

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิกพร้อมทั้งวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นเพื่อให้ได้กลาสเซรามิกที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำและสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ ซึ่งในบทนี้ได้กล่าวถึง วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี ตลอดจนวิธีการทดลองที่เกี่ยวข้องกับการปฏิบัติงานในครั้งนี้

3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบที่ใช้ในการเตรียมคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิกประกอบด้วยวัตถุดิบ ดังนี้

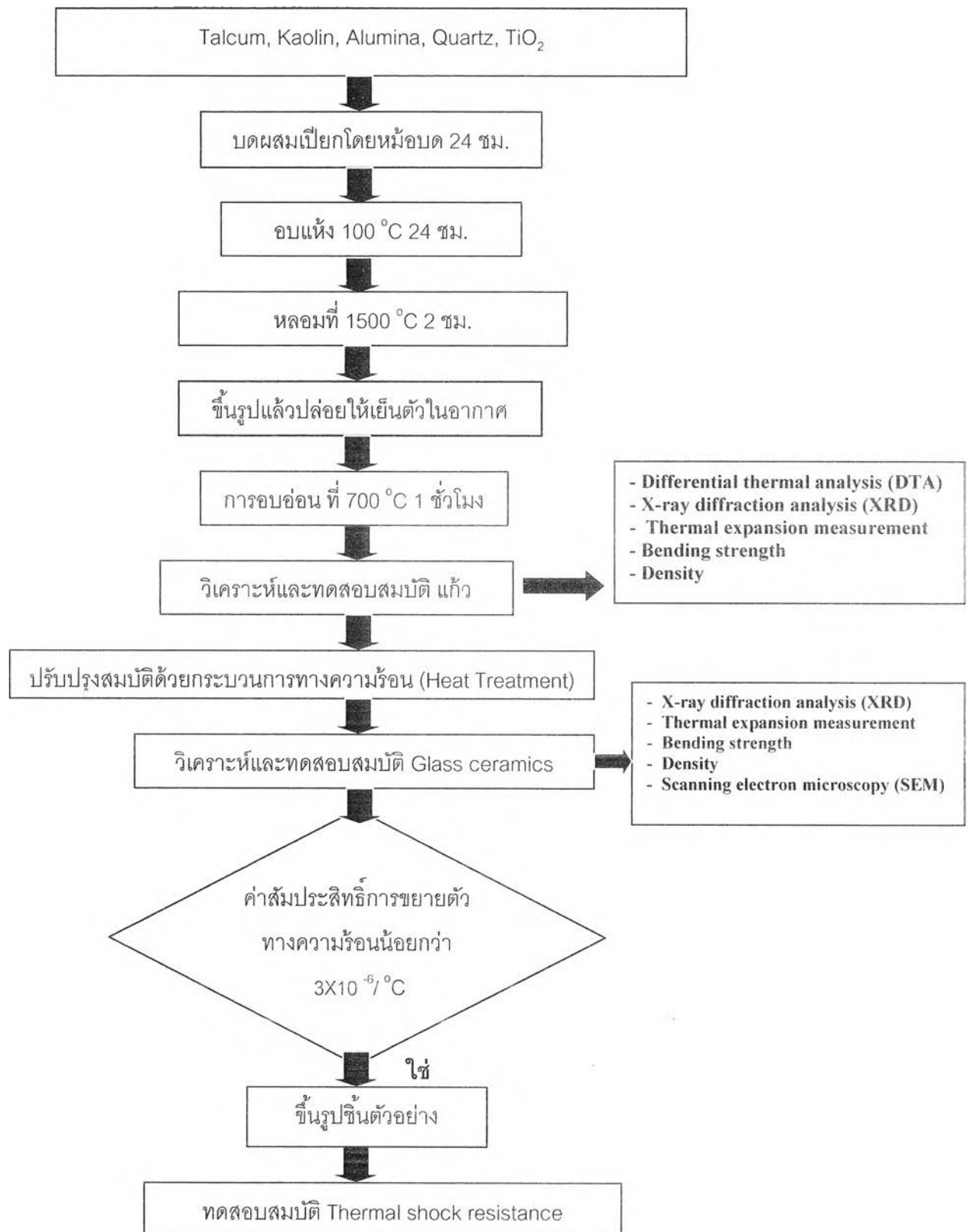
- Quartz 200 Mesh จากจังหวัดราชบุรี จำหน่ายโดยบริษัทพูนทรัพย์มาร์เก็ตติ้ง จำกัด
- Talcum calcined จากประเทศญี่ปุ่น จำหน่ายโดยบริษัทเซอร์นิค จำกัด
- Kaolin Microbrite (FH95) จาก Skardon river kaolin PTY limited. ประเทศออสเตรเลีย
- Calcined alumina (AL 05) จากประเทศอินเดีย จำหน่ายโดยบริษัท สยามเทคนิคเคลเซรามิค จำกัด
- Titanium dioxide จากประเทศจีน จำหน่ายโดยบริษัทพูนทรัพย์มาร์เก็ตติ้ง จำกัด

องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบแสดงดังตารางที่ 3.1 วัตถุดิบทั้งหมดที่นำมาใช้ในการเตรียมคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิกโดยผ่านขั้นตอนการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติแสดงในรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบ

Composition	Quartz 200 M	Calcined Talc	Kaolin FH95	Alumina AL-05	Titanium dioxide
SiO ₂	99.22	63.11	44.00	-	-
TiO ₂	0.05	0.04	2.00	-	99.90
Al ₂ O ₃	0.18	0.40	37.50	99.98	-
Fe ₂ O ₃	0.10	0.07	0.75	-	-
CaO	0.10	4.70	0.04	-	-
MgO	0.10	31.25	0.10	-	-
K ₂ O	0.07	0.08	0.13	-	-
Na ₂ O	0.03	0.11	0.36	-	-
LOI	-	-	14.00	-	-

3.2 แผนผังการทดลอง

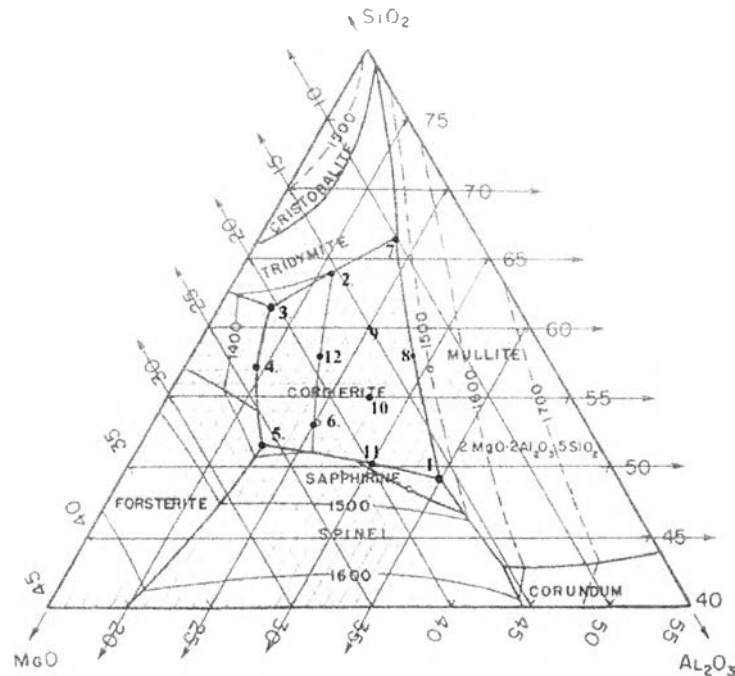


รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์และเตรียมคอร์เดียไรต์กึ่งกลาสเซรามิก

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิก

3.3.1.1 เตรียมวัตถุดิบและเลือกสูตร โดยค้นคว้าเอกสารและข้อมูลที่เกี่ยวข้อง ออกแบบการทดลอง กำหนดวิธีการดำเนินการวิจัย ซึ่งจากการศึกษา Phase Diagram ของคอร์เดียไรต์ซึ่งอยู่ในระบบ $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ ดังรูปที่ 3.2 ทำการเลือกส่วนผสม 12 จุดที่อยู่ในขอบเขตของอัตราส่วนที่จะเกิดเฟสคอร์เดียไรต์ เพื่อใช้ในการทดลองหาอัตราส่วนผสมของวัตถุดิบที่สามารถเตรียมคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิกที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำและการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดีที่สุด



รูปที่ 3.2 Phase diagram ของระบบ $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ ^[18]

หลังจากการคำนวณได้ทำการผสมวัตถุดิบตามอัตราส่วนที่ประกอบด้วยปริมาณออกไซด์ที่จุดต่างๆ ทั้ง 12 จุดแสดงดังตารางที่ 3.2 โดยพิจารณาเฉพาะ SiO_2 , Al_2O_3 และ MgO เมื่อนำมาคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของวัตถุดิบก็สามารถหาสูตรส่วนผสมแก้วทั้ง 12 สูตรได้ดังตารางที่ 3.3

