

การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล

นางสาวกนิษฐา สันติวงศกร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2555
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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

GELCASTING OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL

Ms. Kanitta Santiwongsakorn

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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2012

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุก
โดย	นางสาวกนิษฐา สันติวงศกร
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	อาจารย์ ดร.สุจาริณี คชวัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริชนันท์ เขียมศิริเลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(อาจารย์ ดร.สุจาริณี คชวัฒน์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.อุไรวรรณ สีลาอดิศร)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.ภาวดี อังค์วัฒน์นะ)

กนิษฐา สันติวงศกร : การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล (GELCASTING OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : อ. ดร.สุจาริณี คุชวัณน์, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : อ. ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์, 74 หน้า.

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นทำการศึกษาอิทธิพลของสภาวะการหล่อแบบเจลด้วยระบบที่ใช้สารก่อเจลที่มีความเป็นพิษต่ำ เพื่อขึ้นรูปชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล งานวิจัยเริ่มจากการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลบริสุทธิ์จากผงอะลูมินาและผงแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาที่สภาวะของแข็ง ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผงสปิเนลที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำมาขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อแบบเจลซึ่งแยกศึกษาเป็น 2 ระบบ ได้แก่ การใช้สารก่อเจลเป็นสารก่อเจล และ การใช้ไฮดรอกซีเมทาคริเลต (2-Hydroxyethyl methacrylate ; HEMA) เป็นสารก่อเจล โดยทั้งสองระบบใช้เกลือแอมโมเนียมของกรดพอลิเมทอคริลิกเป็นสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค จากการศึกษาพบว่า การเติมสารช่วยกระจายตัวในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนักจะช่วยพัฒนาให้อนุภาคในสารแขวนลอยมีการกระจายตัวที่ดี ในระบบที่ใช้สารก่อเจลนั้น เมื่อใช้สารก่อเจลในปริมาณร้อยละ 2 โดยปริมาตร สเตอริอิมิตีฟิเคชันการไหลตัวที่ดี ชิ้นงานดิบที่ได้จากการหล่อแบบเจลมีความหนาแน่นร้อยละ 40 เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี และมีความแข็งแรงดัดโค้ง 786 กิโลพาสคาล สำหรับระบบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อเจลนั้น มีความจำเป็นต้องเตรียมสารแขวนลอยในสภาวะที่เป็นคาง จากการศึกษาพบว่า HEMA มีสมบัติช่วยกระจายตัวของอนุภาคในระบบ ส่งผลให้ solid loading พัฒนาขึ้นเป็นร้อยละ 47 โดยปริมาตร ชิ้นงานดิบที่ใช้ HEMA ปริมาณร้อยละ 11 โดยน้ำหนัก จะมีความหนาแน่นร้อยละ 45 เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี และความแข็งแรงดัด 1075 กิโลพาสคาล โดยเมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA แก่ระบบ ความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานดิบที่ได้ก็จะเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณ HEMA มากกว่าร้อยละ 11 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานดิบจะเกิดปัญหาการหลุดร่อนที่ผิวหน้า อันเป็นผลเนื่องมาจาก HEMA ส่วนเกินแยกตัวจากอนุภาคสปิเนล

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิติศ
 สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
 ปีการศึกษา 2555 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

5372419923 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : MAGNESIUM ALUMINATE / SPINEL / GELCASTING

KANITTA SANTIWONGSAKORN : GELCASTING OF MAGNESIUM

ALUMINATE SPINEL. ADVISOR : SUJARINEE KOCHAWATTANA, Ph.D.,

CO-ADVISOR : KARN SERIVALSATIT, Ph.D., 74 pp.

In this study, the influences of process parameters in gelcasting of magnesium aluminate spinel were investigated. Sub-micron and phase pure magnesium aluminate spinel powder were initially synthesized by solid state reaction of alumina and magnesium hydroxide powders at 1300 °C for 2 hours. The synthesized spinel powders were used as a starting material in this study. Two low toxic systems of gelcasting were focused; using of agar and using of 2-Hydroxymethacrylamide (HEMA) as gelling agents. An ammonium salt of polymethacrylic acid (PMA-NH₄) was used as a dispersant in both systems. In agar system, the stable suspension could be obtained when 1 wt% of PMA-NH₄ was added. The slurry with 2 wt% agar demonstrated good flow and the dried specimens yielded the relative density of 40% with the flexural strength of 786 kPa. For the HEMA system, it was essential to prepare suspension under basic condition. It was found that HEMA had a property as a dispersant so that the solid loading of the suspension could be improved to 47%. The dried specimens with 11 wt% HEMA had the relative density of 45% with the flexural strength of 1075 kPa. For further HEMA addition, exfoliation at the surface of the dried specimens were observed, which might be caused by the separation of the excess HEMA from the spinel particles.

Department : Materials Science

Student's Signature

Field of Study : Ceramic Technology

Advisor's Signature

Academic Year : 2012

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ การสนับสนุนให้ความช่วยเหลือ ทั้งทางด้านวิชาการและการดำเนินงานวิจัยอย่างดีจากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัย ที่คอยอบรมสั่งสอน ให้การสนับสนุนในการศึกษาอย่างเต็มที่ เปิดโอกาสให้คิด ลอง และลงมือทำในสิ่งที่ยากต้องการเสมอมา รวมทั้งคอยเป็นกำลังใจ จนกระทั่งงานวิจัยนี้สำเร็จลงได้

อาจารย์ ดร.สุจาริณี คชวัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์และ อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำ ความช่วยเหลือ และทุ่มเทเวลาในการตรวจสอบงาน ตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยมาด้วยดี อีกทั้งคอยอบรมสั่งสอนในเรื่องคุณธรรมและจริยธรรมของการเป็นนักวิจัยที่ดี

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ หัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณาจารย์ทุกท่านที่กรุณาให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัยและการใช้เครื่องมือต่างๆ ในภาควิชาวัสดุศาสตร์ ตลอดจนคำแนะนำในการแก้ไขรูปเล่มวิทยานิพนธ์ให้มีความถูกต้องเหมาะสม

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง ที่ให้ทุนสนับสนุนด้านการศึกษา งานวิจัยและการนำเสนอผลงาน

ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่ให้การอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือต่างๆ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณพี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือมาโดยตลอด

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 เซรามิกสปีเนล.....	3
2.1.1 โครงสร้างของเซรามิกสปีเนล	3
2.1.2 สมบัติของเซรามิกสปีเนล	4
2.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล.....	6
2.3 การผลิตเซรามิกสปีเนลชนิดโปร่งใส.....	7
2.4 การขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก.....	7
2.5 การหล่อแบบเจล.....	8
2.6 ระบบการหล่อแบบเจล.....	11
2.7 การพัฒนาระบบการหล่อแบบเจลที่มีความเป็นพิษต่ำ.....	13
2.8 ระบบการหล่อแบบเจลโดยใช้มอนอเมอร์ Acrylamide-base : HEMA	15
2.8.1 โครงสร้างของ 2-Hydroxyethyl methacrylate (HEMA)	15
2.8.2 กลไกการเกิดเจลของ HEMA	15
2.9 ระบบการหล่อแบบเจลโดยใช้พอลิแซ็กคาไรด์ : อาการ์.....	16

2.9.1 โครงสร้างของอาคาร	16
2.9.2 กลไกการเกิดเจลของอาคาร.....	18
2.10 ปัจจัยสำคัญในกระบวนการหล่อแบบเจล.....	18
2.11 เสถียรภาพของระบบคอลลอยด์.....	20
2.11.1 แรงระหว่างอนุภาค	20
2.11.2 การสร้างความเสถียรแก่ระบบคอลลอยด์.....	23
2.11.3 ศักย์ซีตา.....	24
2.12 วิทยาศาสตร์การไหล (Rheology)	26
2.12.1 ความหนืด.....	26
2.12.2 พฤติกรรมการไหล.....	27
2.13 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	28
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	31
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	31
3.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	32
3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้.....	32
3.3.1 การตรวจสอบเฟส.....	32
3.3.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร.....	32
3.3.3 ตรวจสอบการกระจายตัวของขนาดอนุภาค	32
3.3.4 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	33
3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสเลอรี.....	33
3.4.1 การตรวจสอบประจุที่ผิว	33
3.4.2 การตรวจสอบความหนืดของสเลอรี	33
3.5 การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	33
3.5.1 การหล่อแบบเจลโดยใช้อาคารเป็นสารก่อเจล.....	34
3.5.2 การหล่อแบบเจลโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล	34
3.6 การตรวจสอบชิ้นงานดิบจากการหล่อแบบเจล.....	36
3.6.1 การหดตัวหลังอบ (drying shrinkage)	36

3.6.2 ความหนาแน่นรวม (Bulk density)	36
3.6.3 ความแข็งแรงดัดโค้ง (Bending strength)	36
บทที่ 4 ผลการวิจัย	37
4.1 ผลการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	37
4.1.1 องค์ประกอบทางเฟสของสาร	37
4.1.2 การกระจายขนาดอนุภาค	38
4.1.3 โครงสร้างทางจุลภาค	39
4.1.4 หมู่ฟังก์ชันของสาร	40
4.2 การหล่อแบบโดยใช้ไออาร์เป็นสารก่อเจล	41
4.2.1 ศักย์ซีตา	41
4.2.2 ความหนืด	43
4.2.3 ความเข้มข้นของสารละลายไออาร์	49
4.2.4 ความแข็งแรงของชิ้นงานดิบ	49
4.2.5 ลักษณะผิวหน้าของรอยแตกของชิ้นงานดิบ	51
4.3 การหล่อแบบโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล	53
4.3.1 ศักย์ซีตา	53
4.3.2 ความหนืด	55
4.3.3 ลักษณะเจลในระบบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล	57
4.3.4 ความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานดิบ	57
4.3.5 ลักษณะผิวหน้ารอยแตกของชิ้นงานดิบ	59
4.4 เปรียบเทียบผลการหล่อแบบ โดยใช้ไออาร์และ HEMA เป็นสารก่อเจล	61
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	62
5.1 สรุปผลการวิจัย	62
5.2 ข้อเสนอแนะ	62
รายการอ้างอิง	64
ภาคผนวก	69
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	74

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 2.1 เปรียบเทียบคุณสมบัติของเซรามิกชนิดโปร่งใส	4
ตาราง 2.2 เปรียบเทียบตัวแปรและประสิทธิภาพการขึ้นรูปด้วยการหล่อด้วยความดัน การหล่อแบบ การฉีดขึ้นรูป และการหล่อแบบเจล	9
ตาราง 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัย	31
ตาราง 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและค่าการกระจายของขนาดอนุภาคสารตั้งต้น (Mg(OH) ₂ กับ Al ₂ O ₃) และสารผลิตภัณฑ์ (MgAl ₂ O ₄).....	38
ตาราง 4.2 ค่า solid loading ของสเลอริสปีเนลที่ในภาวะต่างๆ กัน (pH และปริมาณสารช่วย กระจายตัว)	48
ตาราง 4.3 ผลของปริมาณอากาศที่ส่งผลต่อความหนาแน่น ความแข็งแรง และการหดตัวหลังอบ ของชิ้นงานคิบที่หล่อแบบเจล (ควบคุม solid loading สูงท้าย ที่ร้อยละ 26 โดยปริมาตรเท่ากัน) ...	50
ตาราง 4.4 อิทธิพลของปริมาณอากาศที่ส่งผลต่อความหนาแน่นความแข็งแรงและการหดตัวหลัง อบของชิ้นงานคิบที่หล่อแบบเจล (solid loading ปรับเปลี่ยนตามสารละลายอากาศ).....	50
ตาราง 4.5 solid loading ของสเลอริสสูงสุดที่ในภาวะต่างๆ กัน (pH และปริมาณ PMA-NH ₄) เมื่อ เตรียมสเลอริสด้วยวิธีบดผสม	57
ตาราง 4.6 ผลของปริมาณ HEMA ที่ส่งผลต่อความหนาแน่นความแข็งแรงและการหดตัวหลังอบ ของชิ้นงานคิบที่หล่อแบบเจล	58

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของสปีเนล	3
รูปที่ 2.2 เปรียบเทียบการส่องผ่านของวัสดุ	5
รูปที่ 2.3 แผนภาพเฟสของ MgO-Al ₂ O ₃	6
รูปที่ 2.4 ชิ้นงานดิบจากการหล่อแบบเจลซึ่งมีรูปร่างซับซ้อน (a) เบ้าหลอมอะลูมินาขนาดเล็ก (b) แกนหมุนใบพัดซิลิกอนไนไตรด์ (c) หัวจรวดอะลูมินา	8
รูปที่ 2.5 แผนภาพแสดงกระบวนการหล่อแบบเจล	10
รูปที่ 2.6 กราฟเปรียบเทียบความแข็งแรงตัดและอุณหภูมิเผาขึ้นระหว่างชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วย วิธีการหล่อแบบเจลกับวิธีอื่น	11
รูปที่ 2.7 การแบ่งประเภทของการหล่อแบบเจล	13
รูปที่ 2.8 เปรียบเทียบโครงสร้างของ HEMA เทียบกับมอนอเมอร์ acrylamide-base อื่นๆ	15
รูปที่ 2.9 กระบวนการเกิดเจลของมอนอเมอร์ acrylamide-base	16
รูปที่ 2.10 โครงสร้างเคมีของอากาศ	17
รูปที่ 2.11 โครงสร้างเคมีของอากาศโรแพ็คติน	17
รูปที่ 2.12 กลไกการเกิดเจลของอากาศ	18
รูปที่ 2.13 การดูดซับสารช่วยกระจายตัวที่ผิวอนุภาค a) การดูดซับที่ไม่อิ่มตัว b) การดูดซับที่อิ่มตัว c) การดูดซับที่อิ่มตัวมากเกินไป	19
รูปที่ 2.14 การเปลี่ยนแปลงพลังงานของอนุภาคที่ระยะห่างต่างๆ	21
รูปที่ 2.15 การเปลี่ยนแปลงพลังงานที่ระยะระหว่างอนุภาคต่างๆ	22
รูปที่ 2.16 กลไกการสร้างความเสถียรของระบบคอลลอยด์โดยวิธี electrostatic, steric และ electrosteric stabilization	24
รูปที่ 2.17 double layer รอบผิวอนุภาค	25
รูปที่ 2.18 หลักการของเครื่องวัดศักย์ซีตา	25
รูปที่ 2.19 การเกิดการไหลแบบลามินาร์เมื่อมีแรงกระทำในแนวขนานกับพื้นผิวของของไหล	26
รูปที่ 2.20 (a) กราฟการเปลี่ยนแปลงความเค้นเฉือนตามอัตราเฉือน และ (b) กราฟลอการิทึม การเปลี่ยนแปลงความหนืดตามความเค้นเฉือนของพฤติกรรมการไหลแบบต่างๆ	28
รูปที่ 2.21 อิทธิพลของความแข็งแกร่งต่อค่า ballistic mass efficiency ของอะลูมินา	29
รูปที่ 3.1 แผนผังการทดลอง	35
รูปที่ 3.2 การทดสอบความแข็งแกร่งการตัด โคนึ่งแบบรับแรงสามจุด	36

รูปที่ 4.1 ผล XRD จากสารที่เตรียมเมื่อเผาแคลไซไนท์ที่ 1200 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	37
รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงสปีเนล	39
รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า	39
รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า	40
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ FT-IR ของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้และของผู้ผลิต S30CR	40
รูปที่ 4.6 ศักย์ซีตาของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้แขวนลอยในน้ำที่ pH ต่างๆ	42
รูปที่ 4.7 ศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลขึ้นกับปริมาณ PMA-NH ₄ ที่ pH ต่างๆ	43
รูปที่ 4.8 ลักษณะของสเลอรรีส์สปีเนล a) ไม่ปรับ pH หรือเติมสารช่วยกระจายตัวใดๆ b) ปรับ pH หรือเติมสารช่วยกระจายตัว c) การไหลตัวของสเลอรรีส์ที่ต่อเนื่อง	44
รูปที่ 4.9 การไหลของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณสารช่วยกระจายตัว PMA-NH ₄	45
รูปที่ 4.10 การไหลของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณสารช่วยกระจายตัว PMA-NH ₄	45
รูปที่ 4.11 การไหลของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตามความเค้นเฉือน โดยกำหนดให้ pH = 4	46
รูปที่ 4.12 ความหนืดปรากฏของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณ PMA-NH ₄ ที่ความเค้นเฉือนต่างๆ	47
รูปที่ 4.13 ความหนืดปรากฏของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตาม solid loading ที่ความเค้นเฉือนต่างๆ	47
รูปที่ 4.14 ลักษณะเจลของอาการ์ที่ความเข้มข้นของสารละลายต่างๆ กัน	49
รูปที่ 4.15 กราฟความแข็งแรงตัดและความหนาแน่นของชั้นงานคิบตามปริมาณอาการ์	51
รูปที่ 4.16 ลักษณะผิวหน้ารอยแตกของชั้นงานคิบตามปริมาณอาการ์ (a)-(d) solid loading คงที่ ส่วน (e)-(h) solid loading แปรผันตามปริมาณอาการ์ กำลังขยาย 50 เท่า	52
รูปที่ 4.17 ศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลที่ pH ต่างๆ เมื่อเติม HEMA ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก	53
รูปที่ 4.18 การเปลี่ยนแปลงของศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลเมื่อเติม HEMA และ PMA-NH ₄	54
รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบค่าศักย์ซีตาของสารแขวนลอยที่ภาวะต่างๆ	55
รูปที่ 4.20 การไหลตัวของสเลอรรีส์ที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณ HEMA (กำหนด pH = 10, PMA-NH ₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และ solid loading ร้อยละ 30 โดยปริมาตร)	56
รูปที่ 4.21 การไหลตัวของสเลอรรีส์ที่ภาวะต่างๆ จากการเติม PMA-NH ₄ และ HEMA	56
รูปที่ 4.22 ลักษณะเจลของ HEMA ที่ปริมาณ HEMA ต่างๆ กัน	57
รูปที่ 4.23 กราฟความแข็งแรงตัดและความหนาแน่นของชั้นงานคิบตามปริมาณ %HEMA	59
รูปที่ 4.24 ภาพจำลองการร่อนที่ผิวหน้าเนื่องจากความเครียดระหว่างรอยต่อเมื่อขึ้นงานหดตัว	59
รูปที่ 4.25 ผิวหน้ารอยแตกของชั้นงานคิบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล ตั้งแต่ร้อยละ 5-15 โดย น้ำหนัก	60

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล เป็นวัสดุเซรามิกชนิดหนึ่งที่มีความสำคัญและถูกนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายประเภท เนื่องจากมีจุดหลอมเหลวสูง ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ มีความต้านทานทางสารเคมีสูง มีสมบัติเชิงกลที่ดี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ำ และมีสมบัติทางแสงที่ดีเยี่ยม

ในปัจจุบันนักวิจัยสามารถปรับปรุงกระบวนการผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลให้มีความโปร่งใส ซึ่งหากนำมาผลิตเป็นเกราะใสก็必将มีความบางและมีน้ำหนักเบากว่ากระจกกันกระสุนที่ทำด้วยควอทซ์ประมาณร้อยละ 50 ถึง 60 อีกทั้งยังสามารถต้านทานการขูดขีดได้ดีมาก จึงเป็นหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความสนใจอย่างสูงในการพัฒนาเพื่อใช้งานด้านนี้ แต่การผลิตชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทำให้เกิดความโปร่งใสจำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพและใช้เทคนิคการผลิตที่ทันสมัย ซึ่งประเทศไทยยังขาดแคลนเครื่องมืออยู่

การหล่อแบบเจล เป็นการขึ้นรูปอีกวิธีหนึ่งที่น่าสนใจ โดยมีขั้นตอนคล้ายกับการหล่อแบบทั่วไป แต่มีการใช้สารตัวเติมซึ่งทำหน้าที่ก่อให้เกิดโครงสร้างลักษณะเป็นโครงตาข่ายขึ้นในชิ้นงาน ทำให้เนื้อสารกระจายตัวอยู่ในโครงสร้างดังกล่าวโดยสม่ำเสมอ โดยไม่มีความจำเป็นต้องใช้แม่แบบราคาแพง และใช้ตัวประสานปริมาณต่ำกว่าที่ใช้ในกระบวนการฉีดขึ้นรูป จึงช่วยลดปัญหาเกี่ยวกับการได้สารอินทรีย์ภายหลังการขึ้นรูป นอกจากนี้ การหล่อแบบเจลยังสามารถถูกพัฒนาไปใช้ในการผลิตระดับอุตสาหกรรมได้อีกด้วย

เนื่องจากการขึ้นรูปแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยการหล่อแบบเจล ยังมีข้อมูลการศึกษาไม่มากนัก อีกทั้งระบบการหล่อแบบเจลแบบดั้งเดิมใช้อะคริลาไมด์ (Acrylamide : AM) เป็นมอนอเมอร์ที่ใช้เป็นสารก่อเจลนั้นมีความเป็นพิษ งานวิจัยนี้จึงมีเป้าหมายในการพัฒนากระบวนการขึ้นรูปแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยใช้ระบบที่มีความเป็นพิษต่ำ 2 กลุ่ม คือ มอนอเมอร์ในกลุ่มของอะคริลาไมด์ นั่นคือ 2-Hydroxymethacrylamide (HEMA) และพอลิเมอร์จากธรรมชาติโดยใช้อาการ์ (Agar) หรือผงวุ้นเป็นสารก่อเจล เพื่อให้สามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่มีความซับซ้อน มีความแข็งแรง มีความหนาแน่นสม่ำเสมอ และโครงสร้างทางจุลภาคที่เหมาะสม สามารถนำไปพัฒนาเป็นชิ้นงานที่มีความโปร่งใสหลังจากเผาผลาญได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาพัฒนากระบวนการขึ้นรูปวัสดุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีหล่อแบบเจล และประเมินอิทธิพลของตัวแปร ได้แก่ ความหนืด solid loading ปริมาณสารก่อเจล เป็นต้น ที่มีต่อคุณลักษณะและสมบัติของชิ้นงานดิบที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยวิธีนี้

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์และศึกษาลักษณะเฉพาะแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ ได้แก่ เฟส ขนาดอนุภาค และ โครงสร้างทางจุลภาค

1.3.2 ศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปชิ้นงานดิบของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีหล่อแบบเจลที่มีความเป็นพิษต่ำสองวิธี ได้แก่ การใช้ HEMA และ การใช้อาร์กเป็นสารก่อเจล

1.3.3 ศึกษาอิทธิพลของการเติมสารก่อเจลที่ส่งผลต่อความหนาแน่น ความแข็งแรง และ โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานดิบ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบวิธีการในการขึ้นรูปแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยระบบที่มีความเป็นพิษต่ำ

1.4.2 เข้าใจลักษณะประจุที่พื้นผิวอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ส่งผลต่อพฤติกรรม การไหลของสเตอร์รี่

1.4.3 ได้ชิ้นงานดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่มีความหนาแน่นและความแข็งแรงสูง เหมาะที่จะนำไปเผาผนึก หรือทำให้กลายเป็นเซรามิกโปร่งใส

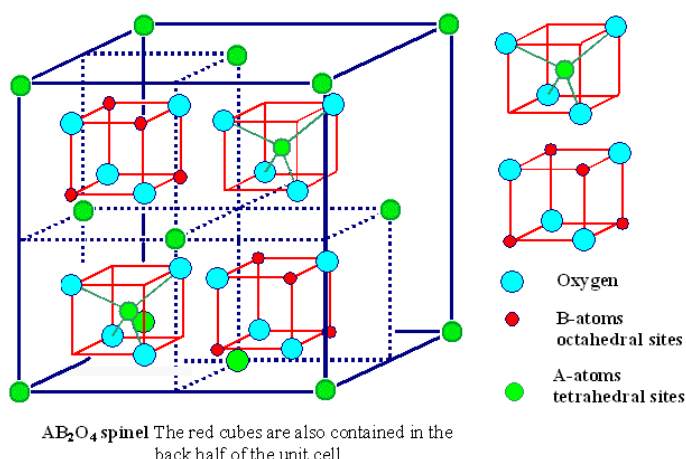
บทที่ 2

วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.1 เซรามิกสปิเนล

2.1.1 โครงสร้างของเซรามิกสปิเนล

แมกนีเซียมอะลูมินาสปิเนล (Magnesium Aluminate Spinel : $MgAl_2O_4$) เป็นสารประกอบออกไซด์จัดอยู่ในกลุ่มโครงสร้างที่เรียกว่า “สปิเนล (spinel)” สูตรทางเคมีทั่วไป (general chemical formula) คือ AB_2O_4 โดยทำการแทนที่ตำแหน่งของ A ด้วยไอออนโลหะที่มีประจุ 2+ เช่น Mg Fe Mn หรือ Zn ส่วนตำแหน่งของ B จะแทนที่ด้วยไอออนโลหะในที่มีประจุ 3+ เช่น Al Fe Cr หรือ Mn เป็นต้น ซึ่งหากแทนที่ A ด้วย Mg และแทนที่ B ด้วย Al จะได้สูตรทางเคมีคือ $MgAl_2O_4$ สามารถเรียกสั้นๆ ว่า “สปิเนล” ได้เลย⁽¹⁾ โครงสร้างของสปิเนลส่วนใหญ่มีลักษณะผลึกเป็นแบบลูกบาศก์ แบบจำลองหน่วยเซลล์ (unit cell) ของสปิเนลแสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของสปิเนล

แต่ละหน่วยเซลล์ภายในโครงสร้างผลึกของสปิเนล ประกอบด้วย ไอออนลบของออกซิเจนที่มีการจัดเรียงตัวของแลตทิซ (lattice) เป็นแบบโครงสร้างการบรรจุชิดที่สุดรูปลูกบาศก์ (cubic closest-packed structure : CCP) ส่วนไอออนบวกจะอยู่ในตำแหน่งบริเวณช่องว่างระหว่างโครงสร้าง (interstitial sites) ของแอนไอออน A โดยอยู่ในตำแหน่ง tetrahedral sites และ B อยู่ตำแหน่ง octahedral sites โดยรวมแล้วใน 1 หน่วยเซลล์จะประกอบด้วย ออกซิเจน 36 อะตอม ตำแหน่ง A มี 8 อะตอม และตำแหน่ง B มี 16 อะตอม ส่วน lattice parameter สำหรับ $MgAl_2O_4$ โดยทั่วไปจะมีขนาด 8.103 \AA ⁽²⁾

2.1.2 สมบัติของเซรามิกสปิเนล

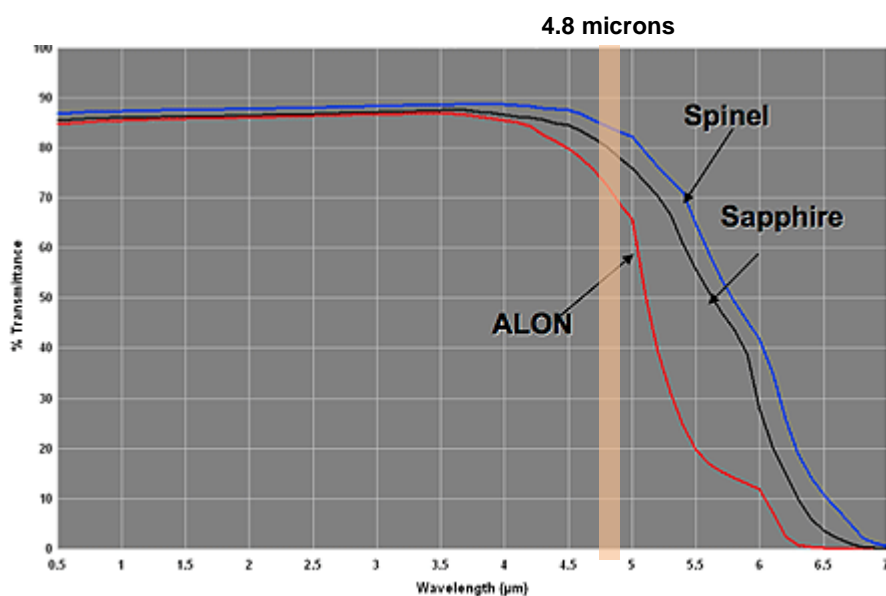
เนื่องจากโครงสร้างผลึกของสปิเนลเป็นลูกบาศก์จึงส่งผลให้วัสดุนี้มีสมบัติที่เท่ากันทุกทิศทาง (isotropic) เราจึงสามารถใช้เทคโนโลยีขั้นสูงในการผลิตสปิเนลให้มีความโปร่งใสแม้เมื่ออยู่ในรูปพหุผลึก สปิเนลมีสมบัติที่น่าสนใจหลายประการ ได้แก่ มีจุดหลอมเหลวสูง (2135 องศาเซลเซียส) มีความแข็งสูง (16 จิกะพาสคาล) ในขณะที่ความหนาแน่น (3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ต่ำกว่าวัสดุหลายชนิด ส่วนสมบัติทางแสงก็มีความสม่ำเสมอทุกทิศทาง และไม่เกิดการหักเหสองแนว (birefringence) ทำให้ไม่เกิดภาพซ้อนของวัตถุ สปิเนลชนิดโปร่งใสมีการส่องผ่านแสงที่ดีในช่วงความยาวคลื่น 0.23-5.0 ไมโครเมตร มีความแข็งแกร่งสูงที่อุณหภูมิห้อง เชื่อยต่อสารเคมี มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ และยังทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน จึงถูกนำไปประยุกต์ใช้งานหลายด้าน เช่น ใช้เป็นวัสดุทนไฟ ช่องมองสำหรับถังความดันสูง หรือช่องมองของเตาเผา ฝาครอบขีปนาวุธความเร็วสูงและ วัสดุครอบเซ็นเซอร์ เซ็นเซอร์ตรวจจับความชื้น หัวกระสุน (missile) และกระจกโดม เป็นต้น⁽³⁾

สปิเนลชนิดโปร่งใส หากนำมาประกอบเป็นเกราะใสจะมีความบางและน้ำหนักเบา กว่ากระจกกันกระสุนที่ใช้กระจกควอทซ์ที่มีความแข็งสูงเท่ากัน ประมาณร้อยละ 50-60 ทั้งยังมีความทนทานต่อการขัดถู (abrasion resistant) ได้ดีมากอีกด้วย⁽⁴⁾ จึงเป็นหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความสนใจอย่างสูงในการพัฒนามาใช้งานด้านนี้เช่นเดียวกับอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรท์ (Aluminum Oxynitride : AION™) และแซฟไฟร์ (sapphire) สมบัติของวัสดุทั้ง 3 ชนิดเมื่อเปรียบเทียบกับควอทซ์ แสดงในตารางที่ 1

ตาราง 2.1 เปรียบเทียบคุณสมบัติของเซรามิกชนิดโปร่งใส⁽⁵⁾

สมบัติ	Quartz	ALON™	Sapphire	Spinel
ความหนาแน่น (Density, g/cc)	2.21	3.69	3.97	3.58
ขนาดเกรน (Grain size, μm)	อสัณฐาน	250	ผลึกเดี่ยว	50-75
ความแข็งแรงดัด (Flexural Strength, MPa)	48	380	742	120-350
ความทนทานต่อการแตกหัก (Fracture Toughness, $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	0.8	2	2	1.9
ความแข็งแบบนูน (Knoop Hardness, kg/mm^2)	---	1950	2200	1645
มอดูลัสยืดหยุ่น (Elastic Modulus, GPa)	70	334	344	275
ช่วงการส่องผ่านแสง (Transmission Range, μm)	0.2-4.5	0.22-6.0	0.2-6.0	0.2-6.5

สปีเนลมีข้อดีบางประการที่เหนือกว่า AION™ และแซฟไฟร์ คือ หาซื้อผงวัตถุดิบได้สะดวกกว่าเพราะมีการผลิตและจำหน่ายในเชิงพาณิชย์อย่างเสรี ในขณะที่การผลิตวัสดุ AION™ เป็นลิขสิทธิ์เฉพาะของบริษัทเจ้าของลิขสิทธิ์เท่านั้น นอกจากนี้กระบวนการผลิตสปีเนลสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า AION™ และเซรามิกที่ได้มีสมบัติการส่งผ่านแสงที่ดีเยี่ยมในช่วงความยาวคลื่นแสงที่ตามองเห็นและกึ่งกลางของช่วงแสงอินฟราเรด (4.8 ไมโครเมตร) เหนือกว่าแซฟไฟร์และ AION™ สำหรับแซฟไฟร์นั้นแม้ว่าจะมีสมบัติด้านความแข็งและความแข็งแรงแรงดีที่สุดในด้านรูปผลึกเดี่ยวก็ทำได้ยาก ใช้เวลานาน และมีต้นทุนการผลิตสูง⁽⁶⁾



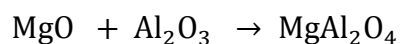
รูปที่ 2.2 เปรียบเทียบการส่งผ่านของวัสดุ⁽⁶⁾

สปีเนลเป็นหนึ่งในวัสดุทนไฟที่มีความสำคัญ สามารถประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมซีเมนต์และโลหะได้หลากหลาย เช่น อิฐทนไฟ เบ้าหลอมโลหะ เป็นต้น เพราะสปีเนลมีความความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูง (hot strength) มีความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) ต่อทั้งตะกั่วที่เป็นกรดและเบส⁽⁷⁾ นอกจากนี้ยังมีรายงานว่า นักวิจัยจากศูนย์วิจัยแห่งชาติ Oak Ridge และกระทรวงพลังงานของสหรัฐอเมริกา ได้ร่วมกันพัฒนาสปีเนลเพื่อเป็นวัสดุทนไฟในการผลิตก๊าซเชื้อเพลิงชีวมวล (biomass gasification) โดยประกอบเป็นท่อในเตาพลังชีวมวลของน้ำมันยางดำ ซึ่งจะมีของเหลวร้อนไหลผ่านตลอดเวลา หลังจากติดตั้งไปแล้ว 1 ปี พบว่าสปีเนลมีความทนทานต่อการกัดกร่อน (corrosion) และการร้าวล่อน (spallation) โดยไม่จำเป็นต้องเปลี่ยนใหม่ ช่วยประหยัดพลังงานและค่าบำรุงรักษาได้ นอกจากนี้สปีเนลยังสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิที่สูงกว่าวัสดุทนไฟดั้งเดิมอันเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการใช้พลังงาน⁽⁸⁾

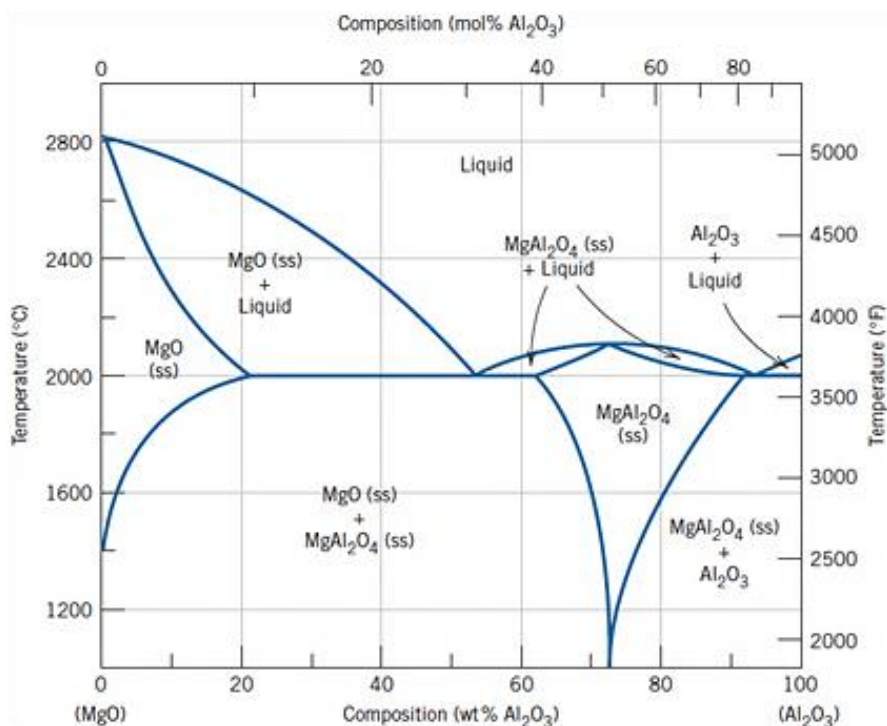
2.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

