

บทที่ 3

อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทดลอง วิเคราะห์ และทดสอบ แสดง ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น
Cold Isostatic Press	Unipress	CIP:300/40
Furnace	Nabertherm	LHT:16/R17
Particle Size Analyzer	Micromeritics	Sedigraph 5100
Surface Area Analyzer	Micromeritics	FlowSorbII2300
X-Ray Diffractometer	Jeol	JDX-8030
X-RAY Fluorescence Spectrometer	Jeol	EDXRF XR-200
Scanning Electron Microscope	Jeol	JSM-35 CF JSM-T220A
Thermal Analyzer	Shimadzu	DT - 30
Hardness Tester	Wilson 500	B534-T
Universal Testing Machine	Shimadzu	UH-100A
Viscometer	Brookfield	RVT
Jolting Volumeter	J.Engelsmann A.F.	STAV 2003
Hall Flowmeter	Alcan	-
Ultrasonic Bath	Bandelin Sonorex	RX 510 H
Dial Caliper	Mitutoyo	505-647-50D10T
Polypropyrene Bottles	Nalgene	-

3.2 วัตถุดิบ และสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สาร	ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า
ผงอะลูมินา	Calcined alumina A16SG	Alcoa
	Tabular alumina T-61	Alcoa
สารปรับปรุงสมบัติ (additive)	Magnesium nitrate hexahydrate	Merck
สารช่วยการกระจาย ลอยตัว	Dispex N40	Allied Colloids
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl alcohol	BDH
พลาสติกไซเซอร์	Glycerol	M&B
	Ethylene glycol	Fluka
สารหล่อลื่น	Aluminum stearate	Merck
สารลดฟอง	Silicone emulsion	Union Carbide

3.2.1 ผงอะลูมินา (Alumina Powders)

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทดลอง คือ อะลูมินา แคลไซด์ เกรด A 16 SG สมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.3

อะลูมินาแทบลาร์ เกรด T-61 ผ่าน 325 เมช ใช้ในการทดสอบความทนทานต่อการสึกกร่อน สมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.3 แสดงสมบัติทั่วไปของอะลูมินาแคลไซด์ เกรด A16SG

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
Al ₂ O ₃ ,%	99.7
Na ₂ O ,%	0.08
SiO ₂ ,%	0.025
Fe ₂ O ₃ ,%	0.01
B ₂ O ₃ ,%	0.001
MgO ,%	0.05
ขนาดผลึก, ไมครอน	0.3-0.5
พื้นที่ผิว, ตารางเมตร/กรัม	9
ผ่าน 325 เมช, %	99 - 100
ความหนาแน่นหลังเผา (1540 องศาเซลเซียส, 1 ชั่วโมง), กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร	3.91
การหดตัว ,%	18.0

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Alcoa.

ตารางที่ 3.4 แสดงสมบัติทั่วไปของอะลูมินาแทบูลาร์ เกรด T-61 (-325 เมช)

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
A/2 O ₃ , (%)	> 99.5
SiO ₂ , (%)	0.06
Fe ₂ O ₃ , (%)	0.06
Na ₂ O, (%)	0.10
ความถ่วงจำเพาะ (bulk),	3.40-3.60
การดูดซึมน้ำ, (%)	1.5
ปริมาณรูพรุนปรากฏ, (%)	5

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Alcoa.

3.2.2 สารปรับปรุงสมบัติ (Additive)

สารปรับปรุงสมบัติ ช่วยยับยั้งการโตของเกรน ที่ใช้ในการทดลอง คือ แมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต มีสูตรเคมี $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ลักษณะเป็นผลึกสีขาว ละลายน้ำ มีจุดหลอมเหลว 89 องศาเซลเซียส น้ำหนักโมเลกุล 256.41

3.2.3 สารช่วยการกระจายลอยตัว (Deflocculant)

สารช่วยการกระจายลอยตัวที่ใช้ในการทดลอง มีชื่อทางการค้าคือ Dispex N40 เป็นเกลือโซเดียมของโพลีอะคริเลต (Sodium salt of polyacrylate) ละลายน้ำ ไม่ทำให้เกิดฟอง คงประสิทธิภาพการใช้งานในช่วงอุณหภูมิสูงถึง 100 องศาเซลเซียส และ ความกระด้างของน้ำสูง 36 (ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนต 360 มิลลิกรัม/ลิตร) สมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงสมบัติทั่วไปของ Dispex N 40

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
ลักษณะที่ปรากฏ	ของเหลวสีเหลืองอ่อน
ปริมาณเนื้อสาร %	40 \pm 1
ความหนืด (25 °C) (เซนต์พอยส์)	15 - 25 0.10
pH	7.0 - 7.5
ความถ่วงจำเพาะ	1.30
กลิ่น	เล็กน้อย

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Allied Colloids.

