

ผลของสารประกอบฟอสเฟตเป็นสารเติมแต่งเฝ้าผนังเฟสของเหลวต่อสมบัติของเซรามิกอะลูมินา



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECT OF PHOSPHATE COMPOUNDS AS LIQUID PHASE SINTERING ADDITIVES ON
PROPERTIES OF ALUMINA CERAMICS



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

Department of Materials Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของสารประกอบฟอสเฟตเป็นสารเติมแต่งเฝ้าผนึกเฟสของเหลวต่อสมบัติของเซรามิกอะลูมินา
โดย	น.ส.ชญานิษฐ์ ศรีประดิษฐ์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.จรัสพร มงคลขจิต

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.จรัสพร มงคลขจิต)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.วันทนี พุกกะคุปต์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว)

ชญาณิชรุ้ ศรีประดิษฐ์ : ผลของสารประกอบฟอสเฟตเป็นสารเติมแต่งเฟาผนึกเฟสของเหลวต่อสมบัติของเซรามิกอะลูมินา. (EFFECT OF PHOSPHATE COMPOUNDS AS LIQUID PHASE SINTERING ADDITIVES ON PROPERTIES OF ALUMINA CERAMICS) อ.ที่ปรึกษาหลัก : ผศ. ดร. ธานกร วาสนาเพียรพงศ์, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร.จรัสพร มงคลขจิต

วัสดุเซรามิกความหนาแน่นสูงมีการใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น วัสดุทนไฟ ฉนวนไฟฟ้า หรือวัสดุทางการแพทย์ เนื่องจากมีสมบัติทางเคมีและกายภาพที่โดดเด่น เช่น ความเป็นฉนวนไฟฟ้า ความเสถียรทางความร้อนที่อุณหภูมิสูง และมีความเสถียรต่อสารเคมี งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะศึกษาเรื่องการลดอุณหภูมิในการเผาโดยการเติมสารช่วยเฟาผนึกเฟสของเหลวเพื่อให้เกิดอะลูมินาความหนาแน่นสูง กลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่ศึกษาประกอบด้วย โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิคโมโนไฮเดรตและโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต ซึ่งสารละลายกลุ่มฟอสเฟตมีความสามารถในการละลายน้ำส่งผลให้การผสมมีความสม่ำเสมอ วิธีการทดลองแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ 1) ขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการอัดแห้ง และ 2) การขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด ชิ้นแรกคือการผสมสารประกอบฟอสเฟตที่อัตราส่วนต่างๆในช่วงร้อยละ 5-15 โดยน้ำหนัก กับผงอะลูมินาขนาดอนุภาคเฉลี่ย 2.5 ไมโครเมตร อัดขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินาด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 MPa ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิช่วง 1500-1600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิคือ 5 °C/min พบว่าอัตราส่วนที่ดีที่สุดคือการเติมสารประกอบฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 °C ส่งผลให้อะลูมินามีความหนาแน่น 3.67 g/cm³ และการดูดซึมน้ำอยู่ที่ 0.12% ดังนั้นจึงทำการเลือกเงื่อนไขในการนำมาผลิตเนื้อดินปั้นสำหรับการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด พบว่าปริมาณสารละลายเชื่อมประสานที่เหมาะสมคือช่วง 18-20 กรัม สามารถขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินาได้ความหนาแน่นเท่ากับ 3.40 g/cm³ การดูดซึมน้ำเท่ากับ 0.12% ค่าความแข็งแรงเท่ากับ 103.00 MPa

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อนิสิต
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

6270021623 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD:

Chayanit Sripradit : EFFECT OF PHOSPHATE COMPOUNDS AS LIQUID PHASE SINTERING ADDITIVES ON PROPERTIES OF ALUMINA CERAMICS . Advisor: Asst. Prof. Dr. THANAKORN WASANAPIARNPONG Co-advisor: Dr. Charusporn Mongkolkachit

High density alumina ceramics is commonly used in a various applications such as refractory, insulator, biomedical, and mechanical components due to their outstanding high chemical and physical properties in the terms of electrical insulation, thermal stability, and high chemical stability. This research sets out to study the reduction of sintering temperature using by an addition of liquid phase sintering additives to produce high dense alumina ceramics . The groups of phosphate comprised monoammonium phosphate ((NH₄)H₂PO₄), calcium phosphate monobasic monohydrate (Ca(H₂PO₄)₂.H₂O) and sodium tripolyphosphate (Na₅P₃O₁₀). Phosphate is water soluble. This can help to get uniform and homogenous mixtures. The methodology in this study had 2 parts, 1) powder pressing and 2) extrusion . First, phosphate with the proportion of 5-15 wt% was mixed with alumina powders and that has average size of particle size of 2.5 micrometers. Alumina powder mixture were uniaxially pressed at 50 MPa to get 20 mm diameter disc shaped specimens. They were sintered at 1500-1600 °C for 2 hours with 5 °C/min heating rate. It was found that, the best mixture condition was alumina 90 wt% and calcium phosphate monobasic monohydrate 10 wt% at the sintering temperature of 1600 °C. As a result, the alumina specimens offered high bulk density of 3.67 g/cm³ and water absorption as low as 0.15% was obtained. Therefore, this condition was chosen to prepare a paste for extrusion molding. It was found that the optimum amount of binder solution was 18-20 g. High density alumina could be successfully prepared with density of 3.40 g/cm³, water absorption of 0.12%, and strength of 103.00 MPa.