การสังเคราะห์ผงสปิเนลสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่การสังเคราะห์แบบดั้งเดิมด้วยวิธีปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง (solid-state synthesis) จนไปถึงวิธีที่ซับซ้อนขึ้น เช่น co-precipitation wet-chemical และ sol-gel ซึ่งแต่ละวิธีมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไป วิธีสังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาที่สถานะของแข็งเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ไม่ซับซ้อน ต้นทุนการผลิตไม่สูงมากเมื่อเทียบกับวิธีอื่น และสามารถประยุกต์ใช้ผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้ โดยปัจจัยสำคัญในการสังเคราะห์ผงสปิเนล คือ เวลาบดผสมและอุณหภูมิเผาแคลไซน์ที่สูงพอ⁽³⁾ ดังนั้น หากใช้เวลาบดผสมที่เหมาะสม ก็จะทำให้ส่วนผสมหลังบดมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีสมบัติทางเคมีและรูปร่างสม่ำเสมอ และอาจช่วยลดอุณหภูมิการเผาได้ด้วย

ในการสังเคราะห์ผงสปิเนลส่วนใหญ่โดยใช้วิธีปฏิกิริยาที่สถานะของแข็งจะใช้อะลูมินา (Al_2O_3) และแมกนีเซียม (MgO) เป็นองค์ประกอบหลัก โดยผสมในอัตราส่วนโมล 1:1 ดังสมการ



สมการด้านบนสอดคล้องกับแผนภาพเฟสของ $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ ดังรูปที่ 2.3 ตามแผนภาพเฟส หากผสม Al_2O_3 ต่อ MgO ในอัตราส่วนโมล 1:1 (หรือประมาณร้อยละ 72:28 โดยน้ำหนัก) จะสามารถสังเคราะห์สปิเนลได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1,200 องศาเซลเซียสขึ้นไป



รูปที่ 2.3 แผนภาพเฟสของ $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ ⁽⁹⁾

2.3 การผลิตเซรามิกสปีเนลชนิดโปร่งใส

จากงานวิจัยที่ผ่านมาระบวนการผลิตสปีเนลแบบโปร่งใสสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีเผาผนึกในสูญญากาศ⁽¹⁰⁾ วิธีเผาผนึกด้วยสปาร์กพลาสมา (spark plasma sintering)^(11, 12) การอัดร้อน (hot pressing) การอัดร้อนตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทาง (hot-pressing/hot isostatic pressing ; HIP) การอัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทาง (CIP/HIP)⁽¹³⁾ และการหล่อแบบเจลตามด้วยการอัดร้อนทุกทิศทาง (gelcasting/HIP)⁽¹⁴⁾ จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การผลิตสปีเนลชนิดโปร่งใสส่วนใหญ่เลือกใช้การอัดร้อนทุกทิศทางแล้วเผาผนึกในขั้นตอนสุดท้ายเพื่อเพิ่มสมบัติทางแสงและสมบัติทางกายภาพ โดยปัจจัยสำคัญที่ทำให้วัสดุมีความโปร่งใส คือ 1) การเลือกวัตถุดิบที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคและชนิดที่เหมาะสม ร่วมกับ 2) กระบวนการผลิตที่ช่วยลดความเสี่ยงการเกิดตำหนิรูพรุน⁽¹⁵⁾

2.4 การขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก

ผลิตภัณฑ์เซรามิกขั้นสูง (advance ceramics) ส่วนใหญ่จะขึ้นรูปโดยการอัดผงให้มีรูปร่างที่ต้องการและเพิ่มความหนาแน่นด้วยการเผาผนึก ซึ่งกระบวนการขึ้นรูปด้วยผงวัสดุประกอบด้วย 5 ขั้นตอน ได้แก่

- 1) การสังเคราะห์ผงวัตถุดิบ (powder synthesis)
- 2) การเตรียมผงสำหรับขึ้นรูป (powder preparation)
- 3) การขึ้นรูป (consolidation)
- 4) กำจัดสารตัวทำละลายและสารตัวเติม (solvent and additive removing)
- 5) การเพิ่มความหนาแน่น (densification)

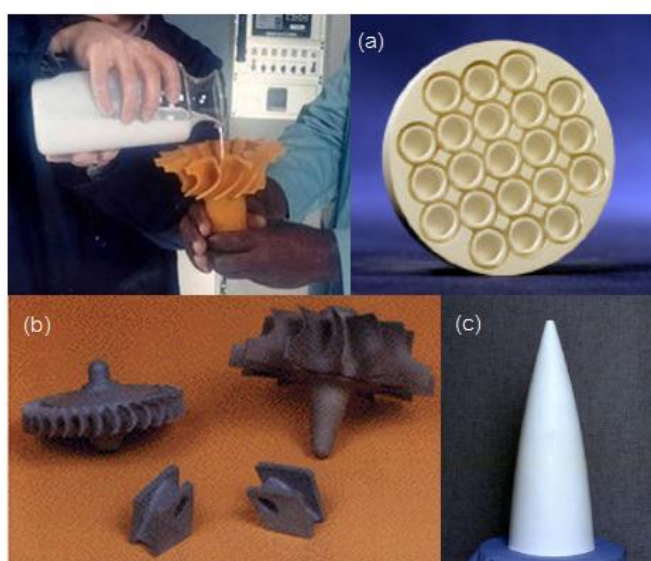
กระบวนการแต่ละขั้นตอนล้วนมีอิทธิพลต่อความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity) หรือจุดบกพร่อง (defects) ของชิ้นงาน เช่น การเกาะตัวของอนุภาค (agglomerates) การรวมตัวกับสารอินทรีย์ (organic inclusions) และฟองอากาศ ซึ่งเมื่อเกิดขึ้นแล้วอาจยังคงอยู่ในขั้นตอนถัดไป หรืออาจพัฒนาจนเกิดขึ้นในขั้นตอน densification ก็ได้ ดังนั้น เราจึงควรหลีกเลี่ยงไม่ให้ชิ้นงานเกิดตำหนิหรือมีรูพรุนมากมายในขั้นตอนการขึ้นรูป เพื่อให้กระบวนการเพิ่มความหนาแน่นในขั้นตอน densification เป็นไปโดยง่าย

การอัดแห้ง (dry pressing) ได้รับการยอมรับว่าเป็นการเตรียมชิ้นงานที่สะดวกรวดเร็วและได้รับความนิยอย่างกว้างขวาง แต่สำหรับการประยุกต์ใช้งานขั้นสูงยังไม่ได้รับการยอมรับเพียงพอเนื่องจาก 1) ไม่สามารถแยกการจับกันของอนุภาคและกำจัดจุดบกพร่องจากผงวัตถุดิบ 2) มีข้อจำกัดด้านการขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อน ด้วยเหตุนี้จึงมีความพยายามที่จะพัฒนาเทคนิคการขึ้นรูปจากสเลอริรี่ซึ่งสามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนและประยุกต์ใช้งานได้กว้างขึ้น

ทั้งเซรามิกแบบหนาแน่นและแบบพรุนตัว ภายใต้สภาวะการเตรียมสารให้อยู่ในรูปสเลอรี่ จึงสามารถแยกการเกาะตัวของอนุภาคโดยการบดผสมหรืออัลตราโซนิก กำจัดพร้อมกับตำหนิอื่นออกไปโดยการกรองออกจากสเลอรี่⁽¹⁶⁾ หรือจากการปรับความเป็นกรด-ด่างและการเติมสารช่วยกระจายตัวเพื่อควบคุมแรงระหว่างอนุภาคให้เกิดการกระจายตัวที่ดีของอนุภาคในตัวกลาง อันจะช่วยเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงานได้ การขึ้นรูปเซรามิกที่ต้องอาศัยเทคนิคคอลลอยด์ ได้แก่ การหล่อแบบ (slip casting) การขึ้นรูปชิ้นงานเป็นแผ่นด้วยการเทแบบ (tape casting) การหล่อด้วยความดัน (pressure casting) การฉีดขึ้นรูป (injection molding) การหล่อแบบเจล (gelcasting) เป็นต้น

2.5 การหล่อแบบเจล

การหล่อแบบเจล เป็นกระบวนการขึ้นรูปที่มีรูปร่างใกล้เคียงชิ้นงานสุดท้าย (near-net-shape) ซึ่งคิดค้นเป็นครั้งแรกในปลายศตวรรษที่ 19 โดย Mark Jannie และคณะ จากศูนย์วิจัยแห่งชาติ Oak Ridge จุดมุ่งหมายเพื่อทำอุปกรณ์เครื่องยนต์กลไกที่มีรูปร่างซับซ้อน เช่น แกนหมุนใบพัด⁽¹⁷⁾ กระบวนการนี้สามารถทำให้กลุ่มอนุภาคที่เกาะกัน (agglomerates) เกิดการกระจายตัวอยู่ในสารละลายแขวนลอยได้อย่างเสถียร รวมไปถึงการกำจัดฟองอากาศออก ทำให้ชิ้นงานมีความสม่ำเสมอและแข็งแรง⁽¹⁸⁾ การหล่อแบบเจลเป็นการขึ้นรูปที่มีขั้นตอนคล้ายคลึงกับการหล่อแบบ ซึ่งสามารถผลิตชิ้นงานเซรามิกที่มีรูปร่างซับซ้อนเช่นเดียวกับการฉีดขึ้นรูป กระบวนการนี้มีขั้นตอนที่ไม่ซับซ้อน และการกำจัดตัวประสานออกจากชิ้นงานใช้เวลาสั้นกว่าวิธีฉีดขึ้นรูป ตามที่แสดงการเปรียบเทียบการหล่อแบบเจลกับการขึ้นรูปด้วยวิธีต่างๆ ในตารางที่ 2.2 ดังนั้นการหล่อแบบเจลจึงเป็นเทคโนโลยีที่คาดหวังในการผลิตชิ้นงานเซรามิกที่มีรูปร่างซับซ้อน ช่วยให้การผลิตในระดับอุตสาหกรรมไม่ยุ่งยากและยังมีต้นทุนการผลิตต่ำ



รูปที่ 2.4 ชิ้นงานดิบจากการหล่อแบบเจลซึ่งมีรูปร่างซับซ้อน (a) เบ้าหลอมอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (b) แกนหมุนใบพัดซิลิกอนไนไตรด์ (c) หัวจรวดอะลูมินา⁽¹⁹⁾

ตาราง 2.2 เปรียบเทียบตัวแปรและประสิทธิภาพการขึ้นรูปด้วยการหล่อด้วยความดัน การหล่อแบบ การฉีดขึ้นรูป และการหล่อแบบเจล⁽²⁰⁾

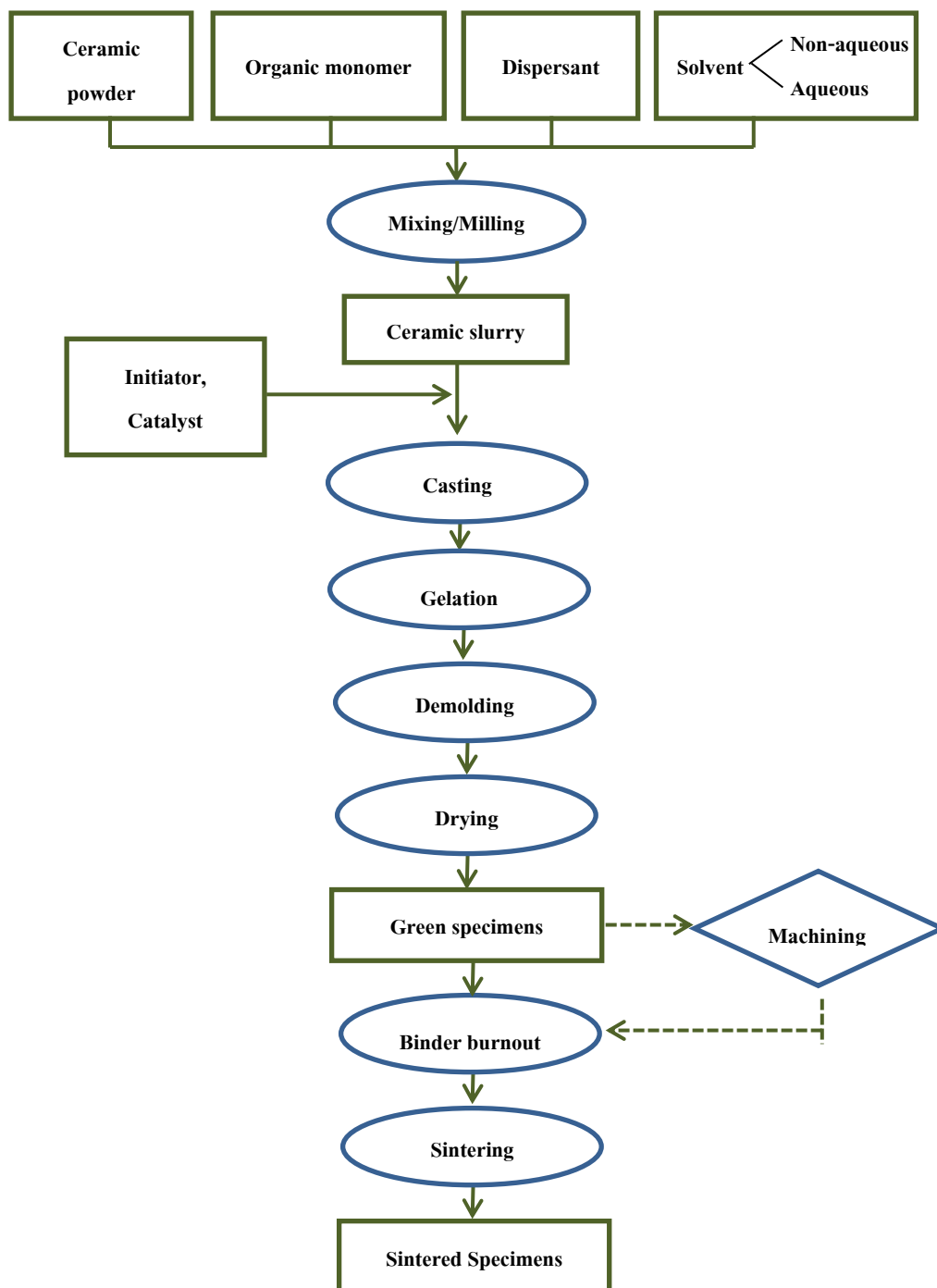
พารามิเตอร์	การหล่อด้วยความดัน	การหล่อแบบ	การฉีดขึ้นรูป	การหล่อแบบเจล
เวลาในการขึ้นรูป	10 นาที – 5 ชั่วโมง	1-10 ชั่วโมง	1-2 นาที	5-60 นาที
ความแข็งแรงหลังขึ้นรูป	ต่ำ	ต่ำ	สูง	ปานกลาง-มาก
ความแข็งแรงชิ้นงานดิบหลังอบ	ต่ำ	ต่ำ	ยังใช้ไม่ได้	สูงมาก
แม่แบบ	พลาสติกพ룬ตัว	ปูนพลาสติกอร์	โลหะ	โลหะ แก้ว พอลิเมอร์ ขี้ผึ้ง
เวลาเผาไล่ตัวประสาน	2-3 ชั่วโมง	2-3 ชั่วโมง	อาจนานถึง 7 วัน	2-3 ชั่วโมง
ตำหนิขณะขึ้นรูป	น้อย	น้อย	มาก	น้อย
ขนาดชิ้นงานใหญ่สุดที่ขึ้นรูปได้	~ 0.5 ม.	> 1 ม.	~ 30 ม. หน้าตัด ต้อง ≤ 1 ซม.	> 1 ม.
การบิดเบี้ยวระหว่างการอบ/กำจัดตัวประสาน	น้อย	น้อย	สามารถเกิดขึ้นสูง	น้อย
การขึ้นรูปชิ้นงานที่หนาบาง	ชิ้นงานที่หนาทำให้เวลาหล่อเพิ่มขึ้น	ชิ้นงานที่หนาทำให้เวลาหล่อเพิ่มขึ้น	มีปัญหาเกี่ยวกับการกำจัดตัวประสาน	ไม่มีปัญหา
ขนาดของอนุภาค	เวลาในการหล่อเพิ่มขึ้นเมื่ออนุภาคเล็กลง	เวลาในการหล่อเพิ่มขึ้นเมื่ออนุภาคเล็กลง	ความหนืดเพิ่มเมื่อขนาดอนุภาคลดลง	ความหนืดเพิ่มเมื่อขนาดอนุภาคลดลง

หลักการของกระบวนการหล่อแบบเจล คือ สเตอริ์ของผงเซรามิกที่อยู่ในสารละลายมอนอเมอร์ซึ่งเมื่อถูกเทลงไปในแม่แบบแล้วจะเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน (polymerization) จับตัวแข็งเป็นเจล โครงสร้างเจล 3 มิติที่เกิดขึ้นจะโอบอุ้มผงเซรามิกให้กระจายตัวในชิ้นงานอย่างสม่ำเสมอและเกาะกันเป็นรูปร่างตามที่หล่อ⁽²¹⁾

ส่วนประกอบของกระบวนการหล่อแบบเจล

- 1) มอนอเมอร์ (monomer) และตัวเชื่อม โยงพอลิเมอร์ (cross-linkers)
- 2) ตัวทำละลาย (solvent)
- 3) สารช่วยกระจายตัว (dispersant)
- 4) สารตัวเติม (additive)
- 5) สารเริ่มปฏิกิริยา (initiator) และสารเร่งปฏิกิริยา (catalyst)
- 6) แม่แบบ (mold)

ขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบเจลโดยทั่วไป แสดงดังรูป



รูปที่ 2.5 แผนภาพแสดงกระบวนการหล่อแบบเจล

ข้อดีของการหล่อแบบเจล คือ

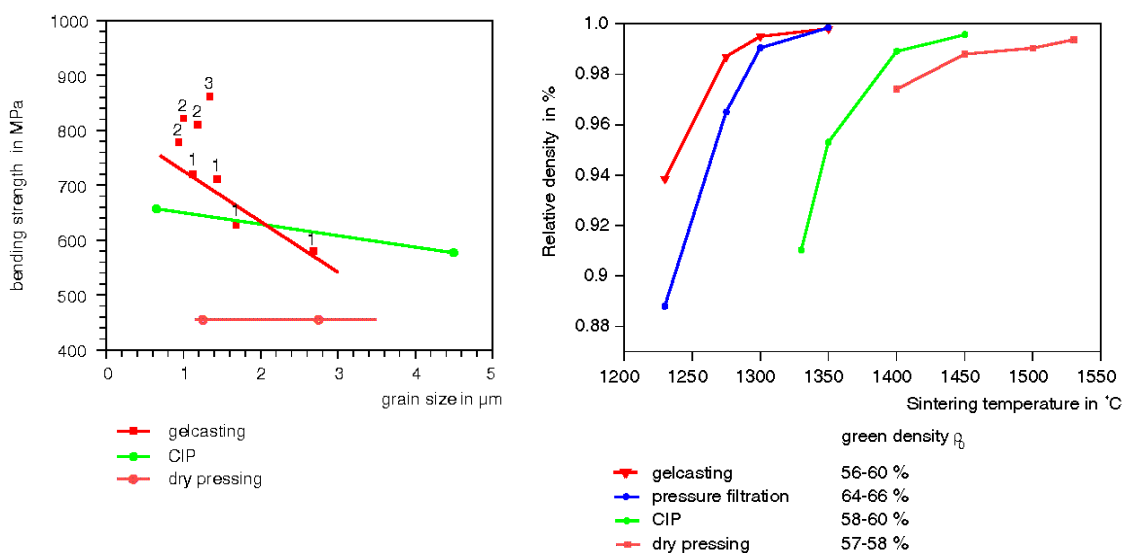
- 1) ขั้นตอนไม่ซับซ้อนเครื่องมือใกล้เคียงกับการผลิตเซรามิกแบบดั้งเดิมจึงทำให้ต้นทุนการผลิตต่ำเหมาะที่จะใช้ในระดับอุตสาหกรรม
- 2) แม่แบบสามารถทำจากวัสดุหลากหลายประเภท เช่น โลหะ พลาสติก ซิลิโคน เป็นต้น จึงสามารถเลือกใช้แม่แบบที่มีราคาถูกลงได้

3) สัดส่วนของตัวประสาน (binder) ที่ต้องเผากำจัดออกมีปริมาณน้อย การเผาฟีนิกเร็วและง่าย ช่วยประหยัดพลังงาน

4) ชิ้นงานที่ถูกขึ้นรูปเป็นเจลจะมีการหดตัวหลังเผาฟีนิกแบบเท่ากันทุกทิศทาง (isotropic) ทำให้เกิดเป็นรูปร่างตามที่ต้องการ⁽²²⁾

5) ชิ้นงานดิบที่ได้มีสมบัติเชิงกลที่ดีทำให้สามารถคงรูปอยู่ได้ไม่เสถียรต่อการแตกหัก และแข็งแรงเพียงพอที่จะนำไปขัด ตัดแต่ง (machining) ก่อนเผาฟีนิกได้โดยไม่เกิดปัญหาใดๆ โดยหากแม่แบบมีผิวที่เรียบและออกแบบมาดีแล้ว ก็ไม่มีความจำเป็นต้องทำการตกแต่งผิวชิ้นงานดิบ ซึ่งเป็นการประหยัดเวลา และพลังงาน

6) มีรายงานจากงานวิจัยของ Krell และคณะ⁽²³⁾ ซึ่งเปรียบเทียบความหนาแน่นและความแข็งแรงของอะลูมินาที่ขึ้นรูปด้วยวิธีต่างๆ พบว่า การหล่อแบบเจลสามารถช่วยลดอุณหภูมิเผาฟีนิกได้อีกด้วย ดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 กราฟเปรียบเทียบความแข็งแรงคัดและอุณหภูมิเผาฟีนิกระหว่างชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อแบบเจลกับวิธีอื่น⁽²³⁾

ในปัจจุบันการหล่อแบบเจลได้ถูกนำมาใช้ในการผลิตเซรามิกจำพวกอะลูมินา (alumina) ซิลิกอนไนไตรด์ (silicon nitride)^(24, 25) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (silicon carbide)⁽²⁶⁻²⁸⁾ ไชอะลอน (SiAlON)^(29, 30) และเซอร์โคเนีย (zirconia) อย่างแพร่หลาย⁽³¹⁻³³⁾

2.6 ระบบการหล่อแบบเจล

การหล่อแบบเจลสามารถใช้ตัวทำละลายที่เป็นน้ำหรือของเหลวอื่นๆ จึงมีการจัดระบบหล่อแบบเจล ออกเป็น 2 ระบบ ดังนี้

1) ระบบหล่อแบบเจลที่ใช้น้ำ (aqueous gelcasting systems)

วิธีนี้จะใกล้เคียงกับการผลิตเซรามิกแบบดั้งเดิมเพราะมีกระบวนการที่ไม่ซับซ้อน มีสภาพการไหลที่ดีกว่า และส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมน้อยมาก ตัวอย่างเช่น ระบบของ acrylamide ซึ่งจะใช้มอนอเมอร์ ที่เป็น monofunctional acrylamide (AM) และ difunctional N,N'-methylenebis-acrylamide (MBAM) อยู่ในตัวทำละลายที่เป็นน้ำ โดยสารละลายเริ่มต้น (premix solution) จะประกอบด้วยส่วนผสมของ AM และ MBAM ร้อยละ 5-19 โดยปริมาตร และน้ำ การหล่อแบบเจลวิธีนี้นิยมใช้ ammonium persulfate (APS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยา

2) ระบบหล่อแบบเจลที่ไม่ใช้น้ำ (non-aqueous gelcasting system)

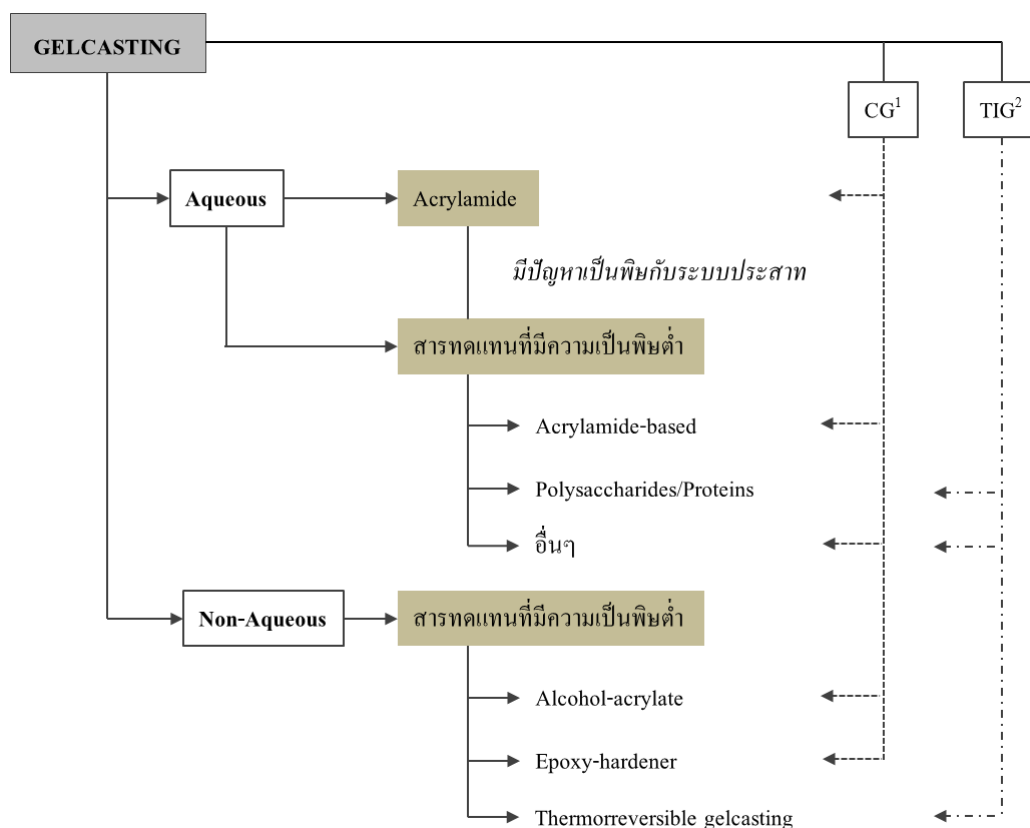
เป็นการหล่อแบบเจลที่ไม่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย เซรามิกออกไซด์ทั่วไป เช่น Al_2O_3 สามารถนำมาหล่อแบบเจลได้ทั้งแบบใช้น้ำและไม่ใช้น้ำ แต่วัสดุเชิงประกอบบางชนิด เช่น B_4C-Al ⁽³⁴⁾ สารที่ไม่ใช่เซรามิกออกไซด์ หรือสารที่ทำปฏิกิริยากับน้ำ เช่น AlN ⁽³⁵⁾ SiC ⁽³⁶⁾ จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายที่ไม่ใช้น้ำในการหล่อแบบเจล มอนอเมอร์ที่นำมาใช้จะอยู่ในกลุ่มของแอลกอฮอล์ที่มีความยาวสายโซ่ต่างๆ กันร่วมกับอะคริเลท (acrylate) มอนอเมอร์และตัวเชื่อมโพลิเมอร์ ได้แก่ trifunctional trimethylolpropane triacrylate (TMPTA) และ Difunctional 1,6 hexanediol diacrylate (HDODA) ตามลำดับ ละลายในตัวทำละลาย เช่น n-octanol หรือ glycol การหล่อแบบเจลวิธีนี้นิยมใช้ dibenzoylperoxide (DPO) หรือ benzoylperoxide (BPO) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยา โดยที่ไม่จำเป็นต้องมีตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากมอนอเมอร์ชนิดแอลกอฮอล์แล้ว ตัวบ่มแข็ง (hardener) เช่น อีพ็อกซีเรซิน (epoxy resin) ก็มีรายงานการใช้เป็นสารก่อเจล (gelling agent)⁽³⁷⁾

เซรามิกหลายชนิดสามารถนำมาหล่อแบบเจลได้ทั้งระบบที่ใช้น้ำและไม่ใช้น้ำ แต่ระบบหล่อแบบเจลแบบใช้น้ำเป็นที่นิยมมากกว่าเนื่องจากมีข้อดีหลายประการ เช่น วิธีการไม่แตกต่างจากการผลิตเซรามิกแบบดั้งเดิมและไม่มีปัญหาสิ่งแวดล้อมด้านการกำจัดของเสีย⁽³³⁾

ปัญหาความเป็นพิษของ AM ที่ใช้เป็นมอนอเมอร์ ทำให้นักวิจัยพยายามหาสารทดแทนที่มีความเป็นพิษต่ำ (ดังจะกล่าวในหัวข้อต่อไป) มาใช้เป็นสารก่อเจล นอกจากการแบ่งประเภทการหล่อแบบเจลตามชนิดของตัวทำละลายแล้ว เรายังสามารถแบ่งกลุ่มย่อยตามประเภทของมอนอเมอร์หรือประเภทของตัวเริ่มปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.7 นอกจากนี้ เราสามารถแบ่งประเภทของการหล่อแบบเจลตามกลไกที่ทำให้เกิดเจล ซึ่งได้แก่

1) การเกิดเจลโดยปฏิกิริยาเคมี (gelation by the chemical effect) เกิดจากการเติมสารเริ่มปฏิกิริยาทำให้มีอนุมูลอิสระเข้าไปในสารละลายมอนอเมอร์ทำให้เกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน เช่น สารก่อเจลในกลุ่ม acrylamide-base และ alcohol-acrylate

2) การเกิดเจลโดยอาศัยอุณหภูมิในการกระตุ้น (temperature induced gelation) เป็นการลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิก่อเจล (gelling temperature) ทำให้เกิดโครงสร้างเจลขึ้น มักเกิดจากสารก่อเจลจากธรรมชาติ เช่น พอลิแซ็กคาไรด์และโปรตีน



¹CG = Chemical gelation (เกิดเจลโดยอาศัยปฏิกิริยาเคมี)

²TIG = Temperature induced gelation (เกิดเจลโดยอาศัยอุณหภูมิในการกระตุ้น)

รูปที่ 2.7 การแบ่งประเภทของการหล่อแบบเจล⁽³⁸⁾

2.7 การพัฒนาระบบการหล่อแบบเจลที่มีความเป็นพิษต่ำ

การหล่อแบบเจลแบบดั้งเดิมจะใช้อะคริลาไมด์เป็นสารช่วยให้เกิดเจล แต่เนื่องจากสารดังกล่าวเป็นพิษต่อระบบประสาท (neurotoxin) รวมทั้งการใช้อะคริลาไมด์ทำให้ยากแก่การปรับสเลอริฟิให้ได้ solid loading ที่สูง ดังนั้นนักวิจัยจึงได้พยายามศึกษาเพื่อหาสารที่ไม่เป็นอันตรายมาใช้ทดแทน⁽¹⁷⁾ โดยมอนอเมอร์ที่เหมาะสมในการนำมาใช้ทดแทนอะคริลาไมด์ได้นั้นจะต้องละลายน้ำและสามารถเกิดโครงสร้างเจลได้ในสารละลายที่ใช้ น้ำเป็นตัวทำละลาย (อย่างน้อยร้อยละ 20 โดยน้ำหนักสำหรับมอนอเมอร์ และร้อยละ 2 โดยน้ำหนักสำหรับตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์) นอกจากนี้ควรมีราคาไม่แพง⁽³⁹⁾

มอนอเมอร์ในกลุ่มของ **acrylamide-based** เป็นมอนอเมอร์ที่มีความเป็นพิษต่ำชนิดแรกที่ถูกนำมาใช้ทำหล่อแบบเจลและประสบความสำเร็จ สารที่นิยมใช้ได้แก่ MAM (methacrylamide) และ HEMA (2-hydroxyethyl methacrylate) จากการจัดระดับความเป็นภัยต่อสุขภาพ (4 = มากที่สุด 3 = มาก 2 = ปานกลาง 1 = น้อย) จากทั้งที่ศูนย์วิจัยแห่งชาติ Oak Ridge จัดระดับเอง หรือตามมาตรฐาน HMIS (Hazardous Material Information System) และ NFPA (National Fire Protection Association) ทุกหน่วยงานจัดอันดับ MAM อยู่ในระดับ 2 HEMA อยู่ระดับ 1-2 ในขณะที่อะคริลาไมด์อยู่ระดับ 4 ส่วนสัญลักษณ์แสดงสารอันตราย (European Hazard Symbol) ให้ AM แทนด้วย T = สารพิษ (Toxic) MAM แทนด้วย Xn = สารอันตราย (Harmful) HEMA แทนด้วย Xi = สารระคายเคือง (Irritant) ในการหล่อแบบเจลนักวิจัยมักใช้มอนอเมอร์เหล่านี้ร่วมกับ MBAM (N,N-methylene bis-acrylamide) หรือ MPEGMA (poly (ethylene glycol) methyl ether methacrylate) เป็นตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์ ส่วน initiator กับ catalyst จะใช้ APS (ammonium persulfate) และ TEMED (N,N,N,N-Tetramethyl ethylene diamine) ตามลำดับ ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการหล่อแบบเจลโดยใช้ HEMA เป็นมอนอเมอร์

สารพอลิเมอร์จากธรรมชาติที่ใช้ในอุตสาหกรรมอาหารจำพวกพอลิแซ็กคาไรด์และโปรตีน เป็นสารช่วยให้เกิดเจลที่น่าสนใจที่นักวิจัยนำมาศึกษาเช่นกัน เพราะราคาถูกและไม่เป็นพิษ ที่นิยมใช้ได้แก่ สารกลุ่มพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharides) เช่น อาการ์ (agar) อากาโรส (agarose) คาราจีแนน (carrageenan) โลกัสบีน กัม (locust bean gum) แซนทาน กัม (xanthan gum) แป้ง (starches) เป็นต้น และสารกลุ่มโปรตีน เช่น เจลลาติน (gelatin) อัลบูมิน (albumin) เป็นต้น

สารช่วยให้เกิดเจลในกลุ่มโปรตีนจะมีราคาถูกที่สุด แต่ต้องใช้ที่ความเข้มข้นที่สูงมาก เพื่อให้ได้ความแข็งแรงของเจลที่เหมาะสม จึงจำเป็นต้องใช้เวลานานในการเผ่าก่อดังสารอินทรีย์ ส่วนสารจำพวกแป้งจะนิยมใช้เป็นสารเริ่มต้นในการทำเซรามิกที่มีรูพรุน และเม็ดแป้งจะมีพฤติกรรมพองตัวเนื่องจากกระบวนการไฮเดรชัน⁽⁴⁰⁾