3.2.4 สารเพิ่มการยึดเกาะ (Binder)

สารเพิ่มการยึดเกาะ ที่ใช้ในการทดลอง คือ โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ ประเภทผ่านการไฮโดรไลซิสบางส่วน โดยมีอัตราของการไฮโดรไลซิส (ต่ำสุด) ร้อยละ 87 น้ำหนักโมเลกุล 115,000 (โดยประมาณ)

3.2.5 พลาสติไซเซอร์ (Plasticizer)

พลาสติไซเซอร์ที่ใช้ในการทดลอง คือ กลีเซอรอล และ เอทิลีนไกลคอล กลีเซอรอล มีสูตรเคมี $\text{CH}_2\text{OH}\cdot\text{CHOH}\cdot\text{CH}_2\text{OH}$ ลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี เข้ากันได้กับน้ำ และแอลกอฮอล์ เอทิลีนไกลคอล มีสูตรเคมี $\text{OHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ เป็นของเหลวใส ไม่มีสีละลายในน้ำ แอลกอฮอล์ และอีเทอร์

3.2.6 สารหล่อลื่น (Lubricant)

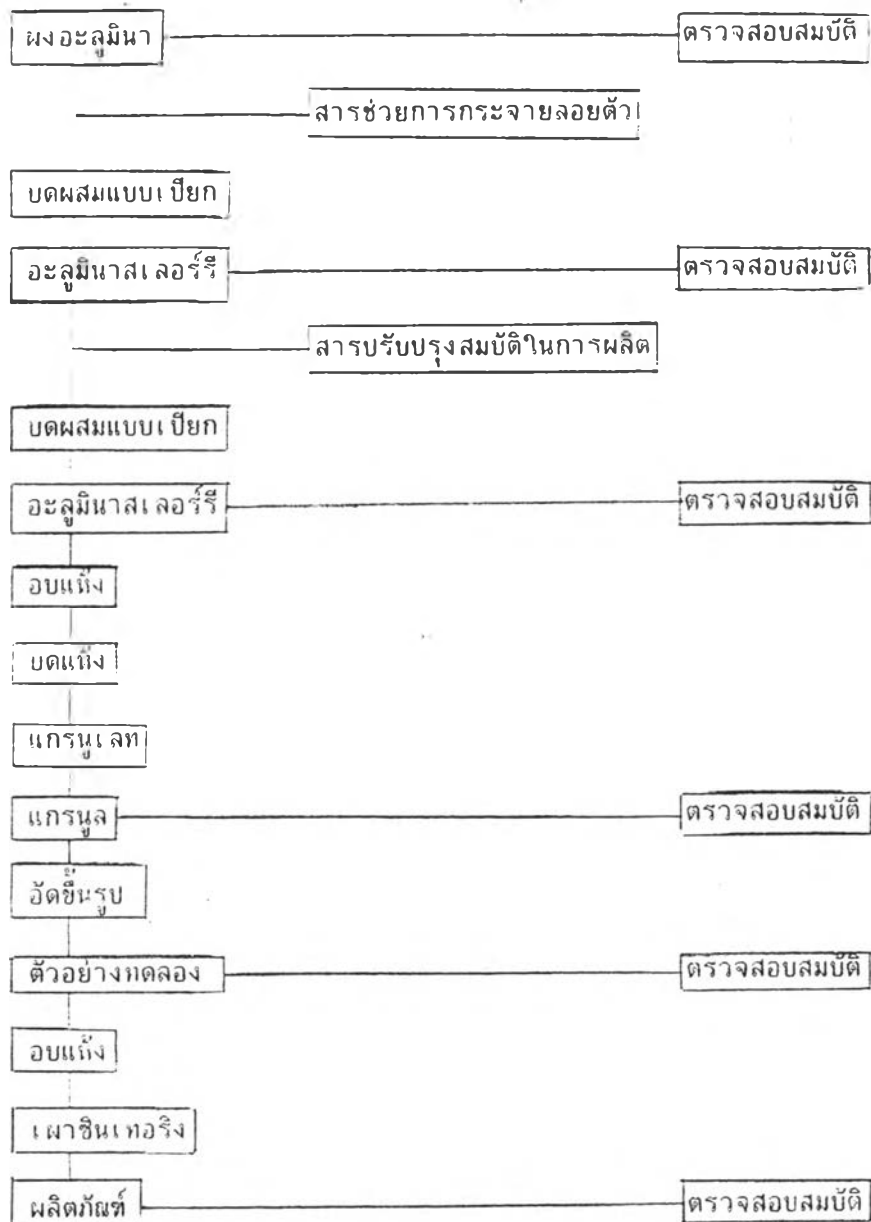
สารหล่อลื่นที่ใช้ในการทดลอง คือ อะลูมิเนียมสเตียเรท มีสูตรเคมี $\text{Al}(\text{OH})_2[\text{OOC}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3]$ ลักษณะเป็นผงสีขาว มีจุดหลอมเหลว 155 องศาเซลเซียส ความถ่วงจำเพาะ 1.020

