-precipitation)<sup>[22, 23]</sup> การตกผลึกทางแก้ว (glass crystallization)<sup>[24, 25]</sup> และการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction method)<sup>[26, 27]</sup> ซึ่งเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมมากที่สุด เพราะมีขั้นตอนไม่ซับซ้อนยุ่งยาก ต้นทุนการ



ผลิตต่ำเนื่องจากไม่จำเป็นต้องใช้สารเคมีราคาแพงในการสังเคราะห์ ผลิตได้ในปริมาณมากและสามารถสังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่หลากหลายที่มีราคาไม่แพง ในงานวิจัยนี้จึงพิจารณาเลือกนำวิธีนี้มาใช้ในการสังเคราะห์ ในช่วงเวลาที่ผ่านมาได้มีหลายงานวิจัยทำการศึกษากการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ด้วยวิธีการการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดยใช้วัตถุดิบหลากหลายชนิด

### 2.2.1 สารตั้งต้นในการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์

การสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งสามารถสังเคราะห์ได้จากแมกนีเซียม (MgO) อะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และซิลิกา ( $SiO_2$ ) ตามสัดส่วนปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์ และผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า  $1430^{\circ}C$ <sup>[28]</sup> ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สูงมาก ในเวลาต่อมา นักวิจัยจึงได้หันมาสนใจการสังเคราะห์จากวัตถุดิบธรรมชาติที่เป็นแหล่งออกไซด์เหล่านี้ เช่น แมกนีไซต์ ( $MgCO_3$ ) ดิน ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ) ควอตซ์ ( $SiO_2$ ) ทัลก์ ( $3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$ ) โดโลไมต์ ( $CaMg(CO_3)_2$ ) เถ้าลอย (fly ash) โดยผสมให้มีสัดส่วนขององค์ประกอบเคมีตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์และใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ประมาณ  $1350-1400^{\circ}C$ <sup>[4, 5]</sup> ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำลงเล็กน้อยเนื่องจากวัตถุดิบจากธรรมชาติมีมลทินซึ่งช่วยทำหน้าที่เป็นสารช่วยลดอุณหภูมิการเผาได้ ในปัจจุบันงานวิจัยที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ถูกตีพิมพ์ออกมาเยอะพอสมควร โดยเฉพาะการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ด้วยวัตถุดิบจากธรรมชาติ มีรายงานการศึกษาชนิดของวัตถุดิบ อุณหภูมิการสังเคราะห์ เวลาขึ้นไฟ ชนิดและปริมาณสารตัวเติมที่แตกต่างกันเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เซรามิกคอร์เดียไรต์ที่มีคุณภาพ ตัวอย่างงานวิจัยดังกล่าว ได้แก่

Benhammou และคณะ<sup>[29]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากทัลก์และแอนดราลูไซต์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์ โดยเผาที่อุณหภูมิ  $1300^{\circ}C$  และ  $1350^{\circ}C$  ขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง พบว่าเฟสที่อุณหภูมิ  $1300^{\circ}C$  ประกอบด้วยแอนดราลูไซต์ คอร์เดียไรต์ และ protoenstatite ( $MgSiO_3$ ) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น  $1350^{\circ}C$  ความเข้มพีคของเฟสคอร์เดียไรต์สูงเพิ่มขึ้นเป็นเฟสหลักและไม่พบเฟส protoenstatite ที่อุณหภูมินี้ เนื่องจากเกิดการสลายตัวของแอนดราลูไซต์กลายเป็นมุลไลต์และซิลิกา นอกจากนี้ความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานยังเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน จาก  $15.4 \pm 1.2$  และ  $12.2 \pm 1.9$  MPa เมื่อเผาที่  $1300^{\circ}C$  เพิ่มขึ้นเป็น  $32 \pm 4.2$  และ  $18.3 \pm 3.6$  MPa เมื่อเผาที่  $1350^{\circ}C$

Redaoui และคณะ<sup>[30]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากดินเหนียวจากสองแหล่งและแมกนีเซียม ผสมวัตถุดิบตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์ บดผสมด้วยหม้อบดชนิดแพลนเนตารีที่ความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทำการสังเคราะห์ที่  $950^{\circ}C$  -  $1250^{\circ}C$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิ  $950^{\circ}C$  เกิดเฟสแมกนีเซียมซิลิเกตและเซปไฟริน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น  $1050^{\circ}C$

พบเฟสใหม่คือมัลไลต์โดยยังคงมีแซปไฟรินหลงเหลืออยู่ ณ อุณหภูมิ 1150°C เกิดเฟสคริสโตบาไลต์ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1250°C พบว่าผงที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเป็นเฟสคอร์เดียไรต์ทั้งหมด เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาระหว่างแซปไฟรินและคริสโตบาไลต์ จากการคำนวณพบว่าพลังงานก่อกัมมันต์ของการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์มีค่าประมาณ 372 kJ/mol

Goren และคณะ<sup>[31]</sup> เตรียมผงคอร์เดียไรต์จากทัลก์ ไดอะตอมและอะลูมินา โดยทำการบดผสมวัตถุดิบในหม้อบดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคของสารผสมมีค่าประมาณ 9.2 ไมครอน ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1300°C 1350°C และ 1400°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/min พบว่าที่อุณหภูมิ 1300°C เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง มีเฟสคอร์เดียไรต์เกิดขึ้นเป็นเฟสหลัก โดยมีสปีเนลและคริสโตบาไลต์ปรากฏอยู่เป็นเฟสรอง สารที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์เพียงเฟสเดียวเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ความหนาแน่นและค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนของชิ้นงานที่เผาในสภาวะนี้มีค่าเท่ากับ 2.47 g/cm<sup>3</sup> และ 1.8 × 10<sup>-6</sup> /°C ตามลำดับ

Bejjaoui และคณะ<sup>[32]</sup> ศึกษาการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากวัตถุดิบธรรมชาติได้แก่ แร่แอนดาลูไซต์และดินภูเขาไฟหรือ stevensite-rich clay ในประเทศโมร็อกโก โดยเตรียมส่วนผสมตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์ อัดขึ้นรูปและเผาที่อุณหภูมิ 1150°C 1250°C และ 1350°C เวลาเย็นไฟ 2 ชั่วโมง สำหรับชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิ 1150°C พบเฟสแอนดาลูไซต์เป็นเฟสหลัก พบเฟสคริสโตบาไลต์และเอนสตาไทต์เป็นเฟสรองโดยปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์เล็กน้อย ในขณะที่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1250°C พบว่ามีเฟสมัลไลต์ปรากฏขึ้น และที่ 1350°C พบเฟสคอร์เดียไรต์เพียงเฟสเดียว

Goren และคณะ<sup>[4]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากทัลก์ เถ้าลอย ซิลิกาหลอมและอะลูมินาด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เริ่มจากบดผสมวัตถุดิบในหม้อบดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ขนาดอนุภาคเฉลี่ยหลังบดมีค่าประมาณ 13.5 ไมครอน หลังจากอัดขึ้นรูปและเผาที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบคอร์เดียไรต์เป็นเฟสหลักและสปีเนลเป็นเฟสรอง โดยมีเฟสคริสโตบาไลต์เจือปนในปริมาณเล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1350°C ผงที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์เพียงเฟสเดียวเช่นเดียวกับเมื่อเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1375°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งบ่งชี้ว่าการเพิ่มอุณหภูมิการเผาช่วยเพิ่มการเกิดปฏิกิริยา โดยคาดว่าสปีเนลเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างออกไซด์รอลของ [Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>] กับ [MgO] จากนั้น สปีเนลทำปฏิกิริยากับคริสโตบาไลต์เกิดเป็นเฟสคอร์เดียไรต์

ตารางที่ 2.2 เฟสที่เกิดขึ้นในเนื้อดินปั้นและคอร์เดียไรต์ที่เผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1300°C

ในงานวิจัยที่ผ่านมา<sup>[10]</sup>

Clay mixtures composition	Minerals in cordierite ceramics	References
Kaolin, talc	Cordierite, enstatite, spinel	Trumbulovic et al. [3]
Kaolin, talc, gibbsite	Cordierite, mullite	Gusev et al. [1]
Kaolin, talc, gibbsite	Cordierite, mullite	Tamborenea et al. [63]
Kaolin, talc, alumina	Cordierite, alumina, spinel	Pavlikov et al. [64]
Kaolin, talc, alumina	Cordierite, enstatite, forsterite, quartz	Gökçe et al. [65]
Kaolin, talc, alumina	Cordierite, enstatite, corundum	Valášková et al. [12]
Kaolin, talc, alumina, silica	Indialite, protoenstatite, corundum	González-Velasco et al. [66]
Kaolin, talc, alumina, silica	Cordierite, spinel	Bruno et al. [67]
Ball clay, talc, alumina, siliceous sand	Cordierite, cristobalite, quartz	Alves et al. [6]
Kaolin, talc, MgO	Cordierite	Yamuna et al. [68]
Kaolin, talc, MgO	Cordierite, spinel, forsterite	Valášková, Simha Martynková [11]
Kaolin, talc, MgO	Cordierite, cristobalite, enstatite	Pavlikov et al. [64]
Kaolin, Mg(OH) <sub>2</sub>	Cordierite, spinel	Kobayashi et al. [9]
Kaolin, magnesite (raw)	Cordierite	Al-Harbi et al. [70]
Talc, diatomite, alumina	Indialite	Goren et al. [5]
Talc, pyrophyllite, alumina	Cordierite, alumina, cristobalite	Pavlikov et al. [64]
Sepiolite (raw)	Cordierite	Zhou et al. [62]
Kaolin, talc, vermiculite, gibbsite	Cordierite, enstatite, corundum, spinel	Valášková and Simha Martynková [11]
Kaolin, talc, vermiculite, alumina	Cordierite, enstatite, corundum	Valášková and Simha Martynková [13]
Kaolin, talc, vermiculite	Cordierite, enstatite	Valášková and Simha Martynková [13]
Kaolin, vermiculite	Cordierite	Valášková and Simha Martynková [13]

### 2.2.2 การนำสารตัวเติมมาใช้ในการสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์

โดยทั่วไปสารตัวเติมได้ถูกนำมาใช้ในการเพิ่มอัตราการเผาผนึกและช่วยพัฒนาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของวัสดุเซรามิก โดยเกิดเป็นเฟสของเหลวขึ้นในระบบทำให้การเคลื่อนที่ของไอออนสะดวกขึ้น ส่งผลให้อุณหภูมิการสังเคราะห์ลดลง

Yalamaç และ Akkurt<sup>[33]</sup> สังเคราะห์วัสดุคอร์เดียไรต์จากทัลก์ ดินขาวและแร่กิปไซต์ โดยใช้วิธีทางเคมีเชิงกลร่วมกับการใช้สารตัวเติม  $2\text{MgO}\cdot\text{B}_2\text{O}_3$  ในปริมาณ 0 และ 5 %โดยน้ำหนัก พบว่าวัสดุที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 60 นาที มีเฟสเป็นอสัณฐาน และเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 1000-1200°C ยืนไฟ 4 ชั่วโมง ผลจาก XRD ยืนยันว่าสามารถสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ได้ที่ 1150°C โดยมีสปีเนลเป็นเฟสรอง นอกจากนี้ เมื่อใช้สารตัวเติม 5 %โดยน้ำหนัก พบว่าสามารถลดอุณหภูมิการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ลงไปได้ 100°C

Wang และคณะ<sup>[28]</sup> เปรียบเทียบการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ระหว่างการใช้ซิลิกาบริสุทธิ์ กับการใช้ drift sand โดยนำมาบดผสมกับแมกนีเซียและผงอะลูมินาตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียไรต์ กระบวนการบดเปียกทำในหม้อบดชนิดแพลนเนตทารี เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ขึ้นรูปด้วยวิธีอัด เผาที่อุณหภูมิ 1000-1430°C ยืนไฟ 2-8 ชั่วโมง นอกจากนี้ผู้วิจัยยังได้ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารตัวเติมโซเดียมบอเรตแอนไฮไดรด์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) ปริมาณ 0-1.5 %โดยน้ำหนัก ที่มีต่อการเปลี่ยนเฟสและ

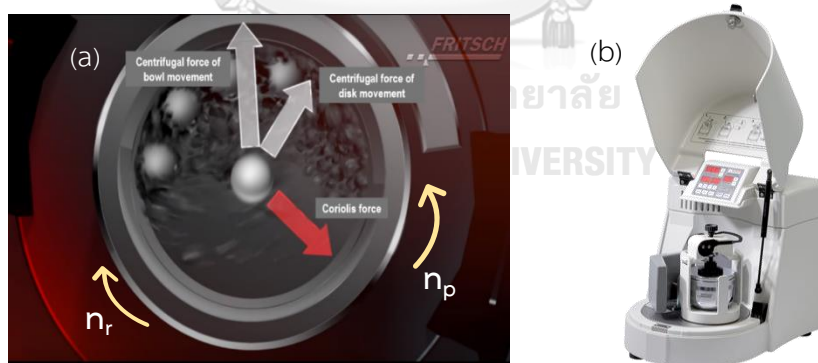
ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน พบว่าชิ้นงานที่เติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  1.5% โดยน้ำหนัก เริ่มปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิ  $1100^\circ\text{C}$  2 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น  $1150^\circ\text{C}$  จนถึง  $1300^\circ\text{C}$  เฟสคอร์เดียไรต์ปรากฏเพิ่มมากขึ้นจนเป็นเฟสหลักและสปีเนลเป็นเฟสรอง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาและปริมาณสารตัวเติมพบว่าเฟสรองและเฟสแก้วมีปริมาณลดลง ชิ้นงานที่เผาที่  $1300^\circ\text{C}$  2 ชั่วโมง สูตรที่เติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  1.5 % โดยน้ำหนัก มีปริมาณเฟสคอร์เดียไรต์สูงสุดคือ 82.41% สปีเนล 8.92% และเฟสแก้ว 7.4% จากการที่อุณหภูมิการหลอมตัวของโซเดียมบอเรตแอนไฮไดรด์ต่ำกว่า  $1100^\circ\text{C}$  ทำให้เกิดเฟสของเหลวระหว่างการเผา อัตราการแพร่ของไอออนในระบบจึงเพิ่มขึ้นช่วยพัฒนาอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นคอร์เดียไรต์ โดยค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนของชิ้นงานที่ใส่สารตัวเติมในปริมาณ 1.5 % โดยน้ำหนัก มีค่าน้อยที่สุดคือ  $3.42 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$

## 2.3 การสังเคราะห์ผงเซรามิกด้วยการกระตุ้นเชิงกล

### 2.3.1 การกระตุ้นเชิงกล (mechanical activation method)

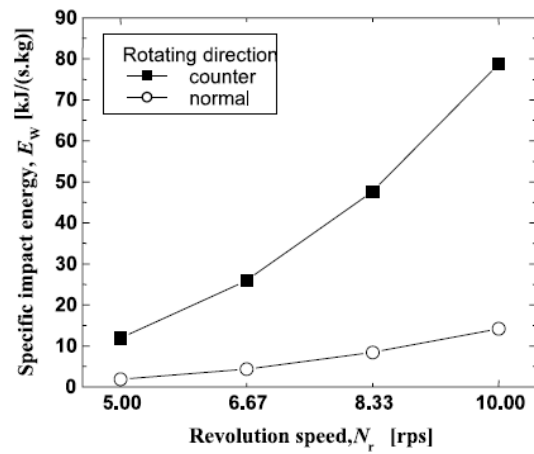
วิธีการกระตุ้นเชิงกล (mechanical activation method) เป็นกระบวนการที่ใช้แรงเชิงกลพลังงานสูงในการบดวัตถุดิบ แรงดังกล่าวประกอบด้วยแรงกระทบระหว่างผงวัตถุดิบกับลูกบดแรงเสียดทาน และแรงเฉือนระหว่างวัตถุดิบ แรงเหล่านี้ส่งผลทำให้เกิดสภาวะกึ่งเสถียรในโครงสร้างของวัตถุดิบเนื่องจากอนุภาควัตถุดิบถูกทำลายโครงสร้าง เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของวัตถุดิบ รวมถึงการเกิดเฟสอสัณฐาน นอกจากนี้ อาจสามารถเกิดปฏิกิริยาระหว่างเฟสวัตถุดิบจนเกิดเป็นสารใหม่ระหว่างการบดขึ้นได้เนื่องจากเกิดการเคลื่อนที่ของอะตอมจากตำแหน่งเดิม อีกทั้งการบดทำให้วัตถุดิบมีขนาดละเอียดขึ้น ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะและพลังงานพื้นผิว ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาและอัตราการแพร่ของมวลสารระหว่างกระบวนการเผาผนึกซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิการเกิดเฟสและเพิ่มปริมาณเฟส<sup>[34]</sup> นอกจากนี้ ยังพบว่าสามารถช่วยพัฒนาความหนาแน่นให้กับชิ้นงานได้อีกด้วย ทั้งนี้ ประสิทธิภาพในการบดขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ชนิดของเครื่องมือการบดซึ่งมีกลไกและลักษณะการบดที่แตกต่างกัน ความเร็วรอบในการบด เวลาที่ใช้บด ชนิดและขนาดของลูกบด อัตราส่วนของลูกบดต่อสาร เป็นต้น เครื่องมือที่ใช้ในการบดเพื่อเตรียมสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีกระตุ้นเชิงกลมีได้หลายชนิด เช่น ทัมบลิงมิลล์ ไวเบรชันมิลล์ แอทไตรเตอร์มิลล์ หม้อบดแบบแพลเนตารี เป็นต้น

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าเครื่องบดแพลเนตารี (planetary ball mills) มีประสิทธิภาพในการบดที่ดีมาก สามารถลดขนาดอนุภาคได้ถึงระดับนาโนเมตร จึงเป็นที่รู้จักในด้านการนำไปประยุกต์ใช้ในเรื่องการสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคทางเคมีเชิงกล (mechanochemical technique) เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการบดสูง ให้พลังงานในการบดมากกว่าชนิดอื่นๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.3 โดยทั่วไปพลังงานในการบดจะขึ้นกับแรง 3 ชนิด ได้แก่ แรงโน้มถ่วงของโลก (gravitational force) แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (centrifugal force) และแรงเสียดทานระหว่างวัตถุ (frictional force) เนื่องจากกลไกการบดที่สำคัญของหม้อบดแพลเนตารีที่ภายในบรรจุลูกบดและผงวัสดุอยู่โดยหม้อบดมีลักษณะการหมุนที่แตกต่างจากการบดแบบอื่น นั่นคือ มีการเคลื่อนที่เลียนแบบวิถีโคจรของดวงดาว หม้อบดหมุนในลักษณะหมุนรอบแกนตัวเอง (rotational speed;  $n_p$ ) ในขณะที่ตั้งอยู่บนแผ่นรองที่เหวี่ยงหมุนในทิศทางตรงกันข้ามกับทิศทางหมุนของหม้อบด (revolution speed;  $n_r$ ) ซึ่งเรียกการเคลื่อนที่แบบนี้ว่า counter direction ให้แรงที่กระทำในหม้อบดนั้น นอกเหนือจากแรงสามชนิดที่กล่าวมาแล้ว การหมุนลักษณะนี้ยังทำให้เกิดแรงบิดตัวหรือเรียกว่า แรงโคริโอลิส (coriolis force) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 (a)<sup>[8]</sup> ภายในหม้อบดซึ่งส่งผลเพิ่มแรงบดให้สูงขึ้นอย่างมากเมื่อเปรียบเทียบกับ การหมุนที่เป็นไปในทิศทางเดียวกัน (ดังแสดงในรูปที่ 2.5) หม้อบดชนิดนี้จึงถือเป็นเครื่องมือบดที่ให้พลังงานการบดสูงเมื่อเปรียบเทียบกับหม้อบดชนิดอื่น ลักษณะการเคลื่อนที่ของวัตถุบดและลูกบดแสดงในรูปที่ 2.6

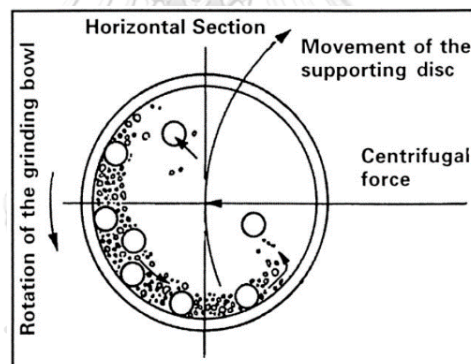


รูปที่ 2.4 (a) รูปเสมือนจำลองแสดงการเคลื่อนที่ของวัตถุบดและลูกบด ทิศของแรงหนีศูนย์กลาง และทิศของแรงโคริโอลิสที่เกิดจากการหมุนของหม้อบด และ (b) เครื่องแพลเนตารีมิลล์ ยี่ห้อ Fritsch รุ่น

Pulverisette 6 classic line<sup>[35]</sup>



รูปที่ 2.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง specific impact energy ( $E_w$ ; kJ/(s.kg)) ต่อ revolution speed ( $N_r$ ; rps) ณ อัตราส่วนความเร็วรอบของหม้อบดต่อแผ่นรอง ( $r$ ) เป็น 1.9 และระยะระหว่างแกนหมุนของหม้อบดและแผ่นรองมีค่าเท่ากับ 300 mm<sup>[36]</sup>



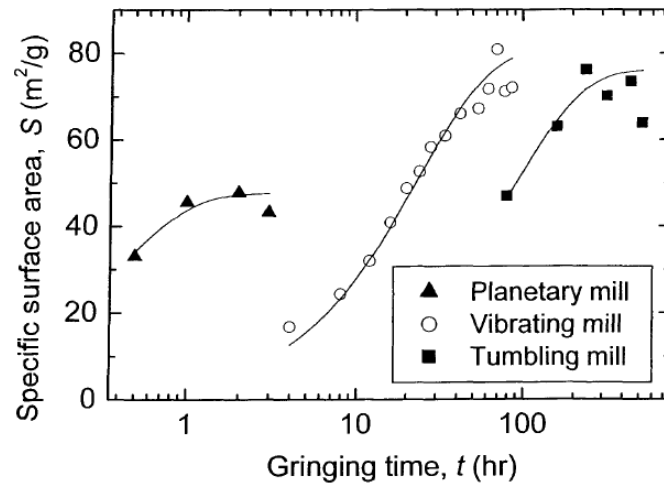
รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงการเคลื่อนไหวและแรงที่กระทำต่อลูกบดและสารภายในหม้อบดแพลนิตารี<sup>[8]</sup>

ตารางที่ 2.3 ความเร็วของลูกบดและพลังงานจากการบดด้วยหม้อบดชนิดต่างๆ<sup>[8]</sup>

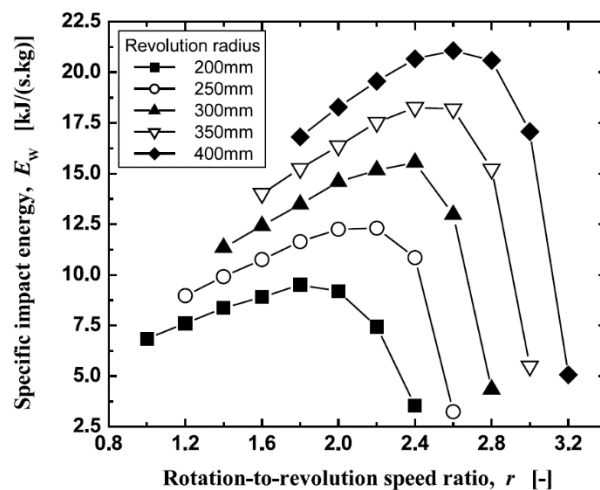
Type of mills		Parameter			
		Velocity of the ball (m/s)	Kinetic energy ( $10^{-3}$ J/hit)	Shock frequency (Hz)	Power (W/g ball or rod)
Attritor	-	0-0.8	< 10	> 1000	< 0.001
Vibratory mills	Pulverisette"O"	0.14-0.24	3-30	15-50	0.005-0.14
	SPEX mill	< 3.9	< 120	200	0.24
Planetary ball mills	Pulverisette P5	2.5-4.0	10-400	~100	0.01-0.8
	Pulverisette G7	0.24-6.58	0.4-303.2	5.0-92.4 (5 balls)	0-0.56
	Pulverisette G5	0.28-11.24	0.53-884	4.5-90.7 (5 balls)	0-1.604
Horizontal rod mill	-	0-1.25	0-190	0-2.4 (1 rod)	0-0.1

นอกจากชนิดของเครื่องบด ประสิทธิภาพและความสามารถในการบดยังขึ้นอยู่กับปัจจัยและสภาวะการบดอีกด้วย ปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อพลังงานที่ให้ในกระบวนการบดและส่งผลกระทบต่อคุณลักษณะของผงหลังบด ได้แก่ เวลาที่ใช้ในการบด ความเร็วรอบที่ใช้บด อัตราส่วนระหว่างความเร็วรอบของหม้อบดกับแผ่นรอง ชนิดของลูกบด ขนาดและการกระจายขนาดของลูกบด อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อผงวัตถุดิบ ระยะห่างระหว่างแกนหมุนของหม้อบดและแผ่นรอง เป็นต้น จากรูปที่ 2.7<sup>[37]</sup> แสดงให้เห็นว่า เมื่อใช้เวลาในการบดมากขึ้น พื้นที่ผิวจำเพาะของสารมีค่ามากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อเปรียบเทียบผลระหว่างเครื่องบดทั้งสามชนิด พบว่าเครื่องบดแพลนเนตทารีจะใช้เวลาในการบดน้อยกว่ามากเมื่อพิจารณาตามอัตราการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวจำเพาะ และเมื่อพิจารณารูปที่ 2.8<sup>[36]</sup> จะ

เห็นว่า ระยะห่างระหว่างแกนหมุนของหม้อบดและแผ่นรองมีผลต่อค่า specific impact energy ( $E_w$ ) โดยเมื่อระยะห่างมีค่าน้อยค่า  $E_w$  จะมากขึ้น

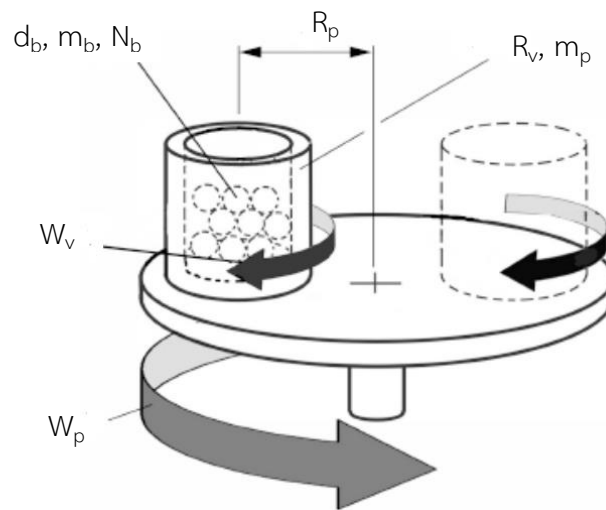


รูปที่ 2.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะของทัลก์และเวลาที่ใช้ในการบดด้วยเครื่องบดที่แตกต่างกัน ได้แก่ เครื่องบดแพลเนตทารี (น้ำหนักผง = 10 g,  $N_r = 710$  rpm) เครื่องบดไวเบอร์ชัน (น้ำหนักผง = 300 g,  $N_r = 1700$  rpm) และทัมบลิงมิลล์ (น้ำหนักผง = 300 g,  $N_r = 105$  rpm)<sup>[37]</sup>



รูปที่ 2.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า specific impact energy ( $E_w$ ; kJ/(s.kg)) และอัตราส่วนความเร็วรอบของหม้อบดต่อความเร็วรอบของแผ่นรอง<sup>[36]</sup>