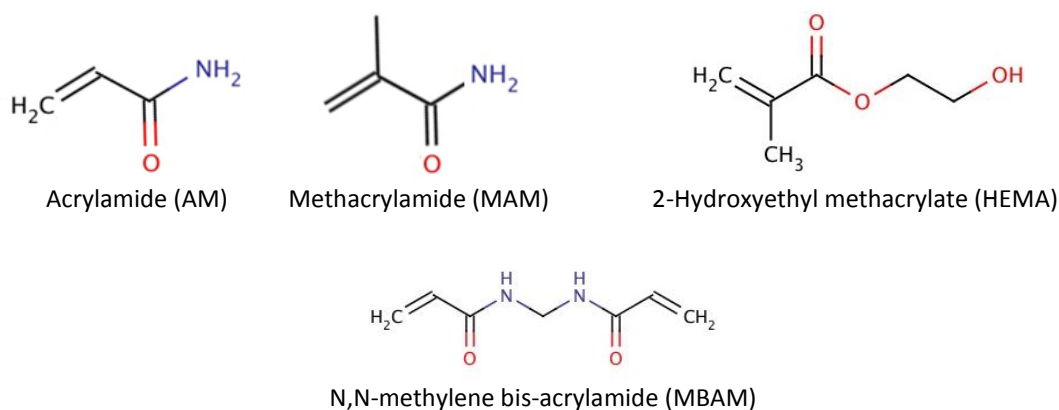
การใช้สารกลุ่มพอลิแซ็กคาไรด์เป็นสารช่วยให้เกิดเจลสามารถเกิดเจลที่มีความแข็งแรงที่ความเข้มข้นต่ำ ไม่ทำให้เกิดโฟมเช่นเดียวกับสารละลายโปรตีน จึงเหมาะสมต่อการขึ้นรูปชิ้นงานที่ไม่มีรูพรุน ในงานวิจัยนี้ได้เลือกอาการ์ซึ่งอยู่ในกลุ่มของพอลิแซ็กคาไรด์มาศึกษาการหล่อแบบเจลเช่นเดียวกัน

2.8 ระบบการหล่อแบบเจลโดยใช้มอนอเมอร์ Acrylamide-base : HEMA

หลักการทั่วไปจะอาศัยอนุมูลอิสระ (free radical) ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันในมอนอเมอร์ของสารอินทรีย์ ส่งผลให้ระบบเกิดเป็นโครงข่ายของเจล สารมอนอเมอร์และตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์ (cross-linker) ที่มักถูกนำมาใช้คู่กัน ได้แก่ metacrylamide (MAM) กับ methylenebisacrylamide (MBAM) และ HEMA กับ MBAM เป็นต้น

2.8.1 โครงสร้างของ 2-Hydroxyethyl methacrylate (HEMA)

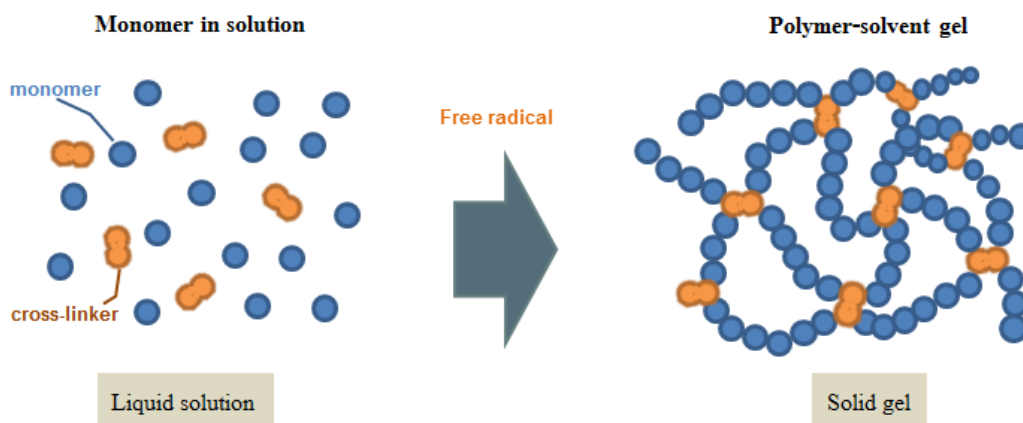
HEMA เป็นมอนอเมอร์ในกลุ่ม acrylamide-base ที่มีความเป็นพิษต่ำ หรือแทบจะไม่มีอันตราย มักใช้เป็นวัสดุสำหรับทำเลนส์ชนิดนิ่ม (soft lens) และวัตถุดิบในส่วนผสมของกาวเรซิน มีสูตรโครงสร้างคือ $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 HEMA จะเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันเมื่อเกิดพันธะกับหมู่ไวนิล ($-\text{CH}=\text{CH}_2$) ในโมเลกุลของสารนี้ ขณะที่หมู่ไฮโดรเจนในโครงสร้างก็จะจับตัวกับน้ำเกิดเป็นโครงข่ายเจลขึ้น HEMA เป็นมอนอเมอร์ที่ใช้ในการหล่อแบบเจลแล้วได้ผลดี แต่ควรระวังระดับรังสีแกมมาที่เกิดเรื่องพฤติกรรมกรไหลของสเลอรี่ โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานดิบ และการเกิดไพโรไลซิส (pyrolysis) ซึ่งเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ด้วยความร้อนในกระบวนการเผาผนึกด้วย⁽⁴¹⁾



รูปที่ 2.8 เปรียบเทียบ โครงสร้างของ HEMA เทียบกับมอนอเมอร์ acrylamide-base อื่นๆ

2.8.2 กลไกการเกิดเจลของ HEMA

การเกิดเจลของ HEMA มีกลไกลักษณะเดียวกันกับมอนอเมอร์ acrylamide-base อื่นๆ แสดงในรูปที่ 2.7 โดยเริ่มจากสารละลายก่อนผสม (premix solution) ซึ่งประกอบด้วยมอนอเมอร์และตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์ เมื่อเติมสารเริ่มปฏิกิริยาลงไปจะเป็นการเพิ่มอนุมูลอิสระ (free radicals) ในสารละลาย มอนอเมอร์จะเชื่อมกันเป็นสายโซ่โดยอาศัยตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อมพันธะ ส่งผลให้ได้พอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลสูงซึ่งจะไปเติมเต็มในช่องว่างและจับกับโมเลกุลของตัวทำละลายในสายโซ่ เกิดเป็นโครงข่าย 3 มิติของตัวทำละลายและพอลิเมอร์ ทำให้อนุภาคของผงเซรามิกเข้าไปแทรกในช่องว่างได้อย่างสม่ำเสมอ



รูปที่ 2.9 กระบวนการเกิดเจลของมอนอเมอร์ acrylamide-base⁽³⁸⁾

จากงานวิจัยของ Cai และคณะ⁽⁴²⁾ ได้เปรียบเทียบการใช้ HEMA และ AM ในกระบวนการหล่อแบบเจลพบว่าในสารแขวนลอยของอะลูมินาที่มี solid loading ร้อยละ 50 โดยปริมาตร พบว่า การเพิ่มปริมาณ HEMA ทำให้ความแข็งแรงของเจลและขึ้นงานดิบเพิ่มขึ้นถึง 20 เมกะพาสคาล ทั้งยังมีโครงสร้างทางจุลภาคที่เหมือนกับการใช้ AM อีกด้วย HEMA จึงเหมาะที่จะเป็นทางเลือกหนึ่งที่จะนำมาใช้เป็นระบบการหล่อแบบเจลที่มีความเป็นพิษต่ำ นอกจากนี้ ยังมีรายงานว่า HEMA มีผลช่วยการกระจายตัว ซึ่งอาจช่วยเพิ่ม solid loading อันจะส่งผลต่อการเพิ่มความหนาแน่นและความแข็งแรงของขึ้นงานดิบ

อย่างไรก็ตาม จากงานวิจัยของ Zhang และคณะ⁽⁴³⁾ ในเวลาต่อมาที่ใช้ HEMA ในกระบวนการหล่อแบบเจลของ fused silica กลับพบว่า ความแข็งแรงแบบดัดของขึ้นงานดิบเพิ่มขึ้น แต่ความแข็งแรงแบบดัดของขึ้นงานหลังเผาผนึกลดลง ซึ่งข้อมูลเหล่านี้ก็เป็นสิ่งที่ควรจะต้องนำมาพิจารณาเพิ่มเติมในงานวิจัยนี้

2.9 ระบบการหล่อแบบเจลโดยใช้พอลิแซ็กคาไรด์ : อาการ์

สารก่อเจลจากธรรมชาติในกลุ่มของพอลิแซ็กคาไรด์ เช่น อาการ์ อาการ์โรส เจลลาติน และคาราจีแนน เป็นต้น เป็นสารก่อเจลที่อาศัยอุณหภูมิเพื่อกระตุ้นให้เกิดเจล โดยสารดังกล่าวจะละลายในน้ำที่อุณหภูมิสูงและก่อตัวเกิดโครงข่ายเจลเมื่อเย็นตัวลง ทำให้สเลอริรี่แข็งตัวได้เป็นขึ้นงานดิบ

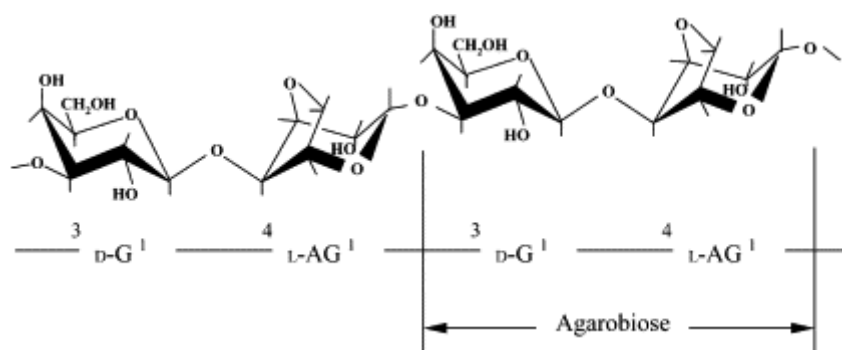
2.9.1 โครงสร้างของอาการ์

อาการ์ อาจเรียกทั่วไปว่า ผงวุ้น สามารถเกิดเจลที่แข็งแรงได้ในเวลาอันรวดเร็ว ซึ่งมีความน่าสนใจที่จะนำมาใช้ขึ้นรูปผงเซรามิกเป็นอย่างมาก และเนื่องจากระบบนี้ใช้ปริมาณตัวประสานน้อย (\leq ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก) ทำให้ลดปัญหาเรื่องการเผาไล่ตัวประสาน อันจะช่วยประหยัดพลังงานได้

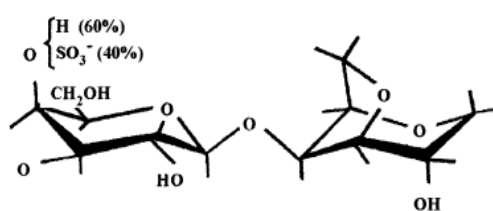
อาหารผลิตจากผนังเซลล์ของสาหร่ายสีแดง (Rhodophyceae) สกุลต่างๆ เช่น เจลดีียม (Gelidium) และกราซิลารีเย (Gracilariae) มีโครงสร้างทางเคมีเป็นพอลิแซ็กคาไรด์เชิงซ้อน ประกอบด้วยสารสำคัญ 2 กลุ่ม คือ อากาโรส (agarose) และ อากาโรเพคติน (agarpectin)

- อากาโรส เป็นส่วนที่ทำให้เกิดเจลของอาหารเป็นพอลิเมอร์สายยาวที่ประกอบด้วยโมเลกุลของน้ำตาลกาแลคโตส (galactose) ที่เชื่อมโยงกันเป็นแบบเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 2.9 แต่ละหน่วยเซลล์ของอากาโรสประกอบด้วยโมเลกุลของกาแลคโตส 2 ชนิด ได้แก่ alternating β -D-galactopyranosil และ 3,6-anhydro- α -L-galactopyranosil เกาะเชื่อมสลับกัน เรียกว่า agarobiose โดยอากาโรสค่อนข้างมีความเป็นกลางทางไฟฟ้า หรือมีประจุน้อยมาก จึงถูกเรียกว่า “neutral polysaccharides” อากาโรสเป็นส่วนประกอบสำคัญของอาหารเพราะมีสัดส่วนปริมาณมากกว่าร้อยละ 95 ของโครงสร้างอาหารทั้งหมด รายงานวิจัยหลายฉบับได้นำอากาโรสที่สกัดจากอาหารแล้วไปเป็นสารก่อเจลทั้งในงานหล่อแบบเจลและใช้ในการแยกดีเอ็นเอของสารตัวอย่างในกระบวนการอิเล็กโตรโฟรีซิส (Electrophoresis)

- อากาโรเพคติน มีโครงสร้างคล้ายกับอากาโรส (มีโครงสร้างตรงกลางแกนหลักเป็นกาแลคโตสเหมือนกัน) เพียงแต่ที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันของ L-galactose จะมีหมู่น้ำตาลซัลเฟตเกาะอยู่ประมาณร้อยละ 5-10 และที่ D-galactose จะมีกรดไพรูวิก (pyruvic acid) เกาะอยู่เช่นกัน เป็นสาเหตุทำให้สายพอลิเมอร์เหล่านี้มีประจุ บางครั้งจึงเรียกว่า “charged agarose” ในอาหารประกอบด้วยอากาโรเพคตินเพียงร้อยละ 5 จึงไม่มีส่วนให้เกิดเจลแต่อย่างไร ดังรูปที่ 2.10



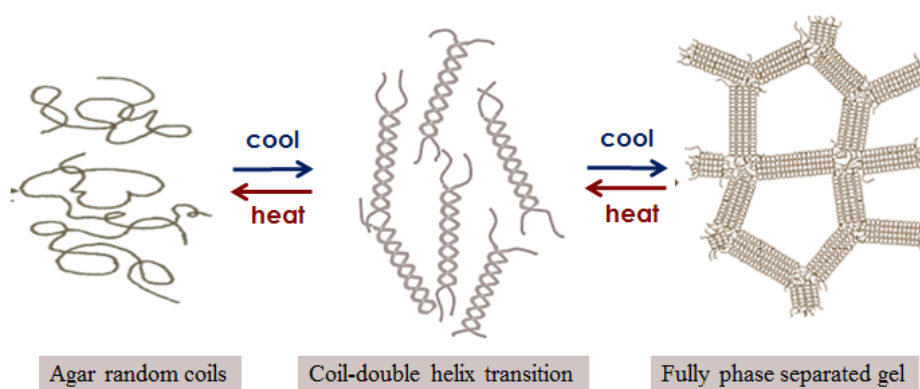
รูปที่ 2.10 โครงสร้างเคมีของอากาโรส



รูปที่ 2.11 โครงสร้างเคมีของอากาโรเพคติน

2.9.2 กลไกการเกิดเจลของอาหาร

สำหรับกระบวนการเกิดเจลของอาหารนั้น ในสภาวะเริ่มต้นหลังจากให้ความร้อนไปจนถึงจุดหลอมเหลว (ประมาณ 85-90 °C) แล้ว โมเลกุลของอาหารจะคลายตัวอยู่ในรูปของแรนดอมคอยล์ (random coils) แต่เมื่อเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิ (glass transition temperature ; T_g)⁽⁴⁴⁾ ซึ่งเป็นอุณหภูมิเกิดเจล (gelling temperature) โมเลกุลเหล่านี้จะบิดตัวและมีลักษณะเปลี่ยนเป็นเกลียวคู่ (double helix) ซึ่งสามารถสร้างพันธะกับเกลียวคู่อื่นได้ด้วยพันธะไฮโดรเจน เกิดเป็นโครงข่าย 3 มิติ ดังรูปที่ 2.12 ด้วยโครงสร้างนี้อนุภาคเซรามิก สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ในช่องว่างของโครงข่ายได้อย่างสม่ำเสมอ⁽⁴⁵⁾ เอื้อประโยชน์แก่การจัดเรียงตัวของระบบ นอกจากนี้เจลที่ได้มีสมบัติผันกลับได้ด้วยความร้อน (thermoreversible gel) คือสามารถปรับอุณหภูมิทำให้เจลละลายกลายเป็นสารละลายและกลับมาก่อตัวเป็นโครงข่ายเจลได้เหมือนเดิมโดยที่คุณภาพของเจลไม่เปลี่ยนแปลง



รูปที่ 2.12 กลไกการเกิดเจลของอาหาร⁽⁴⁶⁾

อาหารที่ถูกนำมาใช้เป็นสารก่อเจลครั้งแรกในงานวิจัยของ Fanelli และคณะ⁽⁴⁷⁾ เพื่อผลิตชิ้นงานอะลูมินา สเตอริลของอะลูมินามี solid loading เพียงร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก แต่ความหนาแน่นชิ้นงานหลังเผาผนึกมีค่าถึงร้อยละ 94 ของค่าทางทฤษฎี หลังจากนั้นอาหารก็ถูกนำมาใช้กับสเตอริลของเซรามิกหลายชนิด แต่ส่วนใหญ่จะเป็นอะลูมินา สุนทรและคณะ⁽⁴⁸⁾ ได้ขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินา โปร่งแสงที่มีเกรนขนาดซับไมครอนโดยใช้อาหารได้ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบร้อยละ 51-57 ของค่าทางทฤษฎี และความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 91-97 ของค่าทางทฤษฎี

2.10 ปัจจัยสำคัญในกระบวนการหล่อแบบเจล^(22, 49)

ประสิทธิภาพในการหล่อแบบเจล มีปัจจัยเกี่ยวข้องหลายประการ ดังนี้

1) สารละลายก่อนผสม (premix solution)

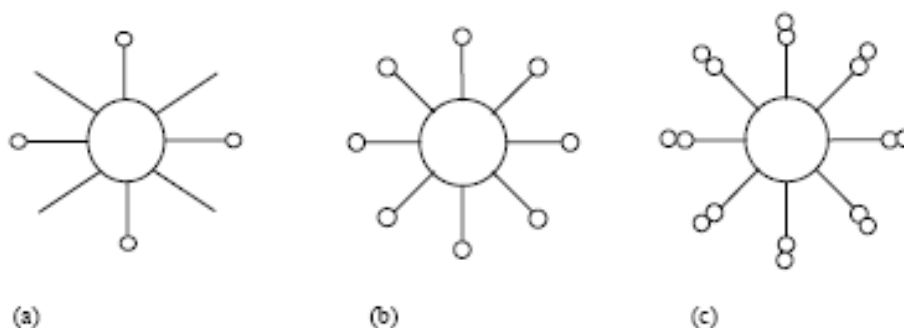
คือสารละลายมอนอเมอร์ที่จะนำมาผสมกับผงเซรามิก โดยตัวทำละลายอาจเป็นน้ำหรือของเหลวชนิดอื่นก็ได้ โดยทั่วไปสารละลายก่อนผสมประกอบด้วยมอนอเมอร์และตัวเชื่อมโพลิเมอร์

ซึ่งมีปริมาณรวมกันไม่เกินร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ในสารละลาย สำหรับสารแขวนลอยอะลูมินา ร้อยละ 50 โดยปริมาตร ชิ้นงานคืบหลังอบควรมีพอลิเมอร์อยู่ไม่เกินร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก

ส่วนผสมของมอนอเมอร์และตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์จะมีผลต่อความแข็งแรง (strength) ของเจล ความแข็งตึง (stiffness) ของเจล, ความเหนียว (toughness) ของเจล, ความแข็งแรงตอนเปียก (wet strength), ความแข็งแรงตอนแห้ง (dry strength), และความสามารถในการตัดแต่ง ชิ้นงานคืบ (green machinability) โดยปกติแล้ว ความแข็งแรงของเจล (gel strength) จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของมอนอเมอร์ในสารละลาย เจลจะแข็งแรงขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วนของตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์ต่อมอนอเมอร์ และถ้าเพิ่มสัดส่วนของมอนอเมอร์ต่อตัวเชื่อมโยงพอลิเมอร์ก็จะส่งผลให้ เวลาในการก่อเจลเพิ่มมากขึ้นด้วย

2) สารช่วยกระจายตัว

การเลือกสารช่วยกระจายตัวเป็นสิ่งที่มีความสำคัญ เพราะจะช่วยให้อนุภาคแขวนลอยกระจายตัวอยู่ในสเลอรี่อย่างสมดุล ไม่เกิดการจับตัวกันหรือตกตะกอนอย่างรวดเร็ว อาจทำโดยอาศัยหลักการอิเล็คโตรสแตติก (electrostatic stabilization) หรือสเตอริก (steric stabiliazation) เพื่อให้อนุภาคผลึกกัน การใช้สารช่วยกระจายตัวให้ได้ผลดีนั้นจะต้องใช้ในปริมาณที่สารช่วยกระจายตัวครอบคลุมจนอ้อมตัวพอดิ ไม่ควรใช้น้อยหรือใช้มากเกินไป ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 การดูดซับสารช่วยกระจายตัวที่ผิวอนุภาค a) การดูดซับที่ไม่อ้อมตัว b) การดูดซับที่อ้อมตัว c) การดูดซับที่อ้อมตัวมากเกินไป

3) สเลอรี่

ในกระบวนการหล่อแบบ solid loading ของสเลอรี่ จะแปรผันตามความหนาแน่นของ ชิ้นงานคืบ ดังนั้น เราจึงควรปรับ solid loading ให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้ ในขณะเดียวกันความหนืดก็ควรต่ำพอที่จะช่วยให้สเลอรี่ไหลเข้าไปในแม่แบบได้สะดวก การกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงเซรามิกควรมีลักษณะแคบ เพื่อให้ขนาดของเกรนหลังเผามีความสม่ำเสมอ นอกจากนี้ solid loading ที่มีค่ามากนั้นจะช่วยลดการหดตัวและการบิดเบี้ยวของชิ้นงานระหว่างการอบได้ ทั้งยังส่งผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผานี้

4) วัสดุที่ใช้ทำแม่แบบ

ในการหล่อแบบเจลเราสามารถใช่วัสดุที่ไม่มีรูพรุนหลายชนิดเป็นแม่แบบสำหรับขึ้นรูป เช่น โลหะ แก้ว จีพิ้ง ซิลิโคน และพลาสติก ทำให้สามารถเลือกใช้วัสดุราคาไม่แพงมาเป็นแม่แบบที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ อย่างไรก็ตาม การเลือกใช้อย่างไรก็ยังมีข้อจำกัด เช่น หากใช้จีพิ้งเป็นแม่แบบอาจเกิดการหลอมเหลวหรือละลายเมื่อสัมผัสกับน้ำสเลอรัรีได้ สิ่งสำคัญที่ควรพิจารณาคือแม่แบบควรออกแบบให้ไม่มีส่วนที่รั่วไหลและสามารถแกะชิ้นงานออกได้ง่าย นอกจากนี้พบว่าแม่แบบบางชนิดอาจยับยั้งกระบวนการเกิดเจลได้ เช่น ในกรณีของแม่แบบที่ทำจากซิลิโคน ที่ระหว่างผิวหน้าของชิ้นงานและแม่แบบจะมีส่วนที่ยังไม่เกิดเป็นเจลทำให้ช่วยอำนวยความสะดวกในการแกะออกจากแม่แบบ

5) การอบแห้ง การกำจัดตัวประสาน และการเผาผนึกชิ้นงาน

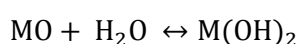
การอบชิ้นงานหล่อแบบเจลที่ดีควรจะให้เวลาอบเป็นไปอย่างช้าๆ และจะต้องควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ (relative humidity) ของชิ้นงานหล่อแบบเจลให้สูง เพื่อหลีกเลี่ยงการบิดเบี้ยวและการแตกหักเนื่องจากการหดตัวเกิดรวดเร็วเกินไป นอกจากนี้ เป็นที่ทราบกันดีว่าการหดตัวของชิ้นงานระหว่างการอบจะหยุดลงเมื่อเกิดการสัมผัสของอนุภาค-อนุภาค ดังนั้น ในการอบเริ่มแรก ควรจะควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ของชิ้นงานให้สูง มากกว่าร้อยละ 90 เมื่อการหดตัวของชิ้นงานหยุดลงแล้วเราสามารถเพิ่มอัตราการอบแห้งให้เร็วขึ้น โดยการเพิ่มอุณหภูมิการอบ หรือลดความชื้นลง หลังจากอบแห้งจะมีสารอินทรีย์หลงเหลือในชิ้นงานประมาณร้อยละ 2-6 โดยน้ำหนัก

2.11 เสถียรภาพของระบบคอลลอยด์

2.11.1 แร่งระหว่างอนุภาค

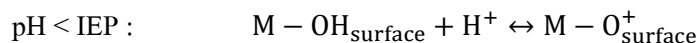
ในการเตรียมสเลอรัรีสำหรับหล่อแบบเจล นั้น เราควรต้องคำนึงถึงแรงที่กระทำระหว่างอนุภาคเพื่อให้ได้สเลอรัรีที่เป็นสารแขวนลอยซึ่งมีความเสถียร อนุภาคเกิดการกระจายตัวที่ดี ไม่ตกตะกอนและไม่จับตัวกันเป็นก้อน

โดยปกติ เมื่อสารออกไซด์อยู่ในน้ำจะถูกไฮโดรไลซ์ (hydrolyzed) ดังสมการ



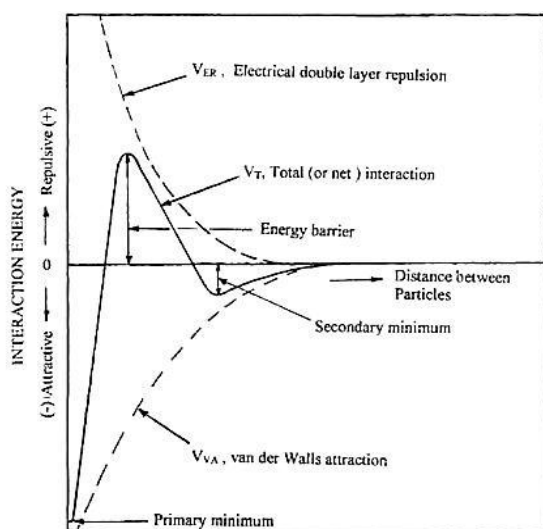
ในกรณีที่ไม่มีกรดหรือด่างใดๆ ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายจะเป็นตัวควบคุมประจุและศักย์ที่ผิวอนุภาค ค่าความเป็นกรด-ด่างเมื่อประจุสุทธิที่ผิวมีค่าเป็นศูนย์ เรียกว่า Isoelectric point (IEP) ซึ่งขึ้นกับสมบัติของสารแขวนลอย หากเกิดการดูดซับก็อาจทำให้จุด IEP เลื่อนไปจากค่า IEP โดยธรรมชาติของสาร

พื้นผิวอนุภาคที่มีประจุเป็นกลางจะสามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงกลายเป็นพื้นผิวที่มีประจุบวกหรือลบได้ เมื่ออยู่ในของเหลวที่มี pH สูงหรือต่ำกว่า IEP ดังสมการ



ทฤษฎี DLVO (Derjagin-Landau and Verwey-Overbeek) เป็นทฤษฎีหลักเกี่ยวข้องกับสมดุลของคอลลอยด์ กล่าวถึง พลังงานศักย์รวม (V_T) ระหว่างประจุที่ผิวอนุภาคที่กระทำต่อกันในของเหลว โดยคำนวณจากค่าสุทธิของพลังงานศักย์ของแรงดึงดูด (V_A) ซึ่งเป็นแรงแวนเดอวาลส์ (Van der Waals) และพลังงานศักย์ของแรงผลักรวม (V_{elec}) ซึ่งเป็นแรงไฟฟ้าสถิต (electrostatic) จากไอออนที่อยู่รอบผิวอนุภาค แสดงเป็นสมการได้ดังนี้

$$V_T = V_A + V_{\text{elec}}$$



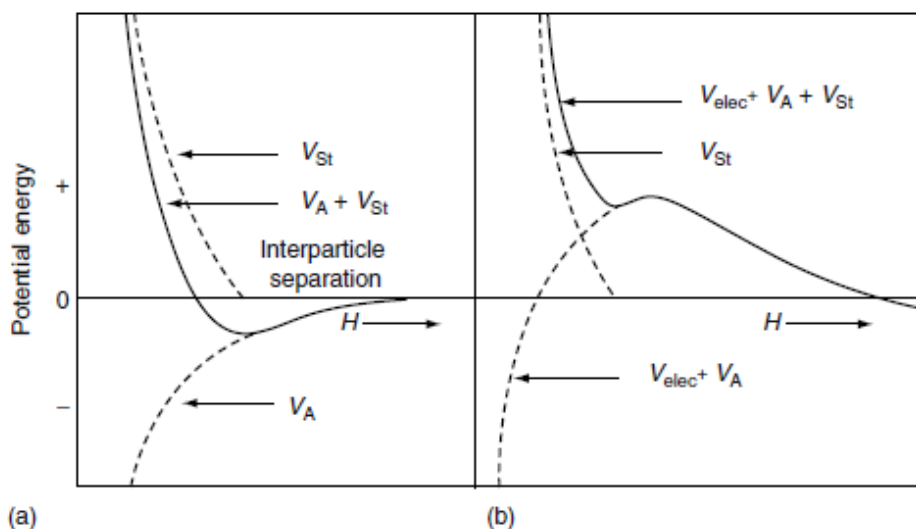
รูปที่ 2.14 การเปลี่ยนแปลงพลังงานของอนุภาคที่ระยะห่างต่างๆ

จากรูปที่ 2.14 เมื่อระยะระหว่างอนุภาคห่างกันมาก พลังงานที่เกี่ยวข้องคือแรงแวนเดอวาลส์ ซึ่งจะทำให้อนุภาคดึงดูดเข้าหากัน ในกรณีนี้ หากต้องการให้อนุภาคผลักรวมเราจะต้องให้พลังงานเข้าไปมากกว่าพลังงานศักย์จากแรงดึงดูดแก่ระบบ ส่วนในกรณีที่ระยะอนุภาคใกล้กันมากขึ้น จะมีกำแพงพลังงาน (energy barrier) ซึ่งเป็นพลังงานศักย์สุทธิที่เป็นแรงผลักรวม energy barrier ที่สูง ภายใต้สภาวะนี้ อนุภาคจะเกิดการกระจายตัวที่ดี ในทางกลับกันก็บ่งบอกถึงพลังงานหรือศักย์ที่เราต้องให้แก่ระบบ หากต้องการให้อนุภาคจับตัวกันและตกตะกอนได้

ถึงแม้ว่าทฤษฎี DLVO โดยพื้นฐานแล้วจะเป็นผลรวมของแรงไฟฟ้าสถิตและแรงแวนเดอวาลส์ แต่เมื่ออนุภาคอยู่ในสารละลายก็จะต้องรวมพลังงานศักย์จากแรงสเตอร์ริก (V_{st}) เข้าไปในสมการด้วย

$$V_T = V_A + V_{\text{elec}} + V_{\text{st}}$$

รูปที่ 2.15 แสดงพลังงานรวมที่ระยะต่างๆ โดยพิจารณาที่ energy barrier ซึ่งจะสามารถแยกอนุภาคออกจากกันได้ หากไม่มีแรงผลักรวมแล้ว ดังรูปที่ 2.15(a) เมื่อใช้พลังงานเล็กน้อยอนุภาคก็จะจับตัวกันอย่างง่ายดาย แต่เมื่อระบบมีทั้งแรงสเตอร์ริกและแรงผลักรวมของประจุก็จะช่วยเพิ่มระยะห่างที่จะแยกอนุภาคไม่ให้จับตัวกันได้ ดังรูปที่ 2.15 (b) ช่วยให้สารแขวนลอยเกิดความเสถียร อาจเรียกได้ว่าเกิด electrosteric stabilization ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อต่อไป



รูปที่ 2.15 การเปลี่ยนแปลงพลังงานที่ระยะระหว่างอนุภาคต่างๆ⁽⁵⁰⁾

จากสมการรวมพลังงานศักย์ที่กล่าวมา สามารถหาค่าศักย์จากแรงชนิดต่างๆ ได้ดังนี้

1) แรงแวนเดอวาลส์ คือ แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล สำหรับศักย์ระหว่างอนุภาคทรงกลมจะสามารถหาค่าศักย์ของแรงดึงดูดเขียนได้เป็น

$$V_A(X) = -\frac{AR}{2x}$$

เมื่อ A คือ ค่าคงที่ฮามากอร์ (Hamaker constant) เป็นสมบัติของวัสดุที่แสดงถึงความแข็งแรงของแรงแวนเดอวาลส์ในระดับมหภาค ค่าคงที่ฮามากอร์มีหน่วยเป็น จูลล์ (J) โดยทั่วไปจะมีค่าอยู่ระหว่าง $10^{-19} - 10^{-20}$ จูลล์ สามารถคำนวณได้จาก

$$A = \pi^2 C \rho_1 \rho_2$$

เมื่อ ρ_1 และ ρ_2 คือ จำนวนอะตอมต่อปริมาตรของอนุภาคที่มากระทำต่อกัน และ C คือ ค่าสัมประสิทธิ์ระหว่างอนุภาค-อนุภาค

2) แรงไฟฟ้าสถิตระหว่างอนุภาค

แรงไฟฟ้าสถิตมาจากประจุบน double layer ที่อยู่รอบผิวอนุภาค พลังงานศักย์ของการผลักระหว่างอนุภาคทรงกลม (V_{elec}) ซึ่งเป็นฟังก์ชันของระยะน้อยที่สุดที่เกิดแยกกันระหว่างอนุภาค (D) แสดงได้ดังสมการ

$$V_{elec} = 2\pi R \epsilon \epsilon_0 \psi_0^2 e^{-kD}$$

เมื่อ R คือ รัศมีอนุภาค

ϵ คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของตัวทำละลาย

ϵ_0 คือ สภาพยอมในสุญญากาศ (permittivity of vacuum)

ψ_0 คือ ศักย์ที่ผิว (surface potential)

κ คือ ระยะเดอบาย (Debye length) ซึ่งหาได้จาก

$$\kappa = \left(\frac{F^2 \sum_i n_i z_i^2}{\epsilon \epsilon_0 kT} \right)^{1/2}$$

เมื่อ n_i คือ จำนวนความเข้มข้นของไอออน

z_i คือ เลขประจุของไอออนคู่ตรงข้าม

F คือ ค่าคงที่ของฟาราเดย์ (Faraday constant)

k_B คือ ค่าคงที่ของโบลท์ซมานน์ (Boltzmann constant)

T คือ อุณหภูมิ

จากสมการที่กล่าวมาข้างต้นจะพบว่า การเพิ่มแรงผลักระหว่างสองอนุภาคในตัวกลางที่มีขี้้วสามารถทำได้โดยการเพิ่มความเข้มข้นของไอออนระหว่างอนุภาค ซึ่งจะช่วยให้เพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่ double layer ให้อนุภาคเกิดการผลักกันได้ดี

3) แรงสเตอร์ริก

แรงสเตอร์ริกเกิดจากการซ้อนทับกันของชั้นที่ดูดซับบนผิวอนุภาค ซึ่งอาจเป็นแรงดูดหรือแรงผลักก็ได้ ขึ้นกับธรรมชาติของตัวทำละลาย ถ้าตัวทำละลายซึ่งมีสารพอลิเมอร์อยู่ด้วยแล้วมีพลังงานมากพอ ก็จะสามารถดูดซับบนผิวอนุภาคชั้นนอกและช่วยให้สารแขวนลอยมีความเสถียรจากแรงผลัก ในทางตรงกันข้ามถ้าพลังงานของตัวทำละลายน้อย สารนี้ก็จะมิแนวโน้มที่จะดึงอนุภาคเข้าหากัน⁽⁵⁰⁾ ศักย์สเตอร์ริก (V_{steric}) แสดงได้ดังสมการ

$$V_{steric} = \frac{4\pi kTC_v^2}{3v^2\rho_2^2} (\psi_1 - \kappa_1)(\delta - a)^2(3R + 2\delta + \frac{a}{2})$$