3.2.7 สารลดฟอง (Defoming Agent)

สารลดฟองที่ใช้ในการทดลอง คือ ซิลิโคน อิมัลชัน

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

วิธีดำเนินการทดลองโดยสรุป แสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภูมิแสดงวิธีดำเนินการทดลอง

จากแผนภูมิแสดงวิธีดำเนินการทดลอง สามารถแบ่งเป็น ขั้นตอนการทดลองโดยละเอียด ได้ดังนี้

3.3.1 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารช่วยการกระจายลอยตัวต่อสมบัติการไหลตัวของอะลูมินาสเลอรี่ในน้ำ

ทำการทดลองโดย เตรียมอะลูมินาสเลอรี่ ในน้ำกลั่นผสมดิสเปค เอ็น 40 (Dispex N40) ให้ได้ปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยกำหนดความเข้มข้นของอะลูมินาคงที่ ร้อยละ 30 โดยปริมาตร และความเข้มข้นของดิสเปค เอ็น 40 ร้อยละ 0-0.60 โดยน้ำหนักของอะลูมินา เพิ่มความเข้มข้นครั้งละ 0.05 กวนผสมด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก นาน 20 นาที นำมาวัดค่าความหนืดปรากฏ ด้วยเครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ (Brookfield) รวณค่าที่อ่านได้คงที่ บันทึกผล เขียนกราฟความสัมพันธ์ ระหว่างความเข้มข้นของดิสเปค เอ็น 40 และ ค่าความหนืด

จากความสัมพันธ์จะได้ความเข้มข้น ของสารช่วยการกระจายลอยตัว ที่เหมาะสมกับการเตรียมตัวอย่างทดลองต่อไป

3.3.2 การเตรียมตัวอย่างทดลองและการตรวจสอบสมบัติของตัวอย่างระหว่างกระบวนการเตรียม

3.3.2.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

1. วัดขนาดการกระจายอนุภาค โดยอาศัย หลักการตกตะกอน ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Sedigraph 5100 เตรียมตัวอย่างโดย ทำการกระจายผงอะลูมินาในน้ำกลั่นผสมดิสเปค เอ็น 40 เข้มข้น ร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก ในอัลตราโซนิกาซ นาน 20 นาที

2. หาพื้นที่ผิว ด้วยวิธีของ บลูน์วาร์ เอ็มเม็ทเทลเลอร์ (BET) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว Flowsorb 2300 ตาม ASTM C 1069 - 86.