รูปที่ 2.9 พารามิเตอร์ในกระบวนการบดด้วยหม้อบดแพลเนตารี<sup>[38]</sup>

$d_b$  = ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบด,  $m_b$  = น้ำหนักของลูกบด,  $N_b$  = จำนวนของลูกบด

$R_p$  = ระยะห่างระหว่าง 2 แกนหมุน,  $R_v$  = รัศมีของหม้อบด,  $m_p$  = น้ำหนักของวัตถุบด

$W_v$  = ความเร็วรอบการหมุนของหม้อบด,  $W_p$  = ความเร็วรอบการหมุนของแผ่นรองหมุน

งานวิจัยของ Burgio และคณะ<sup>[39]</sup> และงานวิจัยของ Abdellaoui และ Gaffet<sup>[40]</sup> ได้ทำการศึกษาและคิดค้นแบบจำลองทางคณิตศาสตร์เพื่อใช้อธิบายจลนศาสตร์พื้นฐานในการบดด้วยหม้อบดแพลเนตารี งานวิจัยทั้งสองใช้เครื่องบดแพลเนตารี ยี่ห้อ Fritsch รุ่น Pulverisette P5 หาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรในกระบวนการบด ได้แก่ รัศมีของลูกบด น้ำหนักลูกบดและจำนวนของลูกบด ที่มีต่อความเร็วตกกระทบของลูกบด เป็นที่ทราบกันดีว่าตัวแปรเหล่านี้ส่งผลต่อการถ่ายโอนพลังงานสู่ผงวัตถุบด ซึ่งผลจากการศึกษาทำให้ได้สมการที่สามารถอธิบายความเร็วของลูกบด (velocity of balls;  $v_b$ ) ค่าพลังงานการชนที่ลูกบดถ่ายโอนให้กับสารต่อการกระแทกหนึ่งครั้ง (ball impact energy;  $\Delta E_b$ , J/hit) และค่าความถี่ในการชนของลูกบดหนึ่งลูก (ball-impact frequency;  $f$ ,  $s^{-1}$ ) ดังสมการที่ 2.1 สมการที่ 2.2 และสมการที่ 2.3 ตามลำดับ

$$v_b = \sqrt{\left[ (W_p R_p)^2 + W_v^2 \left( R_v - \frac{d_b}{2} \right)^2 \left( 1 - \frac{2W_v}{W_p} \right) \right]} \quad \text{สมการที่ 2.1}$$

$$\Delta E_b = \frac{1}{2} \left( \rho_b \frac{\pi d_b^3}{6} \right) W_p^2 \left[ \left( \frac{W_v}{W_p} \right)^2 \left( \frac{D_v - d_b}{2} \right)^2 \left( 1 - 2 \frac{W_v}{W_p} \right) - 2R_p \left( \frac{W_v}{W_p} \right) \left( \frac{D_v - d_b}{2} \right) - \left( \frac{W_v}{W_p} \right)^2 \left( \frac{D_v - d_b}{2} \right)^2 \right] \quad \text{สมการที่ 2.2}$$

โดยกำหนดให้

$\rho_b$  คือ ความหนาแน่นของลูกบด ( $\text{kg/m}^3$ )       $d_b$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบด (m)  
 $W_p$  คือ ความเร็วเชิงมุมของแผ่นรองหมุน (rad/s)       $W_v$  คือ ความเร็วเชิงมุมของหม้อบด (rad/s)  
 $D_v$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของหม้อบด (m)       $R_p$  คือ ระยะห่างระหว่างแกนหมุน (m)

$$f = K(W_p - W_v) \quad \text{สมการที่ 2.3}$$

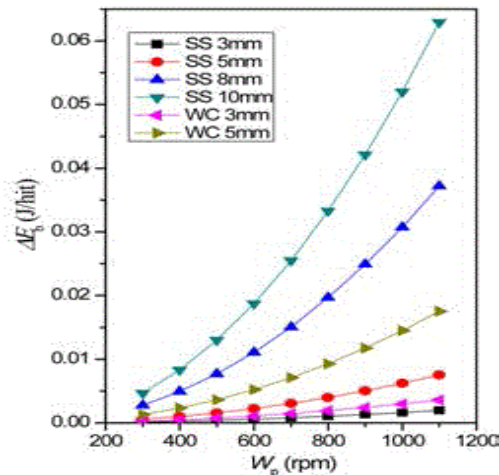
โดยที่ K เป็นค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับเส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบดและมีการประมาณค่า K ของลูกบดที่มีขนาด 8-10 มิลลิเมตร เท่ากับ  $1.5^{[35, 41]}$  ดังนั้น ในกรณีที่ลูกบดมีปริมาณไม่มากจนเกิดการชนกันเอง ค่าความถี่การชนของลูกบดจำนวน  $N_b$  ลูก (total collision frequency;  $f_t, \text{s}^{-1}$ ) จะสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.4

$$f_t = f N_b = N_b K (W_p - W_v) \quad \text{สมการที่ 2.4}$$

ค่าพลังงานจลน์สะสม (cumulative kinetic energy;  $E_{cum}, \text{J/g}$ ) เป็นค่าพลังงานการชนทั้งหมดที่ถ่ายโอนให้กับผงวัตถุบดน้ำหนัก  $m_p$  กรัม ใช้เวลาในการบดเท่ากับ t วินาที และจากค่าพลังงานการชนต่อครั้ง ( $\Delta E_b$ ) และค่าความถี่การชนของลูกบดจำนวน  $N_b$  ลูก ( $f_t$ ) ที่คำนวณได้จากสมการที่ 2.2 และ สมการที่ 2.4 จะสามารถคำนวณค่า  $E_{cum}$  ได้ดังสมการที่ 2.5

$$E_{cum} = \Delta E_b f_t \times \frac{t}{m_p} \quad \text{สมการที่ 2.5}$$

อย่างไรก็ตาม รายงานวิจัยของ Burgio และคณะ<sup>[39]</sup> ยังได้ระบุว่า ถ้าจำนวนลูกบดที่ใช้ในการบดมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าหนึ่งในสามของพื้นที่ผิวด้านในของหม้อบด พารามิเตอร์  $\rho_b$  จะส่งผลกระทบต่อ การชนของลูกบดน้อยมากจนไม่มีความสำคัญ



รูปที่ 2.10 กราฟพลังงานจากการบดที่ถ่ายทอดไปยังผงวัตถุบดในการชน 1 ครั้ง ต่อความเร็วรอบในการหมุนของเครื่องบดแพลนิตารี AGO-2 เมื่อใช้ชนิดและขนาดของลูกบดที่ต่างกัน<sup>[35]</sup>

จากสมการที่ 2.2 จะเห็นว่า พลังงานที่ถูกปลดปล่อยต่อการชน 1 ครั้ง มีค่าแปรผันกับความถี่รอบในการบดรวมถึงชนิดและขนาดของลูกบด ถ้าในการบดใช้ลูกบดที่มีขนาดใหญ่กว่าหรือมีความหนาแน่นสูงกว่าพลังงานการชนต่อครั้ง ( $\Delta E_b$ ) จะมีค่ามากกว่า ดังแสดงในรูปที่ 2.10 ซึ่งใช้ลูกบดสแตนเลสสตีลและทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดต่างๆกัน นอกจากนี้ ยังพบว่าการเปลี่ยนจำนวนลูกบด ( $N_b$ ) จะส่งผลต่อความถี่การชนของลูกบด ( $f_t$ ) ในขณะที่ค่าพลังงานการชนต่อครั้ง ( $\Delta E_b$ ) ยังคงมีค่าเท่าเดิม ในขณะที่การเปลี่ยนขนาดของลูกบด ( $d_b$ ) และชนิดของลูกบดซึ่งส่งผลต่อความหนาแน่นของลูกบด ( $\rho_b$ ) จะทำให้ค่าพลังงานการชนต่อครั้ง ( $\Delta E_b$ ) เปลี่ยนแปลง ในขณะที่ความถี่ในการชนของลูกบด ( $f_t$ ) ไม่เปลี่ยนแปลง

นอกจากนี้ ยังมีทฤษฎีที่สามารถนำมาใช้ประมาณค่าพลังงานในการบด หรือพลังงานที่ใช้ในการลดขนาดอนุภาคและการสร้างพื้นที่ผิวใหม่ โดยสมการที่นิยมใช้กันมากที่สุด ได้แก่ กฎของคิก (Kick 's Law) กฎของริททิงเจอร์ (Rittinger 's Law) และกฎของบอนด์ (Bond 's Law)<sup>[42]</sup> ซึ่งแสดงค่าพลังงานที่ต้องการใช้ในการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาค (dL) ที่มีขนาด L ดังนี้

$$\frac{dE}{dL} = KL^n \quad \text{สมการที่ 2.6}$$

โดยกำหนดให้ dE คือ พลังงานที่ต้องการ dL คือ การเปลี่ยนแปลงขนาด L คือ ขนาดอนุภาค และ n, K เป็นค่าคงที่

สำหรับกฎของคิกนั้น ได้ตั้งสมมุติฐานว่า พลังงานที่ต้องการใช้ในการลดขนาดวัสดุจะแปรผันตรงตามอัตราส่วน dL/L (reduction ratio, RR) โดยกำหนดค่า n ในสมการที่ 2.8 ให้มีค่าเท่ากับ -1 และค่าคงที่ K มีค่าเท่ากับ

$$K = K_k f_c$$

เมื่อ  $K_k$  = ค่าคงที่ของคิก (Kick 's constant)

$f_c$  = ความแข็งแรงของการบดของวัสดุ (crushing strength)

ดังนั้น เมื่อแทนค่า  $n = -1$  ลงในสมการที่ 2.8 จะได้  $\frac{dE}{dL} = K_k f_c L^{-1}$

และเมื่อนำไปอินทิเกรต จะได้สมการ  $E = K_k f_c \ln\left(\frac{L_1}{L_2}\right)$  สมการที่ 2.7

เมื่อพิจารณาสมการที่ 2.9 จะเห็นว่า พลังงานที่ใช้ในการบดวัสดุ ยกตัวอย่างเช่น เมื่อลดขนาดอนุภาคลงจาก 10 เซนติเมตร ให้มีขนาดลดลงเหลือ 5 เซนติเมตร จะใช้พลังงานที่ใช้บดเท่ากับกับพลังงานที่ใช้ลดขนาดอนุภาคจาก 1 เซนติเมตร ให้ลดลงเป็น 0.5 เซนติเมตร ซึ่งไม่ตรงกับความเป็นจริง เพราะจากการบดจริงยิ่งขนาดอนุภาคเล็กยิ่งจะต้องใช้พลังงานมากขึ้น ดังนั้น กฎของคิกจึงเหมาะกับการบดหยาบซึ่งมีการป้อนวัสดุขนาดใหญ่และมีอัตราการลดขนาดต่ำ

จากที่ได้กล่าวมาข้างต้น Rittinger P. จึงได้เสนอสมมุติฐานที่มีความถูกต้องมากกว่ากฎของคิก โดยได้อธิบายว่าพลังงานที่ใช้ในการบดไม่ได้ขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงขนาดของวัสดุในด้านของความยาว (dL) เช่น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค แต่ขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงของพื้นที่ผิว ส่งผลให้ค่าคงที่ n ใน สมการที่ 2.8 มีค่าเท่ากับ -2 เนื่องจากพื้นที่เป็นกำลังสองของความยาว และค่า K ที่เป็นค่าคงที่ มีค่าเท่ากับ

$$K = K_R f_c$$

เมื่อ  $K_R =$  ค่าคงที่ของริททิงเจอร์ (Ritinger 's constant)

เมื่อแทนค่า  $n = -2$  ลงในสมการที่ 2.8 และทำการอินทิเกรต จะได้กฎของริททิงเจอร์ ตามสมการที่ 2.10

$$E = K_R f_c \left( \frac{1}{L_2} - \frac{1}{L_1} \right) \quad \text{สมการที่ 2.8}$$

กฎของริททิงเจอร์ เหมาะสำหรับอธิบายการลดขนาดของผงละเอียด เนื่องจากกรณีนี้มีการเกิดพื้นที่ผิวใหม่ขึ้นชัดเจนมากกว่าการบดวัสดุที่หยาบที่มีการเพิ่มพื้นที่ผิวต่อมวลเล็กน้อย

Bond และคณะ กล่าวว่า พลังงานที่ใช้ในการลดขนาดของวัสดุแปรผกผันกับรากที่สองของขนาดอนุภาคที่ได้ โดยความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานที่ใช้ในการบดกับอัตราการลดขนาดของอนุภาค ก่อนบดและหลังบด สามารถแสดงในรูปของสมการที่ 2.11 ซึ่งเรียกว่ากฎของบอนด์ (Bond's Law) กฎนี้เป็นที่ยอมรับมากกว่าสองทฤษฎีแรก

$$W_t = 10W_i \left( \frac{1}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{1}{\sqrt{F_{80}}} \right) \quad \text{สมการที่ 2.9}$$

เมื่อกำหนดให้  $W_t$  คือ พลังงานทั้งหมดที่ใช้ในการลดขนาดของอนุภาค มีหน่วยเป็น กิโลวัตต์-ชั่วโมงต่อตัน และ  $W_i$  (Work index) คือพลังงานที่จำเป็นสำหรับการลดของอนุภาคจากขนาด 80 เปอร์เซ็นต์ผ่านตะแกรงร่อนขนาด F ไมครอน ลดลงเป็น 80 เปอร์เซ็นต์ผ่านตะแกรงร่อนขนาด P ไมครอน อาจกล่าวได้ว่า F คือขนาดเฉลี่ยของอนุภาคก่อนบด และ P คือขนาดเฉลี่ยของอนุภาคหลังบด

### 2.3.2 งานวิจัยการสังเคราะห์ผงเซรามิกที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล

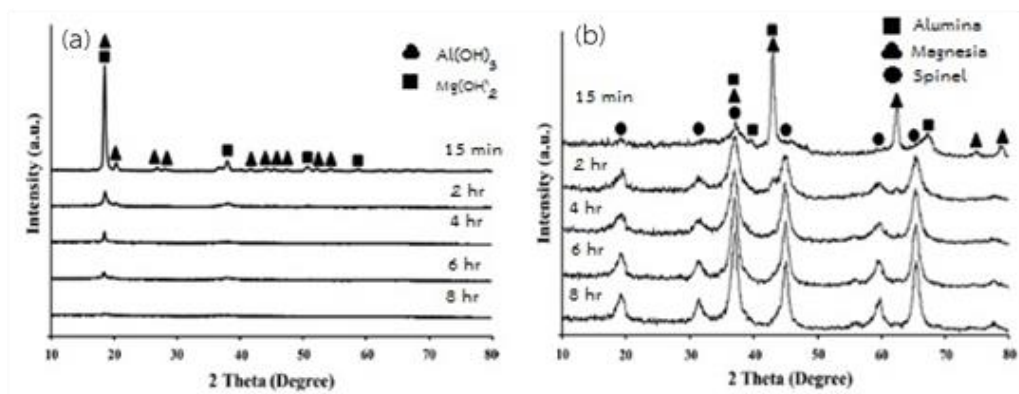
ปัจจุบันได้มีรายงานที่นำเสนอวิธีการกระตุ้นเชิงกลเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ผงเซรามิกเป็นจำนวนมากพอสมควร ยกตัวอย่างเช่น

Maurya และคณะ<sup>[43]</sup> ศึกษาการเตรียมวัสดุบิสมัทเฟอร์ไรต์ ( $\text{BiFeO}_3$ ) ซึ่งเป็นวัสดุแม่เหล็กเฟอร์โรอิก (multiferroic) โดยใช้บิสมาทออกไซด์ ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) และไอรอนออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ความบริสุทธิ์สูงเป็นสารตั้งต้น สังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง (solid state reaction) กับวิธีปฏิกิริยาระหว่างของแข็งที่เสริมด้วยวิธีกระตุ้นเชิงกล (mechanical activation assisted solid-state reaction) บดในหม้อบดแพลนเนตารีเป็นเวลา 100 ชั่วโมง ด้วยอัตราส่วนลูกบดต่อผงเป็น 1 ต่อ 1 จากผล XRD พบว่าความเป็นผลึกของสารตั้งต้นหลังถูกบดตั้งแต่ 4 ชั่วโมงลดลง จนปรากฏเป็นเฟสอสัญฐานทั้งหมดเมื่อบดนาน 100 ชั่วโมง โดยไม่มีเฟสใหม่เกิดขึ้น จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $800^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง งานวิจัยนี้รายงานว่าวิธีที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกลช่วยลดอุณหภูมิการสังเคราะห์กว่า  $100^\circ\text{C}$

Belhouchet และคณะ<sup>[44]</sup> ศึกษาอิทธิพลของอัตราการให้ความร้อนในการสังเคราะห์และผลของการกระตุ้นเชิงกลในการทำปฏิกิริยาระหว่างวัตถุดิบ ได้แก่ ดินเหนียว และผงอะลูมิเนียม เพื่อผลิตวัสดุแม่เหล็กที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งเตรียมโดยการบดผสมในหม้อบดแพลนเนตารีโดยใช้เวลาการบดที่แตกต่างกันที่ 1-40 ชั่วโมง ที่ความเร็วรอบ 280 rpm หลังจากการบดที่ 20 ชั่วโมงและ 40 ชั่วโมง พบว่าเกิดซิลิกอนอิสระ ควอตซ์ และเฟส nacrite ( $\text{Al}_2\text{Si}_2(\text{OH})_4$ ) ที่อุณหภูมิห้อง แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มเวลาในการบดส่งผลให้ดินเหนียวเกิดการสูญเสียโครงสร้างผลึกและเกิดเป็นเฟสใหม่ นอกจากนี้พบว่ากระบวนการบดช่วยส่งเสริมการเกิดออกซิเดชันของอะลูมิเนียม อีกทั้งช่วยลดการเปลี่ยนเฟสจากเฟสอสัญฐานของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เป็น  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  พร้อมทั้งเปลี่ยน  $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$  ให้เป็นเฟส  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  อีกด้วย และจากผลของอัตราการให้ความร้อนในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันตั้งแต่  $5\text{-}40^\circ\text{C}/\text{min}$  พบว่าเมื่อให้อัตราความร้อนเพิ่มขึ้น พลังงานที่ต้องการในการเกิดปฏิกิริยาจะสูงขึ้นและเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง

Bafrooei และคณะ<sup>[45]</sup> ศึกษาการสังเคราะห์ผงนาโนสปีเนลด้วยการใช้เทคนิคการกระตุ้นเชิงกลร่วมกับการสังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟ โดยใช้  $\text{Al}(\text{OH})_3$  และ  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  เป็นสารตั้งต้น เตรียมผงโดยการบดผสมในหม้อบดแพลนเนตารีที่ความเร็วรอบ 675 rpm เป็นเวลา 15 นาที - 8 ชั่วโมง จากนั้นเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $600\text{-}1100^\circ\text{C}$  จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการบดสารตั้งต้นมีความสูงพีคลดลง และกลายเป็นเฟสอสัญฐานทั้งหมดเมื่อผ่านการบด 8 ชั่วโมง เนื่องจากโครงสร้างผลึกถูกทำลาย และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ  $800^\circ\text{C}$  เฟสสปีเนลเริ่มปรากฏในสารที่ผ่าน

การบดเป็นเวลา 15 นาที และเมื่อเวลาในการบดเพิ่มขึ้นพบว่าเฟสสปิเนลปรากฏเพิ่มขึ้นและเป็นเฟสหลักเพียงเฟสเดียวในผงที่ผ่านการบด 8 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.11

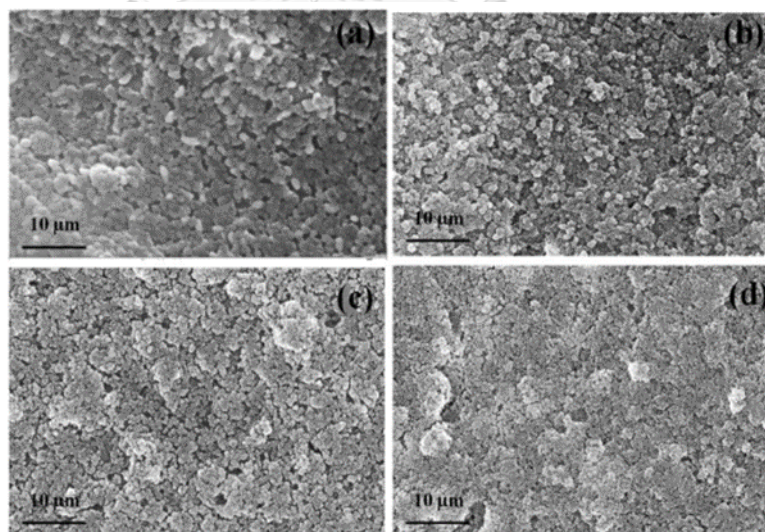


รูปที่ 2.11 กราฟ XRD ของส่วนผสม (a) ที่ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลา 15 นาที - 8 ชั่วโมง (b) ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลาในการบดต่างกัน 15 นาที - 8 ชั่วโมง และเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800°C ในเตาไมโครเวฟ<sup>[45]</sup>

Tavangarian และ Emadi<sup>[46]</sup> ศึกษาการสังเคราะห์นาโนแมกนีเซียมอลูมิเนียมสปิเนลจากผงอะลูมินา (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) และผงแมกนีเซียมคาร์บอเนต (MgCO<sub>3</sub>) ที่ช่วยด้วยวิธีการกระตุ้นเชิงกลโดยใช้หม้อบดชนิดแพลนเตทารี กำหนดความเร็วรอบ 500 rpm บดเป็นเวลา 2-60 ชั่วโมง นำผงที่ผ่านการบดอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานด้วยแรงอัด 500 MPa เผาผนึกชิ้นงานด้วยเทคนิค subsequent heat treatment เพื่อปรับปรุงสมบัติของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากผลการทดลองพบว่า สปิเนลที่เตรียมได้มีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 25-45 nm โดยขนาดของผลึกลดลงเมื่อใช้เวลานานในการบดเพิ่มขึ้น และความแข็งแรงของชิ้นงานมีค่ามากที่สุด 70 MPa เตรียมจากผงที่บดเป็นเวลา 60 ชั่วโมง

### 2.3.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์ที่ช่วยด้วยการกระตุ้นเชิงกล

Rao และ Manohar<sup>[47]</sup> สังเคราะห์ผงคอร์เดียไรต์ด้วยดินเผาหิน ทัลก์ และอะลูมินาโดยบดผสมสารตั้งต้นในหม้อบดแพลนิตารีเป็นเวลา 2-8 ชั่วโมง ด้วยความเร็วรอบ 250 rpm นำผงที่บดไปอัดขึ้นรูปและเผาที่อุณหภูมิ 1050-1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่า ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค ( $D_{50}$ ) ที่ผ่านบดมีขนาดลดลงเมื่อเวลาในการบดเพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคหลังการบดเป็นเวลา 2, 4, 6 และ 8 ชั่วโมง มีค่า  $D_{50}$  เท่ากับ 16.93 12.72 8.86 และ 2.94 ไมครอน ตามลำดับ และมีลักษณะการกระจายขนาดที่ใกล้เคียงกัน จากการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานหลังเผาพบว่า เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานเตรียมจากผงที่ผ่านการบด 2 ชั่วโมง ซึ่งมีค่าความหนาแน่น  $1.95 \text{ g/cm}^3$  ค่าความต้านทานต่อแรงดัด  $82 \text{ kg/cm}^2$  กับชิ้นงานที่เตรียมจากการบด 8 ชั่วโมงซึ่งมีขนาดอนุภาคเล็กที่สุดซึ่งช่วยให้ความสามารถการจัดเรียงตัวของอนุภาคขณะอัดขึ้นรูปดีขึ้น จึงช่วยพัฒนาสมบัติเชิงกลให้ดีขึ้นมีค่าความหนาแน่นหลังเผา  $2.45 \text{ g/cm}^3$  และมีค่าความต้านทานต่อแรงดัด  $94 \text{ kg/cm}^2$  ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาค ดังแสดงในรูปที่ 2.12 นอกจากนี้ เมื่อตรวจสอบองค์ประกอบเฟสหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1050°C-1350°C ในผงที่เตรียมจากการบด 8 ชั่วโมง พบว่า ที่อุณหภูมิ 1150°C ปรากฏเฟสเอนสตาทาไทต์ โปรโตเอนสตาทาไทต์ มัลไลต์เกิดขึ้นในระบบ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1250°C เริ่มพบเฟสคอร์เดียไรต์ และคอร์เดียไรต์มีปริมาณเพิ่มขึ้นเป็นเฟสหลักที่อุณหภูมิ 1350°C โดยมีมัลไลต์เป็นเฟสรอง

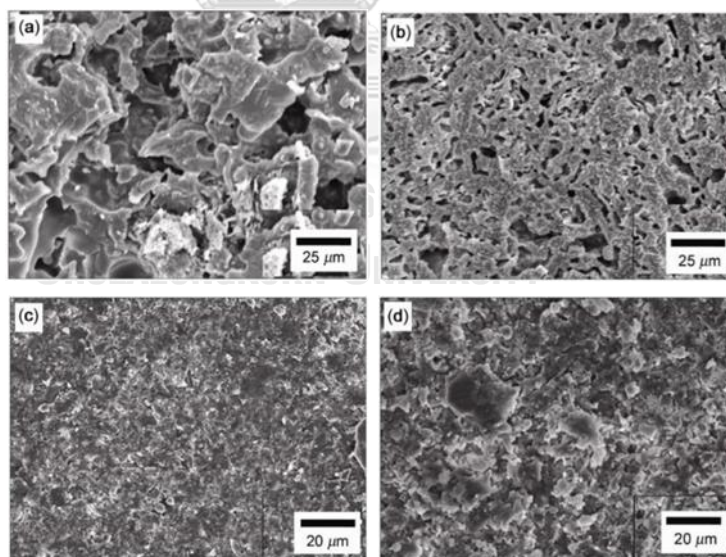


รูปที่ 2.12 โครงสร้างจุลภาควิเคราะห์ด้วยเทคนิค FESEM ของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เตรียมจากผงวัตถุดิบที่ผ่านการบดที่เวลา (a) 2 ชั่วโมง (b) 4 ชั่วโมง (c) 6 ชั่วโมงและ (d) 8 ชั่วโมง<sup>[47]</sup>



Srivastava และคณะ<sup>[48]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียวไรต์จากทัลก์ ดินเหนียว และแร่กิบไซต์ เตรียม ส่วนผสมตามปริมาณสารสัมพันธ์ของคอร์เดียวไรต์และให้แรงกระตุ้นเชิงกลโดยการบดในหม้อบด แพลนเตทารี เพื่อส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของ สภาวะการบดแตกต่างกัน โดยใช้เวลาในการบด 15-60 นาที และความเร็วรอบ 300-600 rpm จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/min จากการตรวจสอบ องค์ประกอบเฟสของสารหลังเผา พบว่าสารที่เตรียมจากการบด 300 rpm เป็นเวลา 15 นาที ยังไม่เกิดเฟสคอร์เดียวไรต์ในระบบ เมื่อเพิ่มเวลาบดเป็น 30 นาที เริ่มปรากฏคอร์เดียวไรต์ เล็กน้อย ในขณะที่เฟสคอร์เดียวไรต์ปรากฏเป็นเฟสหลักเมื่อเพิ่มความเร็วรอบเป็น 600 rpm และใช้ เวลาในการบดเพียง 15 นาที ผู้วิจัยได้รายงานสรุปว่าการเพิ่มความเร็วรอบการบดส่งผลต่อการเพิ่ม อัตราการเกิดปฏิกิริยามากกว่าเวลาที่ใช้บด