เมื่อ C_v คือ ความเข้มข้นของวัสดุบนชั้นดูดซับ

v คือ ปริมาตรโมเลกุลของตัวทำละลาย

ρ_2 คือ ความหนาแน่นของสารที่ถูกดูดซับ

δ คือ ความหนาของชั้นดูดซับ

a คือ ระยะทางระหว่างผิวอนุภาค

ψ_1 และ κ_1 คือ เอนโทรปีและเอนทาลปี ตามลำดับ

2.11.2 การสร้างความเสถียรแก่ระบบคอลลอยด์

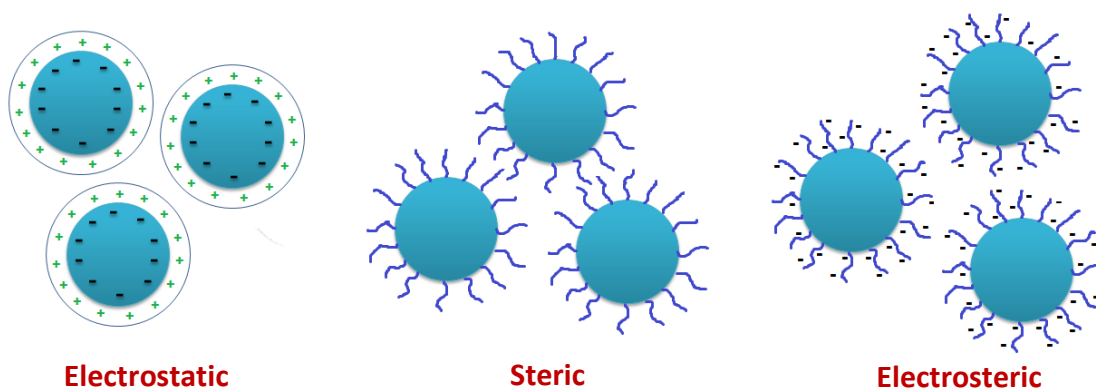
ผงเซรามิกที่อยู่ในตัวกลางที่มีขี้้ว เช่น น้ำ จะถูกทำให้มีประจุและเสถียรในสถานะคอลลอยด์ เนื่องจากแรงผลักระหว่างอนุภาคในสารที่มีขี้้ว แรงเหล่านี้อาจเป็น electrostatic, steric หรือ electrosteric stabilization อย่างใดอย่างหนึ่ง กลไกแสดงดังรูปที่ 2.16

1) **electrostatic stabilization** เป็นการสร้างสมดุลคอลลอยด์โดยการเอาชนะแรงแวนเดอวาลส์ด้วยการทำให้เกิดประจุไฟฟ้าส่วนเกินรอบๆพื้นผิวอนุภาค กลายเป็นแรงคูลอมบ์ (coulomb force) ช่วยให้อนุภาคผลักกัน สำหรับเซรามิกประเภทออกไซด์ สามารถทำได้จากการดูดซับโปรตอนในสารละลายกรด หรืออิเล็กโทรไลต์ เช่น ไทรอน (tiron) กรดฟาริก (phthalic acid) อะลูมินอน (aluminon) และไดแอมโมเนียมซิเตรท (diammonium citrate : DAC)

2) **steric stabilization** เป็นทางหนึ่งในการควบคุมความสมดุลของคอลลอยด์ ซึ่งในกรณีนี้จะใช้โมเลกุลของสารอินทรีย์โन्न่มน้ำทำให้เกิดแรงผลักสเตอริก (steric repulsion) ซึ่งแรงนี้จัดเป็นแรงในระยะทางสั้นๆ และมีความหนาแน่นที่เหมาะสมเพื่อเอาชนะแรงแวนเดอวาลส์ไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน (flocculation)

3) **electrosteric stabilization** เป็นการรวมกันของกลไก 2 ชนิด คือ electrostatic และ steric เพื่อให้สารแขวนลอยอยู่อย่างสมดุล มักจะพบในสารพอลิอิเล็กโทรไลต์ (polyelectrolyte) แบ่งเป็น 2 ชนิด ได้แก่ พอลิอิเล็กโทรไลต์ประจุลบ เช่น พอลิอะคริลิกเอซิด (polyacrylic acid : PAA) และพอลิอิเล็กโทรไลต์ประจุบวก เช่น พอลิเอทิลีนเอมีน (polyethylene imine : PEI)

การดูดซับสารช่วยกระจายตัวพอลิอิเล็กโทรไลต์จะเกิดมากหรือน้อย ขึ้นกับน้ำหนักโมเลกุลของสารพอลิอิเล็กโทรไลต์ (molecular weight) ความแข็งแรงไอออนิก (ionic strength) ของสารแขวนลอย และ pH



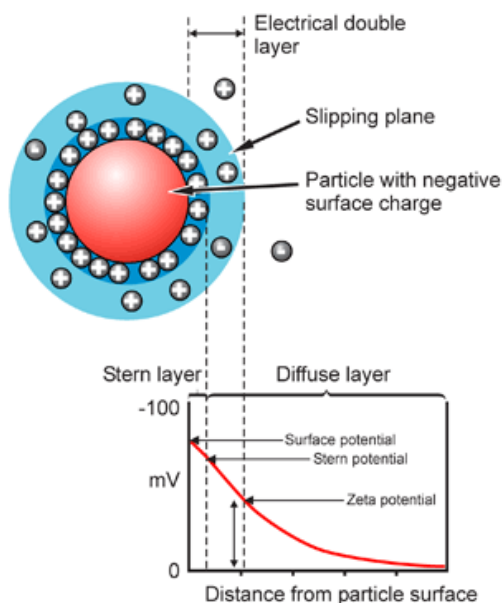
รูปที่ 2.16 กลไกการสร้างเสถียรของระบบคอลลอยด์โดยวิธี electrostatic, steric และ electrosteric stabilization⁽⁵¹⁾

2.11.3 สักกัชีตา

สักกัชีตาเป็นตัวแปรที่แสดงความเสถียรของคอลลอยด์ โดยพิจารณาจากประจุที่ double layer รอบผิวของอนุภาค

Double layer ประกอบด้วย 3 ส่วน (ดังรูปที่ 2.17) ได้แก่

- ชั้นประจุที่ผิว (surface charge) เป็นชั้น ไอออนที่มีประจุที่อยู่บนพื้นผิวอนุภาค



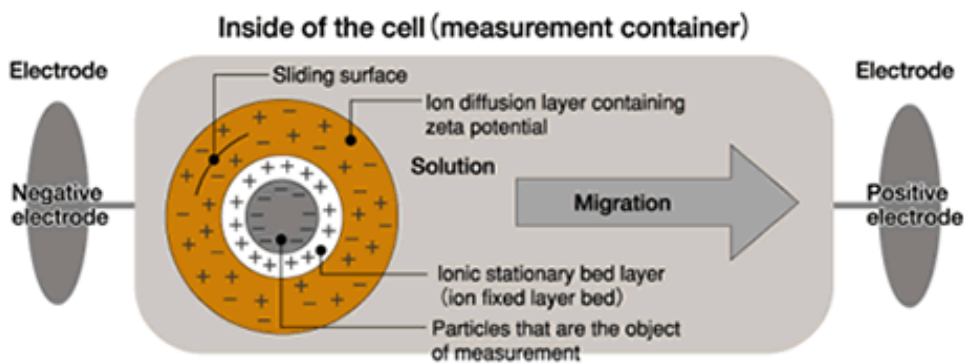
รูปที่ 2.17 double layer รอบผิวอนุภาค⁽⁴⁶⁾

- ชั้นสเตอร์น (stern layer) ประจุที่ตรงข้ามกับประจุที่ผิวมาดูดซับเกาะที่ผิวด้วยแรงคูลอมบ์

- ชั้นแพร่ (diffuse layer) เป็นชั้นถัดออกมาซึ่งมีประจุเดียวกันกับชั้นสเตอร์น ไอออนในชั้นนี้ไม่ได้เกาะที่ผิวอนุภาค แต่ยังคงเคลื่อนที่อยู่ภายใต้แรงดึงดูดจากประจุที่ผิวอนุภาค โดยที่บริเวณใกล้กับผิวอนุภาคจะมีความหนาแน่นของไอออนสูงและปริมาณไอออนจะลดลงเมื่ออยู่ห่างจากผิวมากขึ้นจนกระทั่งถึงระยะที่ความเข้มข้นของไอออนคู่ตรงข้ามสมดุล ณ บริเวณนี้จะเรียกว่า ชั้นเลื่อนไหล (slipping plane)

เนื่องจากความแตกต่างของประจุระหว่างผิวอนุภาคและชั้นแพร่ทำให้เกิดความต่างศักย์ขึ้น ศักย์ไฟฟ้าที่ชั้นเลื่อนไหล เรียกว่า ศักย์ซีตา (Zeta potential ; ζ)

การวัดศักย์ซีตา ทำได้โดยการป้อนสนามไฟฟ้าเข้าไปในสารแขวนลอย ทำให้อนุภาคภายในสารแขวนลอยเคลื่อนที่ไปยังขั้วไฟฟ้าที่มีประจุตรงข้ามด้วยความเร็วที่ขึ้นกับศักย์ไฟฟ้า (ศักย์ซีตา) ที่ป้อน การวัดความเร็วจะใช้หลักการของ Laser doppler anemometry โดยความถี่ของแสงเลเซอร์ที่ตกกระทบเกิดการเลื่อนหรือเฟสเลื่อนเนื่องจากการเคลื่อนที่ของอนุภาคจะถูกวัดเป็นค่าการเคลื่อนตัวของอนุภาค (particle mobility) และแปลงค่าการเคลื่อนตัวดังกล่าวเป็นค่าศักย์ซีตาตามทฤษฎีของ Smoluchowski หรือ Huckel



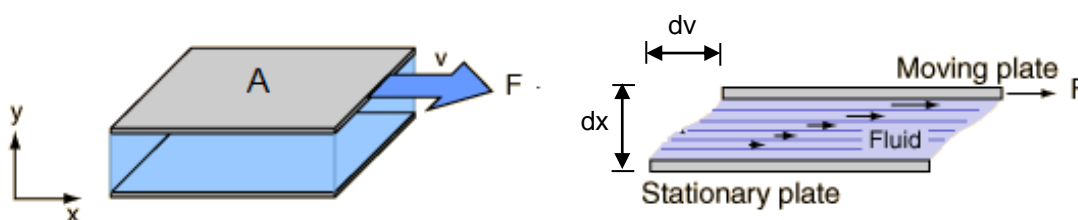
รูปที่ 2.18 หลักการของเครื่องวัดศักย์ซีตา

2.12 วิทยาศาสตร์การไหล (Rheology)

2.12.1 ความหนืด

วิทยาศาสตร์การไหล (rheology) เป็นการศึกษาการเปลี่ยนรูปร่างและการไหลของสสาร โดยเฉพาะการไหลแบบนอนนิวโทเนียนของของเหลว และการเปลี่ยนรูปร่างถาวรของของแข็ง⁽⁵²⁾ มักแสดงผลเป็นค่าความหนืด (viscosity)

การวัดความหนืดโดยทั่วไปจะใช้นิยามอาศัยแบบจำลองสมบัติการไหลแบบลามินาร์ของแผ่นคู่ขนาน ดังรูปที่ 2.19 เมื่อมีแรงเฉือน (F) มากระทำ แผ่นด้านบนพื้นที่หน้าตัด A จะเคลื่อนที่ด้วยความเร็ว v ชั้นล่างถัดลงไปจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วเป็นสัดส่วนกับแผ่นของไหลด้านล่างสุดซึ่งไม่เคลื่อนที่



รูปที่ 2.19 การเกิดการไหลแบบลามินาร์เมื่อมีแรงมากระทำในแนวขนานกับพื้นผิวของของไหล⁽⁵³⁾

อัตราเฉือน (shear rate) คือ ความแตกต่างของความเร็ว (dv) ระหว่างของไหลสองแผ่นกับระยะทางที่เปลี่ยนไป (dx) ก็คือ

$$\text{shear rate } (\tau) = \frac{dv}{dx}$$

ความเค้นเฉือน (shear stress) คือ แรงเฉือนต่อหน่วยพื้นที่ (F/A) ซึ่งทำให้เกิดการไหล

$$\text{shear stress } (\gamma) = \frac{F}{A}$$

ความหนืด คือ ความต้านทานต่อการไหลของของไหล เมื่อระบบถูกแรงจากภายนอกกระทำ แรงต้านเนื่องจากการยึดเกาะกันระหว่างโมเลกุลภายในของเหลว นั่นซึ่งมีค่าเท่ากับสัดส่วนระหว่างอัตราเฉือนต่อแรงเฉือนนั่นเอง

$$\text{viscosity } (\eta) = \frac{\text{shear stress } (\tau)}{\text{shear rate } (\gamma)}$$

หน่วยของความหนืด คือ นิวตัน-วินาทีต่อตารางเมตร (N.s/m²) หรือ ปอยส์ (poise) โดยที่ 1 ปอยส์ คือ แรงที่ทำให้ของเหลวที่มีพื้นที่หน้าตัด 1 ตารางเซนติเมตร หนา 1 เซนติเมตร เคลื่อนที่ด้วยความเร็ว 1 เซนติเมตรต่อวินาที

2.12.2 พฤติกรรมการไหล

พฤติกรรมการไหลของของไหล แบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ นิวโตเนียน (newtonian fluid) และนอนนิวโตเนียน (Non-newtonian fluid)

1) ของไหลแบบนิวโตเนียน

คือ สภาวะของเหลวหนืดที่เป็นไปตามกฎของนิวตัน โดยที่ค่าความเค้นเฉือนแปรผันตรงกับค่าอัตราเฉือน ค่าคงที่ของการแปรผัน (η) อาจเรียกได้ว่าเป็นค่าสัมประสิทธิ์ของความหนืดเฉือน (coefficient of shear viscosity) เป็นสมบัติขึ้นกับเวลาแต่ไม่ขึ้นกับอัตราเฉือน น้ำเป็นตัวตัวอย่างของเหลวที่มีความหนืดแบบนิวโตเนียน แต่โดยทั่วไปแล้วของเหลวจะมีความหนืดแบบนอนนิวโตเนียน (non-newtonian)

2) ของไหลแบบนอนนิวโตเนียน

คือ การไหลของของไหลที่มีสมบัติเบี่ยงเบนไปจากกฎของนิวตัน แบ่งเป็นชนิดต่างๆ ดังนี้

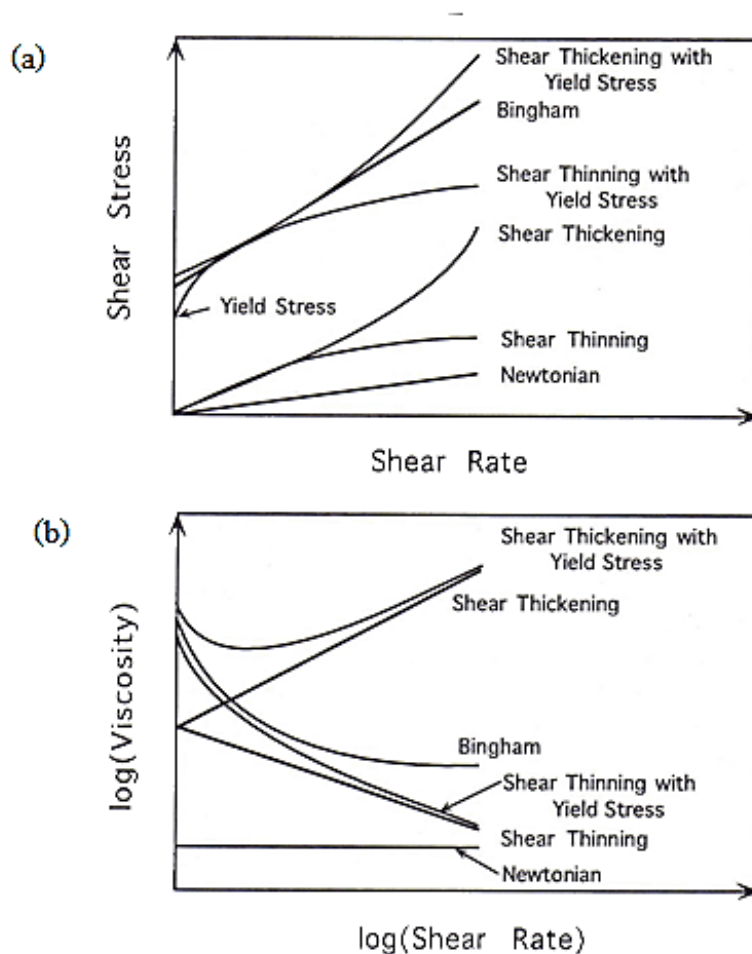
- ซูโดพลาสติก (psuedoplastic) เป็นชนิดของไหลที่มีลักษณะความหนืดลดลงเมื่อเพิ่มความเค้นเฉือน พบได้ในสารแขวนลอยโดยทั่วไป ตัวอย่างของไหลชนิดนี้ เช่น สี อิมัลชัน บางครั้งเรียกว่า การไหลแบบ shear-thinning

- บิงแฮม (bingham) เป็นชนิดของไหลที่มีลักษณะแข็งตัวเมื่อไม่มีแรงมากระทำ จนเมื่อมีความเค้นเฉือนที่มีค่ามากกว่าจุดคราก (yield stress) มากกระทำจึงเกิดการไหล และแสดงพฤติกรรมการไหลเช่นเดียวกับของไหลชนิด new-tonian ตัวอย่างเช่น สเลอรัรีเซรามิก คอนกรีตที่เพิ่งผสม สารหล่อลื่น เป็นต้น

- พลาสติก (plastic) เป็นชนิดของไหลที่เมื่อมีแรงมากระทำที่สูงเพียงพอที่จะเอาชนะค่าความเค้น ณ จุดคราก (yield stress) ถึงจะเริ่มไหลได้ โดยจะแสดงพฤติกรรมการไหลแบบซูโดพลาสติก อัตราการไหลจะขึ้นกับความเค้นเฉือนซึ่งมากกว่าจุดคราก ตัวอย่างเช่น มาของเนส ยาสีฟัน ซอสมะเขือเทศ สี ดินเหนียว เป็นต้น

- ไดลาแตนต์ (dilatan) ของไหลชนิดนี้จะความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเค้นเฉือน พฤติกรรแบบนี้พบได้น้อยกว่าซูโดพลาสติก โดยสามารถพบได้ในน้ำดิน ส่วนประกอบของลูกอม แป้งข้าวเจ้าในน้ำ น้ำกับทรายผสมกัน เป็นต้น บางครั้งเรียกว่า พฤติกรรมการไหลแบบ shear-thickening

รูปแบบการเปลี่ยนแปลงความเค้นเฉือนตามอัตราเฉือนของพฤติกรรมการไหลแบบต่างๆ แสดงดังรูป 2.20 (a) แต่การแสดงผลโดยส่วนใหญ่นิยมแสดงด้วยกราฟลอการิทึมของความหนืดต่อความเค้นเฉือน ดังรูป 2.20 (b)



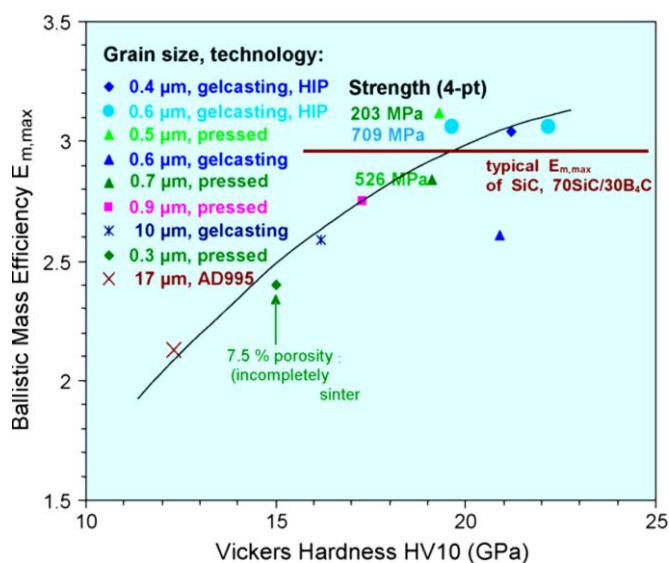
รูปที่ 2.20 (a) กราฟการเปลี่ยนแปลงความเค้นเฉือนตามอัตราเฉือน และ (b) กราฟลอการิทึมการเปลี่ยนแปลงความหนืดตามความเค้นเฉือนของพฤติกรรมการไหลแบบต่างๆ

2.13 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Ganesh และคณะ⁽³⁾ ได้นำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมตามาขึ้นรูปเป็นภาชนะเบ้าหลอม (crucible) ด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยทำการเคลือบผิวผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมด้วยสารละลายของที่เป็นผสมของเมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone ; MEK) และเอทานอล เพื่อป้องกันการเกิดไฮโดรไลซิส จากนั้นนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมตบปีเนลดังกล่าวมาทำการหล่อแบบเจลโดยใช้เตตระเมทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (tetramethylammonium hydroxide ; TMAH) และเกลือแอมโมเนียมของกรดพอลิอะคริลิก (NH_4 -polyacrylic acid ; NH_4 -PAA) เป็นสารช่วยกระจายตัว สารละลายเริ่มต้น คือ MAM+MBAM+n-vinyl pyrrolidone (NVP) และใช้ ammonium persulfate (APS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยา ชิ้นงานที่ได้จากการเผาในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นถึงร้อยละ 99.5 ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ชิ้นงานมีความแข็ง (800.26 ± 13 กิโลกรัมต่อตารางเมตร) และความแข็งแรงดัดที่สูง (183 ± 8.4 เมกะพาสคาล)

Krell และคณะ^[9] ขึ้นรูปผลิตภัณฑ์อะลูมินา (Al_2O_3) เป็นแผ่นโปร่งใสและชิ้นงานรูปทรงเว้าที่มีความซับซ้อนด้วยวิธีหล่อแบบเจลสเลอรัที่เตรียมได้มี solid loading ร้อยละ 70-78 โดยปริมาตร โดยงานวิจัยนี้ใช้ Darvan C เป็นสารช่วยกระจายตัว มอนอเมอร์และตัวเชื่อมโพลิเมอร์ที่ใช้คือ AM และ MBAM ชิ้นงานถูกนำไปเผาผนึกครั้งแรกในอากาศที่ 1250 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปทำเผาผนึกครั้งที่สองด้วยวิธี HIP ที่ความดัน 200 เมกะพาสกาล อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซอาร์กอน ชิ้นงานหลังเผาผนึกมีความแข็งสูง (20-21 จิกกะพาสกาล) และมีค่า real-line transmittance ประมาณร้อยละ 60 เหมาะที่จะใช้เป็นกระจกที่ต้านทานรอยขีดข่วนและเกราะใส

ซึ่งอีกงานวิจัยของ Krell และคณะ⁽¹⁵⁾ ศึกษาเกี่ยวกับการขึ้นรูปอะลูมินาด้วยวิธีต่างๆ เพื่อพัฒนาใช้เป็นเกราะใส ได้รายงานผลของค่าความแข็งที่มีต่อการต้านทานกระสุน พบว่าความแข็งที่สูงจะทำให้ต้านทานกระสุนได้มากขึ้น ดังรูปที่ 2.21 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานอะลูมินาโปร่งใสที่ขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบเจลตามด้วยการอัดด้วยความร้อนทุกทิศทางแสดงค่าความแข็งและการต้านทานกระสุนที่สูงซึ่งใกล้เคียงกับวิธีอัดขึ้นรูป แต่การใช้วิธีหล่อแบบเจลจะสามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ด้วย



รูปที่ 2.21 อิทธิพลของความแข็งต่อค่า ballistic mass efficiency ของอะลูมินา⁽¹⁵⁾

Cai และคณะ⁽⁴²⁾ ได้ทดลองขึ้นรูปอะลูมินาโดยใช้ระบบการหล่อเจลที่มีความเป็นพิษต่ำอีกวิธี ซึ่งใช้ HEMA เป็นมอนอเมอร์ และเลือกใช้ไตรแอมโมเนียมซิเตรท (tri-ammonium citrate ; TAC) เป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์ เพื่อให้ได้สเลอรัที่มีความเสถียรและความหนืดต่ำ ชิ้นงานมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นตามปริมาณ solid loading การหดตัวก็ต่ำลงด้วย โดยชิ้นงานที่ได้มีความแข็งแรงสูงถึง 18 เมกะพาสกาล และพบโครงสร้างทางจุลภาคที่มีความสม่ำเสมอ โดยการใช้ HEMA ร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก จากสเลอรัที่มี solid loading ร้อยละ 50 โดยปริมาตร

Bantshi และคณะ⁽⁵⁴⁾ ได้ขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินาเช่นกัน โดยใช้ HEMA และ HEMA+PVP (polyvinyl pyrrolidone) ขึ้นงานโดยใช้ APAA เป็นสารช่วยกระจายตัว ใช้ HEMA ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ได้ solid loading ประมาณร้อยละ 60 โดยปริมาตร ชิ้นงานดิบที่ขึ้นรูปด้วย HEMA มีความหนาแน่นร้อยละ 48% ของค่าทางทฤษฎี (ไม่มีการรายงานความแข็งแรงมาด้วย)

Munro และคณะ^[14] ใช้สารในการหล่อแบบเจลแบบเตรียมไททานเนตที่มีรูปร่างซับซ้อน โดยผสมผงแบบเตรียมไททานเนตขนาด 500 และ 100 นาโนเมตรในอัตราส่วน 85:15 จากนั้นเติมสารในปริมาณร้อยละ 0.5-1.0 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานดิบที่ได้มีความหนาแน่นประมาณร้อยละ 53.2 ของค่าทางทฤษฎี

จากการศึกษาค้นคว้าพบว่า งานวิจัยการขึ้นรูปผงแมกนีเซียมอะลูมินาโดยตรงด้วยวิธีหล่อแบบเจลมีไม่มากนัก ทั้งยังไม่มียานวิจัยที่ใช้สารก่อเจลที่มีความเป็นพิษต่ำทั้ง HEMA และพอลิเมอร์จากธรรมชาติ เช่น อาการ์ เพื่อขึ้นรูปผงแมกนีเซียมอะลูมินา งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ในการศึกษาการขึ้นรูปผงแมกนีเซียมอะลูมินาด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยใช้ระบบหล่อเจลที่มีความเป็นพิษต่ำเพื่อให้มีรูปร่างซับซ้อน และมีความแข็งแรงสูง โดยจะทดลองใช้ HEMA และ อาการ์เป็นสารก่อเจล แล้วนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ทำการขึ้นรูปแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากผงที่สังเคราะห์เองด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยเน้นการใช้สารก่อเจลที่ไม่มีความเป็นพิษ ซึ่งได้ทำการขึ้นรูปเจล 2 วิธี ได้แก่การขึ้นรูปโดยใช้ผงเจลหรือ อาการ์ และการใช้มอนอเมอร์เป็น HEMA สำหรับบทนี้จะกล่าวถึงวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ตัวแปรในการทดลอง เทคนิคการเตรียมชิ้นงาน การวัดสมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกล รวมทั้งการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค โดยแบ่งออกเป็นหัวข้อต่างๆได้ดังต่อไปนี้

3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

รายละเอียดเกี่ยวกับบริษัทผู้ขาย และความบริสุทธิ์ของสารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัยแสดงไว้ใน ตารางที่ 3.1

ตาราง 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัย

ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ขาย
Al ₂ O ₃ powder, A-32	99%	Nippon Light Metal, Japan
Mg(OH) ₂ powder	97%	TDK, Japan
Dispersant, base : Tetramethyl Ammonium Hydroxide (TMAH)	25 sol% ในน้ำ	Fluka, Germany
Dispersant : ammonium salt of polymethacrylic acid (PMA-NH ₄), Aron A6114	40 vol% (MW = 8,000 g/mol)	Toagousei, Japan
Monomer : 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA)	≥97%	Sigma-Aldrich, USA
Cross-linker: N,N-methylenebisacrylamide (MBAM)	≥99%	Sigma-Aldrich, USA
Initiator: Ammonium persulphate (APS)	≥99%	Ajax Finechem, USA
Catalyst: Tetramethylenediamine (TEMED)		Sigma-Aldrich, USA
Agar powder	98%	Alfa Aesar, USA

3.2 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล

งานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์สารสปิเนล โดยวิธีปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง (Solid state reaction) ซึ่งมีขั้นตอนการสังเคราะห์ ดังนี้

1) ผสมผงอะลูมินา (Al_2O_3) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($Mg(OH)_2$) ด้วยอัตราส่วนโดยโมล 1:1 จากนั้นนำมาบดผสมในภาชนะบดพอลิเอทิลีนขนาด 500 มิลลิลิตร และใช้ลูกบดอะลูมินาขนาด 0.7 มิลลิเมตร ปริมาณ 150 กรัม บดด้วยความเร็ว 180 รอบต่อนาที ในสารละลายเอทานอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2) นำสารที่ได้จากการบดมาอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 เซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) เผาแคลไซน์ในอากาศที่อุณหภูมิ 1200 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และปล่อยให้สารเย็นตัวในเตา ด้วยอัตราการลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

4) กัดขนาดผงที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ตะแกรงร่อนเบอร์ 100 (เส้นผ่านศูนย์กลาง 149 ไมครอน)

3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 การตรวจสอบเฟส

ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ตรวจสอบเฟสและความเป็นผลึกของวัสดุ ในการวิจัยนี้ใช้รังสีเอ็กซ์ ชนิด Cu K α ความยาวคลื่น = 1.5406 อังสตรอม กำลังไฟฟ้า 40 กิโลวัตต์ โดยเริ่มทำการวิเคราะห์ที่ $2\theta = 5$ องศา ถึง 80 องศาและใช้อัตราเร็วในการวิเคราะห์ (step size) 0.02 ต่อนาที

3.3.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer : FT-IR) การเตรียมตัวอย่างทำโดยนำผงแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล 1 มิลลิกรัมผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) 2 มิลลิกรัม แล้วอัดให้เป็นแผ่นบาง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 1 เซนติเมตร หนาประมาณ 0.2 เซนติเมตร นำไปทดสอบด้วยเครื่อง FTIR โหมดสะท้อนแสง ตั้งแต่เลขคลื่น (wavenumber) 500 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1}

3.3.3 ตรวจสอบการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของสปิเนลถูกตรวจสอบโดยใช้เทคนิค dynamic light scattering (DLS) (ด้วยอุปกรณ์ BI-MAS ของเครื่อง ZetaPlus BI-9000 AT, Brookhaven Instruments, USA) การเตรียมสารตัวอย่างทำโดยการผสมผงสปิเนลกับน้ำที่ความเข้มข้น 2

มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร แล้วทำให้ผงกระจายตัวในน้ำด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นจึงนำเข้าเครื่องเพื่อทำการตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัว

3.3.4 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนลทำโดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) (JSM-6480LV, JEOL) ในการศึกษาที่ใช้กำลังขยาย 5,000 และ 20,000 เท่า

3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสเลอร์รี่

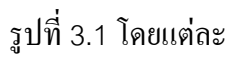
3.4.1 การตรวจสอบประจุที่ผิว

การศึกษาสมบัติการกระจายตัวในระดับคอลลอยด์ของอนุภาคสามารถทำได้โดยการตรวจสอบค่าศักย์ซีตา (Zeta potential) โดยใช้เครื่อง Zeta meter (ZetaPlus BI-9000 AT, Brookhaven Instruments, USA) โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลง pH และปริมาณสารช่วยกระจายตัว คือ PMA-NH₄ (Aron A 6114) ที่มีต่อค่าศักย์ซีตาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสเลอร์รี่ วิธีการตรวจสอบเริ่มจากเตรียมสารตัวอย่าง โดยผสมผงสปีเนลกับน้ำกลั่น ด้วยความเข้มข้น 2 mg/ml ทั้งแบบที่เติมและไม่เติม PMA-NH₄ โดยทำบนเครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง การปรับ pH โดยใช้ HNO₃ เจือจาง 1 โมลาร์และ 10⁻³ โมลาร์ เพื่อปรับให้ pH ลดลงและใช้ TMAH เจือจางเพื่อปรับ pH ให้สูงขึ้น หลังจากนั้นนำสารที่ได้ไปทำให้ตกตะกอนโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงสาร (centrifuge) เป็นเวลา 10 นาที นำส่วนที่ใส (supernatant) มาทำการตรวจสอบเครื่องวัดศักย์ซีตา

3.4.2 การตรวจสอบความหนืดของสเลอร์รี่

สมบัติการไหลตัวของสเลอร์รี่ ตรวจสอบด้วยเครื่อง rotary rheometer (Brookfield RVDV-E) โดยการนำสเลอร์รี่ที่ภาวะต่างๆ ที่เตรียมไว้เทลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml จุ่มเข็มวัดลงในสเลอร์รี่ แล้ววัดค่าความหนืดของสเลอร์รี่ที่ความเค้นเฉือน (shear rate) ต่างๆ เป็นเวลา 1 นาที

3.5 การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล

การหล่อแบบเจลของสปีเนลแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือการใช้อาคาร์เป็นสารก่อเจล และการใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล แผนผังการทดลองแสดงดัง  รูปที่ 3.1 โดยแต่ละวิธีมีขั้นตอนอย่างละเอียด ดังนี้

3.5.1 การหล่อแบบเจลโดยใช้คาร์เป็นสารก่อเจล

1) นำผงสปีเนลมาผสมกับสารช่วยกระจายลอยตัว PMA-NH₄ และน้ำกลั่นตามอัตราส่วนที่เหมาะสม ปรับค่า pH ด้วย HNO₃ หรือ TMAH เพื่อให้เกิดการกระจายตัวสูงสุด โดยตรวจสอบจากค่าศักย์ซีตา

2) นำส่วนผสมที่ได้มาบดผสมด้วยวิธีการเช่นเดียวกับข้อ 1 ในหัวข้อ 3.2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) เทส่วนผสมที่ได้จากการบดในข้อ 2) ลงในบีกเกอร์แล้วนำมาดูดอากาศ (de-airing) ในโถดูดความชื้น (desiccator) ที่ต่อกับเครื่องปั๊มดูดอากาศ เป็นเวลา 10 นาที

4) ตั้งสเลอรัวไว้บนเครื่องกวนผสมโดยควบคุมอุณหภูมิของสเลอรัวให้อยู่ที่ 60 องศาเซลเซียส

5) นำผงอากรมาละลายน้ำ โดยปรับความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงร้อยละ 0.25-2.0 โดยน้ำหนักของผงสปีเนล และทำการกวนผสมที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นลดอุณหภูมิลงมาที่ 60 องศาเซลเซียส แล้วจึงนำสารละลายอากรมาผสมกับสเลอรัวที่เตรียมไว้ กวนผสมจนสารเข้ากันดี

6) เทสเลอรัวลงในแม่แบบพลาสติกขนาด 1 x 1 x 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งทาปิโตรเลียมเจลลี่ (Petroleum jelly) เพื่อป้องกันไม่ให้ติดแม่แบบ หลังจากนั้นนำไปใส่ในตู้เย็นที่อุณหภูมิ องศาเซลเซียส ประมาณ 12 ชั่วโมง เพื่อให้โครงสร้างเจลเกิดโดยสมบูรณ์ จากนั้นถอดชิ้นงานออกจากแม่แบบ ได้เป็นชิ้นงานดิบ

7) ทิ้งให้ชิ้นงานดิบแห้งตัวในตู้ควบคุมความชื้น โดยกำหนดความชื้นสัมพัทธ์ประมาณ ร้อยละ 80 เพื่อหลีกเลี่ยงการหดตัวฉับพลันอันจะทำให้ชิ้นงานแตกหักและบิดเบี้ยวได้