3. หาค่าความถ่วงจำเพาะ โดยใช้ พิคโนมิเตอร์ (Pycnometer) ของเหลวที่ใช้ คือ น้ำกลั่น ผสมซิลิโคนอิมัลชัน และ ทำการกระจายผงอะลูมินา ในอัลตราโซนิคบาธ

4. วิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ โดยส่งทดสอบ ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5. ตรวจสอบ เฟส ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ ใช้ $\text{CuK}\alpha$ กระแสไฟฟ้า 45.0 KV 30.0 mA เริ่มวัดที่มุม 2θ 5.00 องศา และสิ้นสุดการวัดที่มุม 2θ 70.00 องศา โดยส่งทดสอบ ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. ศึกษาลักษณะ รูปร่าง การกระจายขนาดของอนุภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เตรียมตัวอย่าง โดยใช้อะซิโตน เป็นของเหลวตัวกลาง ในการกระจายผงอะลูมินา ในอัลตราโซนิคบาธ นาน 30 นาที แยกของผสมเจือจางลงบนสตัป (stub) นำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยทอง (Au coating) ให้ความหนาของโมเลกุลของทอง ไม่เกิน 15 นาโนเมตร โดยประมาณ เก็บตัวอย่างไว้ในบรรยากาศที่แห้ง

3.3.2.2 การเตรียมแกรนูลสำหรับอัดขึ้นรูป และศึกษาสมบัติเฉพาะของผลิตภัณฑ์ระหว่างการเตรียมแกรนูล

1. ทำการกระจายผงอะลูมินา เกรด A 16 SG โดยเตรียมอะลูมินาสเลอรรี่ ในน้ำกลั่นผสมดิสเปค เอ็น 40 ให้มีความเข้มข้นของอะลูมินา ร้อยละ 30 โดยปริมาตร และความเข้มข้นของดิสเปค เอ็น 40 ที่ได้จากข้อ 3.3.1 บดผสมในหม้อบดพลาสติกโพลีโพรพีลีน ความจุ 4200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ ใช้ลูกบดอะลูมินา น้ำหนักประมาณ 4500 กรัม ใส่ผงอะลูมินา เกรด A 16 SG 1900 กรัม น้ำกลั่น 1114 ลูกบาศก์เซนติเมตร บดนาน 24 ชั่วโมง

2. ศึกษาสมบัติเฉพาะ ของอะลูมินาสเลอรรี่ที่ได้ โดยวัดค่าความหนืด ใช้เครื่องมือวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์

3. ทำการผสม โดยใช้ ระบบสารเพิ่มการยึดเกาะ พลาสติกไซเซออร์ สารหล่อลื่น และ สารลดฟอง ในน้ำ ด้วยอัตราส่วนคงที่ ดังแสดงในตารางที่ 3.6 ให้มีความเข้มข้นของเนื้อสารร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก แล้ว ใส่น้ำลงในหม้อบดที่มีอะลูมินาสเลอรรี่จากข้อ 1 ให้มีความเข้มข้นของเนื้อสารผสมของระบบสารเพิ่มการยึดเกาะ ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของอะลูมินา นำไปบดต่อ นาน 4 ชั่วโมง

4. ศึกษาสมบัติเฉพาะ ของอะลูมินาสเลอรรี่ที่ได้ โดยวัดค่าความหนืด ใช้เครื่องมือวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ และหาค่าความหนาแน่นที่แท้จริงของสเลอรรี่ (actual slurry density) โดยนำสเลอรรี่ ประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ไปหาปริมาตรในกระบอกตวง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก คำนวณ จากสูตร

$$\text{ความหนาแน่นที่แท้จริงของสเลอรรี่} = \frac{\text{น้ำหนักสุทธิ}}{\text{ปริมาตรจริง}}$$

(กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)

ศึกษาลักษณะการกระจายอนุภาค ในอะลูมินาสเลอรัรี โดยการตรวจดูจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิธีเตรียมตัวอย่าง ทำโดยนำอะลูมินาสเลอรัรี ไปเจือจางในน้ำกลั่น แล้วหยดลงบนสตั๊บ นำไปฉาบผิวด้วยทอง