Nath และคณะ<sup>[49]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียวไรต์โดยใช้กระบวนการเคมีเชิงกล จากทัลก์ ดินขาวและ ผงอะลูมินา ทำการบดในหม้อบดแอทไตรเตอร์ที่ความเร็วรอบ 1000 rpm เป็นเวลา 45-60 นาที ขึ้น รูปเผาที่ 1200°C พบว่าสามารถสังเคราะห์คอร์เดียวไรต์ได้ที่อุณหภูมินี้ และพบว่าการเพิ่มเวลาในการ บดช่วยพัฒนาการเกิดเฟสคอร์เดียวไรต์ ชิ้นงานมีสมบัติเชิงกลดีขึ้น ความหนาแน่นหลังเผาเพิ่มขึ้นจาก 1.77 g/cm<sup>3</sup> ในชิ้นงานที่ไม่ผ่านการบด เป็น 2.45 g/cm<sup>3</sup> ในชิ้นงานที่ผ่านการบด 60 นาที



รูปที่ 2.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่ไม่ผ่านการบดและที่ผ่านการบดในหม้อบดแอทไตรเตอร์ที่ความเร็วรอบ 1000 rpm เป็นเวลา (a) ไม่ผ่านการบด (b) 30 นาที (c) 45 นาที (d) 60 นาที<sup>[49]</sup>

Obradovic และคณะ<sup>[7]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากผง MgO SiO<sub>2</sub> และ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้การกระตุ้นเชิงกลร่วมกับการใช้สารตัวเติม MoO<sub>3</sub> ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักในการช่วยลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ โดยศึกษาอิทธิพลจากการกระตุ้นเชิงกลที่มีผลต่อการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ เริ่มจากการบดผสมสารตั้งต้นด้วยหม้อบดพลังงานสูงแพลนเนตารีเป็นเวลา 0-160 นาที จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่าความสูงพีค XRD ของสารตั้งต้นลดลงและมีความแหลมคมลดลง (broadened peak) เมื่อใช้เวลาในการบดเพิ่มขึ้น เนื่องจากโครงสร้างผลึกถูกทำลายเกิดเป็นเฟสอสัญฐานซึ่งเป็นผลจากแรงเชิงกล ขนาดอนุภาคลดลงจนมีขนาดเล็กกว่า 5 ไมครอนเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 80 นาที และเมื่อตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค DTA พบว่า exothermic peak ของการเกิด  $\mu$ -คอร์เดียไรต์ และ  $\alpha$ -คอร์เดียไรต์ เกิดที่อุณหภูมิต่ำลงเมื่อเวลาในการบดเพิ่มขึ้น โดยลดจาก 1260°C เป็น 1200°C และจากอุณหภูมิ 1328°C เป็น 1290°C จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสหลังเผาพบว่าสามารถสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ได้ที่อุณหภูมิ 1300°C โดยเมื่อใช้เวลาในการบดนานขึ้น ความสูงของพีคคอร์เดียไรต์จะเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามยังคงพบเฟสอื่นๆ ได้แก่ สปิเนล ซิลิกาและอะลูมินาในระบบ นอกจากนี้ พบว่ากระบวนการกระตุ้นเชิงกลช่วยลดค่าพลังงานก่อกัมมันต์ ( $E_a$ ) เนื่องจากการที่ขนาดอนุภาคเล็กลงจะส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาง่ายขึ้น โดยในงานวิจัยนี้ ค่า  $E_a$  ลดลงจาก 212 kJ/mol เป็น 70 kJ/mol

### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์โดยใช้ทัลก์และแอนดาลูไซต์เป็นวัตถุดิบหลัก และใช้กระบวนการกระตุ้นเชิงกลเพื่อช่วยในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งในบทนี้จะกล่าวถึง วัตถุดิบ สารเคมีและอุปกรณ์ วิธีการเตรียมสาร วิธีการเตรียมตัวอย่าง และการตรวจสอบสมบัติของตัวอย่าง ได้แก่ การตรวจสอบองค์ประกอบเฟส โครงสร้างจุลภาค ขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคและสมบัติเชิงกล ซึ่งจะแบ่งออกเป็นหัวข้อต่างๆได้ดังนี้

#### 3.1 วัตถุดิบ สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

##### 3.1.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

- แร่ทัลก์ ( $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ ) จากบริษัท Compound Clay Co., Ltd.
- แร่แอนดาลูไซต์ ( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ) จากบริษัท Imerys International Co., Ltd.
- ผงซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) จากบริษัท Armarin Co., Ltd.
- โซเดียมเตตระโบเรตแอนไฮไดรส์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) จากบริษัท T.C. Sathaporn Group Ltd.
- พอลิเอธิลีนไกลคอล (PEG: M.W 4,000) จากบริษัท Success Chemical Supply Limited Partnership.

##### 3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

- ตะแกรงร่อนสาร (sieve) ขนาด 325 เมช
- เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
- หม้ออบเซอร์โคเนียขนาด 250 มิลลิลิตร และลูกบิดเซอร์โคเนียขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร จำนวน 300 กรัม (710 ลูก)
- เครื่องบดชนิดแพลเนตทารี รุ่น PULVERISETTE 6 classic line จาก บริษัท FRITSCH Asia-Pacific Pte. Ltd.
- เครื่องบดชนิดดิสก์มีลิ่ง รุ่น PULVERISETTE จาก บริษัท FRITSCH Asia-Pacific Pte. Ltd.
- ตู้อบอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส
- เตาเผาไฟฟ้า 1500 องศาเซลเซียส
- โกร่งบดสารอะลูมินาและพอร์ซเลน

- แม่พิมพ์เหล็กอัดขึ้นรูปสี่เหลี่ยมมุมฉาก ขนาด 59.6 x 9.6 มิลลิเมตร
- อะลูมินาครุสปีเบล
- แผ่นรองเผาอะลูมินา

### 3.2 วิธีการทดลอง

#### 3.2.1 การเตรียมสารตั้งต้นและส่วนผสมที่ใช้ในการทดลอง

- เตรียมสารตั้งต้นโดยการนำแร่แอนดาลูไซต์ที่เริ่มต้นมีขนาดประมาณ 1-3 มิลลิเมตรมาบดให้มีขนาดละเอียดด้วยเครื่องบดชนิดดิสก์ที่มีลิ้ง และผ่านตะแกรงร่อนขนาด 325 เมช (44 ไมครอน)
- เตรียมส่วนผสมโดยการนำวัตถุดิบ ได้แก่ ทัลก์ ผงแอนดาลูไซต์และซิลิกา มาชั่งน้ำหนักให้มีสัดส่วนออกไซด์เป็นไปตามการคำนวณเชิงปริมาณสารสัมพันธ์ เพื่อให้เกิดเฟสคอร์เดียไรต์ นั่นคือ ทัลก์ : แร่แอนดาลูไซต์ : ซิลิกา เท่ากับ 42.65 : 54.53 : 2.83 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

#### 3.2.2 การลดขนาดส่วนผสมด้วยเครื่องบดชนิดแพลเนตทารี

- นำส่วนผสมจากข้อ 3.2.1 ไปบดเปียกด้วยเครื่องบดชนิดแพลเนตทารีโดยใช้หม้อบดเซอร์โคเนียปริมาตร 250 ml และลูกบดเซอร์โคเนียเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 mm ปรับเปลี่ยนตัวแปรในขั้นตอนการบด ได้แก่ ความเร็วรอบการบด 300 และ 500 รอบต่อนาที เวลาที่ใช้ในการบด 15 30 60 และ 90 นาที ใช้อัตราส่วนระหว่างลูกบดเซอร์โคเนียต่อส่วนผสมสารตั้งต้นเท่ากับ 10:1 โดยน้ำหนัก โดยการบดแต่ละครั้งจะใช้ส่วนผสมของสารตั้งต้น 30 g และใช้น้ำกลั่น 100 ml เป็นตัวกลางในการบด สารจากการบดจะถูกนำไปอบให้แห้งในเตาอบ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นบดมือด้วยโกร่งพอร์ซเลนให้กระจายตัว และผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช ( 74 ไมครอน )
- ในการศึกษาอิทธิพลของสารตัวเติมโซเดียมเตตระโบเรตแอนไฮไดรส์ ชั่งน้ำหนักสารตัวเติม 0 – 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของส่วนผสมตั้งต้น ละลายสารตัวเติมกับน้ำกลั่นที่ใช้ในการบดผสมกวนผสมให้ละลายเข้ากันดีด้วยแท่งแก้วคนสารเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านกระบวนการบดดังที่กล่าวไว้ข้างต้น

### 3.2.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน

- เตรียมผงที่ใช้ขึ้นรูปชิ้นงานโดยการผสมกับพอลิเอธิลีนไกลคอล (PEG) ในปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อน้ำหนักผง 30 g กวนผสมให้เข้ากันโดยร่อนผ่านตะแกรงร่อน 3 รอบเพื่อให้ PEG กระจายตัวได้ดี พักไว้ 30 นาที จากนั้นขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการอัดขึ้นรูปแบบทิศทางเดียว (uniaxial pressing) โดยใช้ผงปริมาณ 5 กรัม แม่พิมพ์รูปร่างแท่งหน้าตัดสี่เหลี่ยมขนาด 59.6 x 9.6 มิลลิเมตรและแรงดัน 45 เมกะปาสคาล

### 3.2.4 การเผาสังเคราะห์คอร์เดียไรต์และการเผาผนึกชิ้นงาน

- การเผาสังเคราะห์สารทำที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 1150 1250 และ 1350°C เวลายืนไฟ 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min และปล่อยให้เย็นตัวในเตา โดยใช้อะลูมินาครุชชีเบลพร้อมฝาเป็นตัวรองเผา
- การเผาผนึกชิ้นงานทำที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 1350°C เวลายืนไฟ 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min และปล่อยให้เย็นตัวในเตา โดยใช้แผ่นรองเผาอะลูมินาเป็นตัวรองเผา

## 3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงวัตถุบดและสารที่สังเคราะห์ได้

### 3.3.1 องค์ประกอบเฟส

การตรวจสอบองค์ประกอบเฟสขององค์ประกอบของสาร โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD; Bruker AXS model D8 Discover, Bruker, Germany) โดยแหล่งกำเนิดแสงเอกซเรย์ที่ใช้ทดสอบ คือ Cu K $\alpha$  มีความยาวคลื่น 1.54 Å การเตรียมสารตัวอย่างแบบผง นำตัวอย่างมาบดให้ละเอียด บรรจุผงตัวอย่างลงในภาชนะเตรียมตัวอย่าง เกลี่ยผงตัวอย่างให้เรียบด้วยกระจกสไลด์ มุมที่ใช้วิเคราะห์ ( $2\theta$ ) เริ่มต้น 5- 70 องศา อัตราเร็วเชิงมุม 0.5 องศาต่อวินาที ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ และกระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอมแปร์ จากนั้นนำผลที่ได้มาศึกษาและวิเคราะห์ผลโดยการเปรียบเทียบกับการวัดมาตรฐานของ Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)

### 3.3.2 องค์ประกอบทางเคมี

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น โดยใช้เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (XRF; pioneer wavelength dispersive, Bruker AXS, Germany) ในการทดสอบ การเตรียมตัวอย่างทำได้โดยนำผงตัวอย่างไปอัดขึ้นรูปเป็นแท่งกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร และนำตัวอย่างที่เตรียมได้นำเข้าสู่กระบวนการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีต่อไป

### 3.3.3 ขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค

การตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายของสารตั้งต้นและส่วนผสมหลังจากผ่านกระบวนการบดด้วยการใช้เทคนิค light scattering ของเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Mastersizer 2000, Malvern, USA) โดยมีขั้นตอนการเตรียมการทดสอบ คือ นำผงสารตั้งต้นและสเลอรีของอนุภาคหลังบดไปกระจายตัวอนุภาคในบีกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออน (DI water) ปริมาตร 700 ml ด้วยเครื่องอัลตราโซนิคที่ความเร็วรอบ 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลานาน 5 นาที ก่อนที่จะเข้าสู่กระบวนการวัดขนาดและการกระจายขนาดอนุภาค หลังจากวัดค่าขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคจะรู้ค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคเชิงพื้นที่ผิว ( $D_{[3,2]}$ ) ซึ่งได้จากการวัดถูกนำไปคำนวณค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคตามความสัมพันธ์ดังสมการต่อไปนี้<sup>[50]</sup>

$$\text{specific surface area (SSA)} = \frac{6}{\rho D_{[3,2]}} \quad \text{สมการที่ 3.1}$$

โดยที่ SSA คือ พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค (specific surface area;  $\text{m}^2/\text{g}$ )

$\rho$  คือ ค่าความหนาแน่นของอนุภาค ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

$D_{[3,2]}$  คือ ค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคเชิงพื้นที่ผิว (Sauter mean diameter)

### 3.3.4 รูปร่างลักษณะ และโครงสร้างจุลภาค

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM; JSM-5410, JEOL, Japan) การเตรียมตัวอย่างแบบผงของสารตั้งต้นเพื่อศึกษา ลักษณะรูปร่าง และโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง เตรียมโดยการนำผงตัวอย่างที่เตรียมไว้โรยกระจายตัวอย่างอย่างสม่ำเสมอลงบนแผ่นคาร์บอน เป้าเศษตัวอย่างส่วนเกินออก จากนั้นนำไปเคลือบทองโดยใช้กระแสไฟ 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 200 วินาที เพื่อให้ตัวอย่างมีสภาพนำไฟฟ้าเพื่อใช้ตรวจสอบ ในกรณีศึกษาลักษณะรูปร่างของอนุภาคที่ผ่านการบด เตรียมโดยการนำสเลอรีของสารหลังการบดไป

กระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นหยดสเลอรีเล็กน้อยลงบนกระจกสไลด์อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำกระจกสไลด์ไปติดบนแผ่นคาร์บอนและนำไปเคลือบทองโดยใช้กระแสไฟ 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 200 วินาที เพื่อให้ตัวอย่างมีสภาพนำไฟฟ้า

### 3.3.5 ปฏิกริยาและการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อน

การศึกษาพฤติกรรมทางความร้อน ปฏิกริยาและการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของสารตั้งต้นและส่วนผสมหลังการอบที่สถานะต่างๆ ทำได้โดยใช้เทคนิค differential thermal analysis (DTA; Linseis PT 1600, Germany) ซึ่งมีความเหมาะสมกับการวิเคราะห์ตัวอย่างแบบผง การเตรียมตัวอย่างแบบผงที่ต้องการจะทดสอบ ทำได้โดยการอบผงวัตถุดิบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110°C จากนั้นใส่ในอะลูมินาครุสึเบิลปริมาณสามในสี่ส่วน สถานะที่ใช้ทดสอบ ได้แก่ อุณหภูมิตั้งแต่ 30°C ถึง 1350°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min ในบรรยากาศปกติ

## 3.4 การตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานคอร์เดียไรต์หลังเผาผนึก

### 3.4.1 การหดตัว

ทำการศึกษการหดตัวของชิ้นงานหลังเผา โดยการนำชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการอบที่สถานะแตกต่างกัน วัดความยาวของชิ้นงานก่อนเผาด้วยเวอร์เนียร์โดยกำหนดให้เป็นค่าความยาวของชิ้นงานก่อนเผา ( $L_1$ ) หลังจากเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1350°C วัดความยาวของชิ้นงานหลังเผาด้วยเวอร์เนียร์โดยกำหนดให้เป็นค่าความยาวของชิ้นงานหลังเผา ( $L_2$ ) นำค่า ที่ได้มาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังเผาโดยแทนค่าในสมการที่ 3.2

$$\% \text{ shrinkage} = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad \text{สมการที่ 3.2}$$

โดยกำหนดให้  $L_1$  คือ ความยาวของชิ้นงานก่อนเผา

$L_2$  คือ ความยาวของชิ้นงานหลังเผา

### 3.4.2 ความหนาแน่นและรูพรุนปรากฏ

ค่าความหนาแน่นรวมของชิ้นงาน (bulk density;  $\rho_B$ ) ประกอบไปด้วย เนื้อสาร รูพรุนเปิด รูพรุนปิด และตำหนิต่างๆภายในชิ้นงาน การตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงานคอร์เดียร์ไรต์หลังการเผาผนึกทำได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes's method) ตามวิธีมาตรฐาน ASTM C373-88 มีวิธีการดังนี้ เริ่มจากอบชิ้นงานในตู้อบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อให้ น้ำหนักของชิ้นงานคงที่ และทิ้งให้เย็นตัวในตู้อบความชื้น จากนั้นชั่งน้ำหนักแห้งของชิ้นงาน ( $W_{dry}$ ) นำชิ้นงานไปต้มในน้ำที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และแช่ชิ้นงานทิ้งไว้ในน้ำ 24 ชั่วโมง จากนั้นชั่งน้ำหนักชิ้นงานในน้ำ ( $W_{sus}$ ) และชั่งน้ำหนักที่ผิวส่วนเกินของชิ้นงานออกแล้วชั่งอีกครั้งทันที ( $W_{sat}$ ) นำค่าน้ำหนักที่ชั่งได้ทั้งหมดมาคำนวณหาความหนาแน่นรวม และเปอร์เซ็นต์รูพรุนปรากฏ ด้วยการแทนค่าลงในสมการที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ

$$\rho_B = \frac{W_{dry}}{W_{sat} - W_{sus}} \quad \text{สมการที่ 3.3}$$

$$A. P. = \frac{(W_{sat} - W_{dry})}{(W_{sat} - W_{sus})} \times 100 \quad \text{สมการที่ 3.4}$$

โดยกำหนดให้

$\rho_B$  คือ ความหนาแน่นรวม (bulk density; g/cm<sup>3</sup>)

A.P. คือ รูพรุนปรากฏ (apparent porosity; %)

$W_{dry}$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานแห้งหลังจากเผาผนึก (dry weight; g)

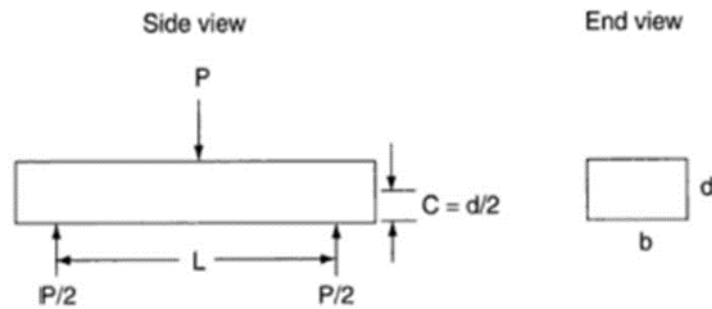
$W_{sat}$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำ (saturated weight; g)

$W_{sus}$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำ (immersed weight; g)

### 3.4.3 ค่าความแข็งแรงดัด

การทดสอบความแข็งแรงดัดของชิ้นงาน ทดสอบโดยใช้เทคนิค 3-point bending เตรียมชิ้นงานหลังเผาโดยทำการลดการสะสมของแรงเค้นบริเวณมุมโดยการลบเหลี่ยมมุมของชิ้นงานเข้าไปประมาณ 0.2 มิลลิเมตร โดยทำมุม 45 องศา จากนั้น วางชิ้นงานตามรูปที่ 3.1 โดยกำหนดอัตราความเร็วของหัวกด 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที ตามมาตรฐาน ASTM C1161 สมการการคำนวณความต้านทานแรงดัดเป็นไปตามสมการที่ 3.5





รูปที่ 3.1 การทดสอบความต้านทานต่อแรงดัดด้วยเทคนิค 3-point bending

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2}$$

สมการที่ 3.5

โดยกำหนดให้

$\sigma$  คือ ความต้านทานต่อแรงดัด (MPa)      P คือ แรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานหัก (N)

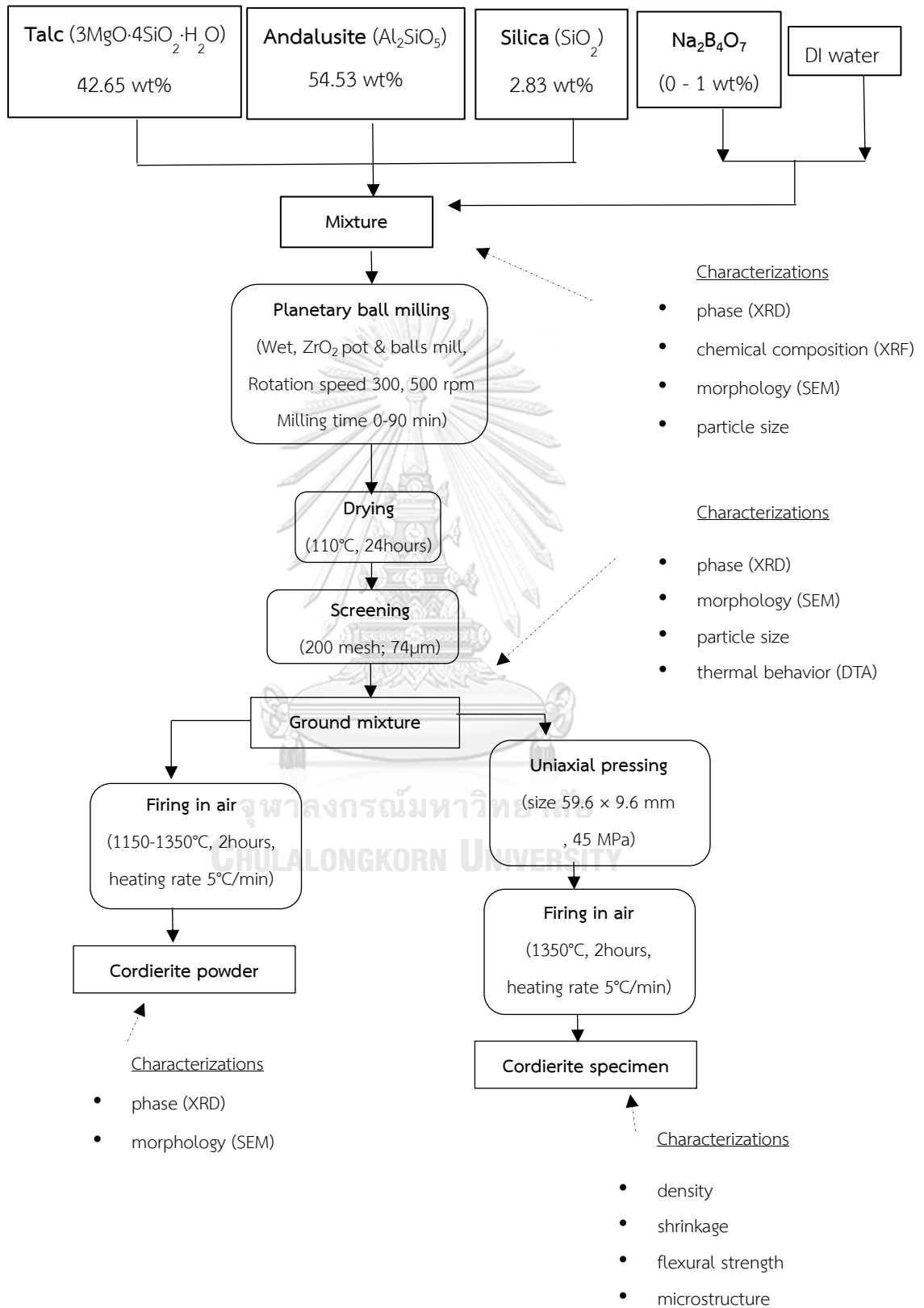
L คือ ระยะระหว่างฐานรองรับ (mm)      b คือ ความกว้างชิ้นงาน (mm)

d คือ ความหนาชิ้นงาน (mm)

#### 3.4.4 โครงสร้างจุลภาค

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM; JSM-5410, JEOL, Japan) การเตรียมตัวอย่างแบบชิ้นงานเพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของภาคตัดขวาง เตรียมโดยการหักชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 1 เซนติเมตร นำไปติดเข้ากับแท่นวางตัวอย่างด้วยเทปกาวคาร์บอน จากนั้นนำไปเคลือบทองโดยใช้กระแสไฟ 15 มิลลิแอมป์ นาน 200 วินาที เพื่อให้ตัวอย่างมีสภาพนำไฟฟ้าเพื่อใช้ตรวจสอบ

## 3.5 แผนผังการทดลอง



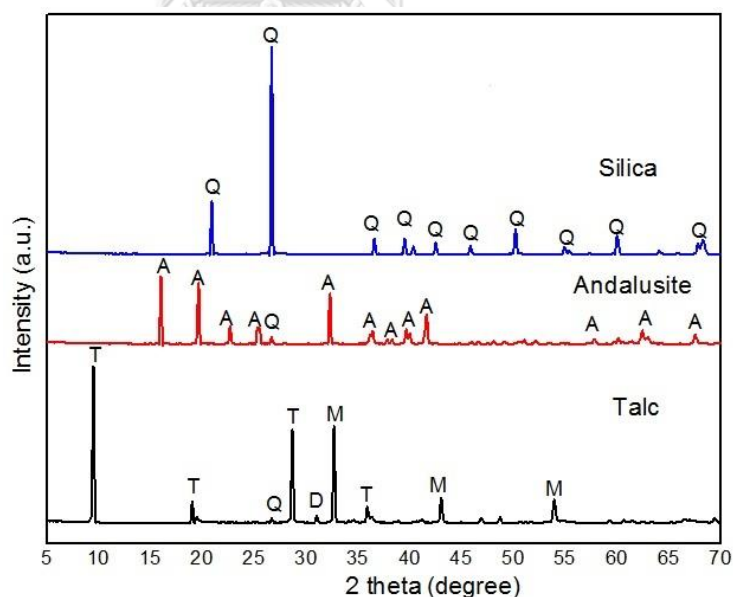
## บทที่ 4

### วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

#### 4.1 ลักษณะเฉพาะของวัตถุดิบ

##### 4.1.1 องค์ประกอบเฟส

จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ในงานวิจัยนี้ ซึ่งได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า ผงทัลก์ซึ่งเป็นแหล่งที่ให้แมกนีเซียและซิลิกา มีเฟสหลักคือทัลก์ ( $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ ) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกโมโนคลินิกตรงกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 00-029-1493 และมีเฟสรองได้แก่ แมกนีไซต์ โดโลไมต์ และควอตซ์ ซึ่งตรงกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-086-0175 01-071-1662 และ 01-087-2096 ตามลำดับ ผงแอนดาลูไซต์ประกอบด้วยเฟสหลักคือเฟสแอนดาลูไซต์ ( $Al_2SiO_5$ ) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกออร์โธโรมบิก ตรงกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-089-7367 และมีควอตซ์เป็นเฟสรอง สำหรับผงซิลิกานั้น จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่าประกอบด้วยควอตซ์เพียงเฟสเดียว



รูปที่ 4.1 องค์ประกอบเฟสของวัตถุดิบ ได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา

[ T : Talc ( $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ ), D : Dolomite ( $CaMg(CO_3)_2$ ), M : Magnesite ( $MgCO_3$ ),

Q : Low-quartz ( $SiO_2$ ), A : Andalusite ( $Al_2SiO_5$ ) ]

#### 4.1.2 องค์ประกอบทางเคมี

จากการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบ ได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) แสดงดังตารางที่ 4.1 พบว่าผงทัลก์ที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์คอร์เตียไรต์ในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย แมกนีเซียมออกไซด์ 31 เปอร์เซ็นต์ และมีซิลิกา 61.03 เปอร์เซ็นต์ แอนดาลูไซต์ประกอบด้วยอะลูมินา 61.20 เปอร์เซ็นต์ และซิลิกา 37.50 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ซิลิกามีความบริสุทธิ์ 98.51 เปอร์เซ็นต์ ผลองค์ประกอบทางเคมีที่ได้จากการตรวจสอบนี้จะถูกนำมาคำนวณเพื่อสร้างสูตรในการสังเคราะห์คอร์เตียไรต์