8) นำชิ้นงานดิบไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชิ้นงานจะแข็งแรงพอสำหรับขัดตัดแต่งได้ แล้วจึงนำชิ้นงานดิบที่ได้มาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ

3.5.2 การหล่อแบบเจลโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล

1) เตรียมสารละลายเริ่มต้นโดยผสมมอนอเมอร์ HEMA : MBAM ในอัตราส่วน 4 : 1 โดยปริมาตร ใช้ HNO₃ หรือ TMAH สำหรับปรับ pH พร้อมด้วยน้ำกลั่น การผสมทำบนเครื่องกวนสาร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2) เติมผงสปีเนลลงในสารละลายเริ่มต้น จากนั้นทำการบดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) เทส่วนผสมจากการบดในข้อ 2) ลงในบีกเกอร์แล้วนำมาดูดอากาศ (de-airing) ในโถดูดความชื้น (desiccator) ที่ต่อกับเครื่องปั๊มดูดอากาศ เป็นเวลา 10 นาที

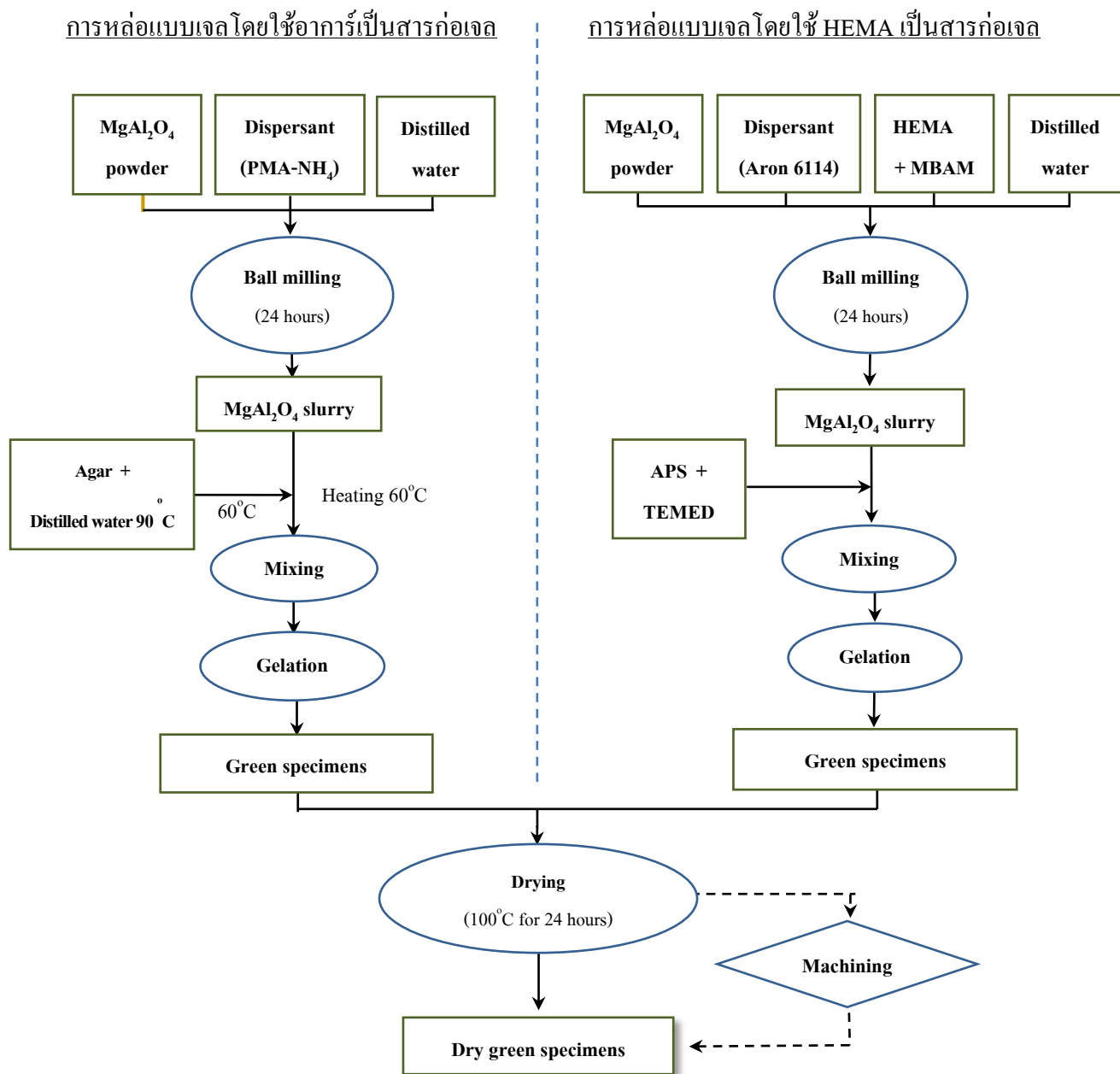
4) เตรียมสารละลาย APS ซึ่งเป็นสารเริ่มปฏิกิริยา โดยผสมกับน้ำกลั่นด้วยความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เพื่อกระตุ้นปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (polymerization) ให้เกิดโครงสร้างเจลที่อุณหภูมิห้อง โดยสเลอรัว 100 กรัม จะเติมสารละลาย APS และ TEMED (สารเร่งปฏิกิริยา)

ปริมาณ 200 และ 100 ไมโครลิตรตามลำดับ

5) เทสเลอร์รีลิ่งในแม่แบบพลาสติกขนาด 1 x 1 x 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งทาปิโตรเลียมเจลลี่ (Petroleum jelly) เพื่อป้องกันไม่ให้ติดแม่แบบ เมื่อเจลแข็งตัวแล้วจึงถอดชิ้นงานออกจากแม่แบบได้เป็นชิ้นงานดิบ

6) ทิ้งให้ชิ้นงานดิบแห้งตัวในตู้ควบคุมความชื้น โดยกำหนดความชื้นสัมพัทธ์ประมาณร้อยละ 80 เพื่อหลีกเลี่ยงการหดตัวฉับพลันอันจะทำให้ชิ้นงานแตกหักและบิดเบี้ยวได้

7) นำชิ้นงานดิบไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชิ้นงานจะแข็งแรงพอสำหรับขัดตัดแต่งได้ แล้วจึงนำชิ้นงานดิบที่ได้มาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ



รูปที่ 3.1 แผนผังการทดลอง

3.6 การตรวจสอบชิ้นงานดิบจากการหล่อแบบเจล

3.6.1 การหดตัวหลังอบ (drying shrinkage)

วัดขนาดความยาวของชิ้นงานดิบ (L_g) และความยาวของชิ้นงานหลังอบ (L_d) โดยใช้เวอร์เนียคาลิเปอร์ การหดตัวหลังอบคำนวณได้จากสมการ

$$\% \text{ linear shrinkage} = \left(\frac{L_g}{L_g - L_d} \right) \times 100$$

3.6.2 ความหนาแน่นรวม (Bulk density)

ความหนาแน่นรวมเป็นอัตราส่วนมวลของวัสดุต่อปริมาตร ซึ่งรวมรูพรุนด้วย (ถ้ามี) การหาค่านี้เริ่มจากการวัดปริมาตรชิ้นงาน โดยใช้เวอร์เนียคาลิเปอร์วัดพื้นที่หน้าตัด (A) และความยาว (L) ของชิ้นงานซึ่งเป็นแท่งสี่เหลี่ยม พร้อมทั้งชั่งน้ำหนัก (W) แล้วนำมาคำนวณโดยใช้สมการ

$$\% \text{ bulk density} = \left(\frac{W}{AL} \right) \times 100$$

ความหนาแน่นรวมของชิ้นงานดิบเทียบกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี จากสมการ

$$\% \text{ relative density} = \left(\frac{\text{bulk density}}{\text{theoretical density}} \right) \times 100$$

3.6.3 ความแข็งแรงดัดโค้ง (Bending strength)

การวัดความแข็งแรงดัดโค้งของชิ้นงานดิบ โดยใช้เครื่องทดสอบความแข็งแรงการดัดโค้งแบบรับแรงสามจุด (three-point bending, Lloyd instrument model LRX plus) ด้วยความเร็ว 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที สำหรับชิ้นทดสอบที่มีภาคตัดเป็นสี่เหลี่ยม ความแข็งแรงดัดโค้งแสดงโดยค่ามอดูลัสของการแตกหัก (modulus of rupture) หาได้ดังสมการ

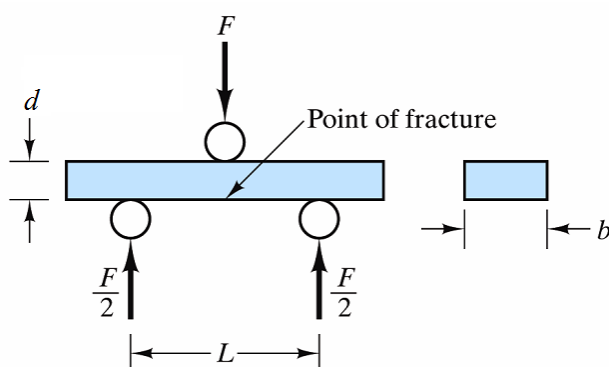
$$\text{MOR} = \left(\frac{3FL}{2bd^2} \right)$$

เมื่อ W คือ แรงกระทำ ณ จุดแตกหัก (นิวตัน)

L คือ ระยะห่างระหว่างสองจุดด้านล่างชิ้นทดสอบ (เมตร)

b คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบ (เมตร)

d คือ ความหนาของชิ้นงานทดสอบ (เมตร)



รูปที่ 3.2 การทดสอบความแข็งแรงการดัดโค้งแบบรับแรงสามจุด

บทที่ 4

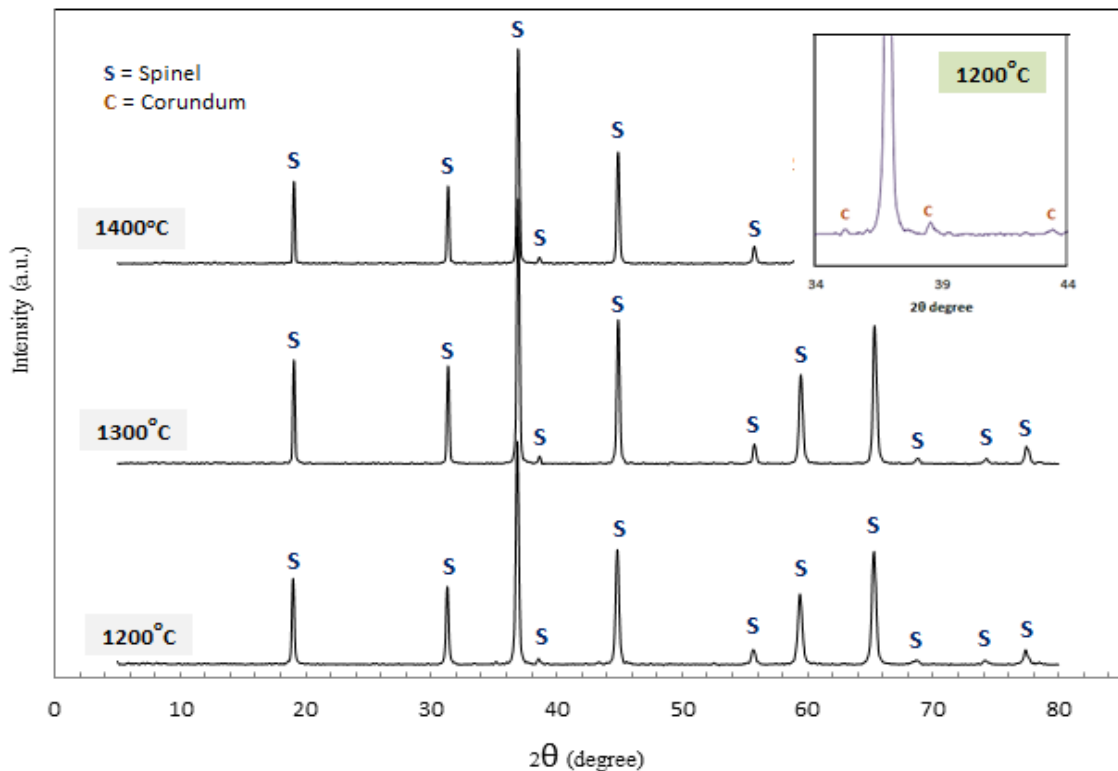
ผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ทำการขึ้นรูปแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลจากผงที่สังเคราะห์ขึ้นเองด้วยวิธีหล่อแบบเจล โดยเลือกศึกษาในระบบที่มีความเป็นพิษต่ำ ในบทนี้จะได้กล่าวถึงผลการวิจัย โดยแบ่งเป็น 3 ส่วน ได้แก่ การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล การหล่อแบบเจลโดยใช้อาการ์ และการหล่อแบบเจลโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล ผลการทดลองแสดงดังต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

4.1.1 องค์ประกอบทางเฟสของสาร

เมื่อนำสารที่เกิดจากการผสมอะลูมินา (Al_2O_3) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ $Mg(OH)_2$ และผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาวิเคราะห์ข้อมูลโดยใช้วิธีเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เรย์ของผลึก (X-Ray Diffraction : XRD) เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้น แสดงผลในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ผล XRD จากสารที่เตรียมเมื่อเผาแคลไซน์ที่ 1200 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

พบว่าเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส แม้ว่าจะปรากฏเฟสหลัก (major phase) ของสปิเนล ($MgAl_2O_4$, JCPDS #01-077-0435) แต่ก็พบเฟสรอง (second phase) ของ

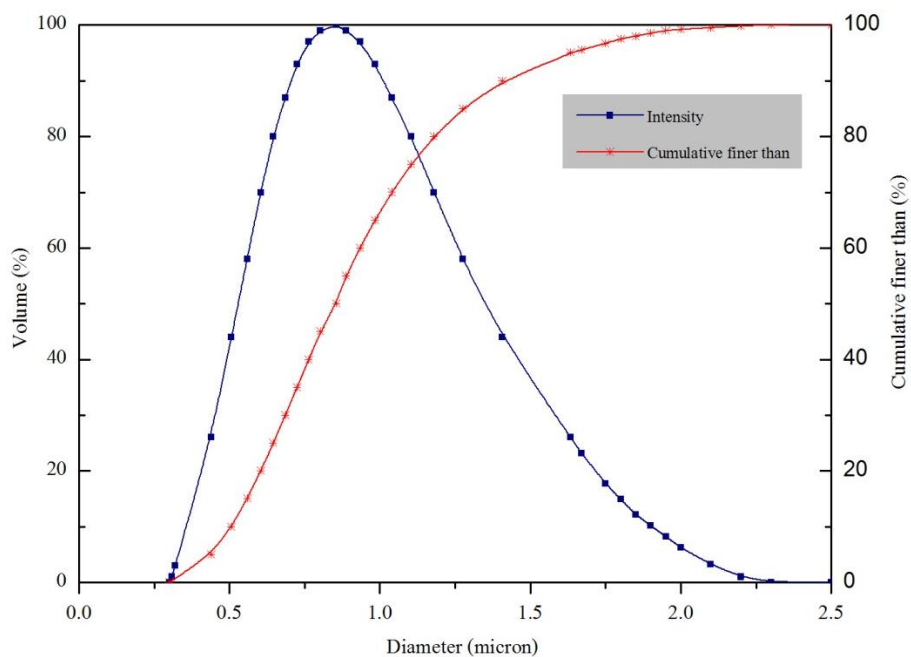
Al_2O_3 เจือปนอยู่ด้วย (คอรัันดัม, JCPDS หมายเลข 01-089-7716) โดยจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Rietveld เพื่อวิเคราะห์ในเชิงปริมาณ (quantitative analysis) ของแต่ละเฟส พบว่ามีปริมาณเฟสของสปีเนล อยู่ถึงร้อยละ 99.4 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 1300 องศาเซลเซียส พบฟลักของเฟสสปีเนลเพียงเฟสเดียว โดยไม่มีเฟสอื่นปะปนอยู่ และที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 1400 องศาเซลเซียสไม่พบการเปลี่ยนแปลงของเฟสเมื่อเปรียบเทียบกับเฟสที่ 1300 องศาเซลเซียสแต่อย่างใด ดังนั้น อุณหภูมิต่ำสุดที่เหมาะสมสำหรับเผาแคลไซน์ในกระบวนการสังเคราะห์สารด้วยวิธีปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง คือ 1300 องศาเซลเซียส ซึ่งนับว่าต่ำกว่าอุณหภูมิแคลไซน์จากงานวิจัยอื่นที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกัน (1600 องศาเซลเซียส หรืออย่างน้อย 1400 องศาเซลเซียส สำหรับผงขนาด sub-micron⁽⁵⁵⁻⁵⁷⁾)

4.1.2 การกระจายขนาดอนุภาค

การกระจายขนาดอนุภาคตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการกระเจิงแสง (Dynamic Light Scattering ; DLS) ของอนุภาคสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ แสดงดังตาราง 4.1 พบว่าสารตั้งต้นที่ใช้ คือ $\text{Mg}(\text{OH})_2$ กับ Al_2O_3 มีขนาดอนุภาคสะสมที่ร้อยละ 50 (d_{50}) เท่ากับ 1.775 และ 2.062 ไมโครเมตร ตามลำดับ หลังจากทำการเผาแคลไซน์ที่ 1300 องศาเซลเซียส ได้สารผลิตภัณฑ์คือผงสปีเนลที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าขนาดอนุภาคของสารตั้งต้น โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับ sub-micron ค่าของขนาดอนุภาคสะสมที่ร้อยละ 50 เท่ากับ 0.844 ไมโครเมตร กราฟแสดงการกระจายขนาดอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่ามีลักษณะเป็นการกระจายขนาดอนุภาคเป็นแบบโหมดเดี่ยว (unimodal) และมีค่าการกระจายตัวของขนาด (polydispersity) ซึ่งคำนวณจากความกว้างของการกระจายขนาด เท่ากับ 0.191 ซึ่งจัดเป็นประเภทการกระจายตัวแบบกว้าง [0.000 - 0.020 เป็นแบบไม่กระจายตัว (monodisperse) 0.020 - 0.080 เป็นการกระจายแบบแคบ (narrow size distribution) มากกว่า 0.080 เป็นการกระจายตัวแบบกว้าง (broad size distribution)⁽⁵⁸⁾] การที่ขนาดอนุภาคสปีเนลที่ลดลงจากสารตั้งต้นน่าจะเป็นผลมาจากการบดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ร่วมกับเฟสของน้ำที่ออกไปจาก $\text{Mg}(\text{OH})_2$ คาดว่ามีส่วนช่วยให้อุณหภูมิการเผาต่ำลงด้วย

ตาราง 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและค่าการกระจายของขนาดอนุภาคสารตั้งต้น ($\text{Mg}(\text{OH})_2$ กับ Al_2O_3) และสารผลิตภัณฑ์ (MgAl_2O_3)

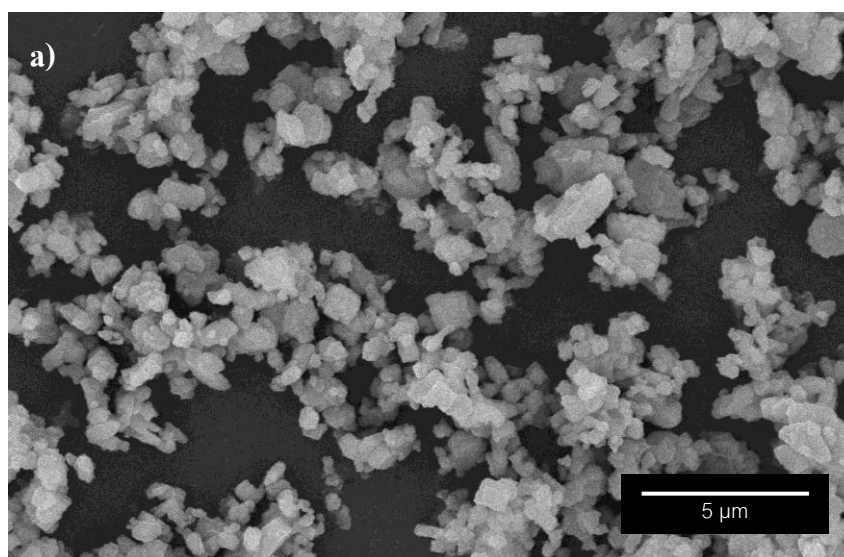
อนุภาค	Mass median diameter, D_{50} (micron)	Polydispersity
$\text{Mg}(\text{OH})_2$	1.775	0.042
Al_2O_3	2.062	0.005
MgAl_2O_3	0.844	0.191



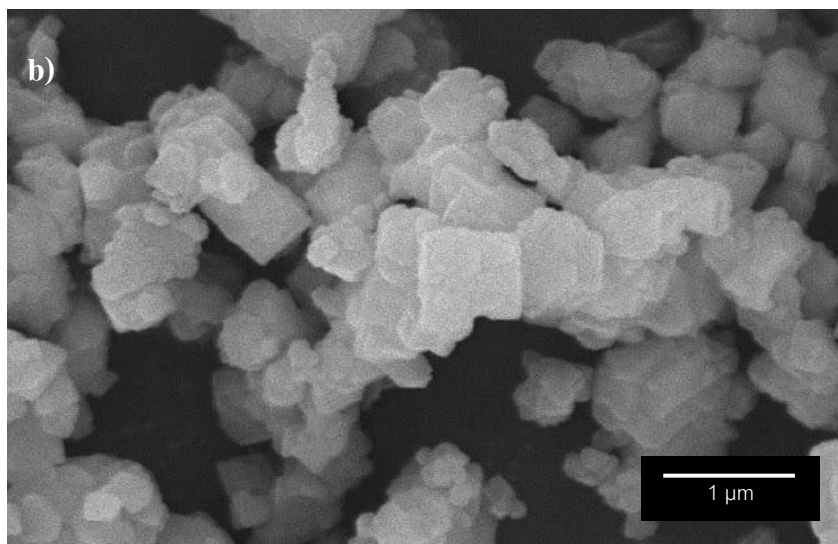
รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงสปีเนล

4.1.3 โครงสร้างทางจุลภาค

จากรูปที่ 4.3 และ 4.4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนล ที่กำลังขยาย 5,000 และ 20,000 เท่า ตามลำดับ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะสังเกตเห็นว่า primary particle ของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นเหลี่ยม (equiax shape) และมีขนาดอนุภาคประมาณ 0.6-0.8 ไมโครเมตร ซึ่งสอดคล้องกับขนาดอนุภาคที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงเช่นกัน นอกจากนี้ยังพบว่าการเกาะกลุ่มของอนุภาค (agglomerate) เพียงเล็กน้อย



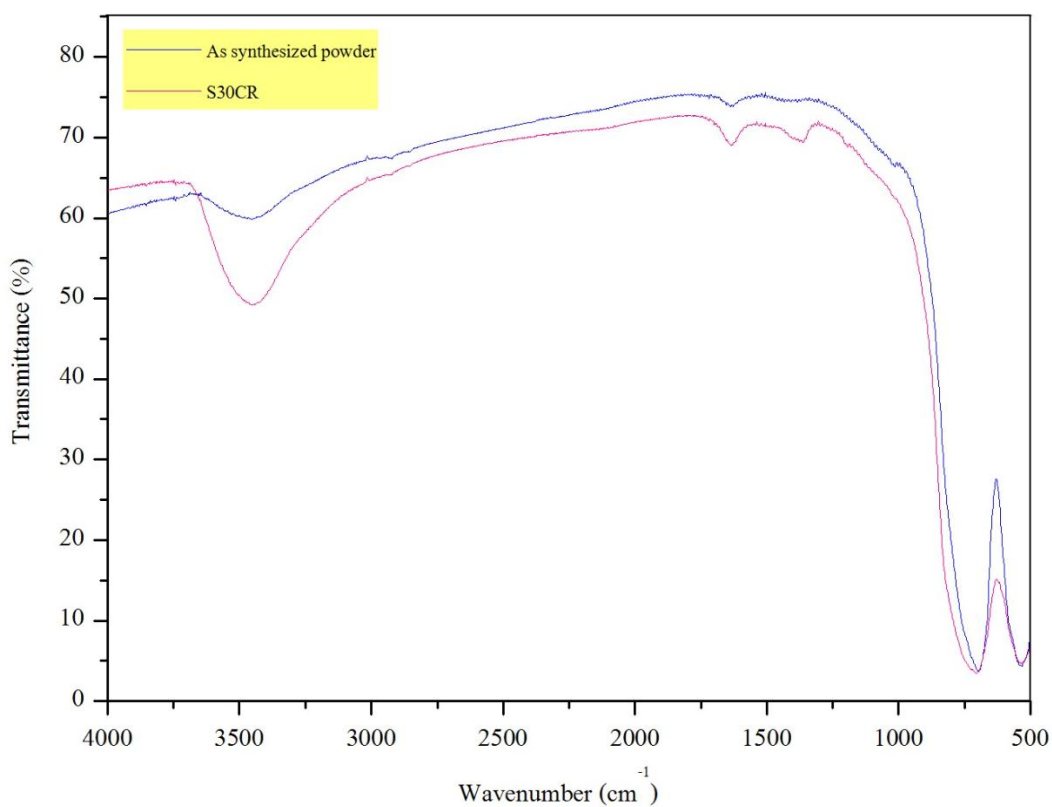
รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า



รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

4.1.4 หมู่ฟังก์ชันของสาร

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้เทียบกับผงสปีเนลทางการค้าของผู้ผลิต Baikalox (S30CR) ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR spectroscopy) ผลแสดงดังรูปที่ 4.5



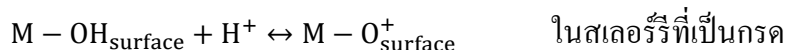
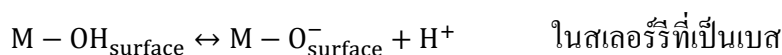
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ FT-IR ของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้และของผู้ผลิต S30CR

จากการตรวจสอบ พบสเปกตรัมการดูดกลืนที่เลขคลื่น (wavenumber) 510-680 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการเชื่อมโยงของหมู่ฟังก์ชัน Mg-O-Al ที่แข็งแรง เป็นการยืนยันว่าเกิดเฟสสปีเนลขึ้น⁽⁵⁹⁾ และพบแถบการดูดกลืนหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกไซด์ (-OH) ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 3400 cm^{-1} ซึ่งเป็นหมู่ไฮดรอกไซด์ที่ผิวของอนุภาค และแถบดูดกลืนของน้ำ (H_2O) ที่ความยาวคลื่นประมาณ 1630 cm^{-1} รวมถึงพบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอนิล (O-C=O) ที่เลขคลื่นประมาณ 1400 cm^{-1} ด้วย⁽⁶⁰⁾ จะเห็นว่าหมู่ฟังก์ชันที่ตรวจพบตรงกับแถบการดูดกลืนของผงสปีเนล S30CR ทุกตำแหน่งแตกต่างกันตรงที่ความลึก โดยเฉพาะที่ตำแหน่งของน้ำซึ่งกว้างและลึกกว่าของผงที่สังเคราะห์ได้ อย่างเห็นได้ชัด คาดว่าเนื่องจากอนุภาคของผงสปีเนล S30CR ที่มีขนาดเล็ก (0.2 ไมโครเมตร) กว่าจึงมีพื้นที่ผิวที่มากกว่าทำให้ดูดความชื้นขึ้นมาสูงกว่าผงที่สังเคราะห์ได้ (0.8 ไมโครเมตร)

4.2 การหล่อแบบโดยใช้ไออาร์เป็นสารก่อเจล

4.2.1 ศักย์ซีตา

เมื่อผงสปีเนลแขวนลอยในน้ำ ที่ผิวของอนุภาคจะเกิดปฏิกิริยาการสร้างหมู่ไฮดรอกไซด์ M-OH ซึ่งต่อมากจะแตกตัวเป็นกรดหรือเบส ดังสมการ⁽⁶¹⁾

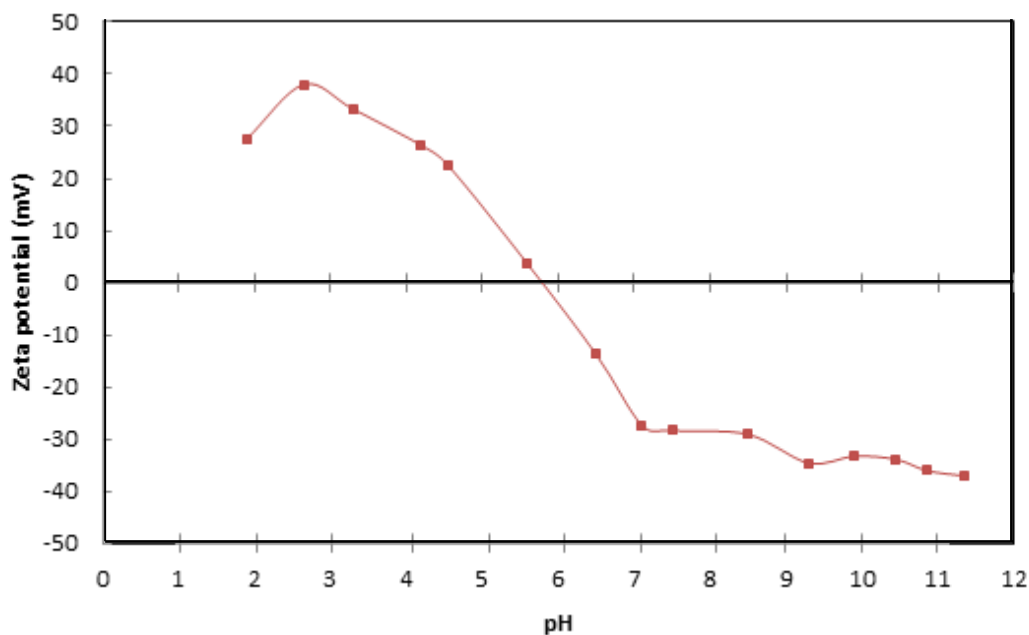


(M แทนด้วย Mg หรือ Al)

พื้นที่ผิวส่วนใหญ่ของอนุภาคที่เป็นประจุลบ กลาง หรือบวก ดูได้จากค่า pH ถ้า pH ต่ำ ผิวของอนุภาคจะมีประจุส่วนใหญ่เป็นบวก และเป็นในทางกลับกันเมื่อค่า pH สูง ความหนาแน่นประจุสุทธิของพื้นผิวทั้งหมดของอนุภาคเดี่ยว สามารถแสดงได้โดยค่าศักย์ซีตาในสารแขวนลอย เจือจาง

สำหรับผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ในการงานวิจัยนี้ เมื่อนำมาแขวนลอยในน้ำและไม่ได้เติมสารใดๆ ลงไป pH มีค่าเท่ากับ 7.3 ค่าศักย์ซีตาประมาณ -25 มิลลิโวลต์ ผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้นี้จึงจัดเป็นอนุภาคที่มีผิวเป็นประจุลบ และจากผลการวัดค่าศักย์ซีตา แสดง (IEP) ที่ pH 5.8 ซึ่งเป็นจุดที่สารแขวนลอยไม่เสถียร ไม่เหมาะที่จะเตรียมสเลอรรี่ ดังรูปที่ 4.6

ที่ pH ต่ำ ค่าศักย์ซีตาเป็นบวกมาก เนื่องจากการปรับ pH เป็นการเพิ่มโปรตอน (protonate) ที่ผิว ทำให้ประจุที่ผิวเป็นบวก เช่นเดียวกับที่ pH สูง ค่าศักย์ซีตามีค่าเป็นลบมาก เนื่องจากถูกดึงเอาโปรตอนออกมาจากผิวจึงกลายเป็นประจุลบ ซึ่งทั้งสองกรณีจะมีความหนาแน่นประจุที่ผิว (surface charge density) สูง ช่วยให้สามารถดูดซับโมเลกุลของสารช่วยกระจายตัวที่เป็นสารพอลิอิเล็กโทรไลต์ (polyelectrolyte) ได้มาก โดยพบว่าสามารถเตรียมได้ที่ pH ต่ำกว่า pH 4 หรือสูงกว่า pH 10 เพราะค่าศักย์ซีตาที่ทำให้สารแขวนลอยเสถียรต้องมากกว่า ± 30 มิลลิโวลต์⁽⁶²⁾ เพื่อเอาชนะแรงแวนเดอวาลส์ (Van der Waals force) ระหว่างอนุภาคซึ่งดึงดูดอนุภาคเข้ามาเกาะกัน

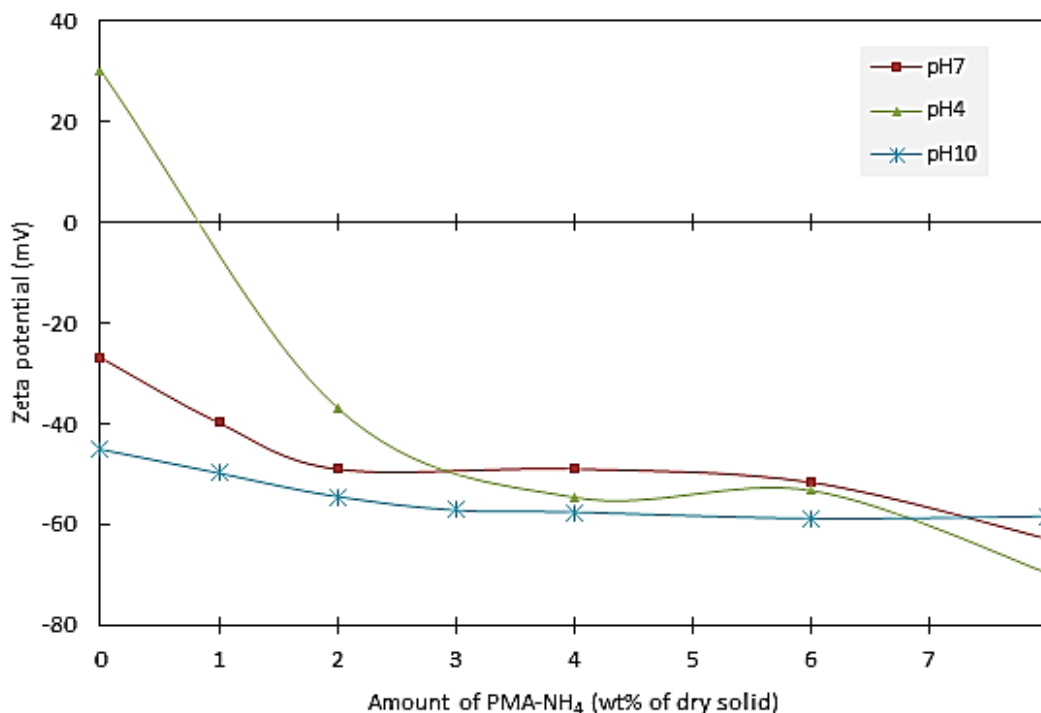


รูปที่ 4.6 ศักย์ซีตาของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้แขวนลอยในน้ำที่ pH ต่างๆ

สารช่วยกระจายตัวที่ใช้ในการทดลองนี้คือ Aron A6114 เป็นสารช่วยกระจายตัวชนิดที่เป็นเกลือแอมโมเนียมของพอลิเมทาคริเลท (ammonium salt of polymethacrylate ; PMA-NH₄) ซึ่งจัดเป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์ประจุลบ (anionic polyelectrolytes) เนื่องจากสายโซ่ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิล (-COOH) ประจุลบ⁽⁶³⁾