3.3.1.2 จากงานวิจัยของ Hua Shao และ คณะ^[13] ดังได้กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ TiO_2 ที่ปริมาณ 9 wt% ในการทดลองเบื้องต้นซึ่ง TiO_2 นอกจากเป็น nucleating agent แล้วยังช่วยเป็นตัวช่วยหลอมได้ง่ายมีความหนืดต่ำลงและช่วยให้แก้วแข็งตัวช้าขึ้น (working range) ทำให้สามารถขึ้นรูปได้ง่ายขึ้น

ตารางที่ 3.2 สูตรส่วนผสมแก้ว โดยใช้อัตราส่วนของออกไซด์โดยน้ำหนักที่คำนวณจากเฟส
ไดอะแกรม

Formula	SiO ₂ (wt%)	Al ₂ O ₃ (wt%)	MgO(wt%)
CG 1	48.95	34.88	16.17
CG 2	63.98	20.54	15.48
CG 3	61.43	18.29	20.28
CG 4	57.15	19.45	23.40
CG 5	51.72	22.67	25.61
CG 6	53.31	25.04	21.65
CG 7	66.52	23.49	9.99
CG 8	57.99	28.98	13.03
CG 9	60.02	24.97	15.01
CG 10	54.97	27.51	17.52
CG 11	50.53	29.98	19.49
CG 12	58.00	22.97	19.03

ตารางที่ 3.3 สูตรส่วนผสมแก้วโดยใช้อัตราส่วนของวัตถุดิบโดยน้ำหนัก

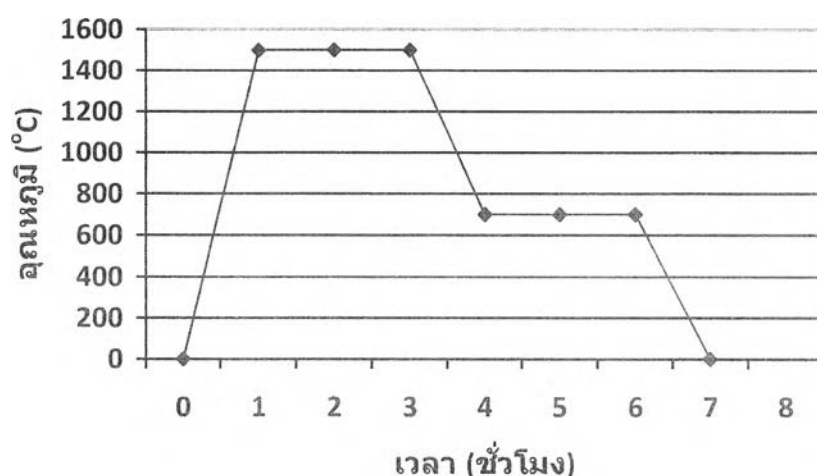
Formula	Quartz (wt%)	Talc (wt%)	Kaolin (wt%)	Alumina (wt%)	TiO ₂ (wt%)
CG 1	3.00	43.50	24.50	20.00	9.00
CG 2	11.00	40.50	36.50	3.00	9.00
CG 3	-	52.60	38.00	0.40	9.00
CG 4	-	63.00	19.00	9.00	9.00
CG 5	-	71.50	-	19.50	9.00
CG 6	-	58.50	18.50	14.00	9.00
CG 7	15.50	25.50	50.00	-	9.00
CG 8	15.20	35.00	26.50	14.30	9.00
CG 9	9.50	39.50	34.50	7.50	9.00
CG 10	1.00	46.00	34.50	9.50	9.00
CG 11	-	52.50	21.50	17.00	9.00
CG 12	8.20	51.50	19.30	12.00	9.00

หมายเหตุ TiO₂ ทำหน้าที่เป็น nucleating agent

เลขหมู่..... ๘พ-๒๕๕๓
เลขทะเบียน..... ๖๙๙๘
วันเดือนปี..... 10 ส.ค. ๒๕๕๐

โดยทำการผสมสูตรแก้วทั้ง 12 สูตรที่ได้จากการคำนวณ โดยทั้ง 12 สูตรจะเติม TiO_2 ในปริมาณ 9 % โดยน้ำหนักผสมไปพร้อมกับการบดเปียกในหม้อบดเป็นเวลา 24 ชม. เพื่อทำหน้าที่เป็น nucleating agent หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้มาอบแห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชม.