Field of Study: Ceramic Technology

Academic Year: 2021

Student's Signature

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ของข้าพเจ้าได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ได้รับความช่วยเหลือจากบุคคลต่างๆ หลายท่านคอยสนับสนุนและให้คำปรึกษา ตลอดจนสำเร็จไปได้ด้วยดี ดังต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์หลักและดร.จรัสพร มงคลขจิต ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่คอยให้ความรู้แนะนำปรึกษา ด้านการทำงานวิจัย และเทคนิคแนวทางในการแก้ปัญหาต่าง ๆ ตลอดจนการคอยดูแลตรวจสอบแก้ไข วิทยานิพนธ์

ขอขอบพระคุณทุนสนับสนุนการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา โครงการทุนสถาบันบัณฑิต วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีไทย สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (TGIST) และ ขอขอบคุณโครงการ GAICCE Research Grant from ASEAN University Network/Southeast Asia Engineering Education Development Network (AUN/SEED-net) สำหรับการสนับสนุนงานวิจัย ครั้งนี้

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่และคณาจารย์ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ ที่คอยให้ความช่วยเหลือด้านเครื่องมือและชี้แนะองค์ความรู้ต่าง ๆ ให้กับข้าพเจ้า

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ และครอบครัวที่คอยให้กำลังใจสนับสนุนในทุกๆ ด้านจนประสบความสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ชญาณิชชัญ ศรีประดิษฐ์

สารบัญ

	หน้า
.....	ค
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 อะลูมินา.....	3
2.2 การเผาผลาญของอะลูมินา.....	7
2.3 สารประกอบกลุ่มฟอสเฟต.....	13
2.3.1 แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต (Calcium phosphate monobasic monohydrate, CMPP).....	13
2.3.2 โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (monoammonium phosphate, MAP).....	13
2.3.3 โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต.....	14

2.4	กระบวนการผลิตชิ้นงานอะลูมินา	15
2.4.1	การขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial pressing).....	15
2.4.2	การขึ้นรูปชิ้นงานแบบเนื้อดินปั้นสำหรับการขึ้นรูปแบบการอัดรีด (extrusion).....	17
2.4.2.1	ตำหนิที่มักเกิดขึ้นกับการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด	19
2.5	สารละลายเชื่อมประสาน	20
2.5.1	คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxy methyl cellulose, CMC).....	21
2.5.2	พอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol, PEG).....	21
2.5.3	น้ำมันกลีเซอริน (Glycerin oil).....	22
2.5.4	พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA).....	22
2.6	เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
บทที่ 3	วิธีดำเนินงานวิจัย	28
3.1	สารเคมีและวัสดุดิบในการทดลอง	28
3.1.1	สารเคมีและวัสดุดิบที่ใช้การทดลอง	28
3.1.2	วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	29
3.1.2.1	วัสดุอุปกรณ์	29
3.1.2.2	เครื่องมือสำหรับการขึ้นรูปชิ้นงาน	30
3.2	เครื่องมืออุปกรณ์และการวิเคราะห์ผลสารประกอบฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผา ผืนิกอะลูมินา.....	30
3.2.1	การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (Phase composition).....	30
3.2.2	การวิเคราะห์ผลโครงสร้างจุลภาค (Microstructure).....	31
3.2.3	การทดสอบการดูดซึมน้ำ (Water absorption).....	32
3.2.4	ความหนาแน่น (Bulk Density).....	33
3.2.5	การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังเผา (Linear shrinkage).....	34
3.2.6	การวิเคราะห์ความแข็งแรงการดัดโค้งของชิ้นงาน (Flexural strength).....	34

3.2.7	การวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในเนื้อของวัตถุดิบ (Loss on Ignition, L.O.I)....	35
3.2.8	การเตรียมชิ้นงานลักษณะเม็ดกลม (disc) เพื่อวิเคราะห์ผลของการเติมสารประกอบ ฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาของอะลูมินา.....	35
3.2.9	การเตรียมชิ้นงานจากเนื้อดินปั้นอะลูมินา.....	36
3.2.10	เตรียมชิ้นงานอะลูมินาโดยเติมสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนต เพื่อเป็นชิ้นงานใน การเปรียบเทียบ.....	39
3.2.11	แผนผังการทดลอง.....	40
บทที่ 4	ผลการดำเนินงานวิจัย.....	41
4.1	ผลการวิเคราะห์ผลของสารตัวเติมสารประกอบฟอสเฟตต่อการเผาผนึกอะลูมินา	41
4.1.1	ผลการทดสอบวิเคราะห์การเผาผนึกชิ้นงานอะลูมินา.....	41
4.1.2	ผลการทดสอบวิเคราะห์การเผาผนึกชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมแมกนีเซียมคาร์บอเนต..	42
4.1.3	การดูดซึมน้ำ (Water absorption).....	42
4.1.4	การวิเคราะห์ค่าความหนาแน่น (Bulk Density).....	46
4.1.5	ค่าความพรุนตัว (Apparent porosity).....	50
4.1.6	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (Phase composition).....	52
4.1.7	โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานอะลูมินา (Microstructure).....	54
4.1.8	ชิ้นงานอะลูมินาหลังเผาเมื่อเติมสารประกอบฟอสเฟต	58
4.2	ผลการวิเคราะห์ลักษณะเนื้อดินปั้น	59
4.2.1	ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานแท่งอะลูมินา.....	63
4.2.2	ค่าความพรุนตัว (Apparent porosity).....	65
4.2.3	ค่าความแข็งแรง (Strength of material)	65
4.2.4	ค่าการหดตัวของชิ้นงาน	67
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	68
5.1	สรุปผลการวิจัย.....	68

5.1.2 ผลของการศึกษาศาสตร์ประกอบฟอสเฟตโดยการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดแห้ง.....	68
5.1.3 ผลของการศึกษาศาสตร์ประกอบฟอสเฟตโดยการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดโดยเตรียม อะลูมินาในลักษณะเนื้อดินปั้น.....	69
5.2 ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม.....	70
ภาคผนวก.....	71
ภาคผนวก ก.....	71
ภาคผนวก ข.....	74
บรรณานุกรม.....	79
ประวัติผู้เขียน.....	84



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2-1 ความหนาแน่นทางทฤษฎีที่อุณหภูมิห้อง [8].....	4
ตารางที่ 2-2 ตารางเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของอะลูมินาที่เผาผนึกด้วยวิธี LPS [19].....	23
ตารางที่ 3-1 รายละเอียดชื่อและที่มาของวัตถุดิบและสารเคมี.....	28
ตารางที่ 3-2 ตารางส่วนผสมสารละลายเชื่อมประสานสูตรต่างๆ.....	37
ตารางที่ 4-1 ตารางการผสมสารเพื่อเตรียมเนื้อดินปั้น.....	60