จากการศึกษาหาอิทธิพลของปริมาณสารช่วยกระจายตัว PMA-NH₄ ในสารแขวนลอยที่ pH เริ่มต้นต่างๆ ทั้งที่ภาวะกรด (pH 4) ภาวะเบส (pH 10) และสารแขวนลอยที่ไม่ได้ปรับกรด-เบสใดๆ (pH 7) ดังรูปที่ 4.6 พบว่า หลังจากใส่ PMA-NH₄ เพียงเล็กน้อยค่าศักย์ซีตาจะลดลงอย่างรวดเร็วและค่อยๆ คงที่ ณ จุดนี้การใส่สารช่วยกระจายตัวเพิ่มไม่ส่งผลต่อการเพิ่มสมมูลของสารแขวนลอยอีกต่อไป เนื่องจากสารช่วยกระจายตัวไปเกาะที่ผิวของอนุภาคโดยสมบูรณ์แล้ว เป็นที่น่าสังเกตว่า ในกรณีของสารแขวนลอยที่ถูกปรับ pH จนเป็นกรดหลังจากเติม PMA-NH₄ ศักย์ซีตาจะลดลงจากค่าที่เป็นบวกลงมาที่ค่าลบและความเป็นลบจะเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ จนคงที่เมื่อใส่ PMA-NH₄ ปริมาณร้อยละ 4 โดยน้ำหนักขึ้นไป ซึ่งดีกว่าการปรับ pH=4 เพียงอย่างเดียว

การปรับ pH ด้วยการเติมกรดเป็นการเพิ่มจำนวนโปรตอนซึ่งจะไปดูดซับที่ผิวอนุภาค ทำให้เพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับ PMA-NH₄ ที่มีประจุลบ ศักย์ซีตาของสารแขวนลอยนี้จึงมีค่ามากถึง -60 มิลลิโวลต์ จะเห็นว่าค่าศักย์ซีตาของสารแขวนลอยที่ pH เท่ากับ 10 หลังจากใส่ PMA-NH₄ ไม่เพิ่มขึ้นมากนักเนื่องจากผิวอนุภาคมีเป็นประจุลบจำนวนมากจึงดูดซับ PMA-NH₄ ได้น้อย



รูปที่ 4.7 ศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลขึ้นกับปริมาณ PMA-NH₄ ที่ pH ต่างๆ

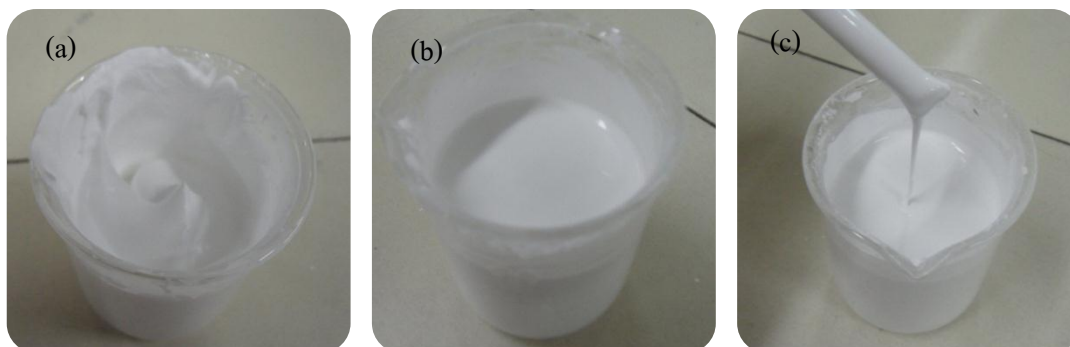
อย่างไรก็ตามค่าศักย์ซีตาเป็นเพียงค่าประมาณการสำหรับดูแนวโน้มและศึกษาพฤติกรรมของสารแขวนลอยเท่านั้น ค่าศักย์ซีตามีข้อจำกัดของการวัดเนื่องจากต้องเจือจางสารละลายทำให้ pH ต่างจากสารแขวนลอยเข้มข้นซึ่งแรงแวนเดอวาลส์จะมีผลต่อความเสถียรของคอลลอยด์มากกว่าเพราะระยะระหว่างอนุภาคที่สั้นนั่นเอง⁽⁶¹⁾ จึงไม่สามารถระบุ pH ที่แน่นอนได้ด้วยเหตุนี้เราจึงควรพิจารณาความหนืดและปริมาณของแข็ง (solid loading) ของสเลอรรี่ประกอบ

4.2.2 ความหนืด

ในเบื้องต้นเราได้ทำการพิจารณาการไหล (rheology) ของสเลอรรี่ร่วมกับ solid loading เพื่อหาภาวะที่สามารถเติมผงสปีเนลได้มากที่สุดโดยกำหนดปริมาณน้ำให้เท่ากัน เพราะ solid loading ที่มากจะนำมาสู่ความหนาแน่นของชิ้นงานที่สูง อันจะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลได้ ในขณะเดียวกันสเลอรรี่ก็ต้องมีพฤติกรรมการไหลตัวที่ดีด้วยเพื่อสามารถให้ไหลเข้าไปในแม่แบบที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ทั่วทุกจุดอย่างสม่ำเสมอ

เมื่อเพิ่มปริมาณผงสปีเนลในน้ำพบว่าสเลอรรี่มีการไหลตัวที่ต่ำมาก ดังรูปที่ 4.8 (a) สามารถเติมผงสปีเนลได้สูงสุดเพียงร้อยละ 25 โดยปริมาตร การเติม TMAH ซึ่งเป็นเบสแก่ลงไปเพื่อเพิ่มความเสถียรให้แก่ระบบไม่พบเกิดการเปลี่ยนแปลงจนกระทั่ง pH 10 ความหนืดจะลดลงสเลอรรี่มีลักษณะเหลวไหลตัวได้ดี ส่วนทางด้านกรดพบว่าสเลอรรี่มีการไหลตัวที่ดีเมื่อปรับค่า pH เป็น 4 ดังรูปที่ 4.8 (b) สอดคล้องกับค่าศักย์ซีตาซึ่งมีค่าสูงในช่วง pH เหล่านี้ พฤติกรรมดังกล่าวเป็น

ผลมาจาก electrostatic stabilization โดยเมื่อใช้แท่งแก้วจุ่มลงไปและยกขึ้นมาจะเห็นสเลอรรี่ไหลอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นลักษณะที่ดีของสเลอรรี่ที่จะนำไปขึ้นรูป ดังรูปที่ 4.8 (c)

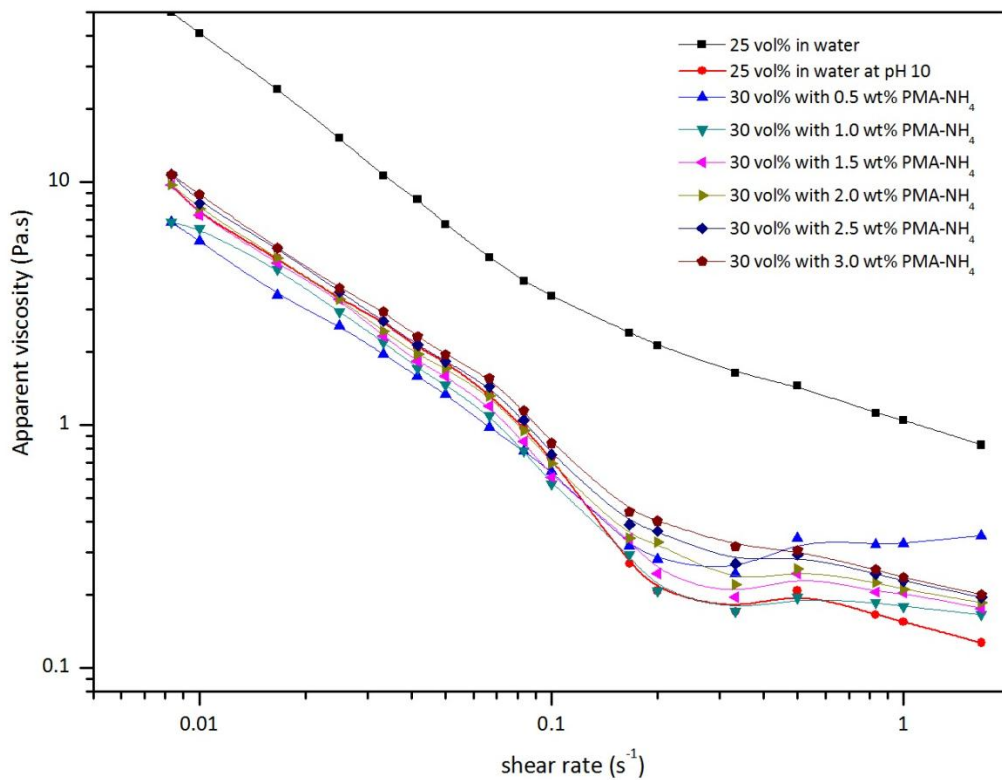


รูปที่ 4.8 ลักษณะของสเลอรรี่สปีเนล a) ไม่ปรับ pH หรือเติมสารช่วยกระจายตัวใดๆ b) ปรับ pH หรือเติมสารช่วยกระจายตัว c) การไหลตัวของสเลอรรี่ที่ต่อเนื่อง

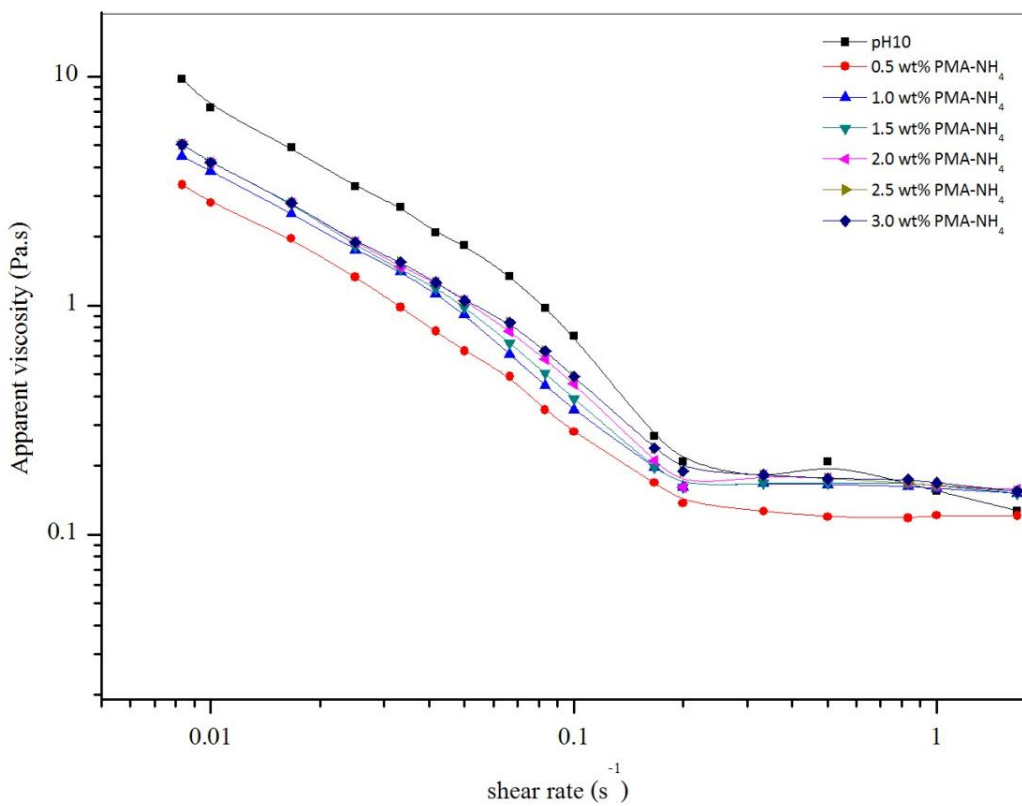
การไหลของสเลอรรี่ที่ pH 10

รูปที่ 4.9 แสดงความหนืดของสเลอรรี่ของสปีเนลที่ความเค้นเฉือนต่างๆ พบว่า สเลอรรี่ของสปีเนลที่ไม่มีสารช่วยกระจายตัว มีความหนืดสูงแม้ที่ solid loading ต่ำ (ร้อยละ 25 โดยปริมาตร) ลักษณะของสเลอรรี่จะเป็นดังรูป 4.8 (a) เมื่อปรับ pH เป็น 10 สเลอรรี่จะมีความหนืดลดลงอย่างเห็นได้ชัด และเปลี่ยนพฤติกรรมการไหลเป็นแบบบิงแฮม (Bingham fluids) ลักษณะของสเลอรรี่จะเป็นดังรูป 4.8 (b) เนื่องจากเกิด electrostatic stabilization เช่นเดียวกับการเติม PMA-NH₄ ซึ่งมีผลทำให้ความหนืดของสเลอรรี่ลดลง เกิดจากการเกาะของ PMA-NH₄ ที่ผิวของอนุภาคเป็น electrosteric stabilization ซึ่งความหนืดไม่แตกต่างจากการปรับ pH เพียงอย่างเดียวมากนัก เมื่อพิจารณาความหนืดที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณ PMA-NH₄ หลังจากเติมลงไปในสเลอรรี่ที่ไม่ได้ปรับ pH (รูปที่ 4.9) พบว่าความหนืดของสเลอรรี่จะต่ำลงพร้อมทั้งมีพฤติกรรมการไหลแบบบิงแฮม การเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของผงสปีเนล ส่งผลให้ความหนืดมีค่าต่ำสุด แล้วค่าความหนืดจะค่อยๆ กลับตัวสูงขึ้นเมื่อเติม PMA-NH₄ ในปริมาณมากกว่านั้น

การเติมทั้ง PMA-NH₄ และปรับ pH = 10 เพื่อหวังผลให้เกิด electrosteric stabilization สามารถช่วยให้ความหนืดลดลงได้เล็กน้อย การเปลี่ยนแปลงความหนืดตามปริมาณ PMA-NH₄ หลังจากเติมลงไปในสเลอรรี่ที่ปรับ pH=10 แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่าในกรณีนี้ความหนืดมีค่าต่ำสุดเมื่อเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นเมื่อเติม PMA-NH₄ ในปริมาณมากขึ้น ความหนืดจะค่อยๆ สูงขึ้น solid loading ของสเลอรรี่ทำได้อยู่ในช่วงร้อยละ 35-38 โดยปริมาตร



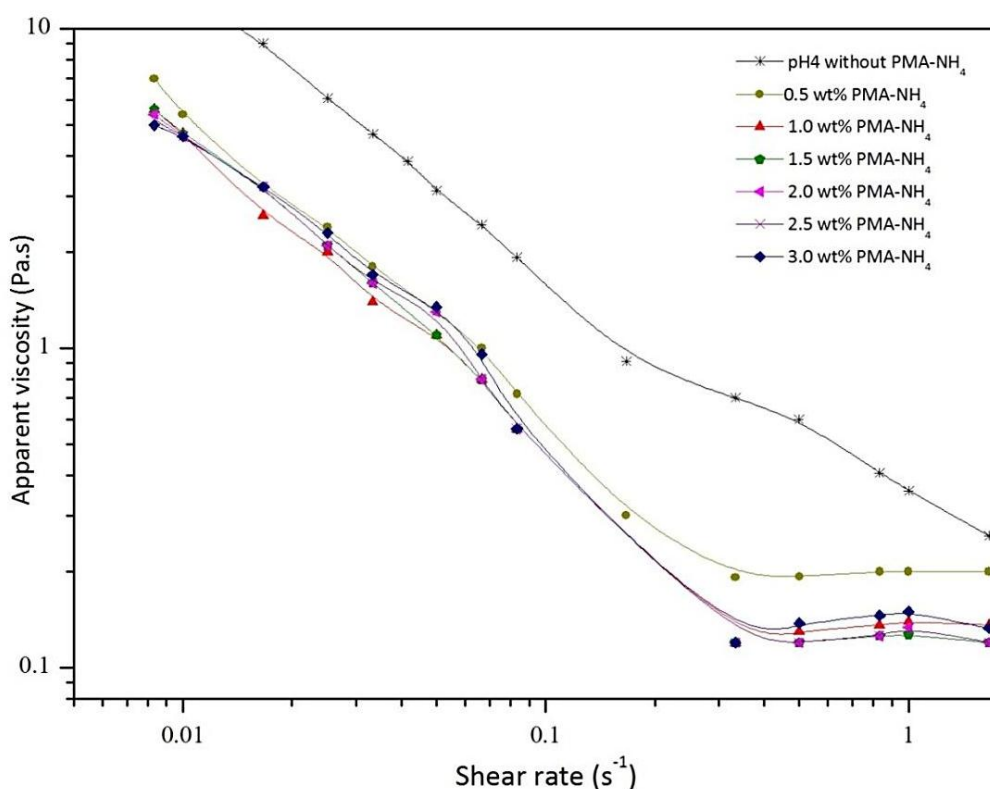
รูปที่ 4.9 การไหลของสเลอริที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณสารช่วยกระจายตัว PMA-NH₄
(กำหนด solid loading ร้อยละ 30 โดยปริมาตร)



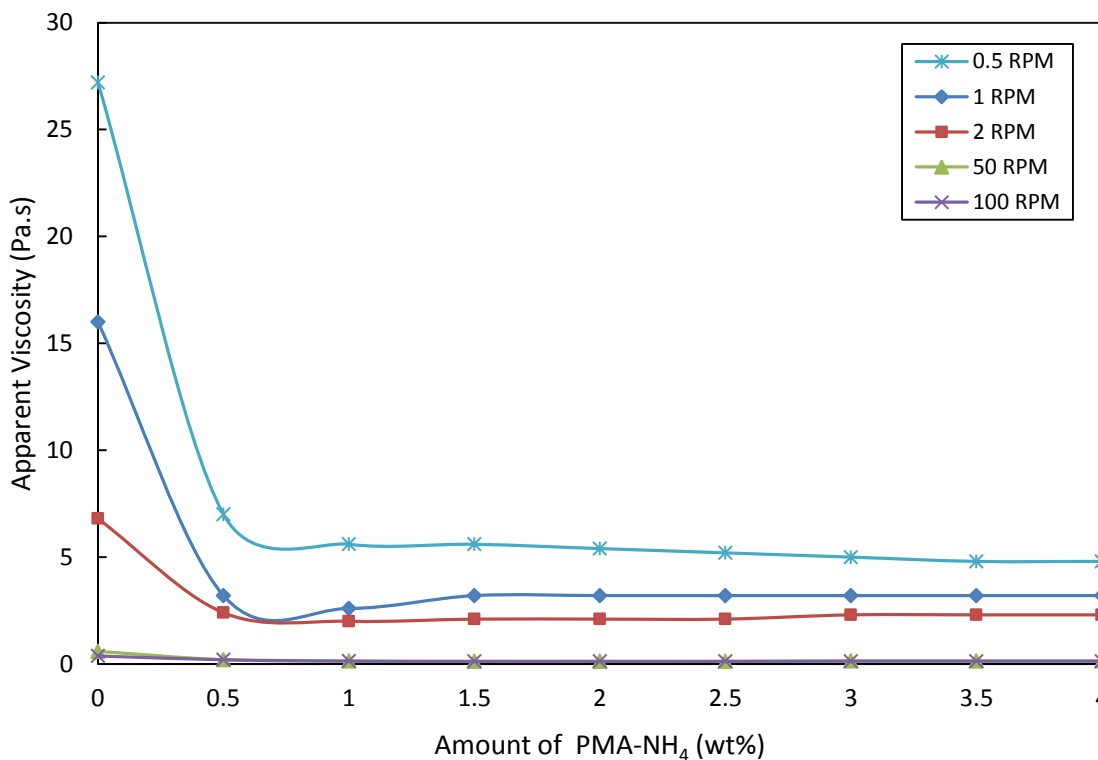
รูปที่ 4.10 การไหลของสเลอริที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณสารช่วยกระจายตัว PMA-NH₄
โดยกำหนด pH = 10 และ solid loading ร้อยละ 30 โดยปริมาตร

การไหลของสเลอรี่ที่ pH 4

รูปที่ 4.11 แสดงพฤติกรรมของการไหลของสเลอรี่หลังจากปรับ pH = 4 แล้วเพิ่มปริมาณสารช่วยกระจายตัว พบว่า เมื่อเติม PMA-NH₄ ในปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก ความหนืดจะลดลงเช่นเดียวกันเมื่อ pH ของสเลอรี่เป็น 10 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา⁽⁶⁴⁾ เมื่อเพิ่มปริมาณ PMA-NH₄ เป็นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก แม้ความหนืดที่ความเค้นเฉือนต่ำจะมากกว่า แต่ที่ความเค้นเฉือนสูงๆ ความหนืดมีค่าต่ำกว่า การเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก (พิจารณารูปที่ 4.12 ประกอบ) การที่ความหนืดลดลงเมื่อความเค้นเฉือนต่ำเพราะการใส่สารช่วยกระจายตัวทำให้ช่วยสลายการจับตัวของอนุภาคง่ายขึ้นเมื่อเพิ่มแรงเค้นให้แก่ระบบ⁽⁶¹⁾ เช่นเดียวกับการเพิ่ม PMA-NH₄ เป็นร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นความหนืดจะไม่เปลี่ยนแปลงแม้ว่าจะเติม PMA-NH₄ ปริมาณมากขึ้น เนื่องจากที่ผิวอนุภาคดูดซับ PMA-NH₄ จนครอบคลุมและเกิดการอิ่มตัวแล้ว อย่างไรก็ตาม ในสเลอรี่ที่ทำการปรับ pH เพียงอย่างเดียวจะมี solid loading เพียงร้อยละ 30 โดยปริมาตรเท่านั้น ในขณะที่สเลอรี่ที่ทำการเติม PMA-NH₄ ไปเพียงร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนักสามารถเพิ่ม solid loading ได้ถึงร้อยละ 46-47 โดยปริมาตร

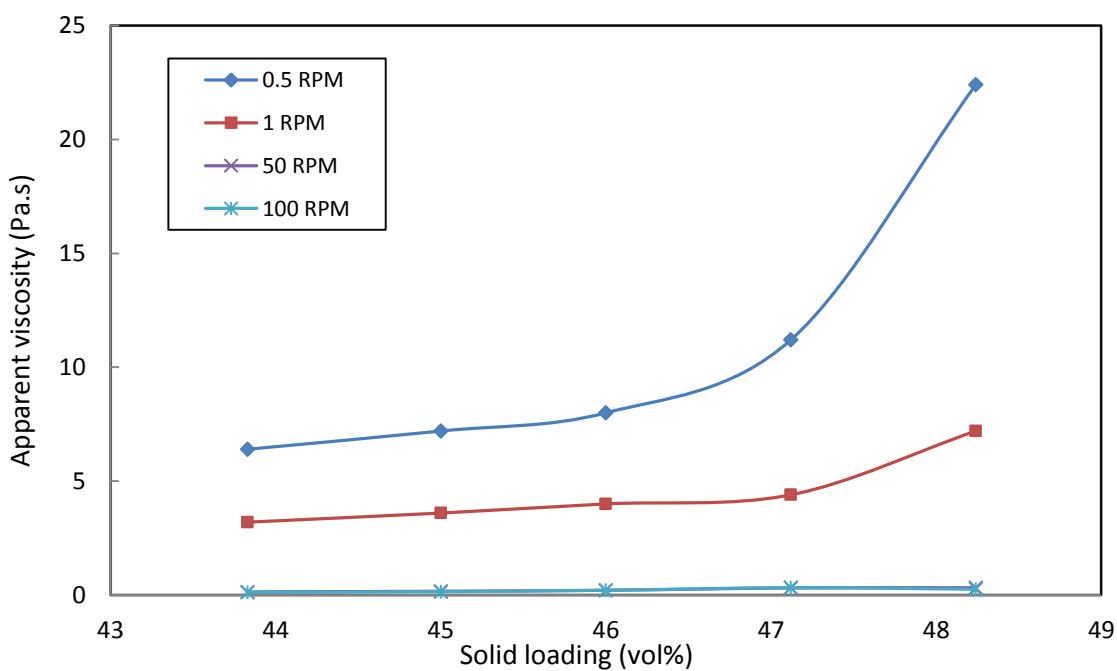


รูปที่ 4.11 การไหลของสเลอรี่ที่เปลี่ยนแปลงตามความเค้นเฉือนโดยกำหนดให้ pH = 4 และ solid loading ร้อยละ 30 โดยปริมาตร



รูปที่ 4.12 ความหนืดปรากฏของสเลอรัที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณ PMA-NH₄ ที่ความถี่คนี่นต่งต่ง (ใช้หน่วยเป็น RPM)

การเปลี่นเปล่งความหนืดของสเลอรัรต่งตาม solid loading เมื่อปรับ pH = 4 และเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนก ซึ่งเตรียมดว้กับการบดผสม แสดงผลด่งรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 ความหนืดปรากฏของสเลอรัที่เปลี่ยนแปลงตาม solid loading ที่ความถี่คนี่นต่งต่ง (ใช้หน่วยเป็น RPM)

จากผลการวัดความหนืด พบว่าที่ความเค้นเฉือน 0.5 รอบต่อวินาที การเพิ่ม solid loading จนถึงร้อยละ 46 โดยปริมาตร ทำให้ความหนืดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่ม solid loading จนถึงร้อยละ 47 ความหนืดจะสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด และเมื่อเพิ่มจนถึงร้อยละ 48 ความหนืดจะสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว ณ จุดนี้พบว่าสเลอรรี่เกิดการอิมตัวอย่างชัดเจน ในทางปฏิบัติสามารถสังเกตเห็นผงแยกตัวออกมาจะสเลอรรี่อย่างชัดเจน ดังนั้น ในกรณีนี้ solid loading ที่เหมาะสมกับการขึ้นรูปคือร้อยละ 46 โดยปริมาตร

การพิจารณาหาภาวะที่เหมาะสมเมื่อพิจารณาจาก solid loading พบว่าการปรับให้สเลอรรี่มี pH 4 หรือ pH 10 ค่า solid loading ที่ทำได้ (ดังตาราง 4.2) จะใกล้เคียงกันคือ ร้อยละ 27 โดยปริมาตรที่ pH 4 และร้อยละ 26 โดยปริมาตรที่ pH 10 จากการกวนผสม และการเพิ่ม PMA-NH₄ แก่ระบบจะช่วยให้ solid loading เพิ่มขึ้นคือ ร้อยละ 35 โดยปริมาตร ที่ pH 4 และ 10 แต่จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ PMA-NH₄ มากกว่าร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก solid loading กลับลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก PMA-NH₄ ดูดซับที่ผิวอนุภาคจนอิมตัวแล้ว สายโซ่ของ PMA-NH₄ จึงเกาะกันเองและดึงอนุภาคเข้าหากัน (สังเกตเห็นสเลอรรี่เริ่มเหนียว)

ตาราง 4.2 ค่า solid loading ของสเลอรรี่สปีเนลที่ในภาวะต่างๆ กัน (pH และปริมาณสารช่วยกระจายตัว)

สารตัวเติมในสเลอรรี่	Solid loading (ร้อยละ โดยปริมาตร)	
	การกวนผสม	การบดผสม
ไม่เติมสารใดๆ	25	-
1 wt% PMA-NH ₄	30	-
pH 10	26	-
pH 10 + 1 wt% PMA-NH ₄	35	38
pH 4	27	31
pH 4 + 0.5 wt% PMA-NH ₄	28	-
pH 4 + 1 wt% PMA-NH ₄	35	46
pH 4 + 4 wt% PMA-NH ₄	34	40

อย่างไรก็ตาม ที่กล่าวมาข้างต้น เป็นเพียงการทดสอบ solid loading ของสเลอรรี่ในเบื้องต้นโดยใช้เครื่องกวนผสมด้วยแท่งแม่เหล็กเท่านั้น ซึ่งแรงที่ให้แก่ระบบอาจยังมีพลังงานไม่มากพอที่จะทำลายแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างอนุภาค จึงไม่สามารถทำลายการเกาะกลุ่มของอนุภาค (agglomerate) ได้ นั่นหมายถึงถ้าใช้เทคนิคการผสมที่ให้พลังงานแก่ระบบมากพอ ก็จะสามารถพัฒนา solid loading ได้อีก เนื่องจากน้ำสามารถที่จะแทรกเข้าไประหว่างอนุภาคได้มากขึ้น

สำหรับการเพิ่มประสิทธิภาพการผสมนั้น สามารถทำได้โดยการใช้เครื่องผสมแบบใบพัด การผสมร่วมกับเครื่องอัลตราโซนิค หรือใช้การบดด้วยลูกบด⁽¹⁴⁾ โดยวิธีหลังได้ผลดีเป็นอย่างมาก ดังแสดงในตาราง 4.2 จะเห็นว่าสเลอรรี่ที่ปรับ pH 4 และเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ทำการบดผสมด้วยลูกบดสามารถพัฒนา solid loading จากร้อยละ 32 เป็น 46 โดยปริมาตร

4.2.3 ความเข้มข้นของสารละลายอาหาร

หลังจากที่ได้สเลอรรี่สปีเนลแล้ว สารละลายอาหารจะถูกนำมาผสมเพื่อให้เกิดเจล ในการทดลองได้หาความเข้มข้นของสารละลายอาหารที่เหมาะสม โดยผสมผงอาหารกับน้ำด้วยความเข้มข้นร้อยละ 1-5 โดยน้ำหนัก จากรูปที่ 4.14 จะเห็นว่าความเข้มข้นของสารละลายอาหารส่งผลต่อความคงตัวของเจล เจลจากสารละลายอาหารความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนักมีความคงตัวน้อยที่สุด และความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก มีความคงตัวและแข็งตัวมากที่สุด อย่างไรก็ตาม พบว่ายิ่งสารละลายอาหารมีความเข้มข้นสูงก็ยากที่จะกำจัดฟองอากาศที่เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนการผสมอาหารกับน้ำได้ ฟองอากาศที่ติดอยู่ในสารละลายอาหารจะอยู่ในสเลอรรี่หลังการผสม ดังนั้น จากการสังเกต ความเข้มข้นของสารละลายอาหารจึงไม่ควรเกินร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Munro และคณะ⁽⁴⁰⁾ ที่ได้หาลักษณะเฉพาะของเจลอาหารและระบุความเข้มข้นของสารละลายอาหารที่เหมาะสมไว้เช่นกัน นอกจากนี้ยังพบว่า เวลาในการเกิดเจลลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายอาหาร เพราะความเข้มข้นที่สูงทำให้อุณหภูมิของสารละลายลดลงอย่างรวดเร็ว โดยเมื่อใช้อาหารร้อยละ 1 โดยน้ำหนักจะใช้เวลาในการเกิดเจล 15 นาที หากเพิ่มปริมาณอาหารเป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักจะใช้เวลาในการเกิดเจลเพียง 7 นาที



รูปที่ 4.14 ลักษณะเจลของอาหารที่ความเข้มข้นของสารละลายต่างๆ กัน

4.2.4 ความแข็งแรงของชิ้นงานดิบ

ผลของการขึ้นรูปชิ้นงานดิบ จากการเตรียมสเลอรรี่ก่อนผสมกับสารละลายอาหารให้มี solid loading ร้อยละ 46 โดยปริมาตร โดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายอาหารให้น้ำที่เติมลงไปในระบบเท่ากัน ทำให้มี solid loading สูงต่ำเท่ากัน คือ ร้อยละ 26 โดยปริมาตร แสดงดังตาราง 4.3

ตาราง 4.3 ผลของปริมาณอาหารที่ส่งผลต่อความหนาแน่น ความแข็งแรง และการหดตัวหลังอบของชิ้นงานคิบที่หล่อแบบเจล (ควบคุม solid loading สุกท้าย ที่ร้อยละ 26 โดยปริมาตรเท่ากัน)

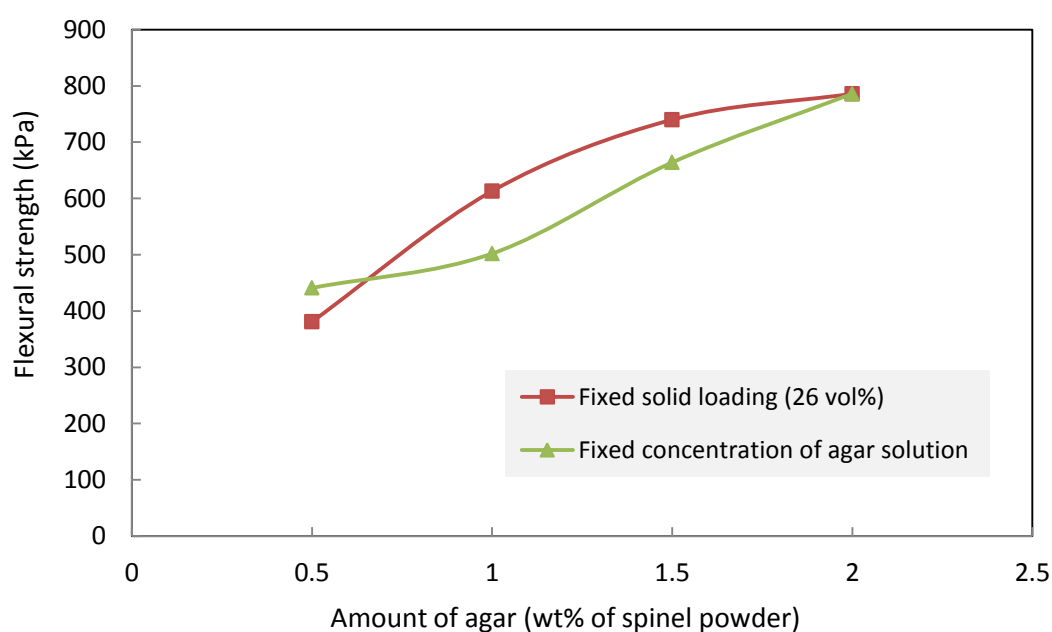
Amount of agar (wt% of dry solid)	Agar concentration (vol%)	solid loading (vol%)	Linear shrinkage (%)	Density (g/cm ³)	Flexural strength (kPa)
0.5	1	26	0.102	1.482±0.03	381±23
1.0	2	26	0.152	1.448±0.05	613±72
1.5	3	26	0.480	1.431±0.01	740±48
2.0	4	26	0.343	1.445±0.01	786±60

จากตาราง 4.3 พบว่า ความหนาแน่นและความแข็งแรงค้ำโค้งเมื่อเติมอาหารร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของผงสปีเนลจะมีค่ามากที่สุด ส่วนการเติมอาหารร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก มีค่าน้อยที่สุด ความเข้มข้นของสารละลายอาหารที่ต่ำส่งผลต่อความคงรูปของชิ้นงานเนื่องจากโครงสร้างเจลที่เกิดขึ้นมีความแข็งแรงน้อย อย่างไรก็ตาม ในการทดลองนี้มีการควบคุมปริมาณ solid loading ให้เท่ากันทุกชิ้นงานทำให้ไม่ได้ solid loading สูง แม้จะใช้อาหารปริมาณน้อย จึงได้ทำการทดลองอีกชุด โดยควบคุมความเข้มข้นของสารละลายอาหารไว้ที่ร้อยละ 46 โดยน้ำหนัก และใช้ solid loading เริ่มต้นร้อยละ 47 โดยปริมาตร ทำให้ solid loading เปลี่ยนแปลงตามปริมาณสารละลายอาหารที่เติมซึ่งจะมีผลช่วยรักษา solid loading ให้มีค่าสูงเมื่อเติมอาหารที่ปริมาณน้อยๆ ผลแสดงดังตาราง 4.4

ตาราง 4.4 อิทธิพลของปริมาณอาหารที่ส่งผลต่อความหนาแน่นความแข็งแรงและการหดตัวหลังอบของชิ้นงานคิบที่หล่อแบบเจล (solid loading ปรับเปลี่ยนตามสารละลายอาหาร)