5. การแกรนูลทำโดย เท อะลูมินาสเลอรัรี ผ่านตะแกรง เบอร์ 120 เมช เติมน้ำละลายน้ำของ แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ในเตตราไฮโดรโซลให้มีส่วนผสมของแมกนีเซียมออกไซด์ ร้อยละ 0.20 โดยน้ำหนักอะลูมินาผสมให้เข้ากัน นำส่วนผสมที่ได้ไปอบแห้งในตู้อบ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง นำไปบดแบบแห้งในหม้อบด โดยใช้หม้อบด และลูกบด ตามข้อ 1. เลือกคัดเอาเฉพาะผงที่ผ่านตะแกรง เบอร์ 70 เมช ผสมน้ำและเคโรซีน ในปริมาณที่พอเหมาะ ร่อนผงที่ได้ด้วยตะแกรง คัดขนาดให้ได้ช่วง $-70+120$ เมช (ส่วนที่ 1), $-120+200$ เมช (ส่วนที่ 2), $-200+325$ เมช (ส่วนที่ 3) สุ่มตัวอย่างผงที่ได้ นำไปหาความชื้นที่เหมาะสมในการแกรนูล ส่วนที่ 1, 2 และ 3 ในอัตราส่วนร้อยละ 30:40:30 โดยน้ำหนัก ผสมให้เข้ากันดี นำไปอบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส นาน 4 ชั่วโมง แล้วนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ (Desiccator) ที่ใส่น้ำกลั่นไว้เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วเทน้ำกลั่นในเดซิเคเตอร์ออก เก็บแกรนูลไว้ในเดซิเคเตอร์เดิม เพื่อเตรียมนำไปใช้ในการอัดขึ้นรูปต่อไป

ตารางที่ 3.6 แสดงอัตราส่วนผสมของสารปรับปรุงสมบัติในการขึ้นรูป

ส่วนผสม	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
โพลีไวนิลแอลกอฮอล์	86.7
กลีเซอรอล	8.7
เอทิลีนไกลคอล	4.2
อะลูมิเนียมสเตียเรท	0.2
ซิลิโคนอิมัลชัน	0.2

3.3.2.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของแกรนูล

1. วิเคราะห์ขนาดการกระจายอนุภาค โดยนำแกรนูลมาร่อนผ่านตะแกรง (sieve analysis) แบบแห้ง

2. หาค่าความชื้น โดยสุ่มตัวอย่าง จากแกรนูล 20 ตัวอย่าง ตัวอย่างละประมาณ 10-15 กรัม ซึ่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง ที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม นำไปอบในตู้อบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถแก้วดูดความชื้น ซึ่งน้ำหนัก แล้วคำนวณค่าความชื้น จากสูตร

$$\text{ความชื้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)} = \frac{(\text{น้ำหนักก่อนอบ} - \text{น้ำหนักหลังอบ}) \times 100}{\text{น้ำหนักก่อนอบ}}$$

3. หาค่าความหนาแน่นปรากฏ (apparent density) ตาม ASTM B212 - 82.

4. หาค่าความหนาแน่นหลังการเคาะ (tap density) ตาม ASTM B527-70. คำนวณค่าความหนาแน่นของแกรนูล (Messing, 1984; Reed, 1988) จากสูตร

$$\text{ความหนาแน่นของแกรนูล (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)} = \frac{\text{ความหนาแน่นหลังการเคาะ}}{0.6}$$



คำนวณอัตราส่วนการบรรจุ (fill ratio หรือ Hausner ratio) จากสูตร

$$\text{อัตราส่วนการบรรจุ} = \frac{\text{ความหนาแน่นหลังการเคาะ}}{\text{ความหนาแน่นปรากฏ}}$$

5. หาอัตราการไหล ตาม ASTM B213-83.

6. ศึกษาสมบัติทางความร้อนแบบ DTA (Differential thermal analysis) และ TGA (Thermo gravimetric analysis) ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน กำหนดอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที อุณหภูมิสูง 1000 องศาเซลเซียส นำเทอร์โมแกรมที่ได้ไปพิจารณาในการกำหนดตารางการเผาของการทดลอง

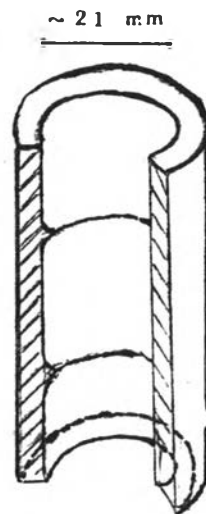
7. ศึกษาลักษณะรูปร่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เตรียมตัวอย่างโดยสุมตัวอย่างแกรนูล นำมาเคลงบนสตัป แล้วนำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยทอง