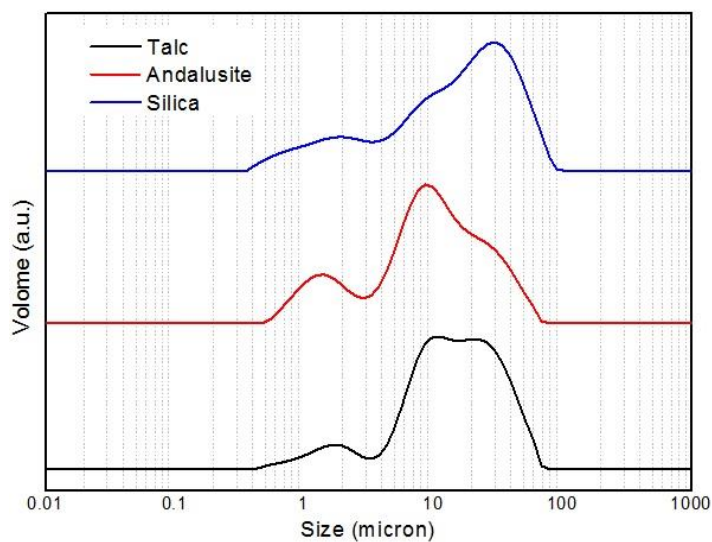
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบ

วัตถุดิบ	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)								
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	MgO	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	LOI
ทัลก์	0.25	61.03	31.00	-	0.11	0.90	-	-	6.71
แอนดาลูไซต์	61.20	37.50	0.06	0.07	0.47	0.12	0.06	0.17	-
ซิลิกา	0.90	98.51	0.04	0.08	0.11	0.02	0.06	0.22	-

#### 4.1.3 การกระจายขนาดอนุภาคของผงวัตถุดิบ

เนื่องจากผงแอนดาลูไซต์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ คือมีขนาดอนุภาคเริ่มต้นประมาณ 1 มิลลิเมตร ฉะนั้น จึงมีความจำเป็นต้องทำการลดขนาดก่อนจะนำไปใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ โดยเริ่มจากการบดด้วยเครื่องบดแบบดิสก์มีลิ่งเป็นเวลา 3 นาที จากนั้นร่อนผ่านตะแกรง 325 เมช (44 ไมครอน) การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบทั้งสามชนิดถูกตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการกระเจิงแสง (light scattering technique) ด้วยเครื่อง particle size distribution analyzer แสดงดังรูปที่ 4.2 ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกามีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคคล้ายคลึงกัน คืออนุภาคส่วนใหญ่มีการกระจายขนาดในลักษณะ bimodal อยู่ในช่วง 0.4 – 90 ไมครอน รูปที่ 4.2 และตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่า ทัลก์มีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 0.45-80 ไมครอน และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย (D<sub>50</sub>) เท่ากับ 15.40 ไมครอน ผงแอนดาลูไซต์มีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5-70

ไมครอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 10.12 ไมครอน ในขณะที่ซิลิกาที่มีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 0.4-90 ไมครอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 18.05 ไมครอน



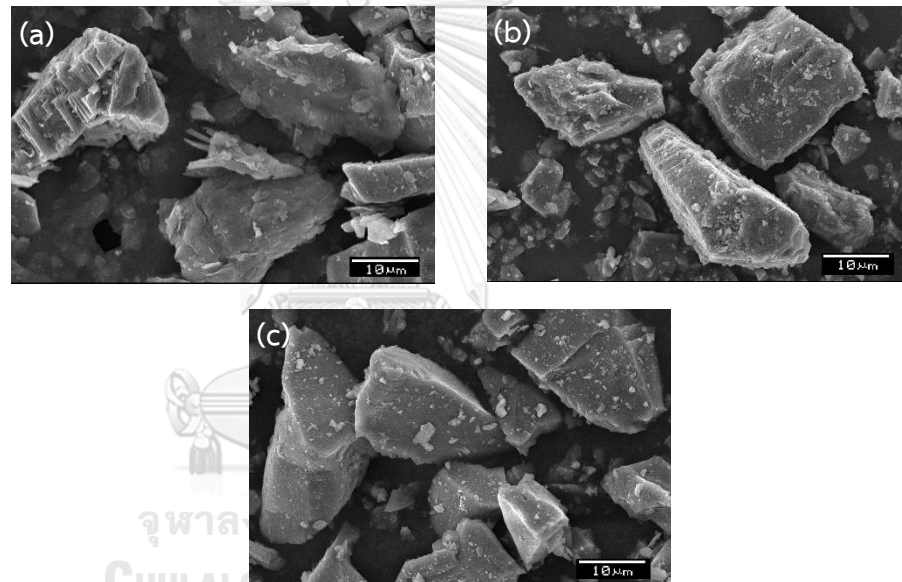
รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาค  $D_{10}$   $D_{50}$  และ  $D_{90}$  ของวัตถุดิบ

วัตถุดิบ	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)		
	$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{90}$
ทัลก์	4.20	15.40	40.80
แอนดาลูไซต์	1.56	10.12	33.59
ซิลิกา	1.81	18.05	50.26

#### 4.1.4 โครงสร้างจุลภาคของวัตถุดิบ

รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของทัลก์ ผงแอนดาลูไซต์ และซิลิกาจากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะเห็นได้ว่า ทัลก์มีรูปร่างลักษณะเป็นแผ่นบางส่วนจัดเรียงตัวซ้อนกันหลายแผ่นจนเป็นปึกหนา เมื่อพิจารณาผงแอนดาลูไซต์ที่ผ่านการบด พบว่ามีลักษณะเป็นอนุภาคหลายเหลี่ยมขนาดเล็กและขนาดใหญ่ปะปนกัน สำหรับผงซิลิกานั้นมีโครงสร้างจุลภาคคล้ายกับผงแอนดาลูไซต์ กล่าวคือมีลักษณะเป็นอนุภาครูปร่างหลายเหลี่ยมขนาดประมาณ 15 ไมครอน เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบ พบว่าขนาดอนุภาคที่เห็นจากภาพโครงสร้างจุลภาคมีความสอดคล้องกับค่าขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคที่ตรวจสอบด้วยเทคนิคการกระเจิงแสง



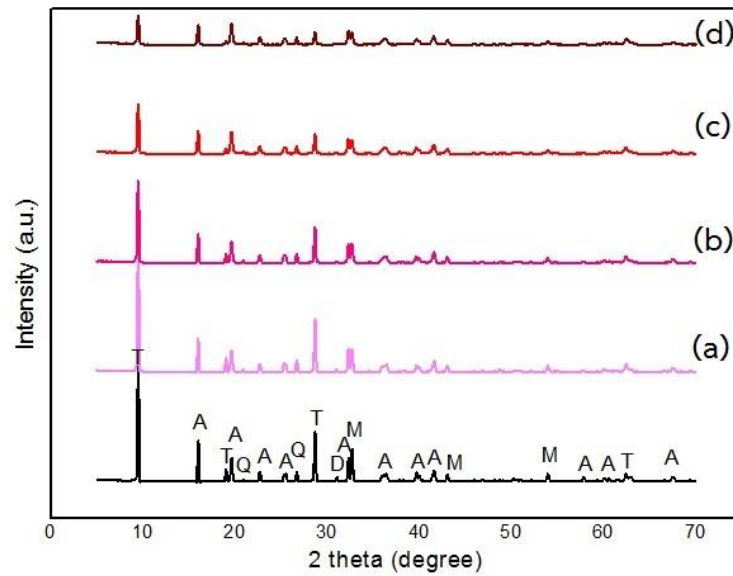
รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของวัตถุดิบ (a) ทัลก์ (b) แอนดาลูไซต์ และ (c) ซิลิกา

## 4.2 อิทธิพลจากการกระตุ้นเชิงกล

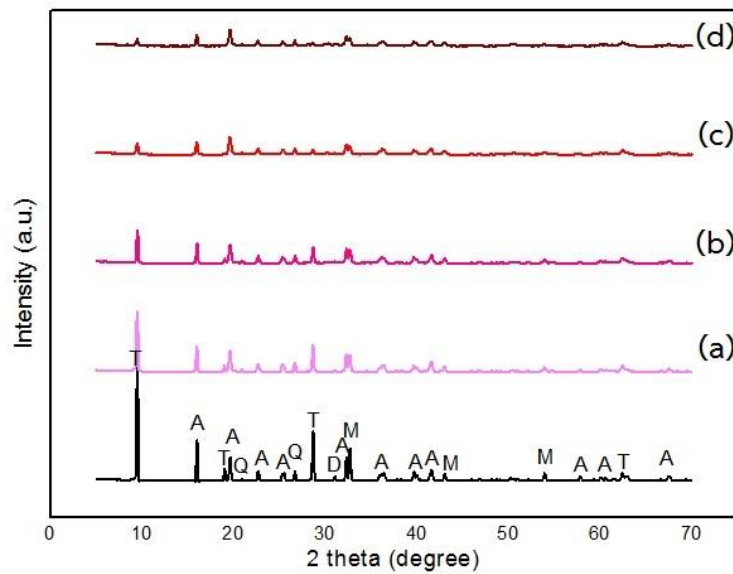
### 4.2.1 ลักษณะเฉพาะของสารผสมหลังการกระตุ้นเชิงกล

ในงานวิจัยนี้ สารผสมตั้งต้นจะถูกบดด้วยหม้อบดชนิดแพลเนตทารีที่สภาวะการบดต่างๆ ได้แก่ ความเร็วรอบ 300 และ 500 รอบต่อนาที เวลาที่ใช้ในการบด 15 30 60 และ 90 นาที โดยกำหนดอัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเท่ากับ 10 ต่อ 1 ผลของการกระตุ้นเชิงกลที่มีต่อองค์ประกอบเฟสจากการตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD แสดงในรูปที่ 4.4 และรูปที่ 4.5 จะเห็นได้ว่า สารผสมก่อนบด ประกอบด้วย 5 เฟส ได้แก่ ทัลก์ แอนดาลูไซต์ แมกนีไซต์ โดโลไมต์ และควอตซ์ หลังจากที่ได้รับแรงเชิงกลจากระบวนการบด พบว่า ค่าความเป็นผลึกของทั้งห้าเฟสในสารผสมตั้งต้นลงอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ ความเข้มและความคมชัดของพีคมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มความรุนแรงในการบด นั่นคือเมื่อความเร็วรอบและเวลาการบดเพิ่มขึ้น เนื่องมาจากการบดด้วยหม้อบดพลังงานสูง จะส่งผลให้โครงสร้างผลึกของส่วนผสมตั้งต้นถูกทำลายด้วยแรงเชิงกลที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด (แรงกระแทก แรงเฉือน และแรงเสียดทาน) อีกทั้งยังมีแรงโคริโอลิส (coriolis force) ที่เกิดจากลักษณะการหมุนของหม้อบดชนิดแพลเนตทารี ช่วยส่งเสริมแรงให้แรงเชิงกลมีความรุนแรงเพิ่มมากขึ้น เมื่อพิจารณารูปที่ 4.4 ซึ่งแสดงองค์ประกอบเฟสของสารผสมหลังผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm พบว่าการเพิ่มเวลาบดให้นานขึ้นจาก 15 นาที เป็น 30 นาที 60 นาที จนกระทั่งถึง 90 นาที ส่งผลให้ค่าความเป็นผลึกของสารตั้งต้นลดลงตามลำดับอย่างชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับค่าความเป็นผลึกของสารผสมก่อนบด แต่อย่างไรก็ตามแรงเชิงกลที่กระทำต่อสารไม่ก่อให้เกิดเฟสใหม่ ทำให้องค์ประกอบเฟสยังคงเป็น 5 เฟสเช่นเดียวกับสารผสมก่อนผ่านกระบวนการบด อีกทั้งทัลก์ ยังคงเป็นเฟสหลักในระบบ เมื่อพิจารณาองค์ประกอบเฟสของสารผสมหลังผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm (รูปที่ 4.5) พบว่า ค่าความเป็นผลึกของสารผสมตั้งต้นลดลงอย่างเห็นได้ชัดตามเวลาบดที่เพิ่มขึ้น ที่สภาวะการบด ณ ความเร็วรอบ 500 rpm เวลาบด 90 นาที ความเข้มของพีคซึ่งแสดงความเป็นผลึกลดลงจนแทบจะเป็นอัสฐานทั้งระบบ

การใช้หม้อบดพลังงานสูง นอกเหนือจะช่วยให้ค่าความเป็นผลึกของสารผสมตั้งต้นลดลงจากการถูกทำลายโครงสร้างด้วยแรงเชิงกลที่รุนแรง ยังส่งผลให้ขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นลดลง ซึ่งนำไปสู่การเพิ่มพื้นที่ผิวของอนุภาคในระบบ และช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาของแข็งระหว่างสารตั้งต้นอีกด้วย ดังที่ได้มีงานวิจัยรายงานผลการสังเคราะห์สารหรือตรวจสอบพบเฟสใหม่ที่ต้องการเกิดขึ้นจากกระบวนการบด<sup>[51, 52]</sup> อิทธิพลของสภาวะการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm และ 500 rpm บดเป็นเวลา 15 30 60 และ 90 นาที ที่มีต่อขนาดและการกระจายขนาดของสารผสมหลังบด แสดงดังรูปที่ 4.6 และรูปที่ 4.7

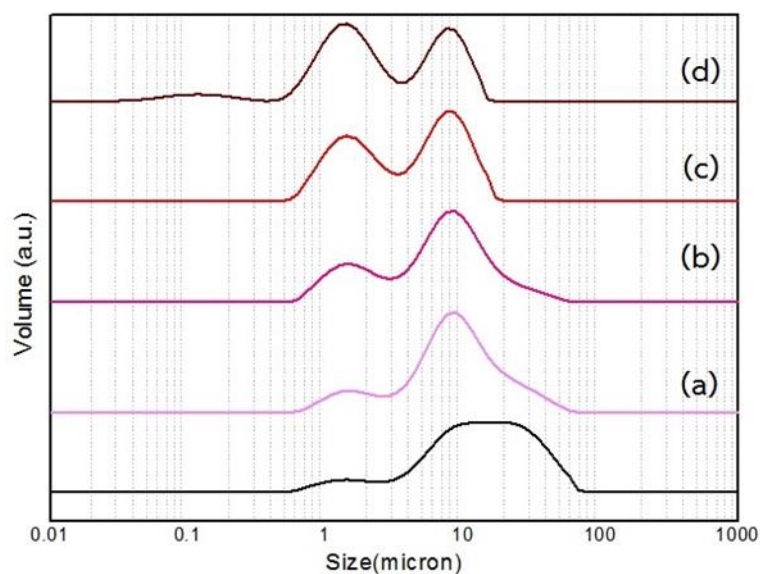


รูปที่ 4.4 องค์กรประกอบเฟสของส่วนผสมตั้งต้นก่อนอบ (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการอบที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที



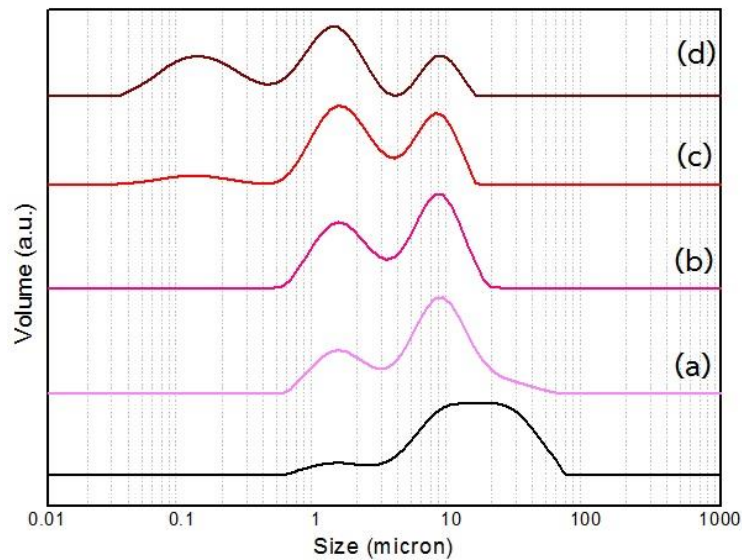
รูปที่ 4.5 องค์กรประกอบเฟสของส่วนผสมตั้งต้นก่อนอบ (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการอบที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที





รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังจากผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที

รูปที่ 4.6 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนบดและหลังบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เมื่อใช้เวลาในการบดต่างกัน พบว่า อนุภาคที่ผ่านการบดมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มเวลาการบด การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนและหลังการบดเป็นเวลา 60 นาทียังคงมีลักษณะ bimodal โดยสารผสมตั้งต้นก่อนบดมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) เท่ากับ 14.5 ไมครอน โดยอนุภาคกระจายตัวอยู่ในช่วง 0.5 - 70 ไมครอน เมื่อสารผสมผ่านการบดเป็นเวลา 15 และ 60 นาที โดยเมื่อเวลาในการบดเพิ่มขึ้น พบว่าขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า 3 ไมครอนมีปริมาณและสัดส่วนมากขึ้น และอนุภาคมีการกระจายตัวแคบลงคืออยู่ในช่วง 0.5 - 20 ไมครอน เมื่อทำการบดเป็นเวลา 90 นาที การกระจายขนาดอนุภาคมีลักษณะ trimodal โดยพบอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 0.8 ไมครอนในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ สารผสมเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 15 30 60 และ 90 นาที มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 9.07 7.45 4.82 และ 2.24 ไมครอน ตามลำดับ



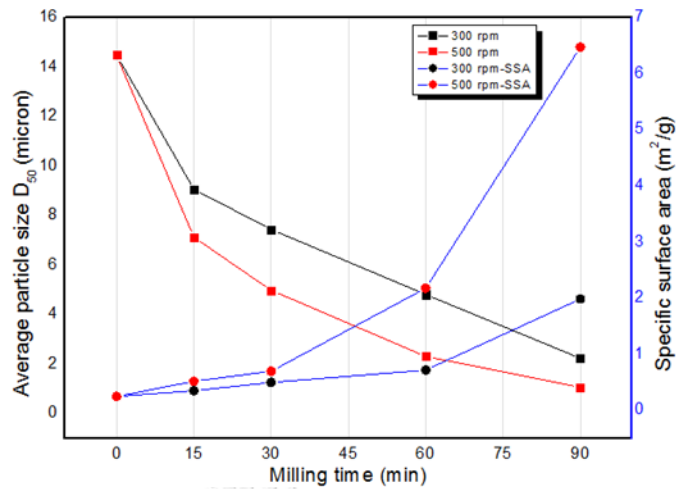
รูปที่ 4.7 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมตั้งต้นก่อนบด (เส้นสีดำ) และหลังผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา (a) 15 นาที (b) 30 นาที (c) 60 นาที และ (d) 90 นาที

เมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบดเป็น 500 rpm (รูปที่ 4.7) พบว่า สารผสมที่ผ่านการบดเป็นเวลา 15 และ 30 นาทียังคงมีลักษณะการกระจายขนาดอนุภาคแบบ bimodal โดยเมื่อเวลานานขึ้นช่วงการกระจายขนาดอนุภาคจะแคบลง จากรูปที่ 4.7 อนุภาคกระจายตัวอยู่ในช่วง 0.6 – 60 ไมครอนเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 15 นาที และ 0.6 – 20 ไมครอนเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 30 นาที เมื่อเพิ่มเวลาบดเป็น 60 และ 90 นาที สารผสมมีลักษณะการกระจายขนาดอนุภาคแบบ trimodal โดยอนุภาคมีการกระจายตัวอยู่ในช่วง 0.03 – 10.5 ไมครอน และสัดส่วนของอนุภาคขนาดเล็กมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเวลานานขึ้น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของสารผสมเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 15 30 60 และ 90 นาที เท่ากับ 7.13 4.99 2.32 และ 1.07 ไมครอน ตามลำดับ นอกจากการเพิ่มรอบและเวลาในการบดจะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคลงแล้ว ยังเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะให้แก่สาร ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาค และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารก่อนและหลังการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 15 30 60 และ 90 นาที

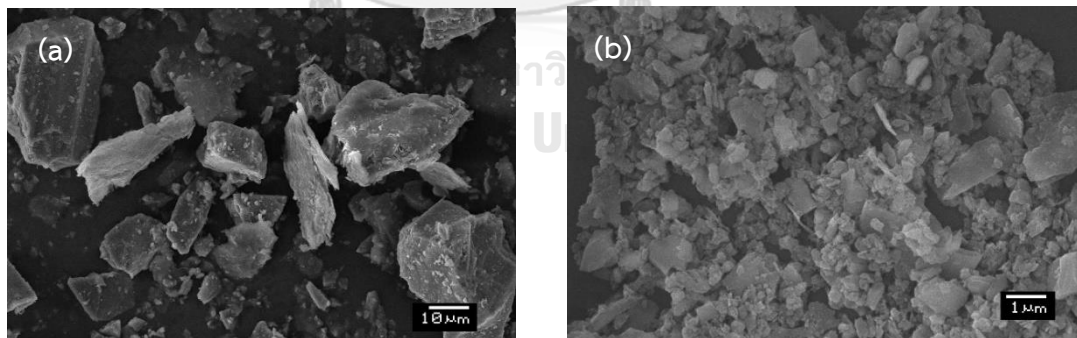
ความเร็วรอบที่ใช้บด (rpm)	เวลาที่ใช้ในการบด (min)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m <sup>2</sup> /g)	D <sub>10</sub> (μm)	D <sub>50</sub> (μm)	D <sub>90</sub> (μm)
สารที่ไม่บด	0	0.25	3.82	14.50	39.71
300	15	0.35	2.10	9.07	24.57
	30	0.50	1.42	7.45	18.85
	60	0.72	1.15	4.82	11.70
	90	1.99	0.80	2.24	10.21
500	15	0.52	1.36	7.13	17.25
	30	0.70	1.16	4.99	11.88
	60	2.18	0.78	2.32	9.89
	90	6.48	0.10	1.07	8.32

รูปที่ 4.8 แสดงการเปลี่ยนแปลงขนาดของอนุภาคหลังการบดต่อเวลาที่ใช้บด จะเห็นได้ว่า พฤติกรรมการลดขนาดของสารผสมเมื่อเพิ่มเวลาบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm และ 500 rpm นั้น คล้ายคลึงกัน การลดขนาดในช่วง 15 นาทีแรกของการบดมีอัตราสูงกว่าในช่วงหลังของการบด เนื่องจากเมื่อสารผสมผ่านการบดไปเป็นระยะเวลาหนึ่งอนุภาคจะมีขนาดเล็กลง เป็นที่ทราบกันดีว่า เมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงเราจะต้องใช้พลังงานในการลดขนาดมากขึ้น อนุภาคขนาดเล็กจึงต้องใช้เวลาในการบดนานขึ้น เมื่อพิจารณาพื้นที่ผิวจำเพาะที่เพิ่มขึ้นจากการเพิ่มเวลาการบด จะเห็นว่า การบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm สามารถทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะของระบบเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับผลจากการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm และการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวจำเพาะมีอัตราสูงขึ้นเมื่อเวลาบดเพิ่มขึ้น โดยภายหลังการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที พื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมเพิ่มขึ้นจาก 0.25 เป็น 6.48 m<sup>2</sup>/g



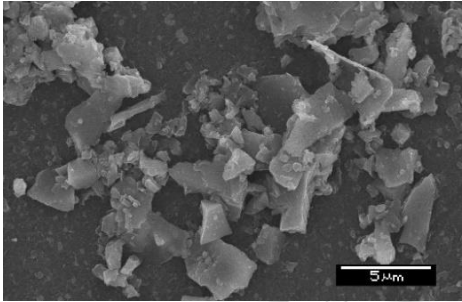
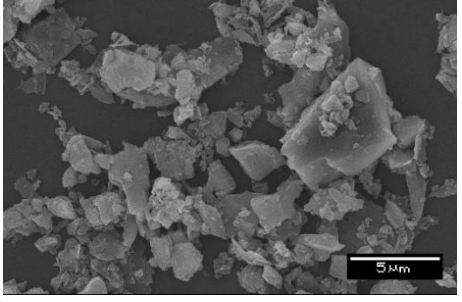
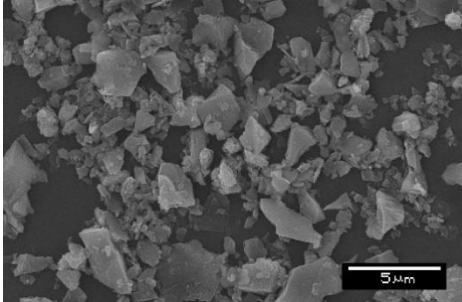
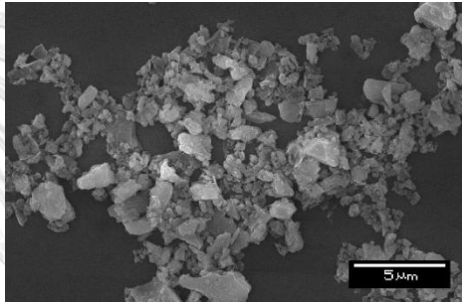
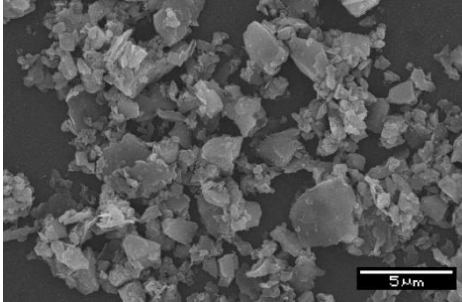
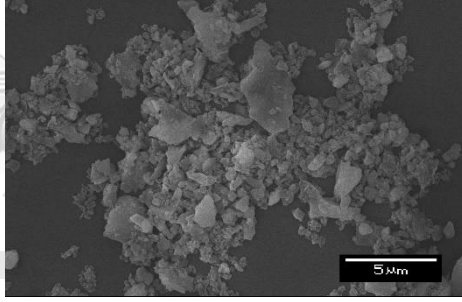
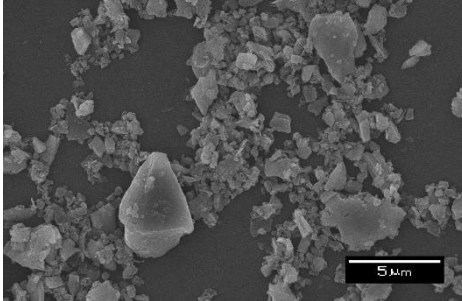
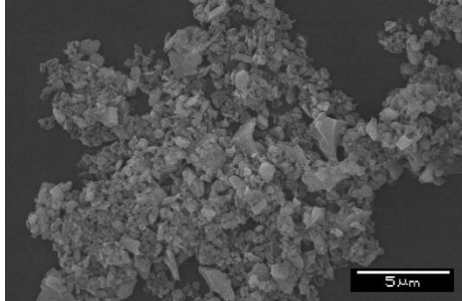
รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) และพื้นที่ผิวจำเพาะ กับเวลาที่ใช้ในการบดเมื่อใช้ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm

เมื่อพิจารณาโครงสร้างจุลภาคของสารผสมก่อนบดและหลังบดจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 4.9) พบว่า อนุภาคสารผสมมีขนาดเล็กลงอย่างชัดเจนหลังจากผ่านการบด เมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของสารผสมหลังการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm 500 rpm (ตารางที่ 4.4 ) พบว่า อนุภาคสารผสมมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มเวลาบด โดยเมื่อทำการเปรียบเทียบที่เวลาในการบดเท่ากัน การบดด้วยความเร็วรอบ 500 rpm สามารถลดขนาดอนุภาคได้มากกว่าในทุกกรณี ทั้งนี้ จะเห็นว่าผลการตรวจสอบคุณลักษณะทั้งหลายตามที่ได้กล่าวมาข้างต้นต่างให้ผลที่สอดคล้องกัน