Amount of agar (wt% of dry solid)	Agar concentration (vol%)	solid loading (vol%)	Linear shrinkage (%)	Density (g/cm ³)	Flexural strength (kPa)
0.5	4	37	0.123	1.425±0.04	441±33
0.75	4	34	0.158	1.402±0.05	273±31
1.0	4	32	0.436	1.382±0.05	502±22
1.5	4	28	0.527	1.412±0.07	664±30
2.0	4	26	0.343	1.445±0.01	786±34

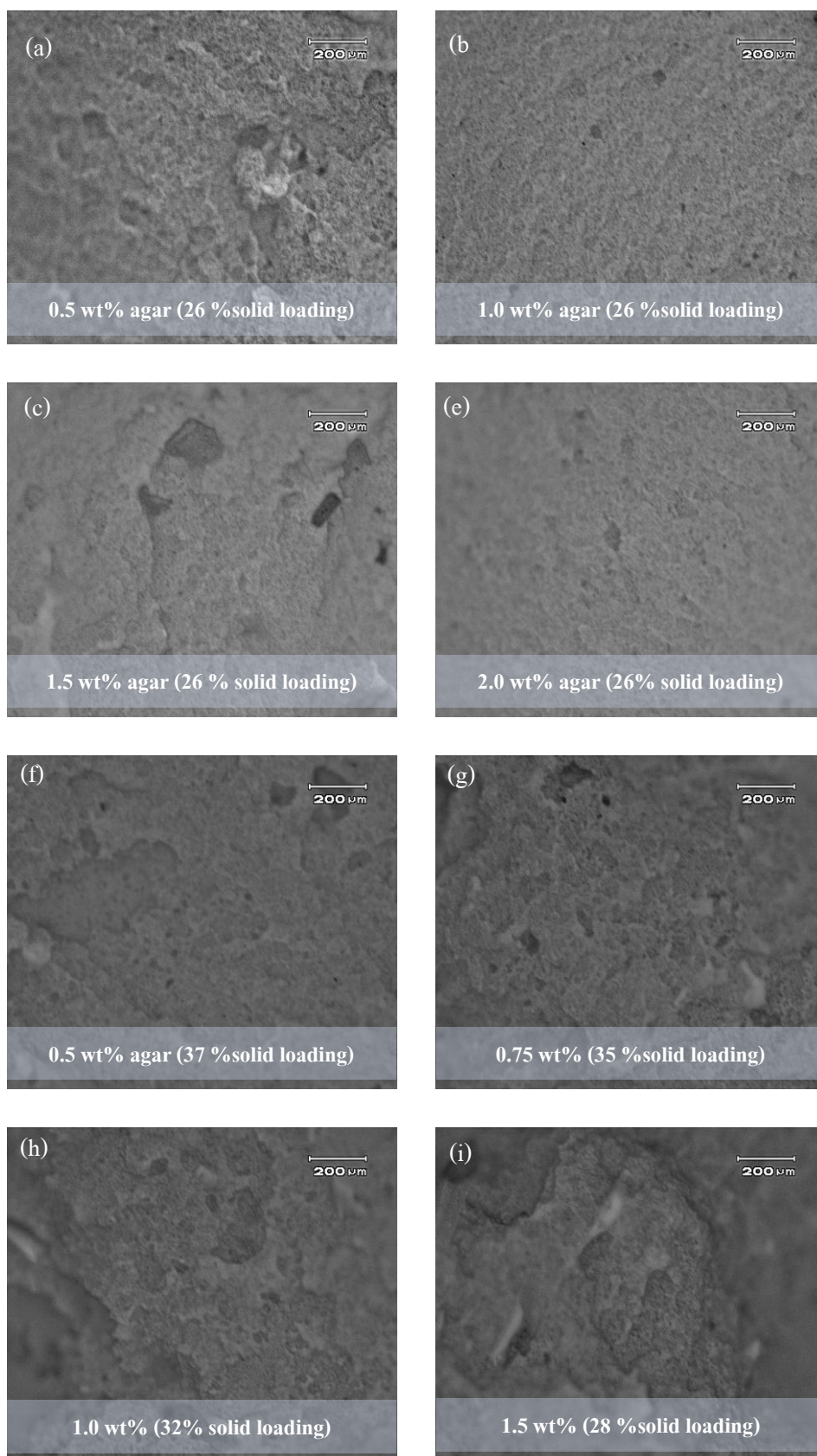
จากตาราง 4.4 พบว่าการควบคุมความเข้มข้นของสารละลายอาการ์ให้เท่ากัน แล้วปรับเปลี่ยนปริมาณความเข้มข้นของสารละลายอาการ์ ความหนาแน่นไม่มีการเพิ่มขึ้นหรือลดลงอย่างนัยยะสำคัญ เมื่อใช้อาการ์ปริมาณต่ำที่ solid loading สูง และพบว่าปัจจัยที่ส่งผลต่อความแข็งแรงของชิ้นงานดิบคือ ปริมาณของอาการ์ ความสัมพันธ์ของปริมาณอาการ์ที่ส่งผลต่อความแข็งแรงของชิ้นงานดิบ แสดงดังรูปที่ 4.15 จากผลการทดลอง ปริมาณอาการ์ที่เหมาะสมในการหล่อแบบเจลคือ ร้อยละ 1-1.5 โดยน้ำหนัก แม้ว่าการเติมอาการ์ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก จะเพิ่มความหนาแน่นและความแข็งแรงด้วย แต่ปริมาณอาการ์ที่มากเกินไป จะทำให้สเลอรัรีหนีคจนการไหลตัวมีปัญหา อีกทั้งการเติมอาการ์ในปริมาณสูงเช่นนี้ ทำให้การเกิดเจลใช้เวลาเร็วมาก (2-5 นาที) จนทำให้สเลอรัรีอาจแข็งตัวก่อนเทลงแม่แบบได้



รูปที่ 4.15 กราฟความแข็งแรงคัดและความหนาแน่นของชิ้นงานดิบตามปริมาณอาการ์

4.2.5 ลักษณะผิวหน้าของรอยแตกของชิ้นงานดิบ

ลักษณะผิวหน้ารอยแตกของชิ้นงาน (fractured surface) ถูกตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง แสดงผลดังรูปที่ 4.15 เมื่อทำการควบคุม solid loading ให้คงที่ แล้วปรับเปลี่ยนปริมาณอาการ์ ในรูปที่ 4.15 (a)-(d) พบว่าที่ปริมาณอาการ์สูงผิวหน้ารอยแตกมีความขรุขระค่อนข้างมาก ทั้งยังพบรูพรุนขนาดใหญ่อยู่ด้วย เป็นเหตุให้ความแข็งแรงต่ำลง ซึ่งรูพรุนเหล่านี้เกิดจากฟองอากาศที่มาจากสารละลายอาการ์หรือเกิดขึ้นระหว่างการผสม ทั้งที่ได้มีการดูดฟองอากาศออกมาก่อนหน้านี้แล้ว แต่หากเกิดเป็นปริมาณมากขึ้นในตอนนี้ก็ยากที่จะดูดฟองอากาศได้หมดเนื่องจากต้องควบคุมอุณหภูมิไม่ให้แข็งตัวไปพร้อมกัน



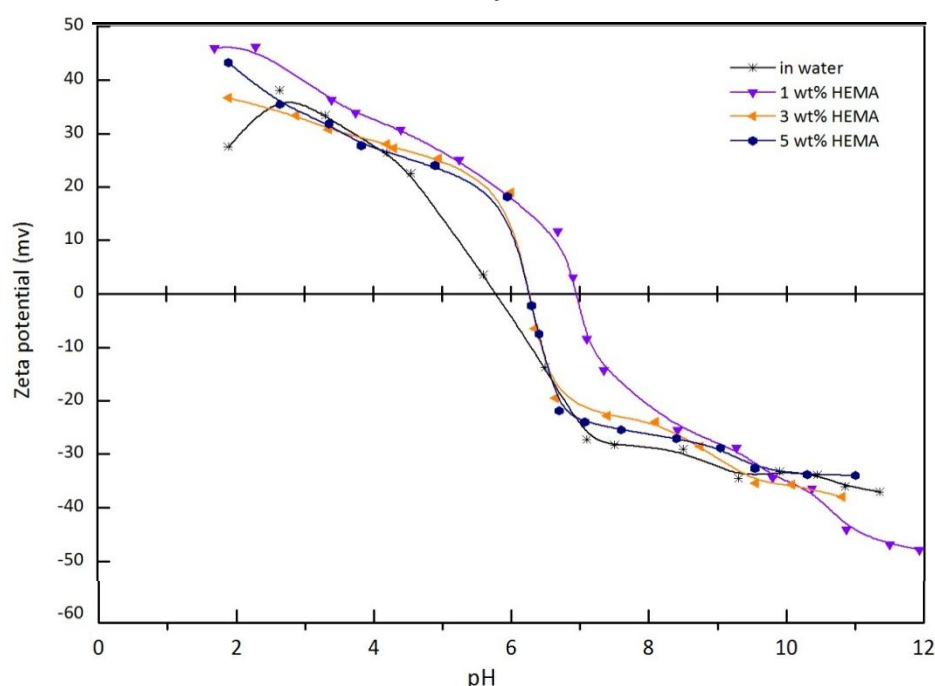
รูปที่ 4.16 ลักษณะผิวหน้ารอยแตกของชิ้นงานคิบตามปริมาณอาการ์ (a)-(d) solid loading คงที่ ส่วน (e)-(h) solid loading แปรผันตามปริมาณอาการ์ กำลังขยาย 50 เท่า

ส่วนรูปที่ 4.15 (f)-(i) ซึ่ง solid loading เปลี่ยนแปลงตามปริมาณน้ำในสารละลายอาหารที่เติมเข้าไปในสเลอรั้จะเห็นว่าเมื่อเติมอาหารร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก ผิวหน้ารอยแตกแสดงลักษณะอนุภาคที่จับตัวกันไม่แน่นหนา ส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำแม้ว่าจะมี solid loading สูงก็ตาม เพราะโครงข่ายเจลยังเชื่อมโยงอนุภาคเข้าด้วยกัน ได้ไม่ดีพอ

4.3 การหล่อแบบโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล

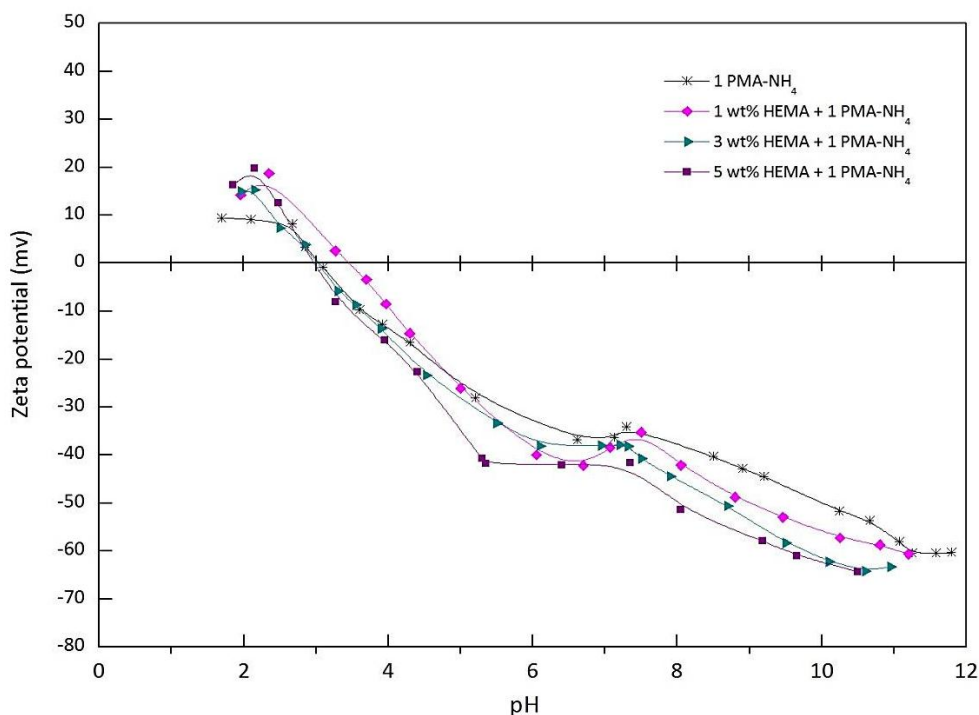
4.3.1 ศักย์ซีตา

สำหรับระบบที่ใช้ HEMA ในการหล่อแบบเจลนั้น สารละลายเริ่มต้นจะประกอบด้วยมอนอเมอร์ สารช่วยกระจายตัว และน้ำ ระบบนี้มีส่วนผสมที่แตกต่างจากการหล่อแบบเจลที่ใช้อาหารเป็นสารก่อเจล ซึ่งสารละลายเริ่มต้นที่จำเป็นประกอบด้วยช่วยกระจายตัวและน้ำเท่านั้น นอกจากนี้ จากงานวิจัยของ Cai และคณะ⁽⁴²⁾ ที่ได้ขึ้นรูปอะลูมินาโดยใช้ HEMA รายงานว่า การเติม HEMA ลงไปในสารแขวนลอยทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าศักย์ซีตา ซึ่งจะส่งผลต่อความหนืดและ solid loading ให้เพิ่มขึ้นหรือลดลงได้ ดังนั้น การพิจารณาศักย์ซีตาในการทดลองนี้จึงจำเป็นต้องพิจารณาอิทธิพลของ HEMA ร่วมด้วย แสดงผลดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 ศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลที่ pH ต่างๆ เมื่อเติม HEMA ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก

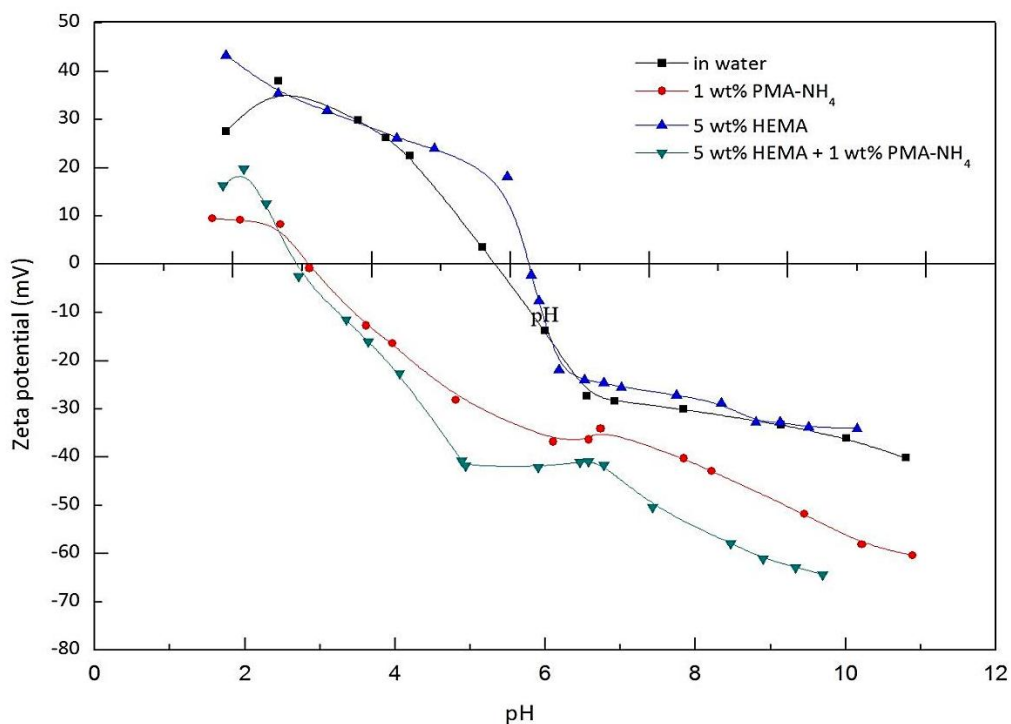
จากรูปที่ 4.17 การเติม HEMA ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ในสารแขวนลอย มีผลทำให้จุด IEP เลื่อนจากสารแขวนลอยในน้ำ pH 5.8 เป็น pH 7 แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA เป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักพบว่าจุด IEP เลื่อนกลับมาจนแทบจะเรียกได้ว่าใกล้เคียงกับสารแขวนลอยในน้ำ ผลการทดลองเป็นไปในทำนองเดียวกันเมื่อเติม HEMA ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังพบว่าค่าศักย์ซีตาทั้งด้านกรดและเบสไม่เบี่ยงเบนจากเดิมมากนัก



รูปที่ 4.18 การเปลี่ยนแปลงของศักย์ซีตาของสารแขวนลอยสปีเนลเมื่อเติม HEMA และ PMA-NH₄

จากรูปที่ 4.17 แสดงให้เห็นว่าการใส่ PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักในสารแขวนลอยสปีเนล ทำให้จุด IEP เลื่อนจาก pH 5.8 เป็น pH 3 เนื่องจากประจุลบจากหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง PMA-NH₄ เกิดการดูดซับที่ผิวอนุภาคของสปีเนล รวมทั้งทำให้ค่าศักย์ซีตาด้านเบสเป็นลบมากขึ้นด้วย แต่ทางด้านกรด ค่าศักย์ซีตาก็ลดลง เนื่องจากโปรตอนที่ผิวอนุภาคจับกับหมู่คาร์บอกซิลิก (-COO) ที่มีประจุลบทำให้อนุภาคสปีเนลในสารแขวนลอยที่ pH 3 จากเดิมซึ่งมีประจุเป็นบวกกลายเป็นศูนย์ ด้วยเหตุนี้เราจึงไม่ควรทำสารแขวนลอยในภาวะที่เป็นกรด ส่วนการเติม PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักร่วมกับ HEMA ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักลงในสารแขวนลอยสปีเนล จะช่วยให้ค่าศักย์ซีตาที่ pH มากกว่า 7.5 มีค่าเป็นลบมากขึ้น จากนั้นจะเริ่มคงที่ที่ pH 10 อันจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการกระจายตัวของระบบ การที่ HEMA ช่วยเพิ่มศักย์ซีตาแม้โมเลกุล HEMA จะมีประจุเป็นกลาง อาจเป็นเพราะสายโซ่ของ HEMA ไปเกาะที่ผิวอนุภาค (ประพุดิตัวเป็น steric stabilization) และช่วยให้สายโซ่ของ PMA-NH₄ แผลออกรอบอนุภาคได้ดี ความต่างศักย์ (ซีตา) ที่วัดได้จึงมีค่าสูง

ค่าศักย์ซีตาเมื่อเติม HEMA ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และค่า IEP กลับมามีค่าใกล้เคียงกับสารแขวนลอยตั้งต้น เมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA เป็นร้อยละ 3 และ 5 โดยน้ำหนัก จากการพิจารณาเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า HEMA ไม่มีผลในการเปลี่ยนแปลงค่า IEP ของระบบ เนื่องจากโมเลกุลของ HEMA มีความเป็นกลาง อย่างไรก็ตาม พฤติกรรมดังกล่าวจะได้ถูกศึกษาวิเคราะห์ในรายละเอียดต่อไป

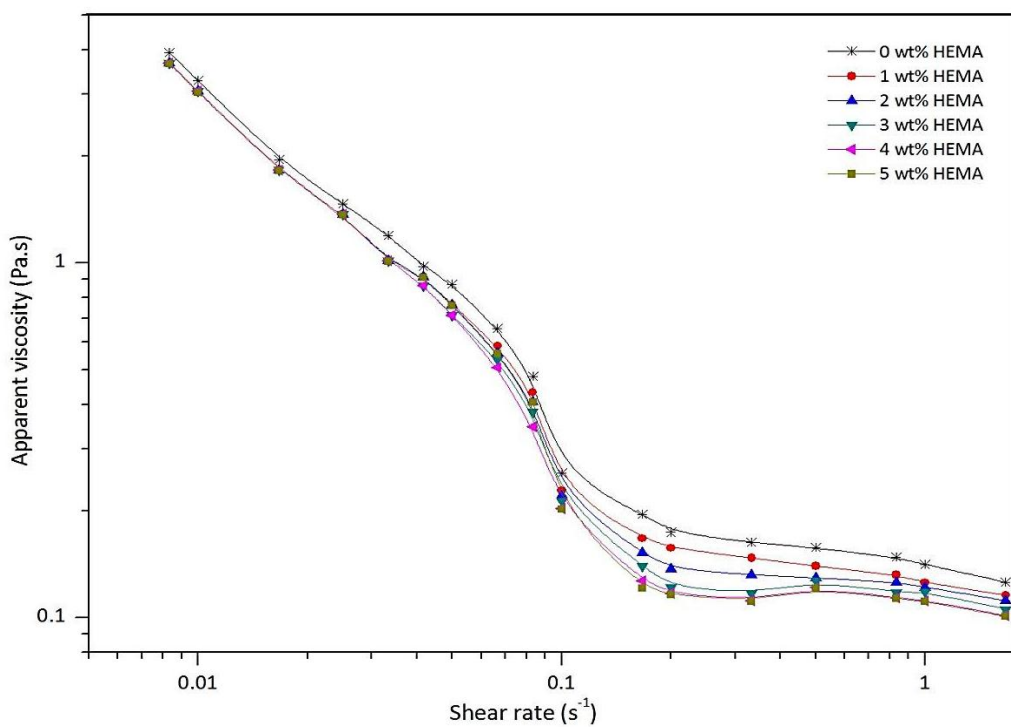


รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบค่าศักย์ซีตาของสารแขวนลอยที่ภาวะต่างๆ

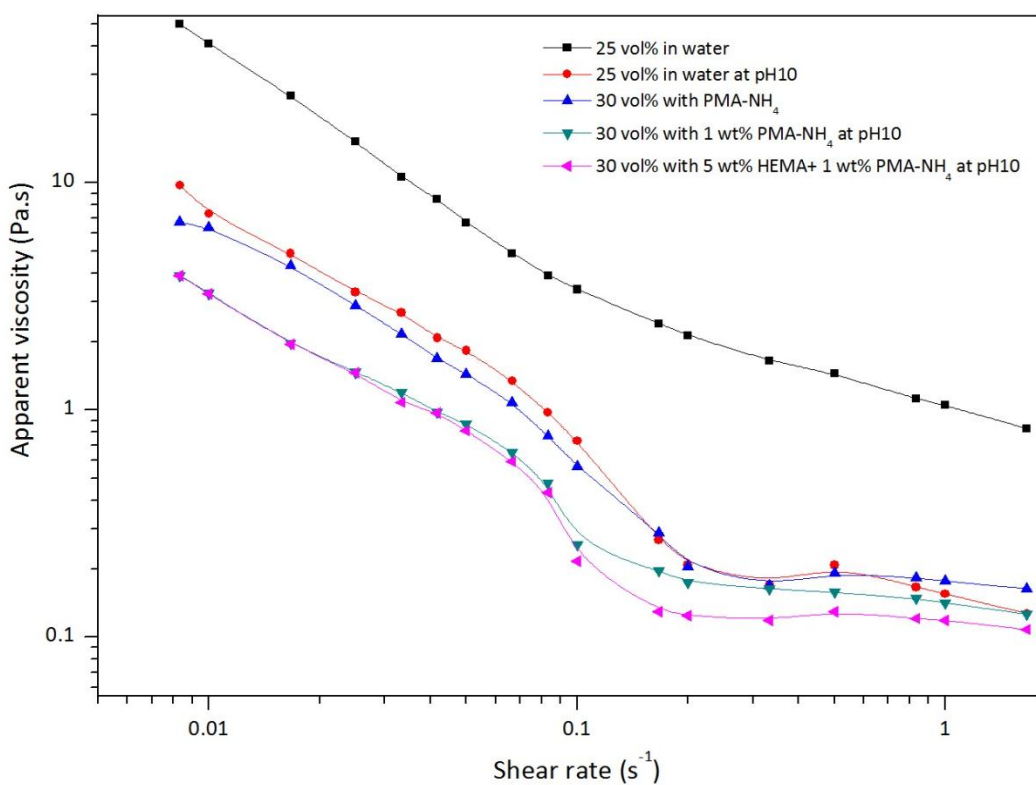
เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงโดยรวม อาจสรุปได้ว่า การเติม HEMA และ PMA-NH₄ ในสารแขวนลอยสปีเนล (ดังรูปที่ 4.19) จะพบว่า ช่วยเพิ่มประจุที่ผิวอนุภาคได้เป็นอย่างดี ส่งผลให้ค่าศักย์ซีตาสูงขึ้น จึงช่วยพัฒนาการกระจายตัวของอนุภาคสปีเนลในสารแขวนลอย ทำให้ความหนืดลดลงและให้ solid loading ที่สูง โดยทั้งนี้ต้องเตรียมสเลอรรี่ที่ pH 10

4.3.2 ความหนืด

ถึงแม้ว่าการเตรียมสารแขวนลอยสปีเนลที่ pH 10 จะให้ solid loading ไม่สูงมาก เมื่อเทียบกับการเตรียมที่ pH 4 (ร้อยละ 38 กับ 46 โดยน้ำหนัก) แต่จากผลการวัดศักย์ซีตา พบว่า การใช้ HEMA เป็นมอนอเมอร์ในการหล่อแบบเจลอาจมีแนวโน้มที่จะช่วยลดความหนืดและเพิ่ม solid loading เช่นกัน ผลการวัดความหนืดของสเลอรรี่ที่เติม HEMA โดยใช้ PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักและทำที่ pH = 10 แสดงผลดังรูปที่ 4.20 จะเห็นได้ว่าความหนืดค่อยๆ ลดลงเมื่อปริมาณ HEMA เพิ่มขึ้นโดยที่พฤติกรรมการไหลยังเป็นแบบซูโดพลาสติก ซึ่งสามารถช่วยพัฒนา solid loading จากร้อยละ 38 เป็น 40 โดยปริมาตร เมื่อเติม HEMA ในปริมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร และสามารถพัฒนาไปถึงร้อยละ 47 เมื่อใส่ HEMA ร้อยละ 5 โดยปริมาตร ดังตาราง 4.5 solid loading ของสเลอรรี่สูงสุดที่ภาวะต่างๆ กัน (pH และปริมาณ PMA-NH₄) เมื่อเตรียมสเลอรรี่ด้วยวิธีบดผสม เมื่อเทียบความหนืดจากภาวะต่างๆ (รูปที่ 4.21) จะพบว่าความหนืดของสเลอรรี่ที่เติม HEMA มีค่าต่ำกว่าทุกภาวะอย่างเห็นได้ชัด ผลที่กล่าวมานี้สอดคล้องกับผลการวัดศักย์ซีตา



รูปที่ 4.20 การไหลตัวของสเลอริที่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณ HEMA (กำหนด pH=10, PMA-NH₄ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และ solid loading ร้อยละ 30 โดยปริมาตร)



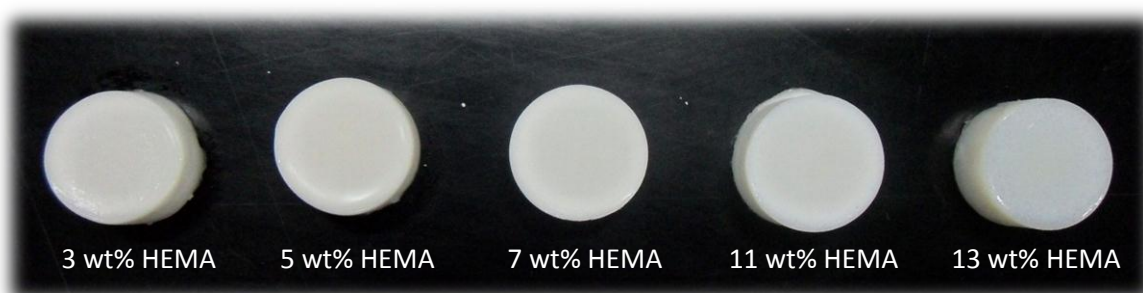
รูปที่ 4.21 การไหลตัวของสเลอริที่ภาวะต่างๆ จากการเติม PMA-NH₄ และ HEMA

ตาราง 4.5 solid loading ของสเลอริ์สูงที่สุดในภาวะต่างๆ กัน (pH และปริมาณ PMA-NH₄) เมื่อเตรียมสเลอริ์ด้วยวิธีบดผสม

สารตัวเติมในสเลอริ์	solid loading (vol%)
pH 10 + 1 wt% PMA-NH ₄	38
pH 10 + 1 wt% PMA-NH ₄ + 1wt% HEMA	40
pH 10 + 1 wt% PMA-NH ₄ + 3wt% HEMA	43
pH 10 + 1 wt% PMA-NH ₄ + 5wt% HEMA	47

4.3.3 ลักษณะเจลในระบบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล

การใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล จะมีลักษณะแตกต่างจากการใช้อาการ์ที่ต้องละลายผง อาการ์ในน้ำที่อุณหภูมิสูง เจลจาก HEMA มีลักษณะดังรูปที่ 4.22 ในการทดลองเบื้องต้นนี้ได้ปรับเพิ่มปริมาณ HEMA จากร้อยละ 1-15 โดยน้ำหนักเทียบกับผงสปีเนลที่ใช้ (ปริมาณ APS และ TEMED คงที่) แล้วสังเกตการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นและความแข็งแรง พบว่า ปริมาณ HEMA ที่เพิ่มขึ้นทำให้ความคงตัวและความแข็งแรงของเจลเพิ่มขึ้นด้วย โดยในช่วงของการเติม HEMA ปริมาณร้อยละ 1-5 โดยน้ำหนัก เจลยังมีลักษณะยืดหยุ่นและไม่คงตัว เจลจะมีความแข็งตัวเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA รวมทั้งเวลาในการเกิดเจลก็ลดลงด้วย โดยลดลงจาก 25 นาทีเมื่อเติม HEMA ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเหลือเพียง 5 นาที เมื่อเติม HEMA ร้อยละ 13 โดยน้ำหนัก เหตุที่การเกิดเจลใช้เวลาลดลงเนื่องมาจากการคายพลังงานในปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันที่รวดเร็วจากการทำปฏิกิริยากับ APS และ TEMED ซึ่งเป็นสารเริ่มและตัวเร่งปฏิกิริยานั่นเอง หากต้องการเพิ่มเวลาการเกิดเจลก็สามารถทำได้โดยลดปริมาณ APS และ TEMED



รูปที่ 4.22 ลักษณะเจลของ HEMA ที่ปริมาณ HEMA ต่างๆ กัน

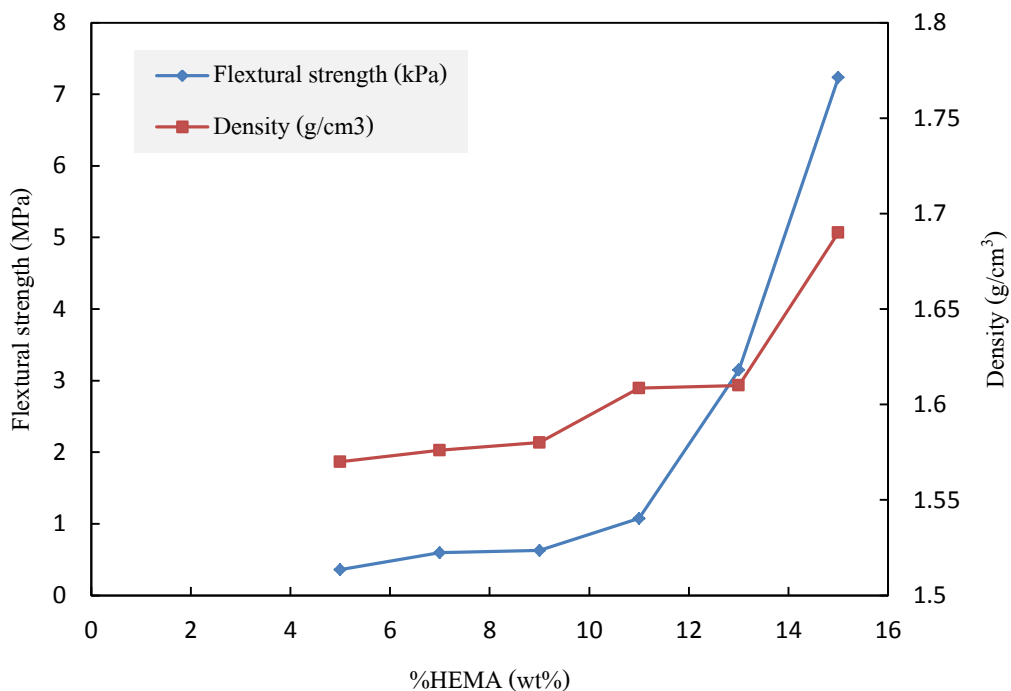
4.3.4 ความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานดิบ

หลังจากขึ้นรูปชิ้นงานดิบ โดยปรับปริมาณ HEMA ตั้งแต่ร้อยละ 1-15 โดยน้ำหนักของผงสปีเนล และควบคุม solid loading ให้เท่ากันคือ ร้อยละ 47 โดยปริมาตร ผลแสดงดังตาราง 4.6

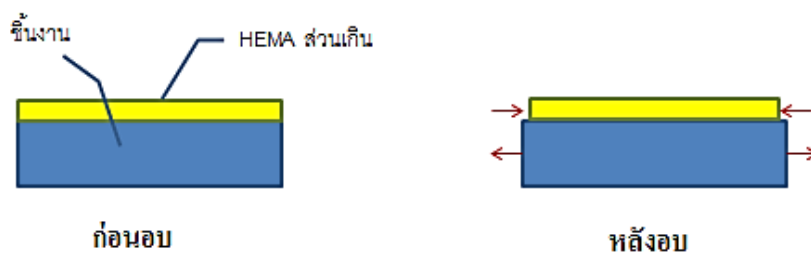
ตาราง 4.6 ผลของปริมาณ HEMA ที่ส่งผลต่อความหนาแน่นความแข็งแรงและการหดตัวหลังอบของชิ้นงานคิบบที่หล่อแบบเจล

HEMA (wt%)	Linear shrinkage (%)	Weigh loss (%)	Density (g/cm ³)	Flexural strength (kPa)	หมายเหตุ
1	ไม่เกิดเจล				
3	เกิดเจลแต่ ความแข็งแรงของเจลอ่อน จึงไม่คงรูปร่างหลังอบ				
5	0.11±0.01	18.66±0.18	1.57±0.09	359±56	-
7	0.12±0.01	18.23±1.00	1.58±0.05	596±47	-
9	0.13±0.08	18.04±0.94	1.58±0.02	628±33	-
11	0.43±0.11	18.26±0.37	1.61±0.01	1,075±32	-
13	0.47±0.21	18.31±0.68	1.61±0.02	3,148±60	ผิวหน้าเกิดการร่อน
15	1.34±0.10	17.31±1.16	1.69±0.01	7,233±55	ผิวหน้าเกิดการร่อน