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2-1 การเปลี่ยนแปลงเฟสโครงสร้างของอะลูมินาและอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์[9].....	4
ภาพที่ 2-2 (a) โครงสร้างคอร์นดัมใน α -อะลูมินา (b) ภาพเมื่อมองจากด้านบนของโครงสร้างคอร์นดัม (c) โครงสร้างออกตระฮีดรอล ของ α -อะลูมินา	5
ภาพที่ 2-3 โครงสร้างของ α -อะลูมินา[10].....	5
ภาพที่ 2-4 แผนภาพแสดงไดอะแกรมของกระบวนการเบเยอร์ [12]	6
ภาพที่ 2-5 รูปแบบการผลิตทั่วไปของชิ้นงานที่เผาผนึก[13].....	8
ภาพที่ 2-6 ภาพแสดงขั้นตอนในการเผาผนึกเพื่อให้เกิดความเชื่อมแน่น [13].....	8
ภาพที่ 2-7 ภาพแสดงการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคเมื่อเกิดเฟสของเหลวกระจายรอบอนุภาค[16] .	9
ภาพที่ 2-8 กราฟแสดงระยะการหดตัวเทียบกับช่วงเวลาในการเผาผนึกที่ระยะต่างๆ	10
ภาพที่ 2-9 ภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการตกตะกอนของสารละลาย[16].....	11
ภาพที่ 2-10 การโตของเกรนในการเพิ่มความหนาแน่นขั้นสุดท้าย[16].....	11
ภาพที่ 2-11 โครงสร้างจุลภาค (a) การเผาผนึกสถานะของแข็ง (Al_2O_3) และ (b) การเผาผนึกเฟสของเหลว (98W-1Ni-1Fe (wt%)) [18].....	12
ภาพที่ 2-12 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคขององค์ประกอบของ LPS (a) เกรนของแข็งที่เริ่มละลายในของเหลว และ (b) การเชื่อมต่อระหว่างของเหลวหลังจากการละลายของของแข็ง[17]	12
ภาพที่ 2-13 ภาพสูตรโครงสร้าง แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรต	13
ภาพที่ 2-14 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต[24]	14
ภาพที่ 2-15 ภาพสูตรโครงสร้างโมเลกุลของ โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต [25].....	14
ภาพที่ 2-16 หมวดหมู่ของการขึ้นรูปเซรามิกเมื่อเทียบปริมาณน้ำและแรงดันที่ใช้ในการขึ้นรูป [26]	15
ภาพที่ 2-17 ขั้นตอนกระบวนการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว [28]	16
ภาพที่ 2-18 กราฟแสดง stress-deformation ของเซรามิกเนื้อดินปั้น	18
ภาพที่ 2-19 กราฟแสดง stress-deformation ของ อะลูมินาตามสัดส่วนการเติม plasticizer[30]	18

ภาพที่ 2-20 ภาพแสดงลักษณะชิ้นงานอะลูมินาที่ได้จากการอัดรีดก่อนและหลังเผา[30].....	19
ภาพที่ 2-21 ภาพแสดงชนิดตำหนิของชิ้นงาน (a) laminate crack (b) edge tearing[31].....	20
ภาพที่ 2-22 ภาพสูตรโครงสร้างของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส.....	21
ภาพที่ 2-23 ลักษณะทางจุลภาคของอะลูมินาที่มีการเติม PEG 2 wt% ที่ (a) 1600 องศาเซลเซียส และ (b) 1750 องศาเซลเซียส [32].....	22
ภาพที่ 2-24 ภาพองค์ประกอบทางเคมีของ CaO-Al ₂ O ₃ -P ₂ O ₅ [39].....	25
ภาพที่ 2-25 ภาพโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส [36].....	26
ภาพที่ 3-1 เครื่อง X-ray diffractometer (XRD).....	31
ภาพที่ 3-2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope).....	32
ภาพที่ 3-3 เครื่องมืออุปกรณ์ในการวัดค่าความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำ (ก) เครื่องทำระบบสุญญากาศและ (ข) เครื่องชั่งน้ำหนักชุดทดสอบความหนาแน่น.....	33
ภาพที่ 3-4 แผนภาพแสดงการทดสอบความแข็งแรง.....	35
ภาพที่ 3-5 ภาพชิ้นงานที่ขึ้นด้วยวิธีการอัดแบบทิศทางเดียว.....	36
ภาพที่ 3-6 ภาพขึ้นอะลูมินาที่เตรียมเป็นเนื้อดินปั้นแล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก.....	38
ภาพที่ 3-7 ภาพขึ้นงานอะลูมินาที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด.....	38
ภาพที่ 3-8 แผนผังการวิจัย.....	40
ภาพที่ 4-1 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต.....	43
ภาพที่ 4-2 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต.....	44
ภาพที่ 4-3 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต.....	44
ภาพที่ 4-4 กราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละการดูดซึมน้ำของการเติมสารประกอบฟอสเฟต. ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส.....	45
ภาพที่ 4-5 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต.....	46
ภาพที่ 4-6 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต.....	47

ภาพที่ 4-7 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต...	48
ภาพที่ 4-8 กราฟแสดงการเปรียบเทียบความหนาแน่นของการเติมสารประกอบฟอสเฟตอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและแผ่นึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส	49
ภาพที่ 4-9 ค่าความพรุนตัวขึ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมมอนอแอมโมเนียมฟอสเฟต	50
ภาพที่ 4-10 ค่าความพรุนตัวขึ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต	51
ภาพที่ 4-11 ค่าความพรุนตัวขึ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรต .	52
ภาพที่ 4-12 ภาพแสดงการวิเคราะห์ผลองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานอะลูมินาที่เติมสารโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต โมโนแอมโมเนียม และแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮเดรต ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก แผ่นึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส	53
ภาพที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของชิ้นงานที่มีการเติมสารประกอบฟอสเฟตอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส (a) โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (b) โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตและ (c) แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต	54
ภาพที่ 4-14 ภาพแสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค (a) อะลูมินา (b) อะลูมินาที่เติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (c) อะลูมินาที่เติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก แผ่นึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส	55
ภาพที่ 4-15 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ (a) อะลูมินา (b และ c) อะลูมินาเมื่อเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก กำลังขยาย 250x และ 5000x ตามลำดับ โดยแผ่นึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส.....	55
ภาพที่ 4-16 ภาพลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค เมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตที่อัตราส่วนและการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a-c) ชิ้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้เติมสารตัวเติม แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต (d-f) ชิ้นงานอะลูมินาที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (g-i) ชิ้นงานอะลูมินาเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก.....	57
ภาพที่ 4-17 ภาพลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตที่อัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก และการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1500 องศาเซลเซียส (b) 1550 องศาเซลเซียส (c) 1600 องศาเซลเซียส.....	57