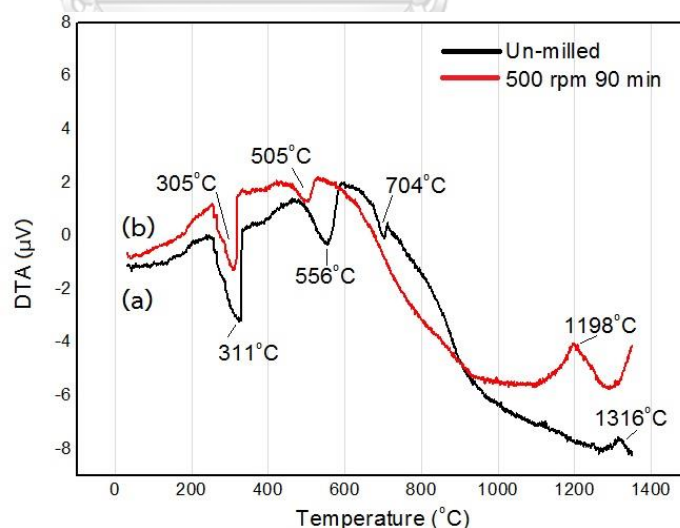


รูปที่ 4.9 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของสารผสม (a) ก่อนบด และ (b) หลังผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที

ตารางที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมหลังการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm

เวลาที่ใช้ ในการบด (min)	ความเร็วรอบที่ใช้บด (rpm)	
	300 rpm	500 rpm
15		
30		
60		
90		

ในการศึกษาปฏิกิริยาทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ของส่วนผสมตั้งต้นที่ประกอบด้วย ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา ทั้งที่ยังไม่ผ่านกระบวนการบดและผ่านกระบวนการบดที่ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที โดยให้ความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1350°C แสดงดังรูปที่ 4.10 พบปฏิกิริยาคายความร้อน ในช่วงอุณหภูมิ 300-750°C พิกที่ที่เกิดขึ้น ณ อุณหภูมิ 305°C และ 311°C อ้างอิงถึงการสูญเสีย น้ำ ส่วนพิกที่อุณหภูมิ 556°C และ 704°C ที่เกิดขึ้นในสารที่ไม่ผ่านการบด อ้างอิงถึงการสลายตัวของทัลก์เป็นแอนสตาทไซต์และซิลิกา<sup>[53, 54]</sup> ส่วนในสารที่ผ่านการบดที่ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที พิกที่แสดงการสลายตัวของทัลก์เคลื่อนไปปรากฏที่อุณหภูมิต่ำลง (505°C) คาดว่ากระบวนการบดได้ทำลายโครงสร้างผลึกของสารตั้งต้นและส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดว่องไวขึ้น<sup>[33]</sup> ในงานวิจัยของ Benhammou และคณะ<sup>[29]</sup> ได้ทำการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากทัลก์และแอนดาลูไซต์ รายงานผลวิเคราะห์ DTA ว่าเกิดพิกแสดงปฏิกิริยาคายความร้อน ที่อุณหภูมิ 1150°C นอกจากนี้ Goren, R และคณะ<sup>[31]</sup> สังเคราะห์คอร์เดียไรต์จากทัลก์ ไดอะตอม และอะลูมินา พบพิกปฏิกิริยาคายความร้อนที่อุณหภูมิ 1290°C ทั้งสองรายงานวิจัยสรุปว่าพิกดังกล่าวอ้างอิงถึงการเกิดผลึกคอร์เดียไรต์ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยนี้ จากรูปที่ 4.10 พบพิกปฏิกิริยาคายความร้อนที่อุณหภูมิ 1316°C ในสารผสมที่ไม่ผ่านการบด และที่อุณหภูมิ 1198°C ในสารผสมที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที ผลการตรวจสอบด้วย DTA นี้ แสดงให้เห็นถึงการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำลงเมื่อเตรียมสารจากการกระตุ้นเชิงกล



รูปที่ 4.10 ปฏิกิริยาเมื่อได้รับความร้อนของสารผสมตั้งต้น (a) ไม่ผ่านการบด และ (b) ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที



#### 4.2.2 ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์ได้

ในงานวิจัยนี้ สารผสมตั้งต้นซึ่งประกอบด้วย ทัลก์ แอนดาลูไซต์ และซิลิกา ทั้งที่ไม่ผ่านการบดและผ่านการบดในหม้อบดแพลนเตทารีที่สภาวะต่างๆ ถูกนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C เวลาขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง กำหนดอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 5°C/min

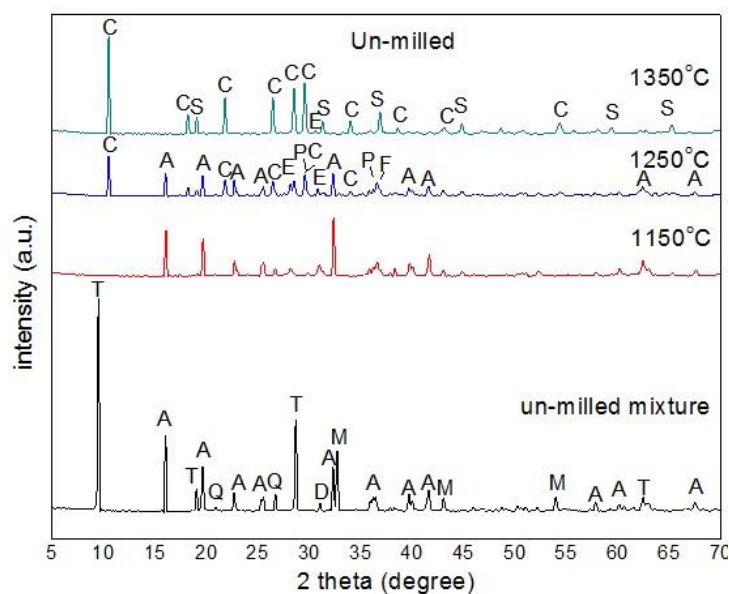
##### 4.2.2.1 ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์จากสารที่ไม่ผ่านการบด

รูปที่ 4.11 แสดงองค์ประกอบเฟสในสารผสมที่ไม่ผ่านการบดและสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างกัน พบว่า ไม่ปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์ในผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C นอกจากนี้ยังไม่พบทัลก์หลงเหลืออยู่ในระบบแต่พบแอนดาลูไซต์ในปริมาณมากจนเป็นเฟสหลัก และปรากฏเฟสใหม่ในระบบ ได้แก่ เอนสตาไทต์ (enstatite:  $MgSiO_3$ ) มีโครงสร้างผลึกออร์โธโรมบิกตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 00-019-0768 ฟอรัสเตอไรต์ (Forsterite :  $Mg_2SiO_4$ ) มีโครงสร้างผลึกออร์โธโรมบิกตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 00-034-0189 สปิเนล (spinel :  $MgAl_2O_4$ ) มีโครงสร้างผลึก FCC ตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-082-2424 เพอริเครส (MgO) มีโครงสร้างผลึก FCC ตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-087-0653 และแซปไฟริน (sapphirine:  $Mg_2Al_4SiO_{10}$ ) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกโมโนคลินิกตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-071-2398 ณ อุณหภูมินี้ยังคงพบควอตซ์หลงเหลืออยู่ในระบบเล็กน้อย จากนั้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1250°C พบว่า คอร์เดียไรต์ (cordierite:  $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ ) ได้ปรากฏขึ้นเป็นเฟสหลัก เฟสคอร์เดียไรต์ที่เกิดขึ้นนี้มีโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอลตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-084-1219 ในขณะที่ความเข้มข้นของเฟสแอนดาลูไซต์ เอนสตาไทต์ เพอริเครส และควอตซ์ลดลง ส่วนเฟสสปิเนลและแซปไฟริน มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับผลจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1350°C พบว่า เฟสคอร์เดียไรต์มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น โดยยังคงพบสปิเนลเป็นเฟสรอง และไม่พบเฟสอื่นๆที่เคยปรากฏในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C เนื่องจากได้ทำปฏิกิริยาไปจนหมดสิ้นแล้ว ยกเว้นเอนสตาไทต์ที่หลงเหลืออยู่เพียงเล็กน้อย ผลองค์ประกอบเฟสที่ได้กล่าวมานี้บ่งชี้ว่า ณ อุณหภูมิการเผา 1350°C ปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านการบดยังเกิดเป็นคอร์เดียไรต์ได้ไม่สมบูรณ์

กลไกการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์มีความซับซ้อน เนื่องจากทำการสังเคราะห์จากสารตั้งต้นหลายชนิดและคอร์เดียไรต์มีโครงสร้างที่ซับซ้อน ที่ผ่านมามีหลายงานวิจัยที่รายงานการพบ intermediate phase ระหว่างกระบวนการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ เช่น เฟสแซปไฟริน เฟสมัลโลท์ เฟสเอนสตาไทต์







รูปที่ 4.11 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบด ( C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, F = forsterite, E = enstatite, Q = quartz)

ตารางที่ 4.5 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบด

Phase composition (%wt)	Synthesis temperature (°C)		
	1150	1250	1350
Cordierite	0.96	30.63	67.79
Andalusite	58.49	30.03	-
Spinel	7.42	5.44	19.59
Forsterite	13.21	11.84	0.51
Enstatite	13.84	5.29	12.12
Sapphirine	0.06	9.83	-
Cristobalite	0.69	2.49	-
Quartz	2.88	1.25	-

#### 4.2.2.2 ลักษณะเฉพาะของผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบด

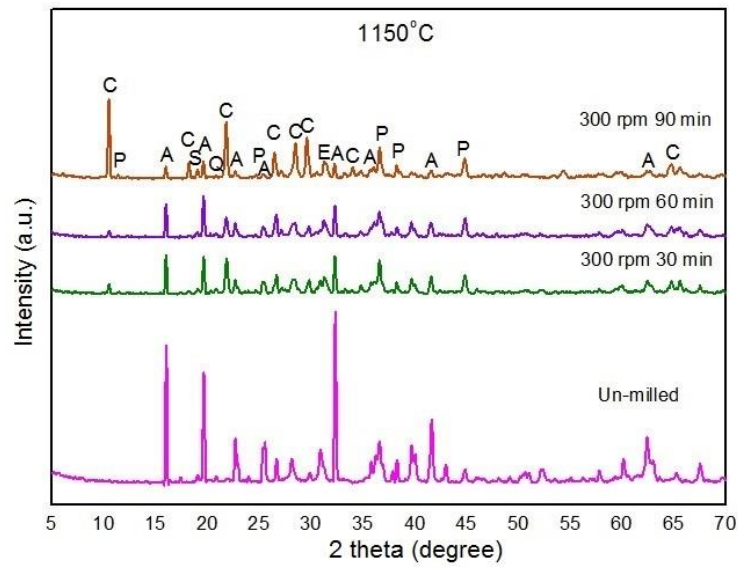
ผลการศึกษาคู่ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากสารที่ผ่านการบดด้วยหม้อบด แพลเนตทารีที่ความเร็วรอบ 300 rpm ทำการบดเป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C ยืนไฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และกำหนดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่า สารผงที่สังเคราะห์ได้จากการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 min เริ่มปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์ โดยความเข้มพีคของเฟสคอร์เดียไรต์สูงขึ้นชัดเจนเมื่อเพิ่มเวลาบดเป็น 60 นาที และเมื่อทำการบดเป็นเวลา 90 นาที ปริมาณคอร์เดียไรต์ได้เพิ่มขึ้นจนเป็นเฟสหลัก เมื่อเปรียบเทียบ ณ อุณหภูมิการสังเคราะห์เดียวกัน ผงที่สังเคราะห์จากสารที่ไม่ผ่านการบดไม่ปรากฏเฟสคอร์เดียไรต์ขึ้นในระบบ แสดงให้เห็นถึงพัฒนาการของการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์จากการนำแรงเชิงกลมารวมใช้ในการกระบวนการสังเคราะห์ อย่างไรก็ตาม ผงที่สังเคราะห์ ณ อุณหภูมินี้จากสารที่ผ่านการบดเป็นเวลา 15-90 นาที ยังคงปรากฏเฟสแอนดาลูไซต์ แซปไฟริน เอนสตาไทต์ ฟอรัสเตอไรต์ สปิเนล และควอตซ์หลงเหลืออยู่ในระบบ เมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบดเป็น 500 rpm (รูปที่ 4.13) และเปรียบเทียบ ณ เวลาที่ใช้ในการบดเท่ากับสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบดความเข้มพีคของเฟสคอร์เดียไรต์จะสูงขึ้นอย่างชัดเจน เฟสคอร์เดียไรต์ได้พัฒนาเพิ่มขึ้นจนเป็นเฟสหลักในผงที่ผ่านการบดโดยใช้ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 60 นาที โดยเมื่อเพิ่มเวลาการบดเป็น 90 นาที แม้ว่าคอร์เดียไรต์จะเป็นเฟสหลัก แต่ก็ยังคงมีเฟสอื่น ได้แก่ สปิเนล แซปไฟริน เอนสตาไทต์ แอนดาลูไซต์ ควอตซ์ และฟอรัสเตอไรต์ ปรากฏหลงเหลืออยู่ในระบบ ตามลำดับ ผลการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสนี้แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนถึงอิทธิพลของการบดด้วยหม้อบดแพลเนตทารีที่มีต่อการเกิดเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ โดยพบว่า การเพิ่มเวลาและความเร็วรอบที่ใช้ในการบดช่วยเสริมการเกิดปฏิกิริยาของแข็งระหว่างสารตั้งต้นได้เป็นอย่างดี

เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1250°C แสดงดังรูปที่ 4.14(a) และ 4.14(b) จากการเปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสระหว่างผงที่สังเคราะห์จากสารที่ไม่ผ่านการบด กับที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที และ 90 นาที พบว่า คอร์เดียไรต์เป็นเฟสหลักในทั้ง 3 ตัวอย่าง โดยผงที่ผ่านการบดจะมีความเข้มพีคของเฟสคอร์เดียไรต์สูงกว่า และความเข้มพีคของเฟสสารตั้งต้นลดลงอย่างเห็นได้ชัด รวมไปถึงเฟสที่เกิดระหว่างการเกิดปฏิกิริยา อันได้แก่ แซปไฟรินและเอนสตาไทต์ ล้วนมีปริมาณลดลงทั้งสิ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่ากระบวนการบดสามารถช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นคอร์เดียไรต์ และเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบดเป็น 500 rpm ทำการบดเป็นเวลา 90 นาที จะปรากฏคอร์เดียไรต์เป็นเฟสหลักและมีสปิเนลเป็นเฟสรองโดยไม่พบเฟสอื่นที่

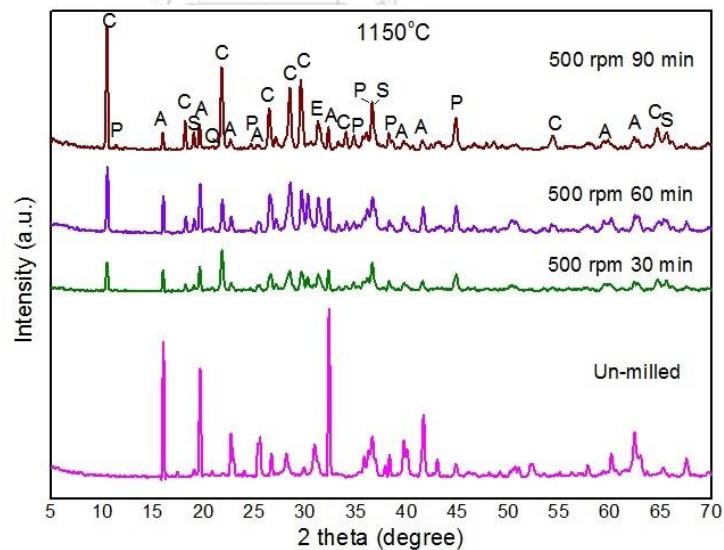
เคยปรากฏจากการสังเคราะห์ที่ผ่านมา แต่อย่างไรก็ตาม ณ การสังเคราะห์สภาวะนี้ พบเฟสเซอร์คอน (zircon :  $ZrSiO_4$ ) เกิดขึ้นในระบบ ซึ่งคาดว่าสาเหตุมาจากการปนเปื้อนของหม้อบดและลูกบดเซอร์โคเนียที่ใช้ในกระบวนการบด เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงเซอร์โคเนียจะทำปฏิกิริยากับซิลิกา และก่อตัวเป็น เซอร์คอน ดังสมการที่ 4.7



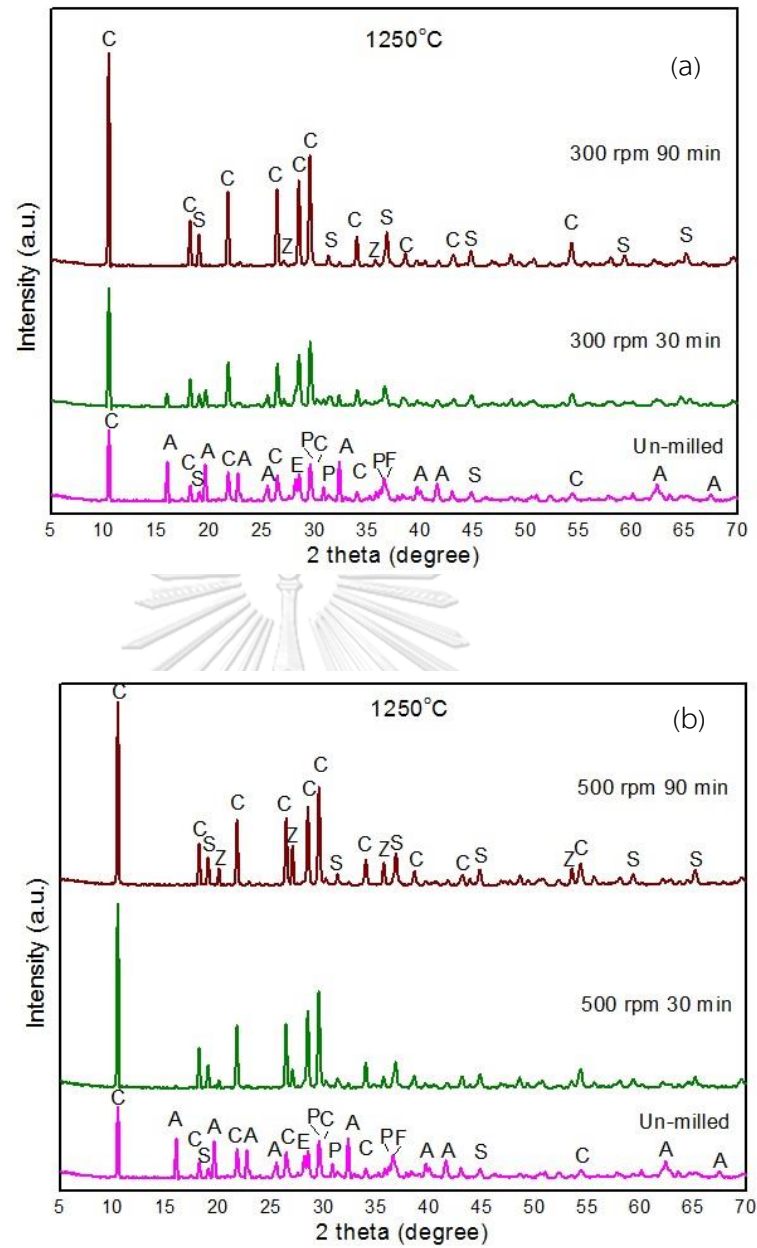
เมื่อพิจารณาอิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์ พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์ จาก  $1150^{\circ}C$  เป็น  $1250^{\circ}C$  และ  $1350^{\circ}C$  ที่สภาวะความเร็วรอบบด 300 rpm เวลา 90 นาที ดังรูปที่ 4.15 (a) คอร์เดียไรต์ปรากฏเป็นเฟสหลักที่มีความเข้มพิกสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์ สูงขึ้น โดยมีสปีเนลปรากฏเป็นเฟสรองในปริมาณเล็กน้อย ในขณะที่ไม่พบเฟสรองอื่น เมื่อพิจารณา รูปที่ 4.15(b) ซึ่งแสดงองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบดสภาวะ 500 rpm 90 นาที เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น  $1250^{\circ}C$  พบว่า คอร์เดียไรต์และสปีเนลมีความเข้มพิกเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่ไม่พบแอนดาลูไซต์และเฟสอื่นที่เคยปรากฏในการสังเคราะห์ที่ผ่านมา แต่อย่างไรก็ตาม เริ่มพบเฟสเซอร์คอนในระบบ ณ สภาวะนี้ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น  $1350^{\circ}C$  พบว่า ความเข้มพิกของเฟสคอร์เดียไรต์ลดลงเล็กน้อย ในขณะที่สปีเนลและเซอร์คอนมีความเข้มพิกเพิ่มสูงขึ้น คาดว่าเนื่องมาจากเฟสเซอร์คอนซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างเซอร์โคเนียและควอตซ์มีส่วน ชัดขวางการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสปีเนลกับควอตซ์



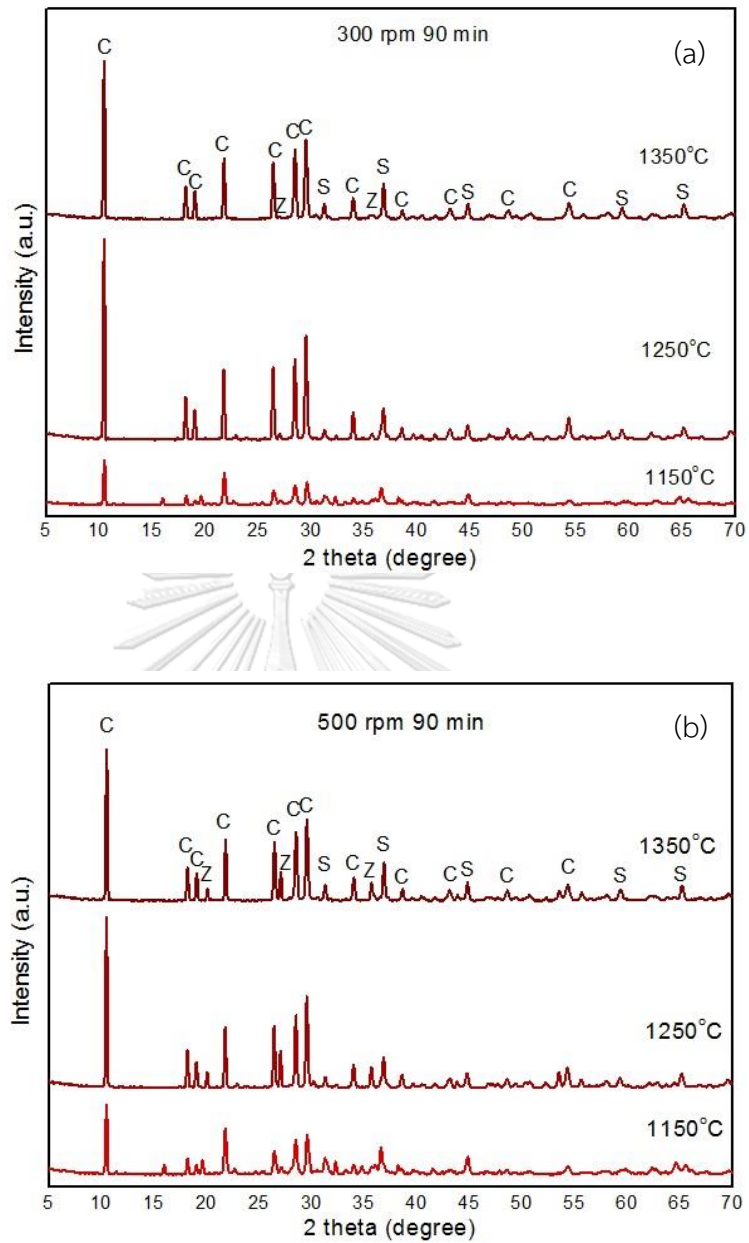
รูปที่ 4.12 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบด ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที (C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphire, E = enstatite, Q = quartz)



รูปที่ 4.13 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบด ที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที (C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphire, E = enstatite, Q = quartz)



รูปที่ 4.14 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ (a) 300 rpm (b) 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที (C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, P = sapphirine, E = enstatite, F = forsterite, Z = zircon)



รูปที่ 4.15 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C จากสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ (a) 300 rpm 90 นาที และ (b) 500 rpm 90 นาที (C = cordierite, S = spinel, Z = zircon)

ตารางที่ 4.6 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 60 และ 90 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10:1

Phase composition (%wt)	Milling condition						
	Un-milled	300 rpm			500 rpm		
		30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min
Cordierite	0.96	5.40	3.60	33.14	20.79	17.33	31.88
Andalusite	58.49	25.48	28.62	10.01	14.90	20.59	8.61
Spinel	7.42	4.53	7.81	2.17	3.16	7.80	3.89
Forsterite	13.21	8.47	4.89	-	2.83	1.06	0.54
Enstatite	13.84	16.49	20.62	22.63	9.66	27.43	17.21
Sapphirine	0.06	27.01	21.76	32.05	28.95	18.57	28.85
Cristobalite	0.69	-	4.47	-	7.81	2.53	7.27
Quartz	2.88	3.76	5.40	-	3.27	4.55	1.05
Periclase	2.45	-	-	-	-	-	-
Clinoenstatite	-	1.20	2.83	-	8.64	0.15	0.70

ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10:1

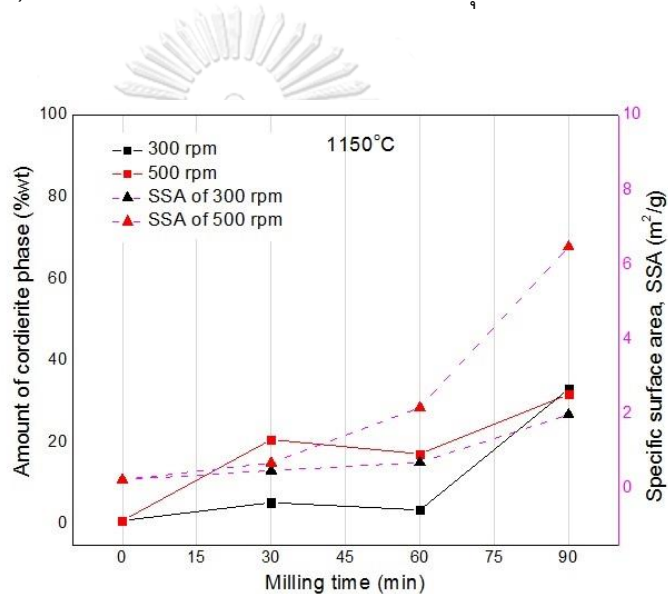
Phase composition (%wt)	Milling condition				
	Un-milled	300 rpm		500 rpm	
		30 min	90 min	30 min	90 min
Cordierite	30.63	53.48	71.89	67.80	67.26
Andalusite	30.03	10.14	0.19	1.01	-
Spinel	5.44	1.45	14.41	10.81	15.58
Forsterite	11.84	1.71	5.46	2.60	5.18
Enstatite	5.29	6.94	0.70	3.41	0.60
Sapphirine	9.83	22.47	3.11	8.23	1.56
Cristobalite	2.49	1.66	0.42	0.29	0.95
Quartz	1.25	0.44	0.05	-	-
Periclase	1.82	-	-	-	-
Clinoenstatite	1.38	1.37	2.98	3.38	3.61
Zircon	-	0.34	0.81	2.46	5.27