3.3.1.3 นำส่วนผสมที่ได้มาหลอมที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 1 ชม. ยืนไฟเป็นเวลา 2 ชม. ในเตาไฟฟ้าและทำการขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบโดยเทใส่แบบเหล็ก แล้วนำไป Anneal ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 2 ชม. ตามตารางการหลอมดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 กราฟอุณหภูมิและเวลาในการหลอมแก้วและการอบอ่อน

3.3.1.4 การเตรียมตัวอย่างแก้วสำหรับนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ มีรูปแบบต่างๆ กันดังนี้

- ก้อนกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 mm โดยเทน้ำแก้วใส่แบบเหล็ก เพื่อการวิเคราะห์สี การหลอมเป็นเนื้อเดียวกัน วัตถุประสงค์ที่หลอมไม่หมด

- ผง โดยนำแก้วมาบดให้เป็นผง เพื่อใช้วิเคราะห์ความเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (Differential thermal analysis) ด้วยเครื่อง DTA (PERKIN ELMER, DTA7) ที่อุณหภูมิ $50-1200^\circ\text{C}$ และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (X-ray diffraction analysis) ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (D8-advance, Bruker)

- เป็นแท่ง ขนาด $5 \times 5 \times 25$ mm โดยเทน้ำแก้วใส่แบบเหล็กแล้วอบอ่อน เพื่อใช้วิเคราะห์สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion coefficient) โดยใช้เครื่องวัดค่าการขยายตัวเนื่องจากความร้อน (Dilatometer NETZSCH รุ่น DIL 402 C) ที่อุณหภูมิ $100-500^\circ\text{C}$

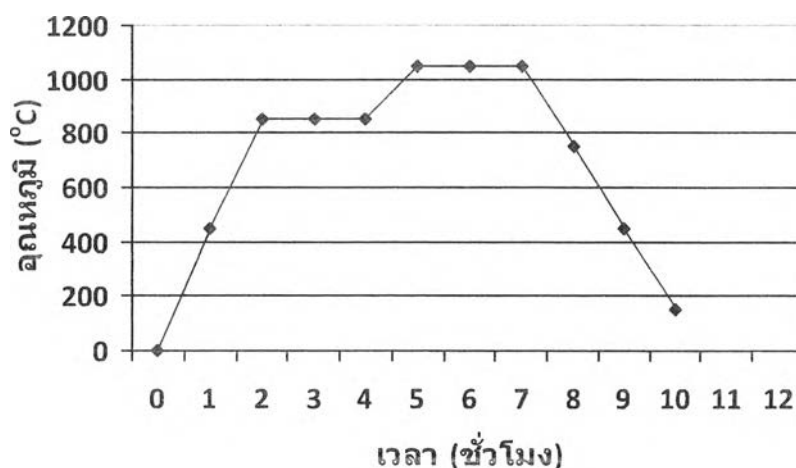
- เป็นแท่งขนาด 8x8x90 mm โดยเหน้าแก้วใส่แบบเหล็กแล้ววอบอ่อน เพื่อใช้วิเคราะห์ความแข็งแรง (Bending strength) ด้วยวิธี Three-Point Bending

3.3.1.5 นำตัวอย่างไปผ่านกระบวนการทางความร้อน (Heat treatment) ตามตารางการเผา ดังรูปที่ 3.4 เพื่อให้เปลี่ยนเป็นกลาสเซรามิกที่ภาวะต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 2 ชม. และเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเป็น 950 °C เป็นเวลา 2 ชม.
2. ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 2 ชม. และเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเป็น 1050 °C เป็นเวลา 2 ชม.
3. ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 2 ชม. และเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเป็น 1100 °C เป็นเวลา 2 ชม.