จากการทดลองพบว่า เมื่อใช้ HEMA ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก สเตอริ์ยังไม่ก่อตัวเป็นเจล จนกระทั่งเมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA เป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานจะเริ่มเกิดเจล สเตอริ์เกิดการก่อตัวเป็นรูปร่างตามแม่แบบ อย่างไรก็ตาม หลังจากอบแห้งแล้วพบว่าชิ้นงานไม่มีความคงตัวและบิดเบี้ยว ไม่เหมาะที่จะนำมาใช้งาน ชิ้นงานจะมีรูปร่างที่คงตัวเมื่อเติม HEMA ในปริมาณตั้งแต่ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักขึ้นไป ความหนาแน่นและความแข็งแรงคัดของชิ้นงานคิบบที่ได้ค่อยๆ เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตั้งแต่ร้อยละ 13 โดยน้ำหนัก ที่ปริมาณ HEMA ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานจะมีความหนาแน่นและความแข็งแรงสูงสุด แสดงดังรูปที่ 4.23 นอกจากนี้ พบว่า เมื่อใช้ HEMA ร้อยละ 13 โดยน้ำหนักเป็นต้นไป จะเกิดปัญหาการร่อนที่ผิวหน้า (exofilation) ร่วมด้วย คาดว่าเนื่องจาก HEMA มีปริมาณมากเกินไปมีพันธะกับอนุภาคสปีเนล ทำให้ HEMA ส่วนเกินลอยอยู่ด้านบนของชิ้นงาน เมื่อนำไปอบแห้ง ส่วนของเจลที่อยู่ด้านบนกับเจลที่อยู่ด้านล่างมีการหดตัวที่ไม่เท่ากันจึงเกิดความเครียดขึ้นระหว่างรอยต่อทำให้เกิดการร่อนที่ผิวหน้าชิ้นงาน (ดังรูปที่ 4.24) อย่างไรก็ตาม การพัฒนาความแข็งแรงในกรณีนี้อาจสามารถทำได้โดยการเพิ่ม solid loading เพราะการใช้ HEMA ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ที่ solid loading ร้อยละ 47 โดยปริมาตรนั้นพบว่าความหนืดที่สภาวะนี้ยังต่ำอยู่มาก สามารถเพิ่มปริมาณผงสปีเนลได้อีก ซึ่งจะทำให้ความหนาแน่นและความแข็งแรงพัฒนาขึ้นจากเดิม และเป็นการลดสัดส่วนปริมาณ HEMA ในระบบ



รูปที่ 4.23 กราฟความแข็งแรงคัตและความหนาแน่นของชิ้นงานคิบตามปริมาณ %HEMA

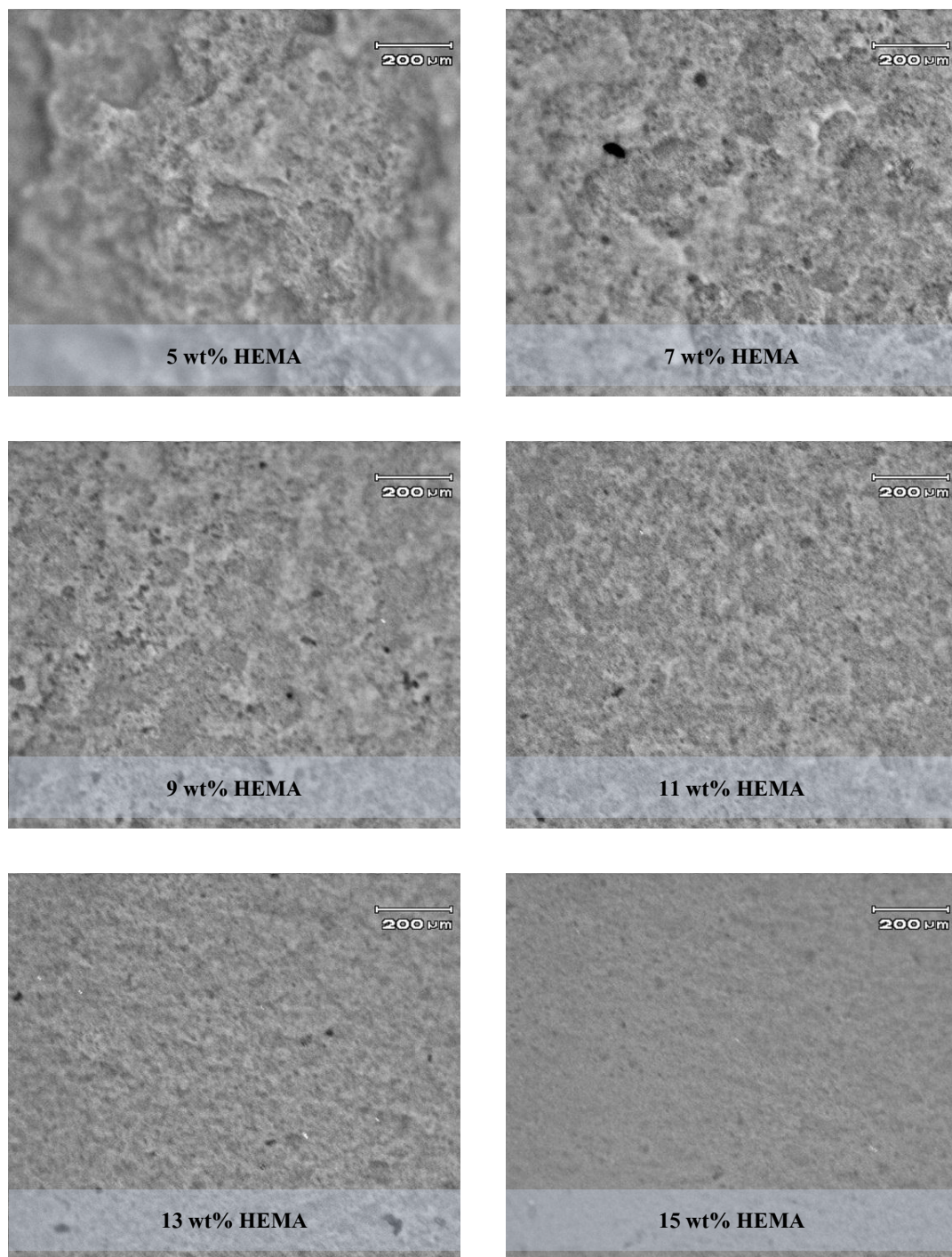


รูปที่ 4.24 ภาพจำลองการร่อนที่ผิวหน้าเนื่องจากความเครียดระหว่างรอยต่อเมื่อชิ้นงานหดตัว

4.3.5 ลักษณะผิวหน้ารอยแตกของชิ้นงานคิบ

หลังจากนำชิ้นงานคิบมาส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงเพื่อดูผิวหน้ารอยแตก ดัง

รูปที่ 4.25 พบว่า ในชิ้นงานที่มีปริมาณ HEMA สูงผิวหน้ารอยแตกจะมีลักษณะพื้นผิวที่เรียบมากขึ้น และไม่พบรูพรุนขนาดใหญ่ จากการสังเกตรอยแตกของชิ้นงานคิบที่ใช้ HEMA ร้อยละ 15 น้ำหนักมีพื้นผิวที่เรียบที่สุด ซึ่งแสดงถึงการจัดเรียงตัวของอนุภาคอย่างเป็นระเบียบและแนบชิดกันมากทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นและความแข็งแรงสูง



รูปที่ 4.25 ผิวหน้ารอยแตกของชิ้นงานคิบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อกเจล ตั้งแต่ร้อยละ 5-15 โดยน้ำหนัก กำลังขยาย 50 เท่า

4.4 เปรียบเทียบผลการหล่อแบบโดยใช้ไออาร์และ HEMA เป็นสารก่อเจล

จากผลการหล่อแบบเจลของทั้ง 2 วิธี พบว่าความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานคืบในระบบที่ด้วยการใช้ไออาร์ยังคงมีค่าต่ำกว่าระบบที่ใช้ HEMA เป็นสารก่อเจลเนื่องจากการเตรียมสเลอรัทำให้ solid loading ต่ำกว่าและมีรูพรุนเกิดขึ้นด้วย ทำให้ความหนาแน่นโดยเฉลี่ยมีค่าประมาณ 1.44 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรหรือร้อยละ 40 ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ความแข็งแรงสูงสุดของชิ้นงานคืบที่ใช้ไออาร์ปริมาณร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของผงสปีเนล (solid loading ร้อยละ 26 โดยปริมาตร) มีค่า 786 กิโลพาสคาล ในขณะที่การหล่อแบบเจลโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจลซึ่งช่วยในการกระจายตัวของอนุภาคด้วย เตรียมสเลอรัได้อย่างน้อยร้อยละ 47 โดยปริมาตรเมื่อใช้ HEMA ตั้งแต่ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของผงสปีเนลเป็นต้นไป และ solid loading เพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA ชิ้นงานคืบที่มีความหนาแน่นและความหนาแน่นสูงสุดได้จากโดยใช้ HEMA ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก คือ 1.69 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรและ 7,233 กิโลพาสคาล ตามลำดับ คิดเป็นความหนาแน่นร้อยละ 47 ของค่าทางทฤษฎี ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Ganesh และคณะ⁽³⁾ ที่ได้ขึ้นรูปสปีเนลโดยใช้ MBAM เป็นสารก่อเจลมี solid loading ร้อยละ 45 โดยปริมาตร ความหนาแน่นของชิ้นงานคืบร้อยละ 46 ของค่าทางทฤษฎี แต่มีความแข็งแรงของชิ้นงานคืบ 15.6 เมกะพาสคาล หรืออาจกล่าวได้ว่าชิ้นงานคืบที่ผลิตได้จากงานวิจัยนี้มีความหนาแน่นต่ำกว่าแต่มีความแข็งแรงสูงกว่างานวิจัยที่เกี่ยวข้อง อย่างไรก็ตาม ปริมาณ HEMA ที่ใช้ใน งานวิจัยนี้ยังสามารถเพิ่ม solid loading ได้อีก หรือเราอาจจะเพิ่มทั้ง solid loading และปริมาณ HEMA ไปพร้อมกัน ทำให้มีโอกาสที่จะพัฒนาความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานคืบได้มากขึ้น เพราะจากงานวิจัยของ Cai และคณะ⁽⁴²⁾ ที่ได้ทำการขึ้นรูปอะลูมินาโดยใช้ HEMA เช่นกัน ต้องใช้ HEMA ถึงร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก เพื่อให้ได้ชิ้นงานคืบที่มีความแข็งแรงสูง (18 เมกะพาสคาล)

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 งานวิจัยนี้สามารถผลิตผงสปีเนลบริสุทธิ์ ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.6-0.8 ไมครอน ได้ โดยการนำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์มาทำการสังเคราะห์แบบเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง (solid state reaction synthesis) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5.1.2 สารแขวนลอยของผงสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ และใช้น้ำเป็นตัวกลาง มีจุด IEP ที่ pH 5.8 สารแขวนลอยดังกล่าวมีค่าศักย์ซีตาสูงและมีการกระจายของอนุภาคที่ดี ที่ pH ประมาณ 4 และ 10

5.1.3 การเติม PMA-NH₄ ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ลงในสารแขวนลอย จะช่วยพัฒนาให้ระบบมีการกระจายของอนุภาคที่ดีขึ้น โดยค่าศักย์ซีตามีค่าประมาณ -39 และ -48 มิลลิโวลต์ เมื่อสารแขวนลอยถูกปรับให้มี pH เป็น 4 และ 10 ตามลำดับ

5.1.4 จากการหล่อแบบเจลของสปีเนลโดยใช้ไออาร์เป็นสารก่อเจล พบว่าสามารถเตรียมสเลอรัวที่มี solid loading ร้อยละ 46 โดยปริมาตร ได้จากการปรับค่า pH ของสเลอรัวให้มีค่า = 4 และเติม PMA-NH₄ ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของผงสปีเนล โดยเมื่อใช้ไออาร์ในปริมาณร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก สเลอรัวจะยังคงมีพฤติกรรมการไหลตัวที่ดี ชิ้นงานดิบที่ได้จากการหล่อแบบเจลจะมีความหนาแน่นร้อยละ 40 เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี และมีความแข็งแรงดัดโค้ง 786 กิโลพาสคาล

5.1.5 สำหรับการหล่อแบบเจลของสปีเนลโดยใช้ HEMA เป็นสารก่อเจล มีความจำเป็นต้องเตรียมสเลอรัวในสถานะที่เป็นคาง จากการศึกษาพบว่า HEMA มีสมบัติช่วยกระจายตัวของอนุภาคในระบบ ทำให้สามารถเตรียมสเลอรัวที่มี solid loading ร้อยละ 47 โดยปริมาตรได้ ชิ้นงานดิบที่ใช้ HEMA ปริมาณร้อยละ 11 โดยน้ำหนัก จะมีความหนาแน่นร้อยละ 45 เทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี และความแข็งแรงดัด 1075 กิโลพาสคาล โดยเมื่อเพิ่มปริมาณ HEMA แก่ระบบ ความหนาแน่นและความแข็งแรงของชิ้นงานดิบที่ได้ก็จะเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณ HEMA มากกว่าร้อยละ 11 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานดิบจะเกิดปัญหาการหลุดร่อนที่ผิวหน้า อันเป็นผลเนื่องมาจาก HEMA ส่วนเกินแยกตัวจากอนุภาคสปีเนล

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 เพิ่มประสิทธิภาพในการหล่อแบบเจลโดยใช้ไออาร์ สามารถทำได้โดยอาศัย synergistic effect คือการผสมร่วมกับสารก่อเจลที่เป็นพอลิแซคคาไรด์อื่น เช่น เจลาติน กาแลคโตส

เป็นต้น ซึ่งช่วยเสริมประสิทธิภาพได้เจลที่มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิต่ำ เจลจึงเกิดความเสถียรที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งดีกว่าการใช้ฮาร์เปอร์เพียงอย่างเดียว⁽⁶⁵⁾

5.2.2 แก้ปัญหาการร่อนที่ผิวหน้าอาศัย synergistic effect เช่นกัน โดยผสมกับพอลิไวนิลไพโรลิโดน (Polyvinyl pyrrolidone ; PVP) ซึ่งเป็นตัวทำปฏิกิริยาที่สามารถสร้างไฮโดรเจลได้ เมื่อผสมกับ HEMA โดยจะสร้างพันธะระหว่างโมเลกุลของไฮโดรเจน ช่วยป้องกันการแยกเฟสและการแพร่ของออกซิเจน ช่วยให้ได้โครงสร้างทางจุลภาคที่สม่ำเสมอและชิ้นงานมีความแข็งแรง⁽⁶⁶⁾

5.2.3 ศึกษาการหล่อแบบเจลใช้ HEMA เพิ่มเติม โดยปรับเปลี่ยนปริมาณ solid loading ให้มากขึ้นตามปริมาณของ HEMA และเพิ่มปริมาณ HEMA มากกว่าร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก อาจทำให้ได้ความหนาแน่นและความแข็งแรงที่สูงขึ้น

5.2.4 ศึกษาการไหล (rheology) ของสเลอริที่ที่มีปริมาณ HEMA มากกว่าร้อยละ 5 และน้อยกว่าร้อยละ 13 โดยน้ำหนัก เพื่อหาค่าภาวะที่ทำให้ได้ solid loading ที่มีค่าสูง

5.2.5 ศึกษาการเผากำจัดตัวประสานและการเผาผนึกต่อเนื้อด้วย เพื่อดูว่ามีการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นและความแข็งแรงในทิศทางเดียวกันกับชิ้นงานดิบหรือไม่

รายการอ้างอิง

- (1) Schmidtmeier, D., Buhr, A. Magnesium aluminate spinel raw materials for high performance refractories for steel ladles. Ceramic Materials 61 (2009): 223-227.
- (2) Lee, M. Ionic Conductivity Measurement in Magnesium Aluminate Spinel and Solid State Galvanic Cell with Magnesium Aluminate Electrolyte. ProQuest, 2007.
- (3) Ganesh, I. Gelcasting of Magnesium Aluminate Spinel Powder. Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 350–357.
- (4) Transparent Spinel Armor Manufacturing Scale Up [Online]. Available from: <http://www.armymantech.com> [21 August 2011]
- (5) Spinel and Optical Ceramics – properties [Online]. Available from: <http://www.techassess.com> [27 August 2011]
- (6) Parimal J., et. al., Transparent Armor, in: The AMPTIAC Newsletter, 4, 2009, 1-9.
- (7) Pal, S., Bandyopadhyay, A., Pal, P., Mukherjee, S., Samaddar, B. Sintering behaviour of spinel-alumina composites. Bulletin of Materials Science 32 (2009): 169-176.
- (8) Naranjo, R. D. The Other Side Of Insulation Refractories [Online]. Available from: <http://www.insulation.org/articles/article.cfm?id=IO060802> [9 September 2012]
- (9) Phase Diagram [Online]. Available from: <http://www.chegg.com/homework-help/questions-and-answers/5-calculate-phases-present-compositions-amounts-weight-percent-microstructure-1000-c-spine-q2342179?frbt=1> [10 September 2012]
- (10) Wätzig, K., Hutzler, T., Krell, A. Transparent spinel by reactive sintering of different alumina modifications with MgO. 6 (2009): 47-49.
- (11) Wang, C., Zhao, Z. Transparent MgAl₂O₄ ceramic produced by spark plasma sintering. Scripta Materialia 61 (2009): 193-196.
- (12) Morita, K., Kim, B. N., Yoshida, H. Fabrication of transparent MgAl₂O₄ spinel polycrystal by spark plasma sintering processing. Scripta Materialia 58 (2008): 1114-1117.
- (13) Shimada, M., Endo, T., Saito, T., Sato, T. Fabrication of transparent spinel polycrystalline materials. Materials Letters 28 (1996): 413-415.
- (14) Krell, A., Blank, P., Ma, H., Hutzler, T., van Bruggen, M. P. B., Apetz, R. Transparent Sintered Corundum with High Hardness and Strength. Journal of the American Ceramic Society 86 (2003): 12-18.

- (15) Krell, A., Klimke, J., Hutzler, T. Advanced spinel and sub- μm Al_2O_3 for transparent armour applications. Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): 275-281.
- (16) S.M. Olhero, Coimbra, J.M.F. Ferreira. Synergy of polysaccharide mixtures in gelcasting of alumina. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000): 423-429.
- (17) Yang, J., Yu, J., Huang, Y. Recent developments in gelcasting of ceramics. Journal of the European Ceramic Society 31 (2011): 2569-2591.
- (18) Ligu Ma, J. Y., Lei Zhao, Yong Huang. Gelcasting of a rutile mixture applied to extrusion forming. Journal of the European Ceramic Society 22 (2002): 2291-2296.
- (19) Janney, M. A. Gelcasting. M. N. Rahaman, The handbook of ceramic engineering, USA: Marcel Dekker, 1998.
- (20) Janney, M. A., Omatete, O. O., Walls, C. A., Nunn, S. D., Ogle, R. J., Westmoreland, G. Development of Low-Toxicity Gelcasting Systems. Journal of the American Ceramic Society 81 (1998): 581-591.
- (21) Srilomsuk, s., Gelcasting, in: Ceramics Journal, 21, 2006, 72-73.
- (22) Gilissen, R., Erauw, J. P., Smolders, A., Vanswijgenhoven, E., Luyten, J. Gelcasting, a near net shape technique. Materials & Design 21 (2000): 251-257.
- (23) Krell, A. Gelcasting of ceramics [Online]. Available from: <http://www.ikts.fraunhofer.de/> [2 August 2012]
- (24) Nunn, S. D., Kirby, G. H. Green Machining of Gelcast Ceramic Materials. Proceedings of the 20th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures—A: Ceramic Engineering and Science Proceedings, 209-213. John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- (25) Huang, Y., Zhou, L., Tang, Q., Xie, Z., Yang, J. Water-Based Gelcasting of Surface-Coated Silicon Nitride Powder. Journal of the American Ceramic Society 84 (2001): 701-707.
- (26) Ganesh, I., Jana, D. C., Shaik, S., Thiyagarajan, N. An Aqueous Gelcasting Process for Sintered Silicon Carbide Ceramics. Journal of the American Ceramic Society 89 (2006): 3056-3064.
- (27) Jiang, D. Gelcasting of High Performance Carbide Ceramics with Larger Size/Complex Shape. Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Structural and Multifunctional Materials IV, 195-211. John Wiley & Sons, Inc., 2010.

- (28) Zhang, J., Jiang, D., Lin, Q., Chen, Z., Huang, Z. Properties of Silicon Carbide Ceramic from Gelcasting and Pressureless Sintering. Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications, 309-314. John Wiley & Sons, 2010.
- (29) Ganesh, I., Sundararajan, G. Hydrolysis-Induced Aqueous Gelcasting of β -SiAlON-SiO₂ Ceramic Composites: The Effect of AlN Additive. Journal of the American Ceramic Society 93 (2010): 3180-3189.
- (30) Vaidyanathan, R., Phillips, T., Halloran, J., Reister, L., Porter, W., Radovic, M., Lara-Curzio, E. Mechanical and Thermal Properties of Non-Aqueous Gel-Cast Celsian and Sialon Ceramic Materials. Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites: Ceramic Engineering and Science Proceedings, 253-263. John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- (31) Adolfsson, E. Gelcasting of Zirconia Using Agarose. Journal of the American Ceramic Society 89 (2006): 1897-1902.
- (32) Omatete, O. O., Bleier, A., Westmorel, C. G., Young, A. C. Gelcast Zirconia-Alumina Composites. Proceedings of the 15th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials: Ceramic Engineering and Science Proceedings, 2084-2094. John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- (33) Sh. Arvandi, M. A. F.-S., Mechanical Properties of Alumina-Zirconia Nanocomposite (Nano ZTA) Fabricated by Gelcasting, in: T. S. Srivatsan, Processing and fabrication of advanced materials-XVII, 1, Delhi, I. K. International Pvt Ltd, 2009, 140-148.
- (34) Zhang, C., et. al. Preparation of boron carbide-aluminum composites by non-aqueous gelcasting. Ceramics International 35 (2009): 2255-2259.
- (35) Ganesh, I., Thiyagarajan, N., Sundararajan, G., Olhero, S. M., Ferreira, J. M. F. A non-aqueous processing route for phosphate-protection of AlN powder against hydrolysis. Journal of the European Ceramic Society 28 (2008): 2281-2288.
- (36) Dong, M., Mao, X., Zhang, Z., Liu, Q. Gelcasting of SiC using epoxy resin as gel former. Ceramics International 35 (2009): 1363-1366.
- (37) Mao, X., Shimai, S., Dong, M., Wang, S. Gelcasting of Alumina Using Epoxy Resin as a Gelling Agent. Journal of the American Ceramic Society 90 (2007): 986-988.
- (38) Carolina TALLON, G. V. F. Recent trends in shape forming from colloidal processing: A review. Journal of the Ceramic Society of Japan 119 (2011): 147-160.

- (39) Kokabi, M., Babaluo, A. A., Barati, A. Gelation process in low-toxic gelcasting systems. Journal of the European Ceramic Society 26 (2006): 3083-3090.
- (40) Munro, C. D., Plucknett, K. P. Agar-Based Aqueous Gel Casting of Barium Titanate Ceramics. International Journal of Applied Ceramic Technology 8 (2011): 597-609.
- (41) Yong Huang, J. Y. Novel Colloidal Forming of Ceramics. Springer, 2011.
- (42) Cai, K., Huang, Y., Yang, J. Alumina gelcasting by using HEMA system. Journal of the European Ceramic Society 25 (2005): 1089-1093.
- (43) Zhang, Y., Cheng, Y.-B. Use of HEMA in Gelcasting of Ceramics: A Case Study on Fused Silica. Journal of the American Ceramic Society 89 (2006): 2933-2935.
- (44) Isabel Santacruz, M. I. N., Jon Binner, Rodrigo Moreno. Gel casting of aqueous suspensions of BaTiO₃ nanopowders. Ceramics International 35 (2009): 321-326.
- (45) Arnaldo J. Millan, R. M., Mari'a Isabel Nieto. Thermogelling polysaccharides for aqueous gelcasting—part I: a comparative study of gelling additives. Journal of the European Ceramic Society 22 (2002): 2209-2215.
- (46) Imeson, A. Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents. 2011.
- (47) Fanelli, A. J., Silvers, R. D., Frei, W. S., Burlew, J. V., Marsh, G. B. New Aqueous Injection Molding Process for Ceramic Powders. Journal of the American Ceramic Society 72 (1989): 1833-1836.
- (48) Tansungnoen, S. Development of transparent nano-crystalline alumina ceramic : effects of forming and sintering conditions. Department of Materials science, Bangkok, Chulalongkorn university, 2005.
- (49) Omatete, O. O., Janney, M. A., Nunn, S. D. Gelcasting: From laboratory development toward industrial production. Journal of the European Ceramic Society 17 (1997): 407-413.
- (50) Somil, M., Somasundaran, P., Yu, X., Krishnakumar, S. Colloid Systems and Interfaces Stability of Dispersions through Polymer and Surfactant Adsorption. Handbook of Surface and Colloid Chemistry, Third Edition, 155-196. CRC Press, 2008.
- (51) Farrokhpay, S. A review of polymeric dispersant stabilisation of titania pigment. Advances in Colloid and Interface Science 151 (2009): 24-32.
- (52) Thanaboonsombut, B. Materials Science and Technology Dictionary. Bangkok: National Metal and Materials Technology Center (MTEC), 2548.

- (53) Laminar flow [Online]. Available from: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu> [23 September 2012]
- (54) Bantshi, M. A. Gelcasting of alumina and alumina-cBN using 2-Hydroxyethyl methacrylate as monomer. Department of Engineering, Johannesburg, University of the Witwatersrand, 2008.
- (55) Pati, R. K., Pramanik, P. Low-Temperature Chemical Synthesis of Nanocrystalline MgAl₂O₄ Spinel Powder. Journal of the American Ceramic Society 83 (2000): 1822-1824.
- (56) Schreyeck, L., Wlosik, A., Fuzellier, H. Influence of the synthesis route on MgAl₂O₄ spinel properties. Journal of Materials Chemistry 11 (2001): 483-486.
- (57) Kong, L. B., Ma, J., Huang, H. MgAl₂O₄ spinel phase derived from oxide mixture activated by a high-energy ball milling process. Materials Letters 56 (2002): 238-243.
- (58) Bodycomb, J., Instruction Manual for 90Plus/BI-MAS, in: B. I. Corp, 1995.
- (59) Banerjee, A., Das, S., Misra, S., Mukhopadhyay, S. Structural analysis on spinel (MgAl₂O₄) for application in spinel-bonded castables. Ceramics International 35 (2009): 381-390.
- (60) Pei, L.-Z., Yin, W.-Y., Wang, J.-F., Chen, J., Fan, C.-G., Zhang, Q.-F. Low temperature synthesis of magnesium oxide and spinel powders by a sol-gel process. Materials Research 13 (2010): 339-343.
- (61) Kadosh, T., Cohen, Y., Talmon, Y., Kaplan, W. D. In Situ Characterization of Spinel Nanoceramic Suspensions. Journal of the American Ceramic Society (2012): n/a-n/a.
- (62) Xu, R. Particle Characterization: Light Scattering Methods. Netherlands: Springer, 2001.
- (63) Chibowski, S., Patkowski, J., Grządka, E. Adsorption of polyethyleneimine and polymethacrylic acid onto synthesized hematite. Journal of Colloid and Interface Science 329 (2009): 1-10.
- (64) Kai Cai, Y. H., Jinlong Yang. Alumina gelcasting by using HEMA system. Journal of the European Ceramic Society 25 (2005): 1089–1093.
- (65) Olhero, S. M., Tari, G., Coimbra, M. A., Ferreira, J. M. F. Synergy of polysaccharide mixtures in gelcasting of alumina. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000): 423-429.
- (66) Cai, K., Huang, Y., Yang, J.-l. A Synergistic Low-Toxicity Gelcasting System by Using HEMA and PVP. Journal of the American Ceramic Society 88 (2005): 3332-3337.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
องค์ประกอบทางเฟสของผงวัตุดิบ

ตารางที่ ก-1 องค์ประกอบทางเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินต์

Pattern : 01-077-0435		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
MgAl ₂ O ₄		2 θ	I	h	k	l
		19.007	394	1	1	1
		31.284	335	2	2	0
		36.862	999	3	1	1
Magnesium Aluminum Oxide		38.565	9	2	2	2
Spinel		44.829	532	4	0	0
		49.104	1	3	3	1
		55.680	82	4	2	2
		59.384	401	5	1	1
		65.265	590	4	4	0
		68.661	27	5	3	1
		69.774	1	4	4	2
		74.156	23	6	2	0
		77.379	78	5	3	3
		78.444	8	6	2	2
		82.668	50	4	4	4
		85.808	20	5	5	1
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 142.27				
S.G. : Fd-3m (227)		Volume [CD] = 527.63				
a = 8.08060		Dx = 3.582				
		Dm = 3.500				
	Z = 8	I/cor = 1.72				
<p>ICSD collection code: 039161 Temperature factor: ATF Remarks from ICSD/CSD: REM AHT. Remarks from ICSD/CSD: REM J Correction of thermal diffuse scattering applied. Additional pattern: See PDF 21-1152 and ICSD 31373. Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable. Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Yamanaka, T., J. Miner. Soc. Jpn., volume 16, page 221 (1983) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>						
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F16-1000(0.0000,16)						

ตารางที่ ก-2 องค์ประกอบทางเฟสของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

Pattern : 00-044-1482		Radiation = 1.540598		Quality : High		
Mg(OH) ₂		2 θ	<i>I</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Magnesium Hydroxide Brucite, syn		18.528	53	0	0	1
		32.877	6	1	0	0
		37.984	100	1	0	1
		50.786	29	1	0	2
		58.670	33	1	1	0
		62.116	13	1	1	1
		68.215	7	1	0	3
		68.889	3	2	0	0
		72.071	7	2	0	1
		81.272	4	2	0	2
		87.024	1	1	1	3
		89.557	1	1	0	4
		96.202	1	2	0	3
		99.926	3	2	1	1
		107.464	1	0	0	5
		108.200	1	1	1	4
		109.150	3	2	1	2
		116.125	2	3	0	0
		119.482	1	3	0	1
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 58.32				
S.G. : P-3m1 (164)		Volume [CDJ] = 40.90				
a = 3.14420	Z = 1	Dx = 2.368				
c = 4.77700		I/cor = 2.80				
<p>Color: White Sample source or locality: Sample was obtained from Johnson Matthey Company. General comments: Average relative standard deviation in intensity for the ten strongest reflections for three specimen mounts = 3.9%. General comments: A few minor reflections of MgO (4-829) were observed. Deleted and rejected by: Deleted by 7-239 which is satisfactory. Optical data: B=-1.561, Q=-1.581, Sign=+ Data collection flag: Ambient.</p>						
Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1992)						
Radiation : CuK α 1		Filter : Monochromator crystal				
Lambda : 1.54056		d-sp : Diffractometer				
SS/FOM : F19- 51(0.0143,26)		Internal standard : Si				

ตารางที่ ก-3 องค์ประกอบทางเฟสของอะลูมินา

Pattern : 01-089-7716		Radiation = 1.540598		Quality : Alternate		
Al ₂ O ₃		2 θ	I	h	k	l
Aluminum Oxide Corundum		25.579	687	0	1	2
		35.155	999	1	0	4
		37.781	459	1	1	0
		41.685	5	0	0	6
		43.359	979	1	1	3
		46.183	14	2	0	2
		52.558	465	0	2	4
		57.508	909	1	1	6
		59.747	23	2	1	1
		61.137	33	1	2	2
		61.313	82	0	1	8
		66.527	337	2	1	4
		68.217	519	3	0	0
		70.426	11	1	2	5
		74.313	12	2	0	8
		76.889	142	1	0	10
		77.250	86	1	1	9
		80.431	7	2	1	7
		80.708	54	2	2	0
		83.229	5	0	3	6
		84.367	46	2	2	3
		85.150	3	1	3	1
		86.363	33	3	1	2
		86.518	26	1	2	8
		89.014	59	0	2	10
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167)		Mol. weight = 101.96		Volume [CD] = 254.73		
a = 4.75850		Dx = 3.988				
c = 12.99000		Z = 6		Mcor = 0.99		
ICSD collection code: 088028 Remarks from ICSD/CSD: REM RVP. Remarks from ICSD/CSD: REM K Measurement with diffractometer PW1. Temperature factor: ITF Sample source or locality: Specimen from NIST powder standard SRM 674a. Additional pattern: See PDF 81-1667. Data collection flag: Ambient.						
Oetzel, M., Heger, G., J. Appl. Crystallogr., volume 32, page 799 (1999) Calculated from ICSD using POWD-12++						
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F25-1000(0.0001,25)						

ภาคผนวก ข
องค์ประกอบทางเฟสของผงวัตถุดิบ

ตารางที่ ข-1 ข้อมูลมาตรฐานด้านสุขภาพและความปลอดภัยของสารเคมีนิยมใช้ในการหล่อแบบเจล

สารเคมี	มาตรฐานสุขภาพและความปลอดภัย										
	NFPA	HMIS	EEC								
acrylamide (AM)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>1</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>2</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>E</td></tr> </table>	Health	2	Fire	1	Reactivity	2	Personal Protection	E	 T = วัตถุมีพิษ
Health	2										
Fire	1										
Reactivity	2										
Personal Protection	E										
methacrylamide (MAM)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>2</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>1</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>D</td></tr> </table>	Health	2	Fire	2	Reactivity	1	Personal Protection	D	 Xn = อันตราย
Health	2										
Fire	2										
Reactivity	1										
Personal Protection	D										
2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>1</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>0</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>J</td></tr> </table>	Health	2	Fire	1	Reactivity	0	Personal Protection	J	 Xi = ระคายเคือง
Health	2										
Fire	1										
Reactivity	0										
Personal Protection	J										
N,N – methylene bisacrylamide (MBAM)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>1</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>0</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>E</td></tr> </table>	Health	2	Fire	1	Reactivity	0	Personal Protection	E	 Xi = ระคายเคือง
Health	2										
Fire	1										
Reactivity	0										
Personal Protection	E										
n-vinyl pyrrolidone (NVP)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>1</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>0</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>H</td></tr> </table>	Health	2	Fire	1	Reactivity	0	Personal Protection	H	 Xi = ระคายเคือง
Health	2										
Fire	1										
Reactivity	0										
Personal Protection	H										
ammonium persulfate (APS)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>2</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>1</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>3</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>E</td></tr> </table>	Health	2	Fire	1	Reactivity	3	Personal Protection	E	 O = ออกซิไดซ์ Xi = ระคายเคือง
Health	2										
Fire	1										
Reactivity	3										
Personal Protection	E										
tetramethylethylenediamine (TEMED)		<table border="1"> <tr><td>Health</td><td>3</td></tr> <tr><td>Fire</td><td>3</td></tr> <tr><td>Reactivity</td><td>1</td></tr> <tr><td>Personal Protection</td><td>D</td></tr> </table>	Health	3	Fire	3	Reactivity	1	Personal Protection	D	 F = ไวไฟ C = กัดกร่อน
Health	3										
Fire	3										
Reactivity	1										
Personal Protection	D										

*รวบรวมจากมาตรฐานสุขภาพและความปลอดภัยต่างๆ

NFPA= National Fire Protection Association

HIMS = Hazardous Materials Identification System

EEC = European Economic Council

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวกนิษฐา สันติวงศกร เกิดวันที่ 14 มิถุนายน พ.ศ. 2530 ที่จังหวัดสุรินทร์ สำเร็จ การศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ในเดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2553 และเข้าศึกษาต่อในระดับ ปริญญาโท หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต หลักสูตรเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษาปี 2555

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “Gelcasting of Magnesium Aluminate Spinel Using Agar” ในการประชุมทางวิชาการ Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2012) วันที่ 11-13 มกราคม พ.ศ. 2555 จัดโดย สมาคมเคมีแห่งประเทศไทย ณ โรงแรมดิเอ็มเพรส จังหวัดเชียงใหม่ และได้รับการตีพิมพ์ผลงานใน รูปแบบ Proceedings

การนำเสนอผลงานทาง วิชาการระดับนานาชาติแบบ Oral presentation เรื่อง “Low-Toxicity Gelcasting System of Magnesium Aluminate Spinel Using HEMA” ในการประชุมทาง วิชาการ International Conference on Traditional and Advanced Ceramics (ICTA2012) ระหว่าง วันที่ 22-25 สิงหาคม พ.ศ. 2555 ณ โรงแรมดิเอ็มเมอรัล กรุงเทพมหานคร