ภาพที่ 4-18 ภาพชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมสารประกอบฟอสเฟตปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส	58
ภาพที่ 4-19 ชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมสารเชื่อมประสานกลุ่มที่ 1	60
ภาพที่ 4-20 ภาพชิ้นงานการขึ้นรูปด้วยการผสมกลุ่มที่ 2	61
ภาพที่ 4-21 ภาพชิ้นงานอะลูมินาเมื่อใส่สารตัวเติมและขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดหลังผ่านการเผา ผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1600 องศาเซลเซียส.....	62
ภาพที่ 4-22 กราฟแสดงการดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกเมื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด	64
ภาพที่ 4-23 กราฟแสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาผนึกเมื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด.....	64
ภาพที่ 4-24 ค่าความพรุนตัวชิ้นงานเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮเดรต.....	65
ภาพที่ 4-25 ค่าความแข็งแรงของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1550-1600 องศาเซลเซียส	66
ภาพที่ 4-26 ค่าการตัวของชิ้นงานในอัตราส่วนต่าง ๆ และเผาผนึกในช่วง 1550-1600 องศาเซลเซียส	67
ภาพที่ ก-5-1 เครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว.....	71
ภาพที่ ก-5-2 เครื่องปั่นผสมสารละลายเชื่อมประสาน.....	72
ภาพที่ ก-5-3 เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (Rotary evaporator)	72
ภาพที่ ก-5-4 เครื่องอัดรีด (Extrusion).....	73

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

อะลูมินา (alumina) เป็นวัสดุเซรามิกวิศวกรรมที่เป็นที่รู้จักและมีการใช้งานอย่างกว้างขวางชนิดหนึ่ง เนื่องจากมีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่โดดเด่น มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า การทนต่อการกัดกร่อน การทนต่อการกัดกร่อนจากสารเคมี สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง [1, 2] แต่อะลูมินาจำเป็นต้องเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง ทำให้มีค่าใช้จ่ายสูง หากต้องการลดอุณหภูมิการเผาผนึกลง จะต้องมีการเติมสารตัวเติม โดยเฉพาะสารตัวเติมที่เป็นเฟสของเหลวขณะเผาผนึก (liquid phase sintering additive) จะช่วยให้ลดอุณหภูมิการเผาผนึกได้ [3] การเติมสารตัวเติมที่เป็นของแข็งลักษณะผงให้กระจายตัวได้ดีและมีความสม่ำเสมอจะต้องใช้เทคนิคในการผสม เช่น การบดผสมแบบเปียกด้วยหม้อบด ซึ่งต้องใช้ระยะเวลาในการผสมนาน อีกทั้งยังต้องมีการกำจัดน้ำหรือสารละลายออกก่อนด้วยซึ่งอาจทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอในการระเหยแห้งซึ่งทำให้ชิ้นงานมีสมบัติไม่ดี งานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะทดลองใช้สารตัวเติมที่เป็นของเหลวหรือสารละลายของเหลว เพื่อให้ผสมได้ง่าย โดยเฉพาะสารละลายในกลุ่มฟอสเฟต เช่น โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (Monoammonium phosphate) แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต (Calcium phosphate monobasic monohydrate) และ โซเดียมไตรฟอสเฟต (Sodium triphosphate) ซึ่งจะหลอมตัวเป็นเฟสของเหลวช่วยเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำลง ในการขึ้นรูปมีการเติมสารพอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อมประสาน เพื่อขึ้นรูปเป็นเนื้อดินปั้น สำหรับการอัดรีดนั้นต้องใช้ความชื้นร้อยละ 20-25 จึงต้องเลือกสารที่สามารถละลายน้ำได้ดี เพื่อให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอสำหรับการขึ้นรูปโดยอาศัยความเหนียวด้วยการอัดรีด (extrusion) แต่สารกลุ่มฟอสเฟตบางตัวละลายน้ำได้บางส่วน เช่น แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต เมื่อนำไปอบแห้งอาจจะเป็นการช่วยแก้ปัญหาการระเหยแห้งที่ไม่สม่ำเสมอของสารที่ละลายน้ำได้ดีที่เมื่อระเหยแห้งแล้วจะเกิดความไม่สม่ำเสมอที่ผิวทำให้ชิ้นงานได้สมบัติไม่ดี ดังนั้นจึงทำการศึกษาการเตรียมอะลูมินาเซรามิกที่อุณหภูมิต่ำ ด้วยการเติมเฟสของเหลวของกลุ่มฟอสเฟตในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จากการอัดรีดและมีความหนาแน่นสูง การดูดซึมน้ำต่ำ จากการศึกษาตลาดมีการใช้งานอะลูมินาที่มีความหนาแน่นสูงในหลากหลายการใช้งาน เช่น การใช้งานเป็นแผ่นทนไฟในเตาเผา อิฐความหนาแน่นสูง วัสดุทางการแพทย์ อุตสาหกรรมในอุตสาหกรรมยานยนต์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และอีกมากมาย

งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาพัฒนาการลดอุณหภูมิการเผาผนึกวัสดุอะลูมินาความหนาแน่นสูง เพื่อลดต้นทุนในการผลิตของการผลิตอะลูมินาความหนาแน่นสูงลง โดยศึกษาผลของตัวเติมแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิกโมโนไฮดรต โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต และ โซเดียมไตรฟอสเฟต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ โดยการละลายน้ำเป็นสารละลายผสมกับผงอะลูมินา ร่วมกับตัวเชื่อมประสานพอลิเมอร์ ให้มีความเหนียวคล้ายดินปั้นเพื่อให้เหมาะสมกับการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการอัดรีด เมื่ออัดรีดเป็นแท่งชิ้นงานทดสอบแล้ว อบแห้ง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 1400-1600 องศาเซลเซียส แล้วทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงานหลังเผา สมบัติที่สำคัญคือได้ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ความหนาแน่นสูง การดูดซึมน้ำต่ำ ที่อุณหภูมิการเผาผนึกต่ำ [4][5]