8. ตรวจสอบสิ่งเจือปนในแกรนูล โดยนำไปเผาในครุชีเบิ้ลอะลูมินา ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ ส่งทดสอบที่ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์ และ เทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

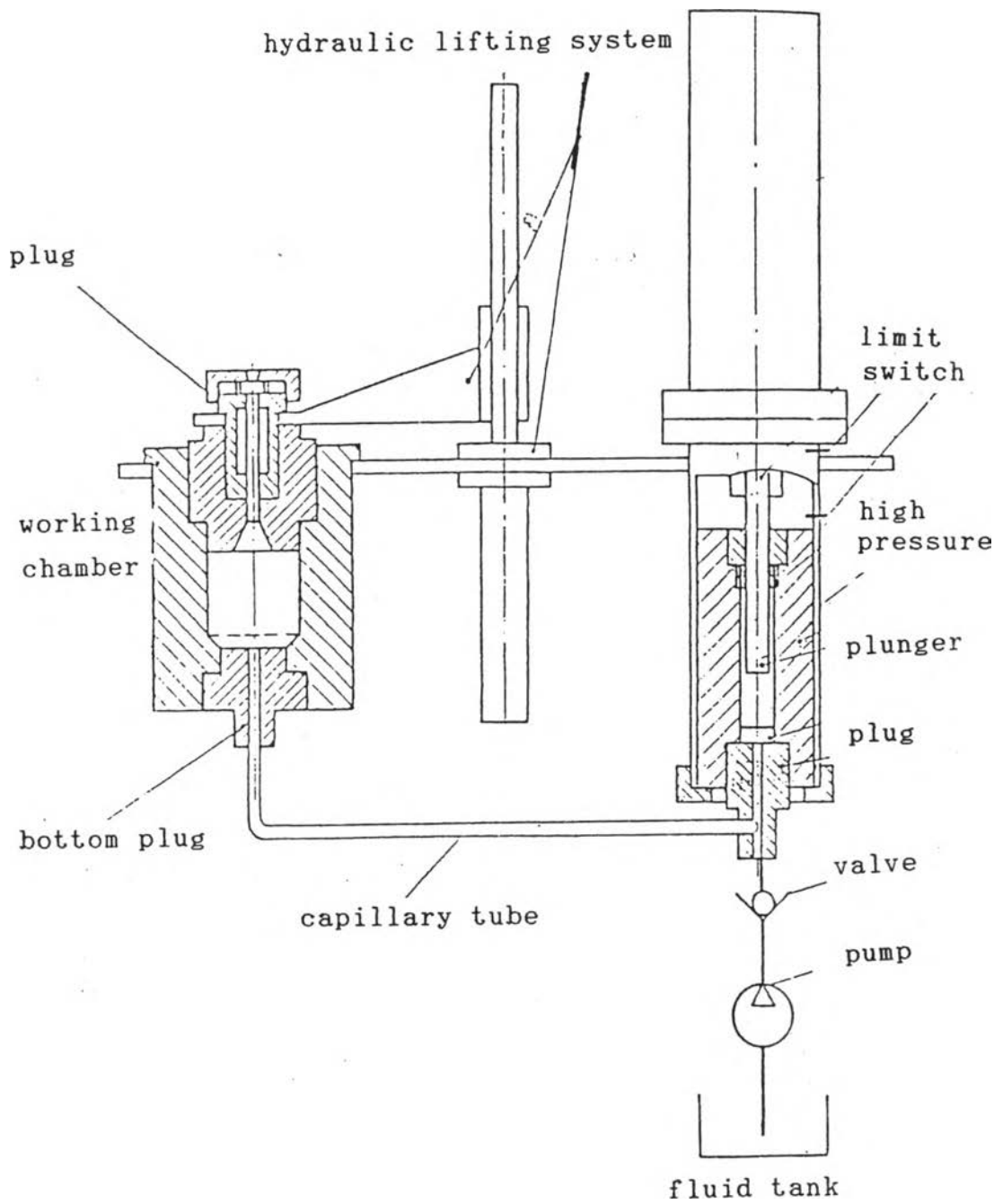
3.3.2.4 การอัดขึ้นรูป

นำแกรนูลที่เตรียมได้ในข้อ 3.3.2.2 มาบรรจุในแม่แบบยางพอลิยูรีเทน สำหรับอัดตัวอย่างรูปทรงกระบอก (ดังแสดงในรูปที่ 3.2) จนเต็ม โดยเคาะให้อัดตัวกันอย่างสม่ำเสมอ แล้วปิดผนึกให้แน่นด้วยเทปกาว นำแม่แบบที่บรรจุผงอะลูมินา ไปอัดแบบไฮโชนัสแตติก ด้วยเครื่องอัดไฮโชนัสแตติกแบบเป็ยกแม่แบบ (ดังแสดงในรูปที่ 3.3) โดยเปลี่ยนแปลงความดันที่ใช้ จาก 100, 150, 200, 250 เมกะปาสคาล

นำชิ้นงานที่ได้ มาขัดหัวท้ายให้เรียบ ขัดเบา ๆ ด้วยกระดาษทราย ตัวอย่างที่ได้มีรูปร่างทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 18-20 มิลลิเมตร สูง 11-14 มิลลิเมตร นำไปอบในตู้อบ ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.2 แผนภาพแม่แบบยางพอลิยูรีเทน



รูปที่ 3.3 ส่วนประกอบของเครื่อง CIP 300/40

3.3.2.5 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะ ของตัวอย่างทดลอง ก่อนเผา

1. หาค่าความหนาแน่น โดยนำชิ้นตัวอย่างมาวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และ ความสูง ด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ ซึ่งน้ำหนักด้วยเครื่องซึ่งมีความละเอียด 0.0001 กรัม นำข้อมูลมาคำนวณหาความหนาแน่น จากสูตร

$$\text{ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนัก (หนักน้ำหนักของสารอินทรีย์)}}{\text{ปริมาตรจากการคำนวณ}}$$