ตารางที่ 4.8 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณโดยใช้ Rietveld refinement analysis ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที

Phase composition (%wt)	Milling condition				
	Un-milled	10:1			
		300 rpm		500 rpm	
		30 min	90 min	30 min	90 min
Cordierite	67.787	69.649	87.026	67.704	72.677
Spinel	19.591	18.801	12.327	18.619	16.469
Forsterite	0.507	3.764	0.262	3.289	0.901
Enstatite	12.115	4.965	-	3.478	6.538
Sapphirine	-	-	-	0.53	-
Cristobalite	-	-	-	1.74	-
Clinoenstatite	-	-	-	0.81	-
Zircon	-	2.821	0.385	3.769	3.415

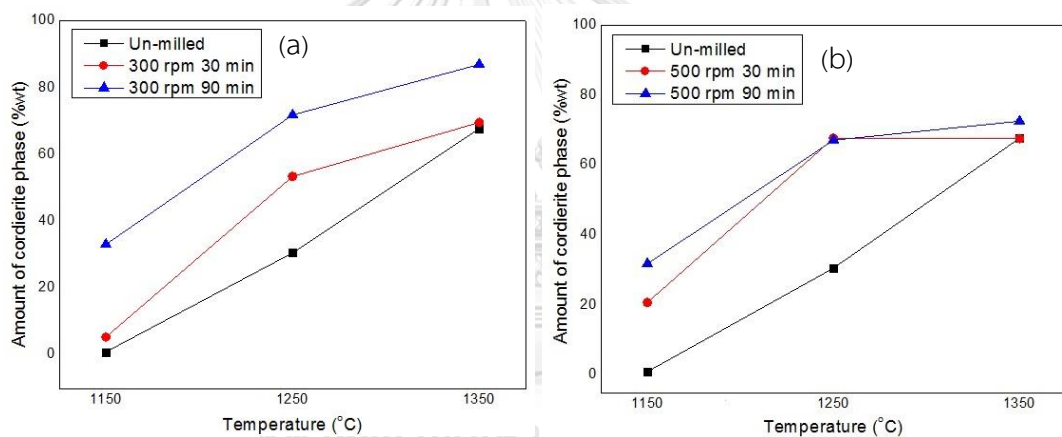
เมื่อพิจารณาผลของสภาวะการบดที่มีต่อการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ ณ อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1150°C จากสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm และ 500 rpm เป็นเวลา 30 ถึง 90 นาที (รูปที่ 4.16) พบว่า ปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดย ณ สภาวะการบด 500 rpm 90 นาทีมีปริมาณคอร์เดียไรต์สูงถึง 31.88 %โดยน้ำหนัก ซึ่งสอดคล้องกับผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตั้งต้นที่ผ่านการบด ณ สภาวะเดียวกัน ที่มีค่ามากที่สุด เท่ากับ  $6.48 \text{ m}^2/\text{g}$  ในขณะที่ผงจากการสังเคราะห์ด้วยสารที่ไม่ผ่านการบดและไม่พบคอร์เดียไรต์ในองค์ประกอบเฟส มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยที่สุด เท่ากับ  $0.25 \text{ m}^2/\text{g}$  ผลจากการตรวจสอบนี้บ่งชี้ว่า การเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำ (1150°C) สามารถพัฒนาได้โดยการนำวิธีการกระตุ้นเชิงกลมารวมใช้ในกระบวนการสังเคราะห์



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบด กับเวลาที่ใช้ในการบด

เมื่อพิจารณาอิทธิพลของการกระตุ้นเชิงกลที่มีต่อการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ในผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C 1250°C และ 1350°C ดังแสดงในรูปที่ 4.17 จะเห็นว่า ผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1250°C นั้น แสดงผลคล้ายคลึงกัน กล่าวคือ ปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มสูงขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการบด เป็นเช่นเดียวกันทั้งในกรณีที่ใช้ความเร็วรอบ 300 rpm (รูปที่ 4.17(a)) และ 500 rpm (รูปที่ 4.17(b)) โดยอัตราการเพิ่มขึ้นของปริมาณเฟสจะมากกว่าอย่างเห็นได้ชัดเมื่อทำการสังเคราะห์ที่ 1250°C นอกจากนี้ ที่ทุกสภาวะการบด ปริมาณเฟสคอร์เดียไรต์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 1150°C เป็น 1250°C ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีว่าพลังงานที่ระบบได้รับเพิ่มขึ้นจากการให้อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่สูงขึ้นนี้จะช่วยพัฒนาการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นและ intermediate phases ได้เป็นเฟสคอร์เดียไรต์ อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาปริมาณเฟส

คอร์เดียไรต์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1350°C จะพบว่าปริมาณเฟสมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยที่ความเร็วรอบ 300 rpm และมีค่าสูงสุดที่ผ่านการบดที่ 90 นาที ในขณะที่ ปริมาณเฟสคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับผลที่อุณหภูมิ 1250°C โดยการลดลงนี้มีแนวโน้มชัดเจนมากขึ้นเมื่อบดเป็นเวลานานขึ้นและบดด้วยความเร็วรอบสูงขึ้น โดยเฉพาะที่ความเร็วรอบ 500 rpm สาเหตุเนื่องมาจากการมีเซอร์โคเนียเจือปนเข้ามาในระบบเมื่อทำการบดโดยใช้หม้อบดและลูกบดเซอร์โคเนียที่สภาวะรุนแรง เซอร์โคเนียจะร่วมทำปฏิกิริยากับควอตซ์เกิดเป็นเฟสเซอร์คอนร่วมอยู่ในระบบ และทำให้ควอตซ์ซึ่งเป็นที่ต้องการในการทำปฏิกิริยาเกิดเป็นคอร์เดียไรต์มีปริมาณลดลง จากการศึกษาจนถึงขั้นนี้ ทำให้ได้ข้อสรุปว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ในงานวิจัยนี้ จากการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเท่ากับ 10 ต่อ 1 คือการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 90 นาที และทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C



รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสคอร์เดียไรต์กับอุณหภูมิการสังเคราะห์ ในผงที่สังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ (a) 300 rpm และ (b) 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที

เมื่อพิจารณาพลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างการบด ณ สภาวะการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm และ 500 rpm ใช้เวลาในการบด 15 30 60 และ 90 นาที พบว่าพารามิเตอร์ทางจลนศาสตร์จากการบดด้วยหม้อบดแพลนเตทารีที่คำนวณโดยใช้โมเดลของ Burgio และคณะ<sup>[39]</sup> ดังที่แสดงในตารางที่ 4.9 พลังงานการชนของลูกบด (ball impact energy,  $\Delta E_b$ ) และความถี่การชนของลูกบด (ball impact frequency,  $V_f$ ) ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเร็วรอบในการบด ขนาดและชนิดของลูกบด รวมถึงค่าอัตราส่วนของลูกบดต่อสารโดยน้ำหนัก<sup>[41, 60]</sup> จากข้อมูลในตารางจะเห็นว่าพลังงานการชนต่อครั้ง (ball impact energy,  $\Delta E_b$ ) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.12 mJ/hit เป็น 11.44 mJ/hit และความถี่ในการชนต่อลูกบดมีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $6.15 \text{ s}^{-1}$  เป็น  $10.25 \text{ s}^{-1}$  เมื่อความเร็วรอบในการบดเพิ่มขึ้นจาก 300 rpm เป็น 500 rpm และเนื่องจากอัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็นพารามิเตอร์ที่มีค่าแปรผันตามจำนวนลูกบดที่ใช้ ( $N_b$ ) และความถี่ในการชน เมื่อนำข้อมูลจากที่ใช้ในงานวิจัยมาคำนวณ ความถี่ในการชนของลูกบดทั้งหมด ( $V_f$ ) ที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ในงานวิจัยนี้จะเท่ากับ  $4364.37 \text{ s}^{-1}$  และ  $7274.66 \text{ s}^{-1}$  ตามลำดับ นอกจากนี้ พลังงานจลน์สะสมที่ใช้ในการบด (cumulative kinetic energy,  $E_{cum}$ ) ซึ่งมีค่าแปรผันตามพลังงานการชนและความถี่ในการชนรวมไปถึงเวลาที่ใช้บด ในขณะที่แปรผกผันกับน้ำหนักของสารที่นำมาบด สามารถคำนวณได้จากข้อมูลในงานวิจัยและพบว่า ณ สภาวะการบดที่ใช้ความเร็วรอบ 300 rpm เมื่อเพิ่มเวลาบดจาก 15 เป็น 90 นาที พลังงานจลน์สะสมที่ค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.54 kJ/g เป็น 3.24 kJ/g และที่ความเร็วรอบ 500 rpm พลังงานจลน์สะสมในการบดจะมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 2.50 kJ/g เป็น 14.98 kJ/g พลังงานจลน์สะสมที่มีค่าเพิ่มขึ้นนี้จะส่งผลเพิ่มความสามารถในการลดขนาดอนุภาคและเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของสารในกระบวนการบด ความสัมพันธ์ของพลังงานจลน์สะสม ( $E_{cum}$ ) กับพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบดที่ความเร็วรอบและเวลาในการบดที่แตกต่างกัน สามารถแสดงสรุปให้เห็นดังรูปที่ 4.18

ตารางที่ 4.9 ตัวแปรทางจลนศาสตร์ระหว่างกระบวนการบดที่คำนวณได้ในงานวิจัยนี้ เปรียบเทียบที่สภาวะการบดแตกต่างกัน (อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสาร เท่ากับ 10 ต่อ 1)

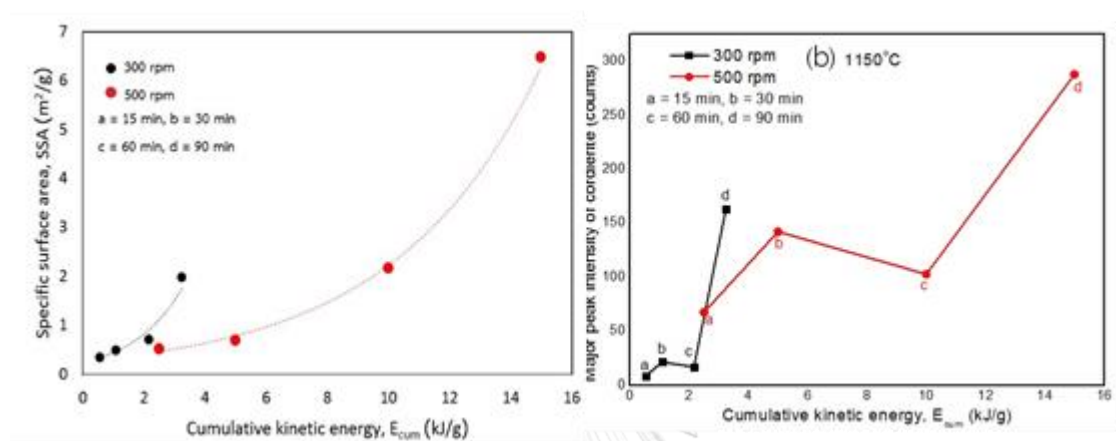
Ball-powder weight ratio (BPR)	Milling speed, $W_p$ (rpm)	Milling time, $t$ (min)	Ball impact energy, $\Delta E_b$ (mJ/hit)	Ball impact frequency, $V_t$ ( $s^{-1}$ )	Cumulative kinetic energy, $E_{cum}$ (kJ/g)	Specific surface area ( $m^2/g$ )
10:1 (Nb=710 pcs)	300	15	4.12	4364.37	0.54	0.35
		30			1.08	0.5
		60			2.16	0.72
		90			3.24	1.99
	500	15	11.44	7274.66	2.50	0.52
		30			4.99	0.70
		60			9.99	2.18
		90			14.98	6.48

จากรูปที่ 4.18 พื้นที่ผิวจำเพาะของสารเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการบดเพิ่มจาก 15 30 60 เป็น 90 นาที โดยลักษณะการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวและเวลาการบดนี้มีความสัมพันธ์แบบเอกซิโพเนนเชียล โดยความสัมพันธ์ดังกล่าวปรากฏในรูปแบบเดียวกันทั้งที่ความเร็วรอบ 300 rpm และ 500 rpm โดยที่ความเร็วรอบที่ 300 rpm เมื่อบดเป็นเวลา 15 นาที เทียบกับ 90 นาที พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมเพิ่มขึ้นจากก่อนบดซึ่งมีค่า  $0.25 m^2/g$  เป็น  $0.35 m^2/g$  และ  $1.99 m^2/g$  ตามลำดับ หรือกล่าวได้ว่าเพิ่มขึ้น 1.4 เท่า และ 8 เท่าจากก่อนบด จากการคำนวณหาอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะที่เพิ่มขึ้นกับพลังงานในการบดที่เพิ่มขึ้น พบว่ามีค่าประมาณ 1 เมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบดเป็น 500 rpm พื้นที่ผิวจำเพาะได้เพิ่มขึ้นจากก่อนบดซึ่งมีค่า  $0.25 m^2/g$  เป็น  $0.52 m^2/g$  และ  $6.48 m^2/g$  คิดเป็นเพิ่มขึ้นประมาณ 2 เท่า และ 26 เท่า เมื่อคำนวณอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะที่เพิ่มขึ้นกับพลังงานในการบดพบว่ามีค่าประมาณ 2 และเมื่อเปรียบเทียบความเข้มฟลักซ์หลักของคอร์เดียไรต์ในผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่  $1150^\circ C$  จากสารที่ผ่านการบดและถูกกระตุ้นด้วยแรงเชิงกลในระดับต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.18(b) พบว่าความเข้มฟลักซ์หลักของเฟสคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามแรงเชิงกลที่สารผสมได้รับในระหว่างกระบวนการบด ผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับความสัมพันธ์ในรูปที่ 4.18(a) ซึ่งพื้นที่ผิวของสารผสมก็มีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน ความสัมพันธ์

ระหว่างพลังงานที่สารผสมได้รับระหว่างกระบวนการบดกับพื้นที่ผิวจำเพาะสามารถประมาณและแสดงเป็นสมการความสัมพันธ์ ดังนี้

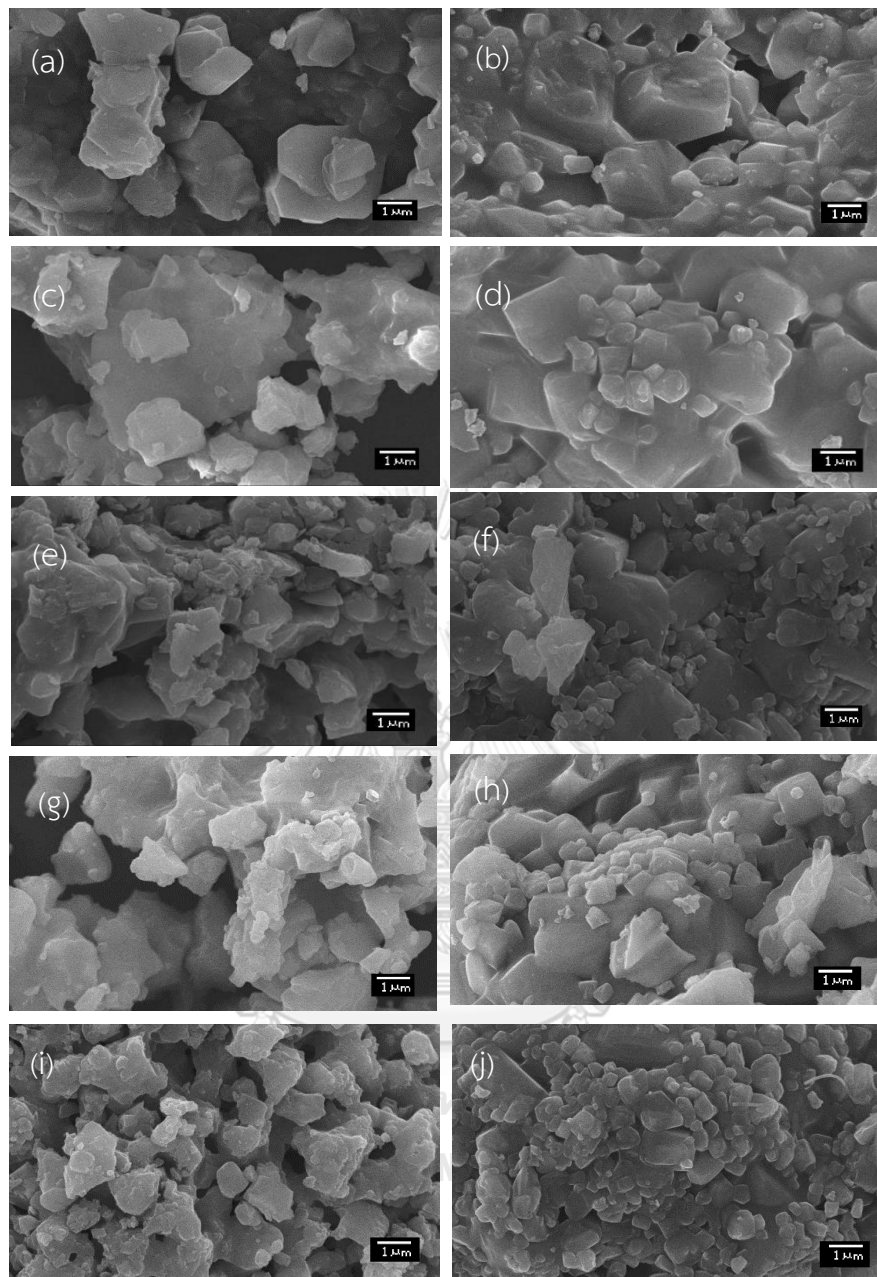
$$\text{ที่ความเร็วรอบ 300 rpm : } SSA = 0.24E_{cum} e^{0.6} \quad \text{สมการที่ 4.6}$$

$$\text{ที่ความเร็วรอบ 500 rpm : } SSA = 0.28E_{cum} e^{0.2} \quad \text{สมการที่ 4.7}$$



รูปที่ 4.18(a) ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะกับพลังงานจลน์สะสมในการบด ( $E_{cum}$ ) เมื่อบดด้วยความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm และ (b) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มพีคหลักของเฟสคอร์เดียไรต์ในผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C กับค่าพลังงานจลน์สะสมในการบด ( $E_{cum}$ ) เมื่อบดด้วยความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm

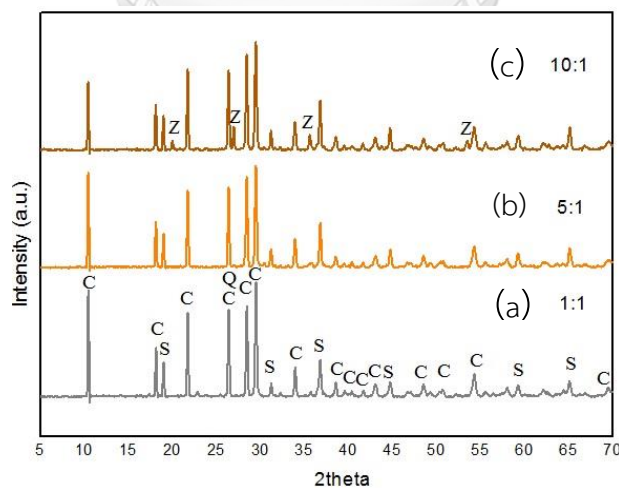
รูปที่ 4.19 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบดและที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที จะเห็นว่า โครงสร้างจุลภาคของผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250°C และ 1350°C มีแนวโน้มเช่นเดียวกัน นั่นคือ ผงที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กลงเมื่อผ่านการบดและผ่านการบดเป็นเวลานานขึ้น โดยผงที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบดสภาวะ 300 rpm 90 นาที มีขนาดอยู่ในช่วง 0.3-3 ไมครอน โครงสร้างจุลภาคของผงที่เตรียมโดยผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm ก็แสดงแนวโน้มเช่นเดียวกันกับผงที่ผ่านการบดโดยใช้ความเร็วรอบ 300 rpm นั่นคือ อนุภาคมีขนาดเล็กลงเมื่อบดเป็นเวลานานขึ้น



รูปที่ 4.19 โครงสร้างจุลภาคของผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (ภาพซ้าย) 1250°C (ภาพขวา) 1350°C (a และ b) จากสารผสมที่ไม่ผ่านการบด (c และ d) ผ่านการบด 300 rpm 30 นาที (e และ f) 300 rpm 90 นาที (g และ h) ผ่านการบด 500 rpm 30 นาที และ (i และ j) 500 rpm 90 นาที

#### 4.2.3 อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสาร

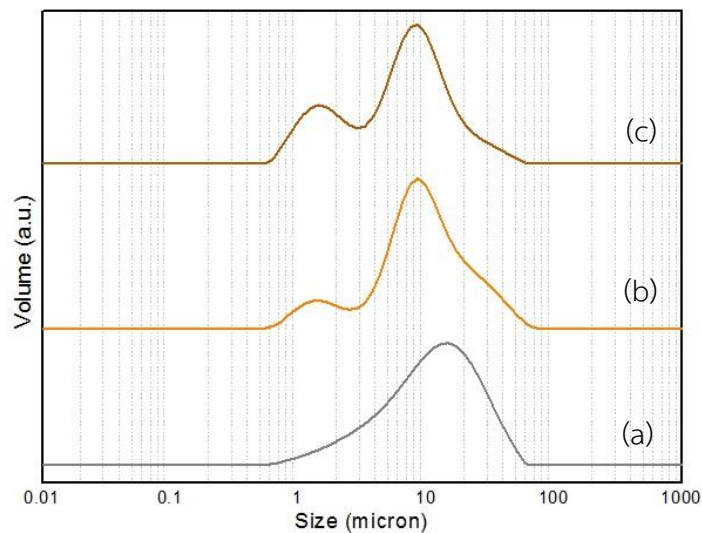
ในหัวข้อที่ 4.2.2.2 จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารผสมที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ใช้เวลาในการบดต่างกัน เผาที่อุณหภูมิ 1350°C พบเฟสเซอร์คอนจากการปนเปื้อนเซอร์โคเนียในระหว่างกระบวนการบด ซึ่งกระบวนการบดในหัวข้อที่ผ่านมาใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารต่อลูกบดเท่ากับ 10:1 จึงได้ตั้งสมมติฐานว่าอัตราส่วนดังกล่าวอาจไม่เหมาะสมต่อสภาวะการบดในงานวิจัยนี้ เกิดการเสียดสีระหว่างลูกบดกับลูกบดและลูกบดกับหม้อบดจนมีเซอร์โคเนียเจือปนมาในระบบ งานวิจัยในหัวข้อนี้ จึงได้ทำการบดสารผสมโดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็น 1:1 และ 5:1 โดยเลือกทำการศึกษาสภาวะการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที และนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เวลาขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มความร้อน 5°C/min จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่า เมื่อลดอัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารจาก 10:1 เป็น 5:1 และ 1:1 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเท่ากับ 1:1 คอร์เดียไรต์ปรากฏเป็นเฟสหลัก สปิเนลเป็นเฟสรอง และพบควอตซ์อยู่เล็กน้อย เมื่อปรับอัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็น 5:1 คอร์เดียไรต์ก็ยังคงปรากฏในระบบเป็นเฟสหลัก แต่พบว่าความเข้มพีคของเฟสสปิเนลเพิ่มขึ้น เนื่องจากการบดมีประสิทธิภาพมากขึ้นตามปริมาณลูกบดที่เพิ่มขึ้น และที่สำคัญคือ ไม่พบเฟสเซอร์คอนในผงที่สังเคราะห์จากสารผสมที่บดโดยใช้ทั้งสองอัตราส่วนนี้ ดังแสดงในรูปที่ 4.20



รูปที่ 4.20 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารที่ผ่านการบด 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ (a) 1:1 (b) 5:1 และ (c) 10:1



รูปที่ 4.21 แสดงอิทธิพลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารที่มีต่อการกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมหลังบด พบว่า ลักษณะการกระจายขนาดของสารผสมที่บดด้วยอัตราส่วนลูกบดต่อสาร 1:1 เป็นแบบ monomodal มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) เท่ากับ 12.48 ไมครอน ในขณะที่การกระจายขนาดของสารผสมที่บดด้วยอัตราส่วนลูกบดต่อสาร 5:1 และ 10:1 มีลักษณะเป็นแบบ bimodal ที่มีสัดส่วนของอนุภาคขนาดเล็กช่วง 0.5-3 ไมครอน เพิ่มขึ้นเมื่อสัดส่วนปริมาณลูกบดเพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) ของสารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร 5:1 เท่ากับ 9.71 ไมครอน นอกจากนี้ พื้นที่ผิวเฉพาะและการกระจายขนาดอนุภาคของสารที่บดโดยใช้สัดส่วนปริมาณลูกบดต่างกัน แสดงในตารางที่ 4.10



รูปที่ 4.21 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร เท่ากับ (a) 1:1 (b) 5:1 และ (c) 10:1 ทำการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดย น้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารต่างกัน

อัตราส่วนของลูกบดต่อสาร	พื้นที่ผิว จำเพาะ (m <sup>2</sup> /g)	D <sub>10</sub> (µm)	D <sub>50</sub> (µm)	D <sub>90</sub> (µm)
1:1	0.26	3.31	12.48	31.38
5:1	0.33	2.41	9.71	27.69
10:1	0.50	1.42	7.45	18.85

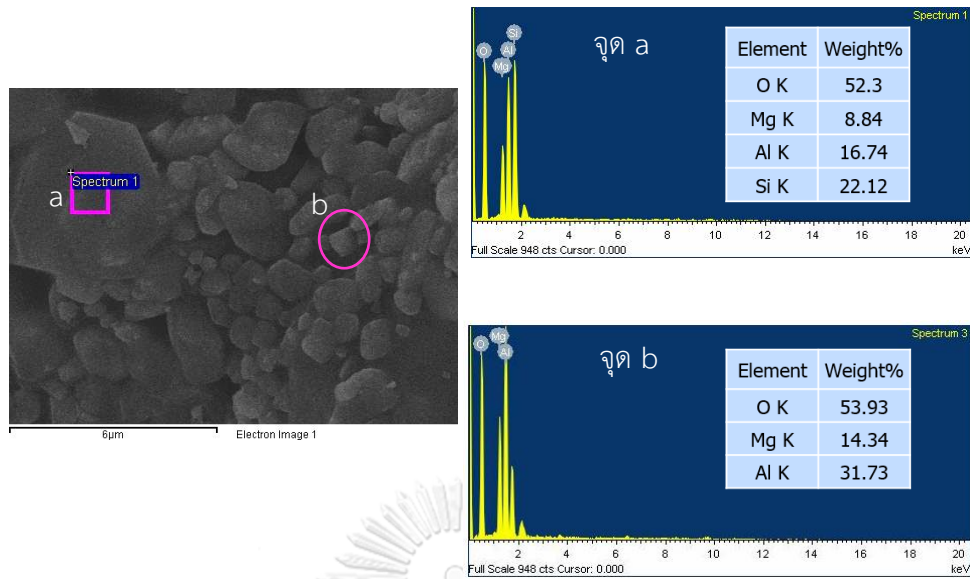
เมื่อพิจารณาขนาดเฉลี่ยและพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมที่บดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm 30 นาที ที่ใช้อัตราส่วนของลูกบดต่อสารต่างกัน (ตารางที่ 4.10) ควบคู่กับผลองค์ประกอบเฟสของผง ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C (รูปที่ 4.20) พบว่า สารผสมที่บดโดยใช้อัตราส่วน 1:1 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย (D<sub>50</sub>) มากสุดเท่ากับ 12.48 ไมครอน และพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยสุดเท่ากับ 0.26 m<sup>2</sup>/g ในขณะที่สารที่บดโดยใช้อัตราส่วน 5:1 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 9.71 ไมครอน และพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 0.33 m<sup>2</sup>/g จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสพบว่าความเข้มข้นหลักของเฟสคอร์เดียไรต์ของผงที่เตรียมจากสารที่บดด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 1:1 มีค่าสูงกว่าเล็กน้อย แต่อย่างไรก็ตาม การบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดและสารเท่ากับ 5:1 ยังคงมีความน่าสนใจเนื่องจากบดได้ขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า และผลองค์ประกอบเฟสก็ใกล้เคียงผลที่อัตราส่วนเท่ากับ 1:1 เป็นอย่างมาก และไม่พบเฟสเซอร์คอนที่สถานะนี้ จากการวิเคราะห์ผลที่ได้กล่าวมาข้างต้น การศึกษาในขั้นตอนต่อไปจึงทำการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร เท่ากับ 5:1 กำหนดความเร็วรอบในการบด 300 rpm และบดเป็นเวลา 30 นาที