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาการเตรียมเซรามิกอะลูมินาความหนาแน่นสูงด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบอัดรีดและศึกษาผลของสารประกอบฟอสเฟตสำหรับตัวเติมช่วยในการเผาผนึกเฟสของเหลว

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษาผลของการเติมสารตัวเติมที่ละลายน้ำได้เพื่อเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผา
- 2) ศึกษาผลของการเติมสารกลุ่มฟอสเฟตที่ละลายน้ำได้เพื่อลดอุณหภูมิการเผา เช่น แคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิกโมโนไฮดรต โมโนแอมโมเนียม และ โซเดียมไตรฟอสเฟต
- 3) ขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินาด้วยการอัดรีดให้มีความหนาแน่นสูงและเผาที่อุณหภูมิต่ำ
- 4) ศึกษาสมบัติต่าง ๆ หลังเผา ได้แก่ การดูดซึมน้ำ ความหนาแน่น การหดตัว ความแข็งแรง โครงสร้างทางจุลภาค และเฟสองค์ประกอบของสารที่เกิดขึ้นหลังจากการเติมสารตัวเติม

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้วัสดุเซรามิกอะลูมินาที่มีความหนาแน่นสูง ขึ้นรูปได้ด้วยการอัดรีดโดยอาศัยความเหนียว แล้วเผาที่อุณหภูมิไม่สูงนัก

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมินา

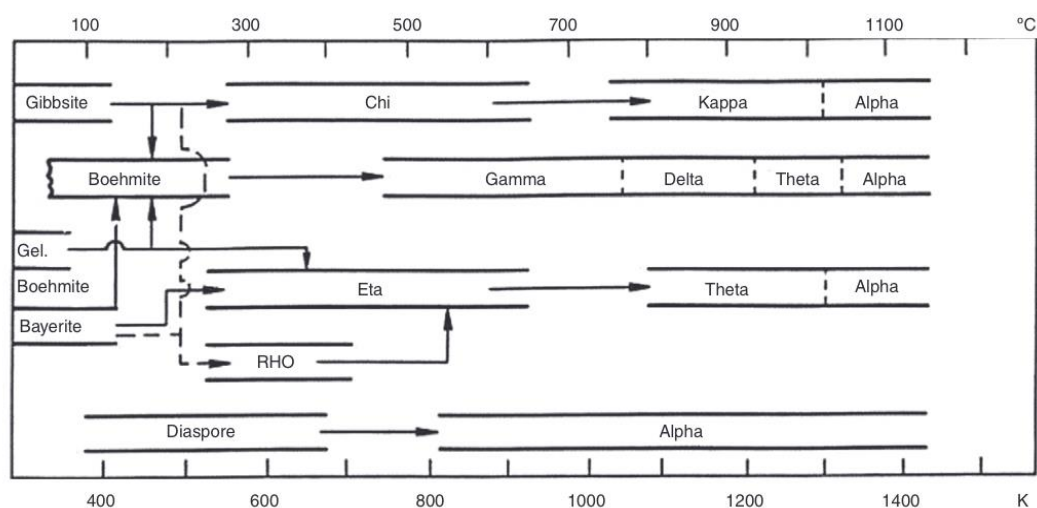
อะลูมินาเป็นวัสดุเซรามิกสามารถพบได้หลายเฟสดังนี้ แอลฟา-อะลูมินา (α -alumina), บีตา-อะลูมินา (β -alumina) และ แกมมา-อะลูมินา (γ -alumina) โดยมีสูตรทางเคมีคือ Al_2O_3 [6] แต่เฟสที่นิยมนำมาใช้เนื่องจากมีความเสถียรส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ α -อะลูมินา และ γ -อะลูมินา น้ำหนักโมเลกุล 101.64 และมีจุดหลอมเหลวสูงถึง 2030 องศาเซลเซียส อะลูมินา เป็นส่วนประกอบหลักของแร่บอกไซต์ (bauxite) ซึ่งเป็นวัสดุเซรามิกที่เป็นที่รู้จักอย่างกว้างขวางเนื่องจากอะลูมินามีสมบัติทางเคมีและทางกายภาพที่โดดเด่นหลายประการ พบว่ามีการจดสิทธิบัตรฉบับแรกเกี่ยวกับการใช้งานเชิงพาณิชย์ของอะลูมินามาตั้งแต่ต้นศตวรรษที่ 20 ในช่วงแรกมีการนำอะลูมินาไปใช้งานอย่างแพร่หลาย [7] เช่น ถ้วยใส่ตัวอย่างสำหรับของเหลวที่มีฤทธิ์ในการกัดกร่อนสูง (crucible) เนื่องจากอะลูมินามีสมบัติในการทนการกัดกร่อนได้ที่อุณหภูมิสูง การนำไปใช้เป็นเครื่องมือสำหรับการตัดโลหะ เนื่องจากอะลูมินามีความแข็ง (Mohs scale) เท่ากับ 9 เพราะอะลูมินาจัดเป็นแร่ธาตุที่พบได้ในรูปของคอร์ันดัม และเป็นวัสดุที่มีความหนาแน่นสูง ดังตารางความหนาแน่นทางทฤษฎี (Theoretical density) ดังตารางที่ 2.1 อะลูมินายังมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าและมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมได้หลากหลายประเภท ด้วยเหตุดังกล่าว อะลูมินาจึงได้รับความสนใจในการนำวัสดุชนิดนี้ไปศึกษาวิจัยพัฒนาต่ออย่างต่อเนื่องตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน ปัจจุบันมีการใช้อะลูมินาในวัสดุเซรามิกสมัยใหม่มากขึ้น เช่น ผลิตภัณฑ์ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์ในอวกาศ อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะปลูกถ่าย เป็นต้น ซึ่งผลิตภัณฑ์วัสดุเซรามิกสมัยใหม่นั้นต้องอาศัยการขึ้นรูปที่หลากหลายมากขึ้นเพื่อเหมาะสมกับการใช้งาน