กระบวนการทางความร้อน เป็นกระบวนการทำเป็นกลาสเซรามิกโดยการควบคุมการเกิดผลึก โดยทั่วไปจะทำ 2 ขั้นตอนคือการสร้าง nucleus และการโตของผลึกรอบๆ นิวเคลียสที่อุณหภูมิ Nucleation และอุณหภูมิ Crystal growth

อุณหภูมิที่เกิด Nucleation และอุณหภูมิที่เกิด Crystal growth ของวัสดุแต่ละชนิดจะแตกต่างกันโดยตรวจสอบจากผลการวิเคราะห์ด้วย Differential thermal analysis (DTA) ทำให้ทราบ Glass Transition Temperature (T_g) และ Crystallization temperature (T_c) แล้วนำมากำหนดตารางการทำ Heat treatment



รูปที่ 3.4 กราฟอุณหภูมิและเวลาในกระบวนการทางความร้อน (ภาวะที่ 2)

3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของแก้วคอร์เดียไรต์

3.3.2.1 การสังเกตสี การหลอมเป็นเนื้อเดียวกัน วัดจุดดับที่หลอมไม่หมด

3.3.2.2 วิเคราะห์ความเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (Differential thermal analysis) ด้วยเครื่อง DTA ที่อุณหภูมิ 50-1200 °C เพื่อหา Glass Transition Temperature (T_g) และ Crystallization temperature (T_c) แล้วนำมากำหนดตารางการทำ Heat treatment ดังที่กล่าวไว้แล้วที่ 3.3.1.5

3.3.2.3 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (X-ray diffraction analysis) ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer โดยใช้ Cu - $K\alpha$ radiation ที่ scanning speed 2.4° ต่อนาทีในช่วง 2θ เท่ากับ $10-70^\circ$

3.3.2.4 วิเคราะห์สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion coefficient) โดยใช้เครื่องวัดค่าการขยายตัวเนื่องจากความร้อน ซึ่งเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM C372-94 ที่อุณหภูมิ 50-500°C

3.3.2.5 วิเคราะห์ความแข็งแรง (Bending strength) ด้วยวิธี Three-Point bending โดยความแข็งแรงของชิ้นงานสามารถหาได้จากการคำนวณดังสมการที่ 3.1

3.3.3 การวิเคราะห์สมบัติของกลาสเซรามิก

3.3.3.1 การสังเกตสี และความป็นเนื้อเดียวกันของคอร์เดียไรต์กลาสเซรามิก

3.3.3.2 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสด้วย XRD เพื่อหาเฟสหลักและเฟสรองโดย phase ต้องการคือ α -cordierite ($Mg_2Al_4Si_5O_{18}$)

3.3.3.3 วิเคราะห์สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion coefficient) โดยใช้เครื่องวัดค่าการขยายตัวเนื่องจากความร้อน Dilatometer

3.3.3.5 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ด้วยเครื่อง scanning electron microscopy SEM (JSM-6480LV, JEOL, Japan) ที่ 15kV

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสด้วย XRD ต้องได้เฟสหลักเป็น α -cordierite ($Mg_2Al_4Si_5O_{18}$) และการวิเคราะห์สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion coefficient) ซึ่งมีค่าต่ำสุดแล้วจึงเลือกสูตรที่ดีที่สุดมาทำการวิเคราะห์ต่อไป คือการวิเคราะห์ความแข็งแรง (Bending strength) การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ด้วยเครื่อง scanning electron microscopy (SEM) และทดสอบการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

3.3.4 ทดสอบการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

เมื่อได้กลาสเซรามิกที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนตามที่ต้องการ ทำการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างเพื่อทดสอบ การต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันด้วยมาตรฐาน ASTM C554-93

โดยทำการเตรียมตัวอย่างขนาด 15X20X8 mm จำนวน 10 ตัวอย่างต่อการทดลองหนึ่งครั้ง ซึ่งมีวิธีการทดลองดังนี้

- เปิดเตาอบ เริ่มที่อุณหภูมิ 150 °C แล้วใส่ตัวอย่างไปพร้อมกันทั้ง 10 ตัวอย่างและอบเป็นเวลา 45 นาที
- นำตัวอย่างทั้งหมดออกจากเตาและจุ่มลงในน้ำที่ 20 °C ทันที แช่ในน้ำเป็นเวลา 5-10 นาที
- นำตัวอย่างมาตรวจสอบการร้าวด้วย Methylene blue dye
- ถ้าตัวอย่างทั้งหมดยังไม่ร้าวให้ทำซ้ำอีก 4 ครั้ง
- เมื่อทำครบ 5 ครั้งแล้วตัวอย่างทั้งหมดยังไม่ร้าว ให้เพิ่มอุณหภูมิอีก 15 °C เช่นเริ่มที่ 150 °C แล้วค่อยเพิ่มไปที่ละ 15 °C เป็น 165 °C, 180 °C, 195 °C และ 210 °C เพิ่มไปจนกว่าตัวอย่างจะเริ่มร้าวและจุดบันทึกเป็นอุณหภูมิที่เกิด Thermal shock