2. ตรวจสอบลักษณะภายในชิ้นตัวอย่าง ที่อัดขึ้นรูป ด้วยความดันต่าง ๆ โดยนำชิ้นตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ใช้ตารางการเผาที่ได้จากข้อ 3.3.2.3 จากนั้น นำไปทุบให้แตก ตีบนสตัป ฉาบผิวด้วยทอง แล้วนำไปศึกษาลักษณะของผิวแตก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.2.6 การซินเทอ์ (Sintering)

นำชิ้นตัวอย่างที่ได้จากการอัดขึ้นรูป มาเผาในเตาไฟฟ้า โดยเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิสูงสุด จาก 1500, 1550, 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส แช่ไว้ที่อุณหภูมิสูงสุด 2 ชั่วโมง ใช้ตารางการเผาได้จากการพิจารณาในข้อ 3.3.2.3 หลังจากการเผา จะได้ผลิตภัณฑ์จากการทดลอง

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติของผลิตภัณฑ์จากการทดลอง

3.3.3.1 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะของผลิตภัณฑ์

1. การหาความหนาแน่น การดูดซึมน้ำ ปริมาตร รุพรุน ตาม ASTM C373-72.

2. หาค่าการหดตัว โดยวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง และความสูง ก่อนและหลังการเผาขึ้นเทอริง ด้วยเวอร์เนียร์ แล้วคำนวณค่าการหดตัวจากสูตร (Andrews, 1928) จากสูตร

$$\text{การหดตัว (ร้อยละ)} = \frac{(\text{ความยาวก่อนเผา} - \text{ความยาวหลังเผา}) \times 100}{\text{ความยาวก่อนเผา}}$$

3. สี จากการสังเกตด้วยตาเปล่า

4. ตรวจเฟสของตัวอย่างที่ผ่านการเผา ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส โดยนำตัวอย่างไปทุบให้แตก แล้วบดละเอียด ตรวจหาเฟส ด้วยเครื่องเอกเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ตามวิธีในข้อ 5. หัวข้อ 3.3.2.1

5. หาขนาดของเกรนจากตัวอย่าง ที่ผ่านการกัดผิวด้วยความร้อน (thermal etch) โดยวิธี linear-intercept (Mendelson, 1969; Wurst และ Nelson, 1972)