อะลูมินามีโครงสร้างหลายรูปแบบ โครงสร้างที่พบโดยทั่วไปคือ α -อะลูมินา หากนำไปให้อุณหภูมิ (heat treatment) อะลูมินาจะเปลี่ยนเป็นเฟสเป็นโครงสร้างรูปอื่น ๆ ซึ่งเป็นเฟสที่มีสถานะกึ่งเสถียร (metastable Al_2O_3 structure) [6] แสดงดังภาพที่ 2-1 เช่น โครงสร้างแบบ cubic (γ และ η phase), โครงสร้างแบบ hexagonal (χ phase), โครงสร้างแบบ monoclinic (θ

phase) และโครงสร้างแบบ tetragonal (δ phase) เมื่อเผาไปจนอุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียสทั้งหมดจะเปลี่ยนเฟสเป็นเฟสแอลฟา (α phase) ดังแสดงในภาพ 2-1

ตารางที่ 2-1 ความหนาแน่นทางทฤษฎีที่อุณหภูมิห้อง [8]

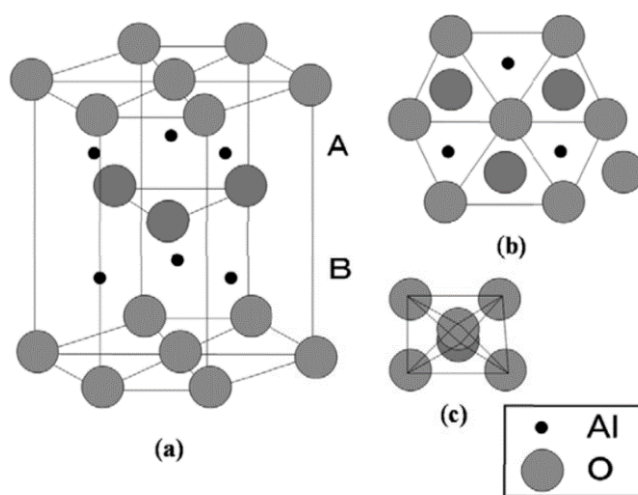
ผู้คำนวณ	ความหนาแน่นทางทฤษฎี (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)
Swanson (1960)	3.987
Jan (1960)	3.9862
Rossi and Lawrence (1970)	3.987



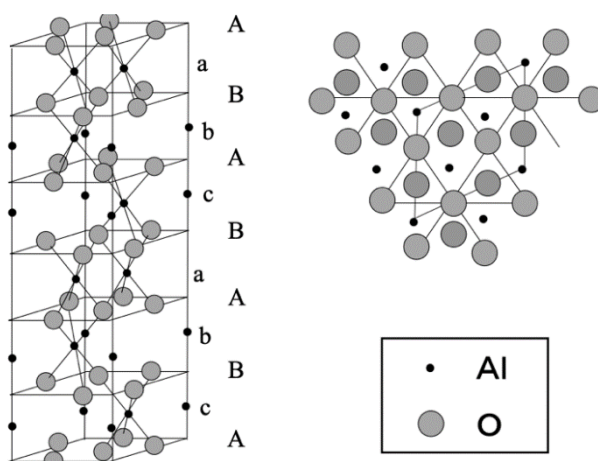
ภาพที่ 2-1 การเปลี่ยนแปลงเฟสโครงสร้างของอะลูมินาและอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์[9]

สำหรับโครงสร้างที่พบพบโดยทั่วไปคือ α -อะลูมินา (α -alumina) ลักษณะของผลึกจะมีลักษณะเป็นรูปหกเหลี่ยมด้านเท่า (hexagonal) ซึ่งเรียกโครงสร้างนี้ว่าโครงสร้างคอร์รันดัม โครงสร้างนี้จะประกอบด้วยโครงสร้างระนาบแบบอัดแน่นของออกไซด์ประจุลบขนาดใหญ่ รัศมีเท่ากับ 0.14 นาโนเมตรกับไอออนประจุบวกของอะลูมิเนียม รัศมี 0.053 นาโนเมตร เรียงซ้อนกันดังภาพที่ 2-2 ไอออนบวกของอะลูมิเนียมมีประจุ +3 และไอออนลบของออกซิเจนมีประจุ -2 ซึ่งโครงสร้างนี้สามารถมี Al³⁺ ได้เพียง 2 ไอออนสำหรับทุก ๆ O²⁻ 3 ไอออน เพื่อรักษาความเป็นกลางทางไฟฟ้า

ดังนั้นไอออนประจุบวกจะมีอยู่ 2 ใน 3 ของด้านออกตะฮีดรอล (octahedral site) ไอออนบวกของ อะลูมิเนียมทั้ง 3 ประจุ จะเรียกชื่อแทนเป็น a b และ c ลำดับการเรียงของชั้นออกซิเจนไอออนและ อะลูมิเนียมไอออน จะเรียงตัวเป็นชั้นของ A-a-B-b-A-c-B-a-A-b-B-c-A.. เป็นระนาบซ้ำ ๆ ดังภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2-2 (a) โครงสร้างคอร์ันดัมใน α -อะลูมินา (b) ภาพเมื่อมองจากด้านบนของโครงสร้างคอร์ันดัม (c) โครงสร้างออกตะฮีดรอล ของ α -อะลูมินา



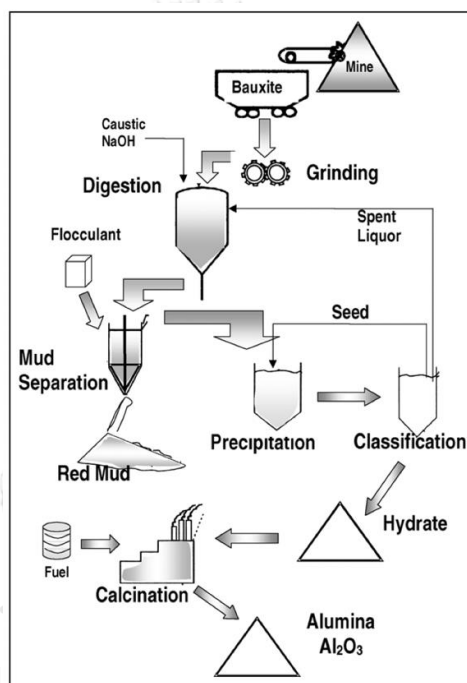
ภาพที่ 2-3 โครงสร้างของ α -อะลูมินา[10]

จากลักษณะโครงสร้างผลึกของอะลูมินา จะเห็นว่าเมื่ออะลูมินาเปลี่ยนเฟสเป็น α -อะลูมินา เป็นเฟสที่มีรูปพุน้อยที่สุดส่งผลให้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิอะลูมินาจะมีความหนาแน่นสูงและความหนาแน่น