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C ที่ผ่านการบดที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็น 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 0.5 – 5 ไมครอน และจากการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วย EDX (รูปที่ 4.22) ที่ตำแหน่ง a พบธาตุออกซิเจน 52.3 % แมกนีเซียม 8.84 % อะลูมิเนียม 16.74 % และซิลิกอน 22.12 % โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นองค์ประกอบของคอร์เดียไรต์ และที่ตำแหน่ง b พบธาตุออกซิเจน 53.93 % แมกนีเซียม 14.34 % อะลูมิเนียม 31.73 % โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นองค์ประกอบของสปิเนล

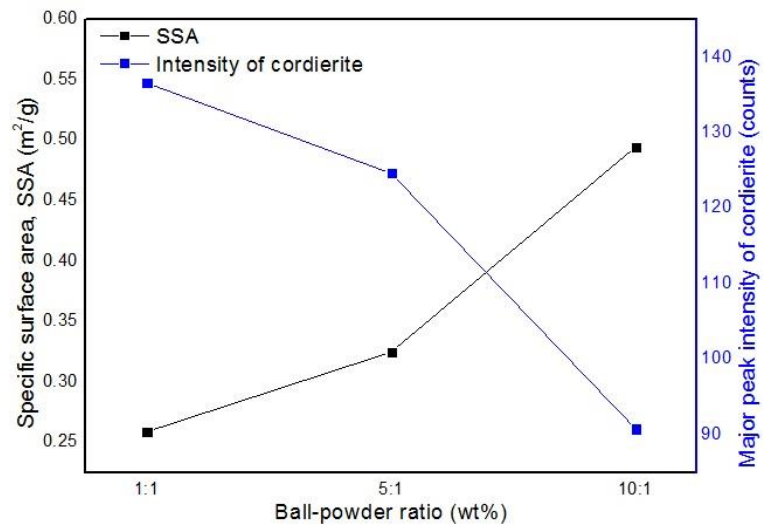
ตารางที่ 4.11 ตัวแปรทางจลนศาสตร์ระหว่างกระบวนการบดที่คำนวณได้ในงานวิจัยนี้ เปรียบเทียบที่ความเร็วรอบ 300 rpm 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารที่แตกต่างกัน

Ball-powder weight ratio (BPR)	Number of balls (pcs)	Milling speed, $W_p$ (rpm)	Milling time, $t$ (min)	Ball impact energy, $\Delta E_b$ (mJ/hit)	Ball impact frequency, $V_t$ ( $s^{-1}$ )	Cumulative kinetic energy, $E_{cum}$ (kJ/g)	Specific surface area ( $m^2/g$ )
1:1	73	300	30	4.120	448.73	0.11	0.26
5:1	360				2212.92	0.55	0.33
10:1	710				4364.37	1.08	0.50

จากตารางที่ 4.11 เมื่อพิจารณาพลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างการบด ณ สภาวะการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนของลูกบดต่อสารที่แตกต่างกัน คือ 1:1 5:1 และ 10:1 พบว่าตัวแปรทางจลนศาสตร์จากกระบวนการบด ได้แก่ พลังงานการชน ( $\Delta E_b$ ) มีค่าเท่ากัน คือ มีค่า 4.12 mJ/hit ในขณะที่ความถี่การชนมีค่าแปรผันตามอัตราส่วนของลูกบดต่อสารที่เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาที่อัตราส่วน 1:1 พบว่าความถี่การชนมีค่าเท่ากับ  $448.73 s^{-1}$  เมื่อปรับเปลี่ยนอัตราส่วนเป็น 5:1 ความถี่การชนมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น  $2212.73 s^{-1}$  และมีค่ามากที่สุดเท่ากับ  $4364.37 s^{-1}$  เมื่อปรับเปลี่ยนอัตราส่วนเป็นเท่ากับ 10:1 ซึ่งส่งผลทำให้พลังงานจลน์สะสมมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นด้วย โดยเพิ่มขึ้นจาก 0.11 เป็น 0.55 และ 1.08 kJ/g ตามลำดับ การที่พลังงานจลน์สะสมมีค่ามากจะส่งผลให้สภาวะการบดสารมีความรุนแรงขึ้น และส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 0.26 0.33 และ 0.50  $m^2/g$  ตามลำดับ จากที่กล่าวมาทั้งหมดในหัวข้อนี้ อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสาร ที่มีต่อความเข้มพีคหลักของเฟสคอร์เดียไรต์ในผงหลังการสังเคราะห์ และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบด สามารถแสดงสรุปได้ดังรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมี ตรวจสอบด้วยเทคนิค energy dispersive x-ray analysis (EDX) ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากผ่านการบดที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเป็น 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะของสารผสมหลังการบดและความเข้มพีคหลักของเฟสคอร์เดียไรต์ในผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กับอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร (บดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที)

#### 4.2.4 สมบัติทางกายภาพ ความแข็งแรง และโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์

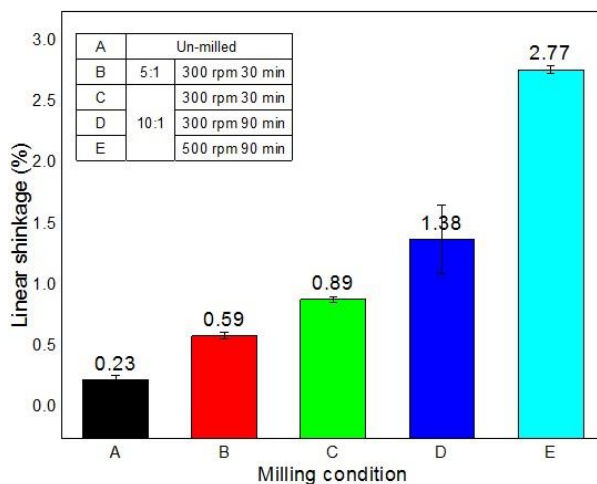
งานวิจัยในส่วนนี้ เริ่มจากการนำสารผสมที่ผ่านการบดในสภาวะต่างๆ มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงาน ก่อนจะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที่ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพและความแข็งแรง ได้แก่ การหดตัว ความหนาแน่น ความแข็งแรงดัด โดยค่าที่ตรวจสอบได้แสดงดังตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 สมบัติทางกายภาพและความแข็งแรงดัดของผลิตภัณฑ์ ที่เตรียมจากสารผสมที่ผ่านการบด ณ สภาวะที่แตกต่างกัน

Abbrev.	Milling condition		Linear shrinkage (%)	Bulk density (g/cm <sup>3</sup> )	Apparent porosity (%)	Flexural strength (MPa)
a	Un-milled		0.23	1.71	45.93	1.43
b	5:1	300 rpm 30 min	0.59	1.56	42.52	1.71
c	10:1	300 rpm 30 min	0.89	1.56	51.26	2.69
d		300 rpm 90 min	1.38	1.49	53.01	5.47
e		500 rpm 90 min	2.77	1.47	54.07	13.07

##### 4.2.4.1 การหดตัว

การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบดที่สภาวะแตกต่างกัน พบว่าชิ้นงานมีค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) อยู่ในช่วง 0.23-2.77 เปอร์เซ็นต์ โดยชิ้นงานที่เตรียมจากสารผสมที่ไม่ผ่านการบดซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) เท่ากับ 14.50 ไมครอน มีการหดตัวน้อยที่สุด ชิ้นงานที่มีการหดตัวมากที่สุดคือ ชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่บดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10:1 ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที ซึ่งสารผสมหลังบดมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $D_{50}$ ) เท่ากับ 1.07 ไมครอน และพบว่า การหดตัวมีค่ามากขึ้นเมื่อชิ้นงานเตรียมจากสารที่ผ่านการบดในสภาวะรุนแรง ซึ่งสภาวะดังกล่าวจะส่งผลโดยตรงกับขนาดของอนุภาคสารผสม เมื่ออนุภาคมีขนาดเล็กลงพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างอนุภาคจะเพิ่มมากขึ้นและเมื่อชิ้นงานได้รับความร้อนอนุภาคเหล่านั้นจะเกิดปฏิกิริยาได้มากกว่าจึงเกิดการหดตัวมากกว่า



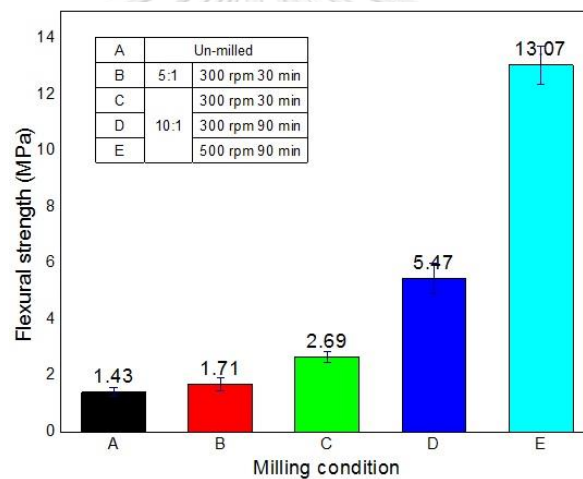
รูปที่ 4.24 การหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

#### 4.2.4.2 ความหนาแน่นและรูพรุนปรากฏ

จากการตรวจสอบความหนาแน่นบัลค์ของผลิตภัณฑ์ พบว่า ความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์จากงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ในช่วง 1.47-1.71 g/cm<sup>3</sup> โดยชิ้นงานที่มีค่าความหนาแน่นน้อยที่สุดคือ ชิ้นงานที่เตรียมด้วยสารที่ผ่านการบดด้วยอัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 10:1 ที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที หรือสภาวะการบด e ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นมากที่สุดคือชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ไม่ผ่านการบดหรือชิ้นงาน a สาเหตุที่เป็นเช่นนี้อาจมีผลมาจากขนาด รูปร่างและลักษณะการกระจายขนาดของอนุภาคซึ่งมีความสำคัญต่อการจัดเรียงตัว (packing) ของอนุภาคขณะอัดขึ้นรูป และส่งผลต่อค่าความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ (green density) สารที่ไม่ผ่านการบดซึ่งมีขนาดที่ใหญ่และมีรูปร่างแบบ irregular จะมีความสามารถในการอัดตัวได้น้อยกว่า แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะมีค่าความหนาแน่นมากกว่าอนุภาคขนาดเล็กเมื่อเปรียบเทียบที่ปริมาตรเดียวกัน และในบางกรณีอนุภาคที่มีลักษณะรูปร่างเป็นเหลี่ยมจะช่วยเติมเต็มช่องว่างระหว่างอนุภาคได้ดีกว่า จึงทำให้ค่าความหนาแน่นหลังเผาสูงกว่า ในขณะที่สารที่บดด้วยสภาวะการบด e มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย (D<sub>50</sub>) เล็กที่สุด เท่ากับ 1.07 ไมครอน และมีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคในรูปแบบ trimodal ที่กว้างมากโดยกระจายในช่วง 0.03 -10.5 ไมครอน จึงอาจทำให้การจัดเรียงตัวของอนุภาคขนาดเล็กและมีรูปร่างกลมมน เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคมากกว่า ผลการตรวจสอบความหนาแน่นดังที่กล่าวมาข้างต้นมีความสอดคล้องกับค่ารูพรุนปรากฏของชิ้นงาน นั่นคือ รูพรุนปรากฏมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความหนาแน่นลดลง นอกจากนี้สาเหตุที่รูพรุนมีค่าเพิ่มมากขึ้น อาจเกิดมาจากการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนเฟสที่เกิดขึ้นในระบบเนื่องจากว่าปริมาณเฟสที่เปลี่ยนแปลงอาจจะส่งผลให้เกิดการขยายตัวเชิงปริมาตรขึ้นได้ เช่น การเปลี่ยนแปลงเชิงปริมาตรของแอนดาลูไซต์<sup>[61]</sup>

#### 4.2.4.3 ความแข็งแรงดัด

ความแข็งแรงดัดของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด a – e และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1350°C เวลาขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/min แสดงในรูปที่ 4.25 ความแข็งแรงดัดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อพลังงานในการบดเพิ่มมากขึ้นความแข็งแรงดัดของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ไม่ผ่านการบดมีค่า 1.43 MPa เพิ่มเป็น 5.47 MPa ในชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด d ขนาดอนุภาคที่ลดลงส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างอนุภาคในสารผสมเพิ่มมากขึ้นช่วยเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคและก่อให้เกิดเฟสเซอร์เคียไรต์ แต่อย่างไรก็ตามที่สภาวะการบดที่ c d และ e พบเฟสเซอร์คอนซันในระบบโดยปริมาณของเซอร์คอนเพิ่มขึ้นเมื่อความรุนแรงในการบดเพิ่มขึ้น ความแข็งแรงของชิ้นงานจึงเพิ่มขึ้น และมีค่ามากที่สุดในชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด e ซึ่งมีค่าเท่ากับ 13.07 MPa



รูปที่ 4.25 ความแข็งแรงดัดของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด ณ สภาวะการบดที่แตกต่างกัน

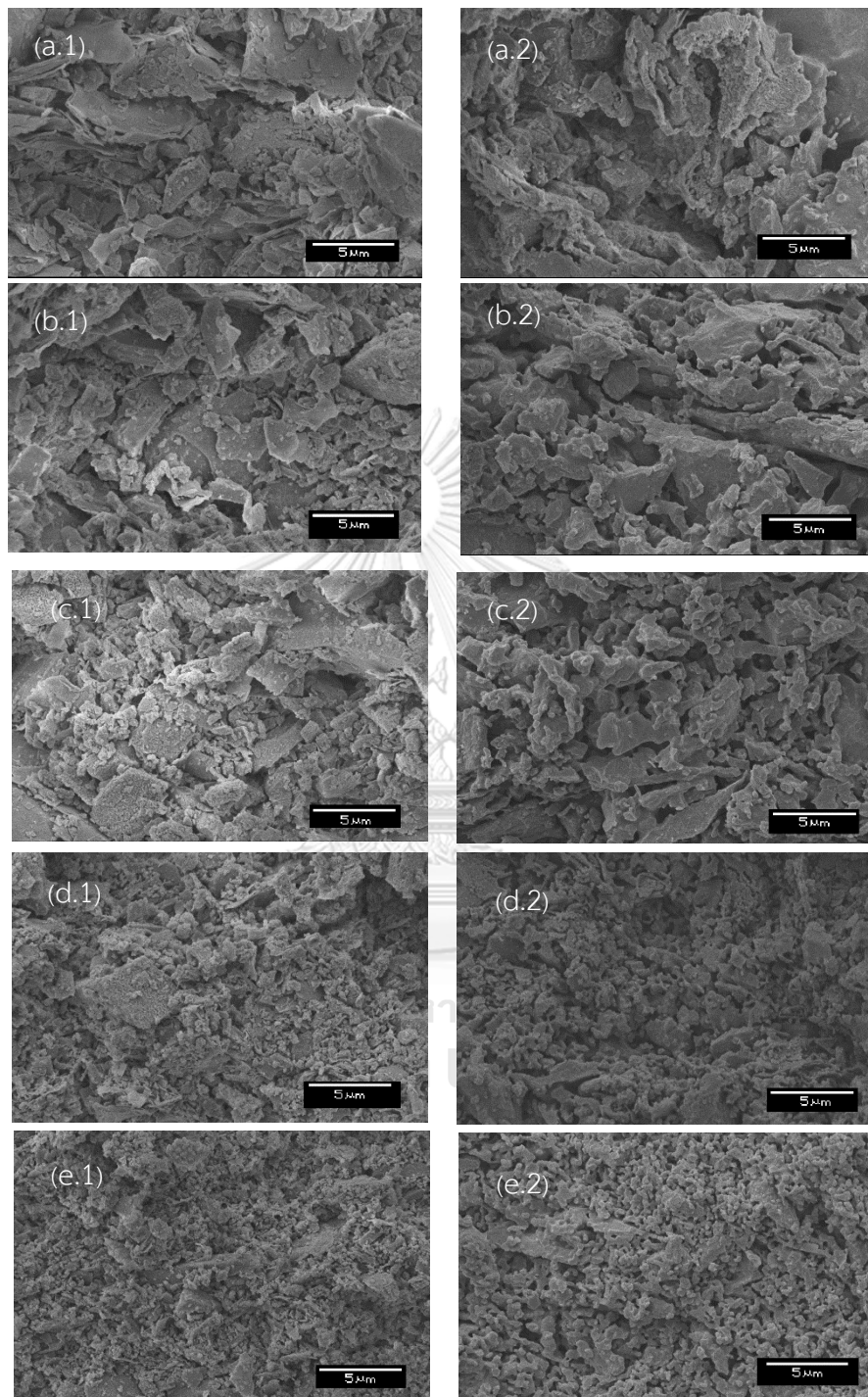
นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของการเผาเพิ่มเติมโดยทำการเผาที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 1150°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 2°C/min เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและปล่อยให้เย็นตัวลงในเตา จากนั้นทำการเผาอีกครั้งโดยเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1350°C กำหนดเวลายืนไฟ 2 ชั่วโมง และอัตราการให้ความร้อน 5°C/min ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและความแข็งแรงตัดแสดงสรุปในตารางที่ 4.13

ตารางที่ 4.13 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานคอร์เดียวไรต์หลังเผา 2 ครั้งที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที ที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบด ณ สภาวะที่แตกต่างกัน

Abbrev.	Milling condition		Linear shrinkage (%)	Bulk density (g/cm <sup>3</sup> )	Apparent porosity (%)	Flexural strength (MPa)
a	Un-milled		0.79	1.84	40.43	13.37
b	5:1	300 rpm 30 min	0.99	1.67	44.42	34.01
c	10:1	300 rpm 30 min	1.04	1.62	45.60	40.50
d		300 rpm 90 min	2.81	1.60	47.18	36.56
e		500 rpm 90 min	3.63	1.53	46.09	41.96

จากการตรวจสอบพบว่าวิธีการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพ โดยหลังจากเผาชิ้นงาน 2 ครั้ง พบว่า ชิ้นงานที่สภาวะการบด a-e มีการหดตัวเพิ่มมากขึ้น อยู่ในช่วง 0.79-3.63 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเปรียบเทียบความหนาแน่นหลังเผาของชิ้นงานที่ผ่านการเผาสองครั้งกับชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบปกติที่สภาวะการบดเดียวกัน พบว่า ความหนาแน่นได้พัฒนาเพิ่มมากขึ้นจากการเผาสองครั้ง โดยชิ้นงานที่บดด้วยสภาวะการบด a มีความหนาแน่นเพิ่มจาก 1.71g/cm<sup>3</sup> เป็น 1.84 g/cm<sup>3</sup> และปริมาณรูพรุนปรากฏลดลงจาก 45.93เปอร์เซ็นต์ เป็น 40.43 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ชิ้นงานที่บดด้วยสภาวะการบด e มีความหนาแน่นเพิ่มจาก 1.47 g/cm<sup>3</sup> เป็น 1.53 g/cm<sup>3</sup> และปริมาณรูพรุนปรากฏลดลงจาก 54.07 เปอร์เซ็นต์ เป็น 46.09 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเกิดการเชื่อมกันระหว่างอนุภาคในกระบวนการเผาผนึกเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสังเกตได้จากโครงสร้างจุลภาคดังแสดงในรูปที่ 4.26



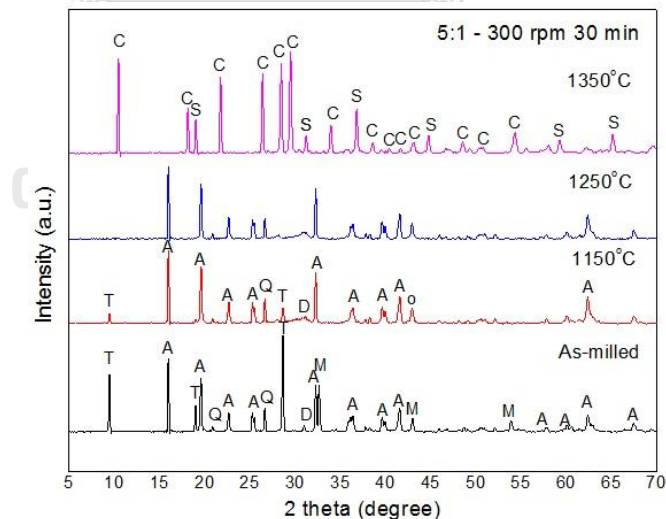


รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคของภาคตัดขวางของชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ผ่านการบดที่สภาวะการบด a – e (a.1-e.1) เผาที่อุณหภูมิ 1350°C และ (a.2-e.2) เผาที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1350°C

#### 4.3 ผลของสารตัวเติมต่อการเกิดเฟส

จากหัวข้อที่ผ่านมาผู้วิจัยได้คัดเลือกสภาวะการบดที่ให้ผลดีที่สุดมาใช้ในการศึกษาอิทธิพลของการเติมสารตัวเติมโซเดียมเตตระโบเรตแอนไฮไดรด์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) ที่ปริมาณ 0.5-1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สารผสมที่ได้เติมสารตัวเติมจะผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 ความเร็วรอบในการบด 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1250°C

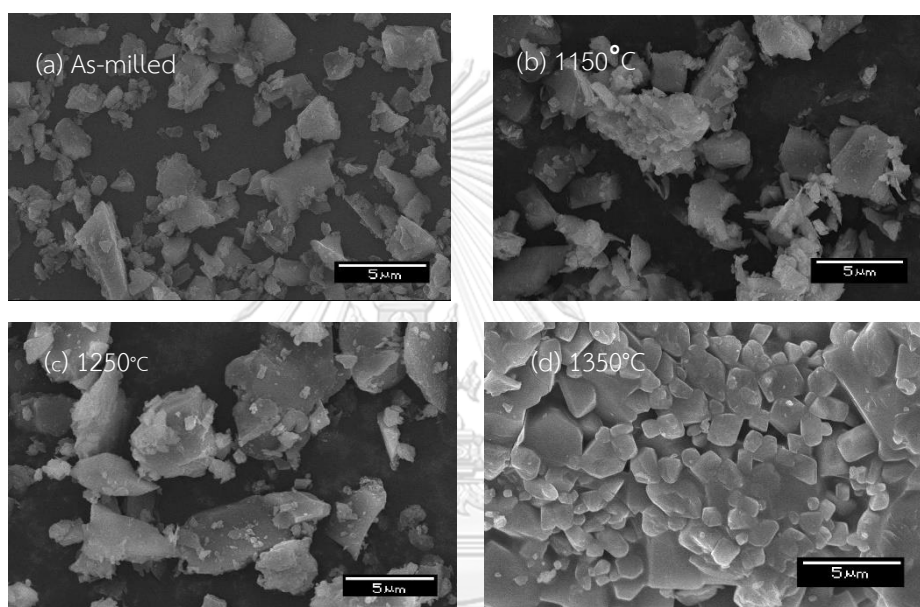
จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสในผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150 1250 และ 1350°C เตรียมจากส่วนผสมผ่านการบดด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 โดยที่ยังไม่เติมสารตัวเติม พบว่า ผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C ปรากฏเฟสใหม่เพียงเฟสเดียว คือ เพอริเคลส (periclase, MgO) ซึ่งคาดว่าเกิดจากการสลายตัวของแมกนีไซต์ ( $\text{MgCO}_3$ ) และโดโลไมต์ ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) และยังคงพบเฟสของสารตั้งต้นซึ่งได้แก่ แอนดาลูไซต์ ควอตซ์ และทัลก์ หลงเหลืออยู่ในปริมาณมาก เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสังเคราะห์เป็น 1250°C องค์ประกอบเฟสยังคงเป็นเช่นเดียวกับที่พบที่อุณหภูมิ 1150°C ยกเว้นเพียงทัลก์ที่ไม่ปรากฏ อนุภาคนี และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสังเคราะห์เป็น 1350°C คอร์เดียไรต์ปรากฏในปริมาณเพิ่มขึ้นจนกลายเป็นเฟสหลัก และสปิเนลเป็นเฟสรอง ผลองค์ประกอบเฟสที่กล่าวมานี้แสดงดังรูปที่ 4.27



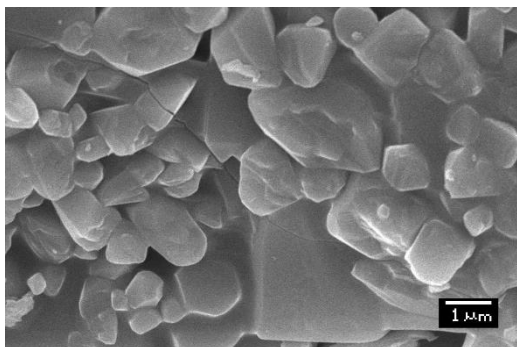
รูปที่ 4.27 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C จากสารที่ผ่านการบดด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 % ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที

(C = cordierite, S = spinel, A = andalusite, M = magnesite, D : Dolomite, Q = quartz)

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 ที่ 300 rpm 30 นาที และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C เวลาขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5°C/min เปรียบเทียบกับสารผสมที่ผ่านการบดก่อนนำไปสังเคราะห์ พบว่า โครงสร้างจุลภาคของอนุภาคในรูปที่ 4.28 (a-c) ไม่มีความแตกต่างกันนัก ซึ่งสอดคล้องกับผลของประกอบเฟสที่บ่งชี้ว่าสารตั้งต้นยังไม่ทำปฏิกิริยาเกิดเป็นคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1250°C ในขณะที่รูปที่ 4.28 (d) สารจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C แสดงให้เห็นถึงการเกิดผลึกคอร์เดียไรต์ที่มีโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล และสปิเนลที่มีโครงสร้างผลึกคิวบิก

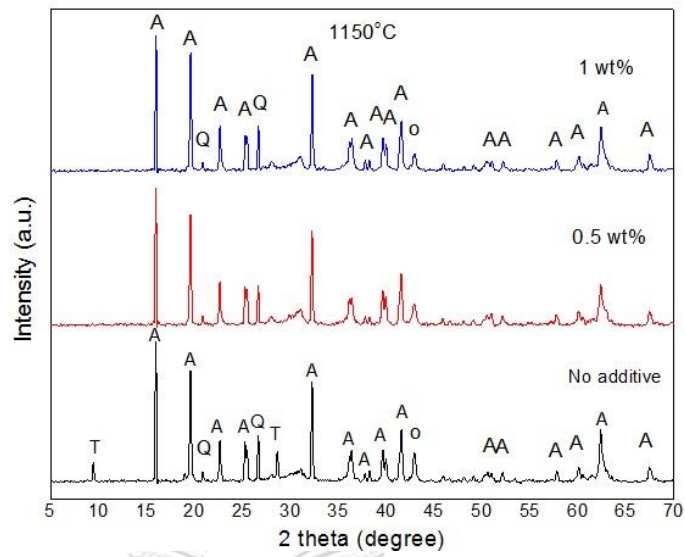


รูปที่ 4.28 โครงสร้างจุลภาคของ (a) สารผสมที่ผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเป็น 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที และ (b-d) ผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C