วิธีการกัดผิวตัวอย่าง ด้วยความร้อนมีดังนี้ (McVickers, 1962) ทำโดย นำตัวอย่างมาขัดด้วย กระดาษซิลิคอนคาไบด์ ขนาดกริท (grit size) 180, 240 และ 600 ตามลำดับ ขัดด้วยผงขัดเพชร (diamond paste : Buchler) ขนาด 3, 1 และ 0.25 ไมโครเมตร ตามลำดับ

นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที (Berry และ Harmer, 1986) ฉาบผิวด้วยทอง ถ่ายภาพตัวอย่าง ที่ผ่านการกัดผิวด้วยความร้อน จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อย่างน้อยตัวอย่างละ 3 บริเวณ

การวัดขนาดของเกรน ด้วยวิธี linear intercept ทำโดย ลากเส้นทดสอบ (test line) บนภาพถ่าย นับจำนวน ขอบเกรน (grain boundaries) (โดยไม่พิจารณาบริเวณที่เป็นรูพรุน) คำนวณค่า จำนวนขอบเกรนที่ตัดเส้น ทดสอบยาวหนึ่งหน่วย, N_L จากสูตร

$$N_L = \frac{\text{จำนวนขอบเกรน}}{\text{ความยาวตามสัดส่วนจริงของเส้นทดสอบ}}$$

คำนวณหา ขนาดของเกรนเฉลี่ย, D จากสูตร

$$D = 1.56 L$$

$$L \approx \frac{1}{N_L}$$

6. ศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง ของผิวแตก (fracture surface) โดยทุบตัวอย่างให้แตก แล้วนำผิวแตกไปฉาบผิวด้วยทอง นำไปถ่ายภาพ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างจากภาพถ่าย



3.3.3.2 การทดสอบสมบัติเชิงกล

1. ทดสอบความต้านทานต่อแรงกด (compressive strength) โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิก Shimadzu แบบ UH -100 A กดอัดตัวอย่างที่ผ่านการเผา รูปร่างทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15.5-17 มิลลิเมตร สูง 9 - 11 มิลลิเมตร ใช้เหล็กกล้าชุบแข็งเป็นแผ่นรองตัวอย่าง (bearing plates) ทั้งด้านบนและด้านล่าง อัตราการเพิ่มแรงกด 4.5 ตัน (ton force) ต่อนาที กดอัดจนตัวอย่างแตกละเอียด อ่านค่าแรงสูงสุดที่ได้ คำนวณค่าความทนทานต่อแรงกดอัด จากสูตร

$$\text{ความทนทานต่อแรงกด (เมกะปาสคาล)} = \frac{\text{แรงที่ทำให้ตัวอย่างแตก (นิวตัน)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดที่รับแรง (ตารางมิลลิเมตร)}}$$

2. ทดสอบความแข็งแบบร็อคเวลล์ สเกล เอ็น (Rockwell HR 45 N) ตาม ASTM E 18-39 a. ส่งทดสอบที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี จฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3. ทดสอบความต้านทานต่อการสึกกร่อน

วิธีทดสอบ (Gitzen, 1970) ทำโดยการบดเปียกตัวอย่างทดลองกับผงอะลูมินา ตามสภาวะการทดลองในตารางที่ 3.7 ซึ่งน้ำหนักของตัวอย่างทดลองก่อน และหลังการบดใช้ผงอะลูมินาแบบลูน่าใหม่ทุกครั้ง คำนวณอัตราการสึกกร่อนจากสูตร

$$\text{อัตราการสึกกร่อน (ร้อยละ/ชั่วโมง)} = \frac{(\text{น้ำหนักก่อนการบด} - \text{น้ำหนักหลังการบด}) \times 100}{\text{น้ำหนักก่อนบด} \times 2}$$

ตารางที่ 3.7 แสดงสภาวะการทดสอบความต้านทานต่อการสึกกร่อน

ตัวแปร	ค่าที่ควบคุม
ความจุหม้อบด (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	1030
รอบการหมุน (รอบ/นาที)	90
เวลา (ชั่วโมง)	2
น้ำหนักตัวอย่าง (กรัมโดยประมาณ)	1200
น้ำ (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	30
น้ำหนักผงอะลูมินา (กรัม)	40