ของชิ้นงานสูงสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการใช้งานที่ต้องการความแข็งแรงสูงและใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง [6]

กระบวนการผลิตอะลูมินา

อะลูมินาที่พบทั่วไปในธรรมชาติมักอยู่ในรูปของสารประกอบไฮดรอกไซด์ (-OH) พบมากในกลุ่มของแร่บอกไซต์ (bauxite) [12] สำหรับอะลูมินาในงานอุตสาหกรรมจะมีการสกัดอะลูมินาจากแร่บอกไซต์ด้วยกระบวนการเบเยอร์ (Bayer Process) ดังภาพที่ 2-4



ภาพที่ 2-4 แผนภาพแสดงไดอะแกรมของกระบวนการเบเยอร์ [12]

กระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่กำจัดสิ่งเจือปน สิ่งเจือปนที่พบมากที่สุดส่วนใหญ่จะเป็นสารประกอบออกไซด์เช่น SiO_2 และ TiO_2 ในปริมาณเล็กน้อย และแร่ที่พบมากที่สุดในการบอกไซต์คือ กิบบ์ไซต์ (gibbsite) และเมื่อกำจัดสิ่งเจือปนแล้วจะนำแร่บอกไซต์ไปผ่านการเผาแคลไซน์ (Calcination) เพื่อเป็นการกำจัดน้ำในโครงสร้างผลึกออกให้ได้เป็นอะลูมินา

การใช้งานอะลูมินาในอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ มีความต้องการสมบัติของอะลูมินาที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับนำไปใช้งาน งานวิจัยนี้มุ่งเน้นสมบัติอะลูมินาที่ความหนาแน่นสูง ซึ่งการผลิตอะลูมินา

ที่มีความหนาแน่นสูงนั้นยังคงต้องใช้อุณหภูมิการเผาที่สูง ปัจจัยหลักในการลดอุณหภูมิในการผลิตชิ้นงานอะลูมินาให้มีความหนาแน่นสูงคือ ลักษณะอนุภาคเริ่มต้นของวัตถุดิบอะลูมินา ถ้าอนุภาคเริ่มต้นของอะลูมินามีขนาดเล็กกว่าระดับไมโครเมตรจะส่งผลให้สามารถลดอุณหภูมิการเผาของอะลูมินาลงได้ แต่สารตั้งต้นอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาคเล็กมีต้นทุนที่ค่อนข้างสูง และกระบวนการขึ้นรูปในการเผาของอะลูมินา ปัจจุบันการเผาขึ้นรูปด้วยการใช้เฟสของเหลวเข้ามาช่วยในการเผาขึ้นรูปเป็นวิธีที่นิยมกันมาก เนื่องจากการเกิดเฟสของเหลวช่วยทำให้ชิ้นงานอะลูมินาเกิดความหนาแน่นได้อย่างรวดเร็ว และส่งผลต่อสมบัติที่ดีขึ้นของอะลูมินา งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นทำการศึกษาการเผาขึ้นรูปเฟสของเหลวของอะลูมินา

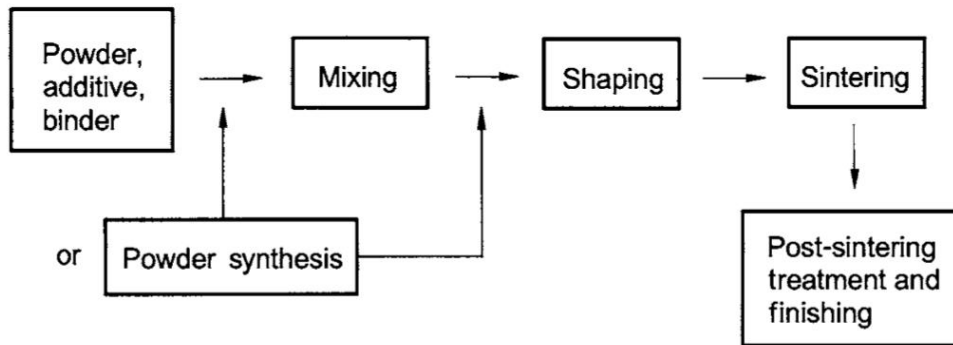
2.2 การเผาขึ้นรูปของอะลูมินา

การเผาขึ้นรูป (sintering) เป็นกระบวนการที่ใช้ในการผลิตวัสดุและควบคุมความหนาแน่นโดยให้พลังงานความร้อนแก่วัสดุเซรามิก [13] ปัจจุบันเทคนิคการเผาขึ้นรูปมีความสำคัญมากในการใช้พัฒนาสมบัติของวัสดุ ภาพที่ 2.5 แสดงให้เห็นถึงขั้นตอนและตัวแปรในการเผาขึ้นรูป ซึ่งตัวแปรหลักของการเผาขึ้นรูปเซรามิกส่วนใหญ่จะเกิดขึ้นจาก 3 ขั้นตอนต่อไปนี้

- 1) การเตรียมผงตั้งต้นของวัสดุ สามารถปรับขนาดรูปร่างของอนุภาคเริ่มต้นเพื่อให้เกิดการขึ้นรูปอัดแน่นง่ายขึ้น ยิ่งขนาดอนุภาคละเอียดมากจะส่งผลให้การเผาขึ้นรูปอะลูมินาสามารถเผาขึ้นรูปแล้วได้ความหนาแน่นได้มากขึ้น เนื่องจากการเผาขึ้นรูปเป็นผลจากการเคลื่อนที่ของอะตอมที่เพิ่มขึ้นเมื่อได้รับความร้อนและเกิดการแพร่ของอนุภาคของแข็ง (solid-state diffusion) ดังนั้นเมื่ออนุภาคมีขนาดเล็กจะทำให้การแพร่ระหว่างอนุภาคและการเชื่อมต่อกันระหว่างอนุภาคเคลื่อนที่ยึดเหนี่ยวกันได้ง่ายขึ้น

- 2) การขึ้นรูปผงอะลูมินา (shaping)