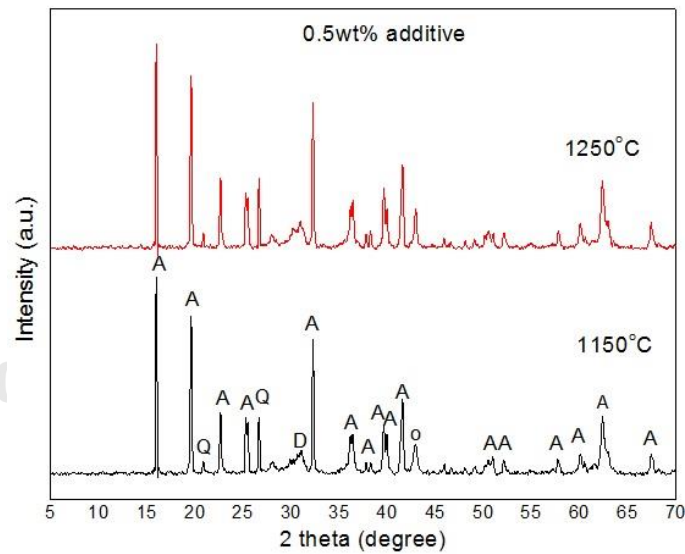


รูปที่ 4.29 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C และผ่านการบดโดยใช้อัตราส่วนโดย น้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ที่กำลังขยาย  $\times 10000$  เท่า

เมื่อตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากการเติมสารตัวเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ใน ปริมาณ 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C (รูปที่ 4.30) พบว่า ในงานวิจัยนี้ การเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ไม่ได้ช่วยพัฒนาการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นที่อุณหภูมิต่ำให้ เกิดเป็นเฟสคอร์เดียไรต์ จากรูปที่ 4.30 จะเห็นว่าเฟสที่ปรากฏในระบบประกอบด้วย แอนดาลูไซต์ ควอตซ์ เพอริเคลส ยกเว้นทัลก์ที่ไม่พบในสารที่มีการเติมสารตัวเติม ทั้งนี้ มีรายงานที่กล่าวถึงการ สลายตัวของทัลก์ซึ่งเกิดที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับเฟสของเหลว  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ซึ่งมีจุดหลอมตัวอยู่ที่อุณหภูมิ ประมาณ 742°C<sup>[62]</sup> แต่อย่างไรก็ตาม เฟสของเหลว  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ที่เกิดขึ้นไม่ได้ช่วยให้เกิดปฏิกิริยา ระหว่างสารตั้งต้นในงานวิจัยนี้ นอกจากนี้ เมื่อศึกษาองค์ประกอบเฟสของผงที่มีการเติมสารตัวเติมใน ปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเพิ่มอุณหภูมิสังเคราะห์เป็น 1250°C (รูปที่ 4.31) พบว่า ปริมาณสารตัวเติมที่เพิ่มขึ้นยังคงไม่ส่งผลต่อการพัฒนาการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ สาเหตุที่แน่ชัดและ แนวทางการพัฒนาการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำจะดำเนินการต่อไปโดยถือเป็นงานวิจัยใน อนาคต



รูปที่ 4.30 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C ที่มีการเติมสารตัวเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ในปริมาณ 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.31 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C และ 1250°C ที่มีการเติมสารตัวเติม  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ในปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย

การดำเนินในงานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ที่จะสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำจากวัตถุดิบทางธรรมชาติคือ ทัลก์ แอนดาลูไซต์และซิลิกา โดยนำเทคนิคการกระตุ้นเชิงกล (mechanical activation method) ด้วยการบดในหม้อบดชนิดแพลเนตารี มาใช้ในขั้นตอนการเตรียมสารผสมเพื่อช่วยพัฒนาอัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างของแข็งของวัตถุดิบ ในการศึกษาครั้งนี้ สารผสมถูกเตรียมด้วยสัดส่วนของวัตถุดิบตามปริมาณสารสัมพันธ์เพื่อให้เกิดเฟสคอร์เดียไรต์ ศึกษาอิทธิพลของการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ที่เวลาในการบด 15 30 60 และ 90 นาที สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150-1350°C ที่มีผลต่อลักษณะการเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ที่สังเคราะห์ได้ จากการรวบรวมและวิเคราะห์ผลการทดลองสามารถสรุปเป็นหัวข้อต่างๆ ได้ดังต่อไปนี้

1. ในงานวิจัยนี้ การบดสารผสมนี้ด้วยแรงเชิงกลจากหม้อบดแพลเนตารี ไม่สามารถทำให้เฟสใหม่ขึ้นได้จากการบด แต่ทำให้ความเป็นผลึกของสารผสมลดลงจากการถูกทำลายโครงสร้างด้วยแรงเชิงกลเมื่อความเร็วรอบและเวลาในการบดเพิ่มขึ้น และความเป็นผลึกของสารผสมลดลงจนแทบเป็นอสัณฐานทั้งระบบเมื่อใช้ความเร็วรอบในการบด 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที นอกจากนี้ การบดยังส่งผลให้ขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นลดลง และส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของระบบเพิ่มขึ้นจาก 0.25 m<sup>2</sup>/g ในสารที่ไม่ผ่านการบด เป็น 6.48 m<sup>2</sup>/g ในสารที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที

2. จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส พบว่าเฟสคอร์เดียไรต์เริ่มปรากฏเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1150°C จากสารที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที โดยความเข้มข้นของเฟสคอร์เดียไรต์เพิ่มขึ้นจนเป็นเฟสหลักเมื่อเพิ่มเวลาบดเป็น 90 นาที และเมื่อเพิ่มความเร็วรอบเป็น 500 rpm พบว่าคอร์เดียไรต์ปรากฏเป็นเฟสหลักเมื่อทำการบดเป็นเวลา 60 นาที โดยยังคงมีเฟสอื่น ได้แก่ สปิเนล แซปไฟริน เอนสตาไทต์ แอนดาลูไซต์ ควอตซ์ และฟอร์สเตอไรต์ปรากฏหลงเหลืออยู่ในระบบ เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ทุกสภาวะการสังเคราะห์ พบว่า ความเข้มข้นหลักของคอร์เดียไรต์มีค่าสูงที่สุด ในผงที่ผ่านการสังเคราะห์จากสารที่ผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 500 rpm เป็นเวลา 90 นาที ซึ่งสอดคล้องกับค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของระบบที่มีค่ามากที่สุด เท่ากับ 6.48 m<sup>2</sup>/g ในขณะที่ผงจากการสังเคราะห์ด้วยสารที่ไม่ผ่านการบด ไม่พบคอร์เดียไรต์ในองค์ประกอบเฟส ซึ่งบ่งชี้

ว่า การเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ที่อุณหภูมิต่ำสามารถพัฒนาได้โดยการนำวิธีการกระตุ้นเชิงกลมาใช้ร่วมกับกระบวนการสังเคราะห์

3. การใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสาร เท่ากับ 10 ต่อ 1 ในกระบวนการบดของงานวิจัยนี้ส่งผลต่อสารที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1250°C และ 1350°C โดยปริมาณคอร์เดียไรต์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1250°C แต่ปริมาณเฟสคอร์เดียไรต์มีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1350°C เนื่องจากเกิดการปนเปื้อนของหม้อบดและลูกบดเซอร์โคเนีย เป็นที่ทราบกันดีว่า ณ อุณหภูมิสูงเซอร์โคเนียจะทำปฏิกิริยากับซิลิกาและปรากฏเฟสเซอร์คอนในระบ

4. เมื่อพิจารณาสถานะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คอร์เดียไรต์ในงานวิจัยนี้ คือการบดที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 90 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของลูกบดต่อสารเท่ากับ 10 ต่อ 1 และทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C ณ สถานะนี้ คอร์เดียไรต์ปรากฏเป็นเฟสหลักและสปิเนลเป็นเฟสรอง

5. จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1350°C ขนาดอนุภาคเล็กลงเมื่อผ่านการบดเป็นเวลานานขึ้น และความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้น โดยสารที่ผ่านการบดที่ 300 rpm 90 นาที มีขนาดอยู่ในช่วง 0.3-3 ไมครอน

6. พลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างการบดแปรผันตรงกับความเร็วยรอบ และเวลาที่ใช้บด โดยที่พลังงานจลน์สะสมที่เกิดขึ้นในงานวิจัยนี้อยู่ในช่วง 0.54-14.98 kJ/g ซึ่งพลังงานจลน์สะสมที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคมากขึ้น โดยจากการวิเคราะห์พบว่าลักษณะการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวและเวลาในการบด ทั้งที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm ล้วนมีความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนนเชียล

7. จากการศึกษาอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสาร พบว่า เมื่อลดอัตราส่วนลงจาก 10:1 เป็น 1:1 และ 5:1 พบว่าที่สภาวะการบด 300 rpm เป็นเวลา 30 นาที ไม่พบการปนเปื้อนจากกระบวนการบด และสามารถสังเคราะห์สารได้เฟสคอร์เดียไรต์เป็นเฟสหลัก สปิเนลเป็นเฟสรองเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เวลาเย็นไฟ 2 ชั่วโมง

8. ในงานวิจัยนี้การเติมสารตัวเติมโซเดียมบอเรตแอนไฮดรัสในปริมาณ 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก พบว่า ไม่สามารถช่วยพัฒนาการเกิดคอร์เดียไรต์ อีกทั้งยังชะลอการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นอีกด้วย แต่อย่างไรก็ตามยังไม่ทราบสาเหตุที่แน่ชัดในการเกิดปรากฏการณ์นี้

9. ผลิตกัณฑ์ที่ได้จากการขึ้นรูปของสารผสมในสภาวะการบดต่างๆ และเผาที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า การหดตัวของชิ้นงานจะมีค่ามากขึ้น ความหนาแน่นของชิ้นงานน้อยลงเมื่อชิ้นงานเตรียมจากสารที่ผ่านการบดด้วยสภาวะที่รุนแรง โดยมีค่าการหดตัวสูงสุดอยู่ที่ 2.77% และความหนาแน่นของชิ้นงานจะมีค่าน้อยที่สุดที่ 1.47 g/cm<sup>3</sup> ในชิ้นงานที่เตรียมด้วยอัตราส่วนของลูกบดต่อสาร 10:1 ความเร็วรอบ 500 rpm เวลา 90 นาที ในขณะที่ชิ้นงานที่เตรียมจากสารที่ไม่ผ่านการบดมีค่าการหดตัวต่ำสุดและความหนาแน่นมากที่สุดเท่ากับ 0.23% และ 1.71 g/cm<sup>3</sup> ตามลำดับ ในขณะที่ค่าความแข็งแรงดัดของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความรุนแรงในการบดด้วยมีค่าสูงสุดที่ 13.07 MPa และพบว่าการเพิ่มกระบวนการเผาชิ้นงานเป็น 2 ครั้ง สามารถพัฒนาความหนาแน่นของชิ้นงานเพิ่มขึ้น โดยเพิ่มจาก 1.47 g/cm<sup>3</sup> เป็น 1.53 g/cm<sup>3</sup> ในชิ้นงานที่เตรียมด้วยอัตราส่วนของลูกบดต่อสาร 10:1 ความเร็วรอบ 500 rpm เวลา 90 นาที

ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

1. ตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานหลังเผาที่ผ่านกระบวนการเผา 2 ครั้ง เพื่อมาประกอบการยืนยันผล
2. ศึกษาอิทธิพลของสารตัวเติมโซเดียมโบเรตแอนไฮไดรด์เพิ่มเติม โดยการเพิ่ม-ลดอุณหภูมิและปริมาณการเติม เพื่อศึกษาสาเหตุที่แน่ชัดต่อการเกิดเฟส
3. จากผลการทดลองที่มีเฟสสปีเนลปรากฏในระบบเล็กน้อย จึงควรมีการศึกษาเพื่อลดปริมาณของสปีเนลลงด้วยการเพิ่มปริมาณซิลิกา หรือศึกษาในขั้นตอนการเผาสังเคราะห์ที่เหมาะสม เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็นคอร์เดียไรต์ที่สมบูรณ์มากขึ้น



## บรรณานุกรม

- [1] Chowdhury, A., et al., *Synthesis, properties and applications of cordierite ceramics, Part 1*. Interceram, 2007. **56**(1): p. 18-22.
- [2] Chowdhury, A., et al., *Synthesis, properties and applications of cordierite ceramics*. Interceram, 2007. **56**(2): p. 98.
- [3] Becker, C., et al., *Particulate filter made of cordierite*. MTZ worldwide, 2008. **69**(6): p. 20-26.
- [4] Goren, R., C. Ozgur, and H. Gocmez, *The preparation of cordierite from talc, fly ash, fused silica and alumina mixtures*. Ceramics International, 2006. **32**(1): p. 53-56.
- [5] Kobayashi, Y., K. Sumi, and E. Kato, *Preparation of dense cordierite ceramics from magnesium compounds and kaolinite without additives*. Ceramics International, 2000. **26**(7): p. 739-743.
- [6] Wu, H. and Q. Li, *Application of mechanochemical synthesis of advanced materials*. Journal of Advanced Ceramics, 2012. **1**(2): p. 130-137.
- [7] Obradovic, N., et al., *Reaction kinetics of mechanically activated cordierite-based ceramics studied via DTA*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2016. **124**(2): p. 667-673.
- [8] Suryanarayana, C., *Mechanical alloying and milling*. Progress in Materials Science, 2001. **46**(1): p. 1-184.
- [9] Zalapa-Garibay, M.A., et al., *Effect of NiO and MoO<sub>3</sub> addition on the crystallinity and mechanical properties of  $\alpha$ -cordierite and  $\beta$ -cordierite in the MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> system*. Results in Physics, 2019. **13**: p. 102227.
- [10] Valásková, M., *Clays, clay minerals and cordierite ceramics - A review*. Ceramics Silikaty, 2015. **59**(4): p. 331-340.

- [11] Kuscer, D., et al., *The microstructure, coefficient of thermal expansion and flexural strength of cordierite ceramics prepared from alumina with different particle sizes*. Journal of the European Ceramic Society, 2017. **37**(2): p. 739-746.
- [12] Son, M.-A., et al., *Structural origin of negative thermal expansion of cordierite honeycomb ceramics and crystal phase evolution with sintering temperature*. Journal of the European Ceramic Society, 2019. **39**(7): p. 2484-2492.
- [13] Zhou, J.-e., et al., *Utilization of sepiolite in the synthesis of porous cordierite ceramics*. Applied Clay Science, 2011. **52**(3): p. 328-332.
- [14] *Cordierite kiln furniture products*. [online]. Available from: <https://www.earthwaterfire.com/products/cordierite-kiln-furniture>. [2019, Apr 4]
- [15] *Monolith cordierite honeycomb ceramic porous for catalytic converters*. [online]. Available from: <http://thai.ceramic-substrate.com/sale-1312571-monolith-cordierite-honeycomb-ceramic-porous-for-catalytic-converters.html>. [2019, Apr 5]
- [16] *Industrial infrared gas burners infrared cordierite honeycomb ceramic plate*. [online]. Available from: <https://www.resourcesinchina.com/8533/prodct/Industrial-Infrared-Gas-Burners-Infrared-Cordierite-Honeycomb-Ceramic-Plate-752538.html>. [2019, Apr 5]
- [17] *Electrical insulators*. [online]. Available from: [https://www.associatedceramics.com/electrical\\_insulators.php](https://www.associatedceramics.com/electrical_insulators.php). [2019, Apr 5]
- [18] Zirczy, G.N., *Kinetics of cordierite formation*, in *The Faculty of the Division of Graduate Studies and Research*. 1972, Georgia Institute of Technology.
- [19] Aşkın, A., et al., *The utilization of waste magnesite in the production of the cordierite ceramic*. Energy Procedia, 2017. **107**: p. 137-143.

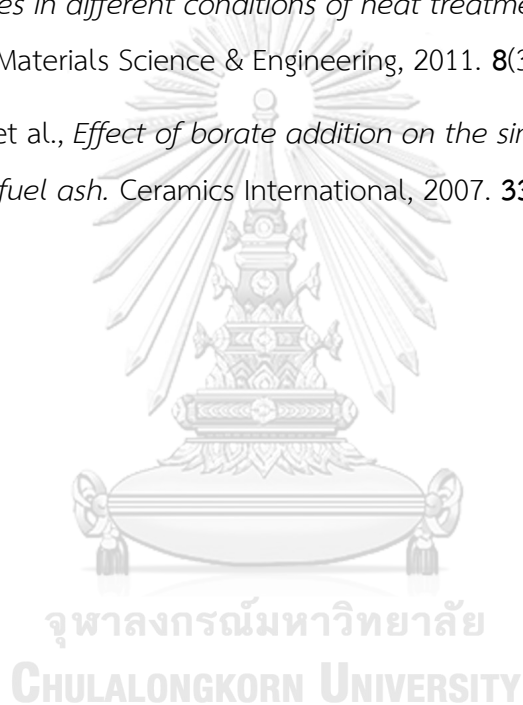
- [20] Menchi, A.M. and A.N. Scian, *Mechanism of cordierite formation obtained by the sol-gel technique*. Materials Letters, 2005. **59**(21): p. 2664-2667.
- [21] Guo, X., et al., *Preparation of macroporous cordierite monoliths via the sol-gel process accompanied by phase separation*. Journal of the European Ceramic Society, 2014. **34**(3): p. 817-823.
- [22] Sumi, K., Y. Kobayashi, and E. Kato, *Synthesis and sintering of cordierite from ultrafine particles of magnesium hydroxide and kaolinite*. Journal of the American Ceramic Society, 1998. **81**(4): p. 1029-1032.
- [23] Hanaa, H., et al., *Effect of silicon source on the crystallization temperature of the cordierite*. JOURNAL OF MATERIALS, 2016. **7**(1): p. 176-186.
- [24] Banjuraizah, J., H. Mohamad, and Z.A. Ahmad, *Effect of impurities content from minerals on phase transformation, densification and crystallization of  $\alpha$ -cordierite glass-ceramic*. Journal of Alloys and Compounds, 2011. **509**(28): p. 7645-7651.
- [25] Marghussian, V.K., U. Balazadegan, and B. Eftekhari-yekta, *The effect of BaO and  $Al_2O_3$  addition on the crystallization behaviour of cordierite glass ceramics in the presence of  $V_2O_5$  nucleant*. Journal of the European Ceramic Society, 2009. **29**(1): p. 39-46.
- [26] de Almeida, E.P., et al., *Cordierite obtained from compositions containing kaolin waste, talc and magnesium oxide*. Ceramics International, 2018. **44**(2): p. 1719-1725.
- [27] Fotoohi, B. and S. Blackburn, *Study of phase transformation and microstructure in sintering of mechanically activated cordierite precursors*. Journal of the American Ceramic Society, 2012. **95**(8): p. 2640-2646.
- [28] Wang, W., et al., *The phase transformation and thermal expansion properties of cordierite ceramics prepared using drift sands to replace pure quartz*. Ceramics International, 2016. **42**(3): p. 4477-4485.

- [29] Benhammou, A., et al., *Influence of sintering temperature on the microstructural and mechanical properties of cordierite synthesized from andalusite and talc*. Materials Letters, 2016. **172**: p. 198-201.
- [30] Redaoui, D., et al., *Phase formation and crystallization kinetics in cordierite ceramics prepared from kaolinite and magnesia*. Ceramics International, 2018. **44**(4): p. 3649-3657.
- [31] Goren, R., H. Gocmez, and C. Ozgur, *Synthesis of cordierite powder from talc, diatomite and alumina*. Ceramics International, 2006. **32**(4): p. 407-409.
- [32] Bejjaoui, R., et al., *Synthesis and characterization of cordierite ceramic from Moroccan stevensite and andalusite*. Applied Clay Science, 2010. **49**(3): p. 336-340.
- [33] Yalamaç, E. and S. Akkurt, *Additive and intensive grinding effects on the synthesis of cordierite*. Ceramics International, 2006. **32**(7): p. 825-832.
- [34] Fotoohi, B. and S. Blackburn, *Effects of mechanochemical processing and doping of functional oxides on phase development in synthesis of cordierite*. Journal of the European Ceramic Society, 2012. **32**(10): p. 2267-2272.
- [35] Kho, H.X., et al., *Planetary ball mill process in aspect of milling energy*. Journal of Korean powder metallurgy institute, 2014. **21**(2): p. 155-164.
- [36] Mio, H., et al., *Effects of rotational direction and rotation-to-revolution speed ratio in planetary ball milling*. Materials Science and Engineering: A, 2002. **332**(1): p. 75-80.
- [37] Kano, J., M. Miyazaki, and F. Saito, *Ball mill simulation and powder characteristics of ground talc in various types of mill*. Advanced Powder Technology, 2000. **11**(3): p. 333-342.
- [38] Kakuk, G., et al., *Contributions to the modelling of the milling process in a planetary ball mill*. Rev. Adv. Mater. Sci, 2009. **22**(1-2): p. 21-38.

- [39] Burgio, N., et al., *Mechanical alloying of the Fe– Zr system. Correlation between input energy and end products*. Il nuovo cimento D, 1991. **13**(4): p. 459-476.
- [40] Abdellaoui, M. and E. Gaffet, *The physics of mechanical alloying in a planetary ball mill: Mathematical treatment*. Acta Metallurgica et Materialia, 1995. **43**(3): p. 1087-1098.
- [41] Lee, G.-J., et al., *Rapid and direct synthesis of complex perovskite oxides through a highly energetic planetary milling*. Scientific reports, 2017. **7**: p. 46241.
- [42] Kano, J., H. Mio, and F. Saito, *Correlation of size reduction rate of inorganic materials with impact energy of balls in planetary ball milling*. Journal of Chemical Engineering of Japan, 1999. **32**(4): p. 445-448.
- [43] Maurya, D., et al., *BiFeO<sub>3</sub> ceramics synthesized by mechanical activation assisted versus conventional solid-state-reaction process: A comparative study*. Journal of Alloys and Compounds, 2009. **477**(1): p. 780-784.
- [44] Belhouchet, H., et al., *Influence of heating rate and mechanical activation on the reaction between kaolin and aluminium powder*. Journal of the Australian Ceramic Society, 2019. **55**(1): p. 135-144.
- [45] Bafrooei, H.B. and T. Ebadzadeh, *MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanopowder synthesis by microwave assisted high energy ball-milling*. Ceramics International, 2013. **39**(8): p. 8933-8940.
- [46] Tavangarian, F. and R. Emadi, *Synthesis and characterization of pure nanocrystalline magnesium aluminate spinel powder*. Journal of Alloys and Compounds, 2010. **489**(2): p. 600-604.
- [47] Rao, E.S. and P. Manohar, *Effect of particle size on high purity cordierite for kiln furniture applications*. Journal of Ceramic Processing Research, 2016. **17**(5): p. 448-453.
- [48] Srivastava, A., et al., *Low cement castable based on auto combustion processed high alumina cement and mechanochemically synthesized*

- cordierite: Formulation and properties*. Ceramics International, 2014. **40**(9): p. 14061-14072.
- [49] Nath, S.K., S. Kumar, and R. Kumar, *Effect of mechanical activation on cordierite synthesis through solid-state sintering method*. Bulletin of Materials Science, 2014. **37**(6): p. 1221-1226.
- [50] Gómez-Tena, M., et al. *Relationship between the specific surface area parameters determined using different analytical techniques*. in *Qualicer 2014: XIII World congress on ceramic tiles*. 2014.
- [51] Mergen, A., *Mechanochemical synthesis of MgTa<sub>2</sub>O<sub>6</sub> ceramic*. Ceramics International, 2009. **35**(3): p. 1151-1157.
- [52] Ohara, S., et al., *Rapid mechanochemical synthesis of fine barium titanate nanoparticles*. Materials Letters, 2008. **62**(17): p. 2957-2959.
- [53] Terzić, A., et al., *Mechanical Activation as Sintering Pre-treatment of Talc for Steatite Ceramics*. Vol. 46. 2014. 247 – 258.
- [54] Wesolowski, M., *Thermal decomposition of talc: A review*. Thermochimica Acta, 1984. **78**(1-3): p. 395-421.
- [55] Li, Y., et al., *Effect of excess MgO on the properties of cordierite ceramic sintered by solid-state method*. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2015. **12**(2): p. 443-450.
- [56] Ogiwara, T., et al., *Solid state synthesis and its characterization of high density cordierite ceramics using fine oxide powders*. Journal of the Ceramic Society of Japan, 2010. **118**(1375): p. 246-249.
- [57] Sembiring, S., et al., *Effect of MgO-SiO<sub>2</sub> ratio on the forsterite (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) precursors characteristics derived from amorphous rice husk silica*. Oriental Journal of Chemistry, 2017. **33**(4): p. 1828-1836.
- [58] Grew, E., et al., *Sapphirine+Forsterite and Sapphirine+Humite-Group Minerals in an Ultra-Magnesian Lens from Kuhl-lal, SW Pamirs, Tajikistan: Are these Assemblages Forbidden?* Vol. 35. 1994. 1275-1293.

- [59] Tkalčec, E., et al. *Crystallization studies of cordierite originated from sol-gel precursors*. in *10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society*. 2007.
- [60] Rojac, T., et al., *The application of a milling map in the mechanochemical synthesis of ceramic oxides*. *Journal of the European Ceramic Society*, 2006. **26**(16): p. 3711-3716.
- [61] Namiranian, A. and M. Kalantar, *Mullite synthesis and formation from kyanite concentrates in different conditions of heat treatment and particle size*. *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, 2011. **8**(3).
- [62] Uwe, E.A., et al., *Effect of borate addition on the sintered properties of pulverised fuel ash*. *Ceramics International*, 2007. **33**(6): p. 993-999.





ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY



ตารางที่ 1 แสดงองค์ประกอบเฟสเชิงปริมาณของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C จากสารที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ความเร็วรอบ 300 และ 500 rpm เป็นเวลา 30 และ 90 นาที โดยใช้ อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 5:1 และ 10:1

Phase composition (%wt)	Milling condition					
	Un-milled	5:1	10:1			
		300 rpm	300 rpm		500 rpm	
		30 min	30 min	90 min	30 min	90 min
Cordierite	67.79	77.28	69.65	87.03	67.76	72.68
Spinel	19.59	21.64	18.80	12.33	18.60	16.47
Forsterite	0.51	0.99	3.76	0.26	3.29	0.90
Enstatite	12.12	-	4.97	-	3.48	6.54
Sapphirine	-	-	-	-	0.53	-
Cristobalite	-	-	-	-	1.74	-
Clinoenstatite	-	-	-	-	0.81	-
Zircon	-	0.09	2.82	0.39	3.77	3.42

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นางสาวชัชรินทร์ ไวโรจนกิจ
วัน เดือน ปี เกิด	9 เมษายน 2537
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
วุฒิการศึกษา	สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ.2559 และเข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต หลักสูตรเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษาปี 2561
ที่อยู่ปัจจุบัน	320/83 ถนนมาเจริญ ซอยเพชรเกษม 81 แขวงหนองค้างพลู เขตหนองแขม กรุงเทพมหานคร 10160
ผลงานตีพิมพ์	นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง "Influence of Mechanical Activation on the Phase Formation in the Synthesis of Cordierite from Talc and Andalusite" ในงานประชุมวิชาการ the 10th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-10) ระหว่างวันที่ 6-7 กันยายน 2561 ณ ศูนย์นิทรรศการ และการประชุมไบเทค (BITEC) กรุงเทพมหานคร และได้รับการตีพิมพ์ผลงานใน รูปแบบ Proceeding