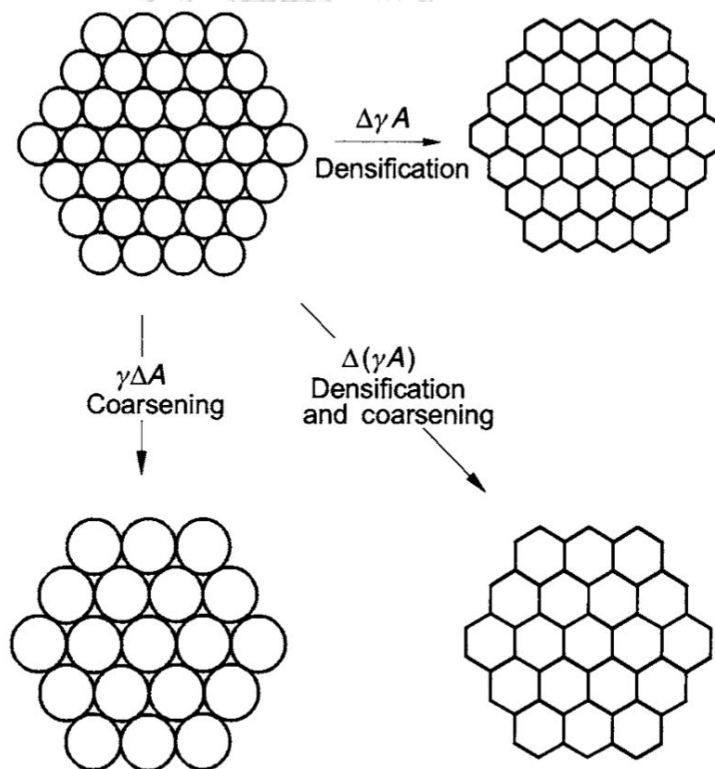
- 3) การทำให้เกิดความหนาแน่นของอนุภาคในชิ้นงาน (densification)



ภาพที่ 2-5 รูปแบบการผลิตทั่วไปของชิ้นงานที่เผาผนึก[13]

กระบวนการเผาผนึกแบ่งเป็น 2 ประเภทคือ การเผาผนึกสถานะของแข็ง (Solid state sintering) และการเผาผนึกเฟสของเหลว (Liquid phase sintering)

- การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง อนุภาคจะเชื่อมต่อกัน รอยต่อระหว่างอนุภาคจะขยายขนาดขึ้น (Coarsening) ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวส่งผลให้ช่องว่างระหว่างรอยต่อลดลงทำให้อนุภาคเกิดการเชื่อมแน่นขึ้น (Densification) ขึ้นดังภาพที่ 2.6

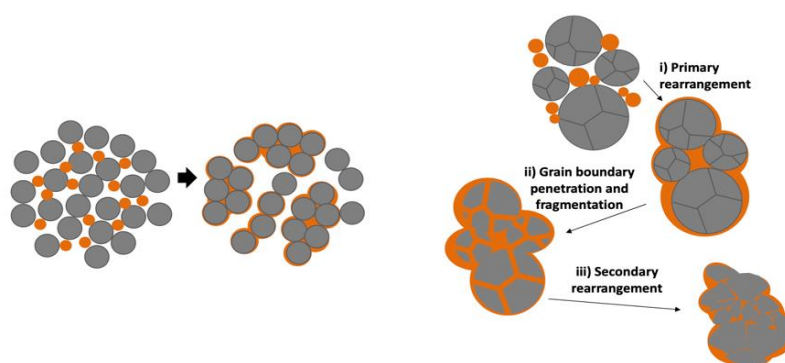


ภาพที่ 2-6 ภาพแสดงขั้นตอนในการเผาผนึกเพื่อให้เกิดความเชื่อมแน่น [13]

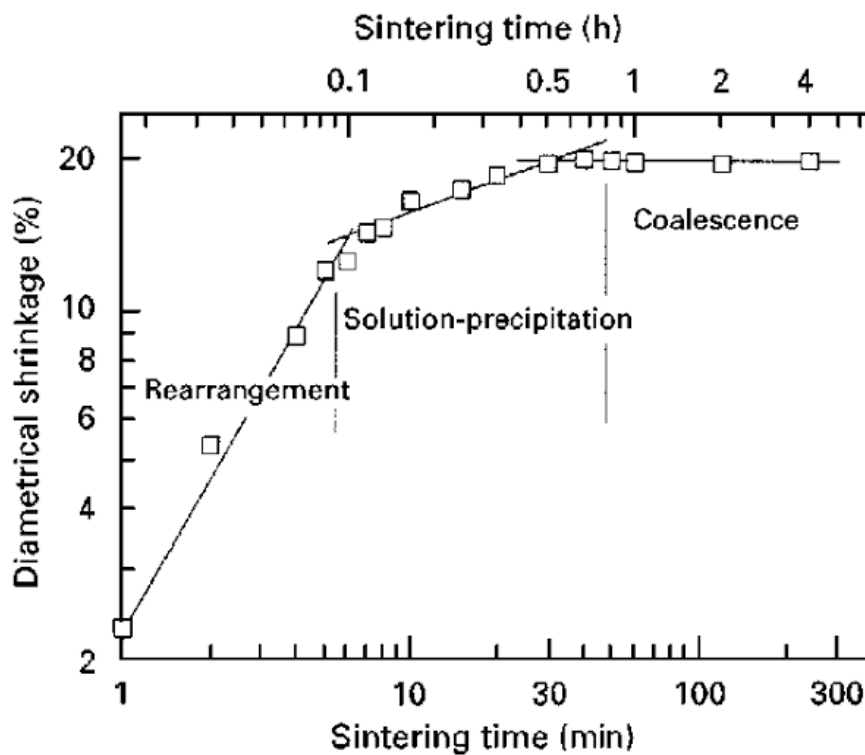
สำหรับงานวิจัยนี้จะมุ่งเน้นศึกษาการเผาผนึกเฟสของเหลว (Liquid phase sintering) [14] การเผาผนึกเมื่อมีเฟสของเหลวจะแตกต่างจากการเผาผนึกสถานะของแข็งเนื่องจากมีองค์ประกอบที่มากกว่า 1 องค์ประกอบ หรืออาจเกิดการรวมตัวเป็นของเหลวยูเทคติกได้ เนื่องจากจะมีการเติมสารตัวเติม (additives) ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าเซรามิกหลักเกิดเป็นเฟสของเหลวในระบบ และสามารถทำให้เกิดความเชื่อมแน่น [15] เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วโดยไม่จำเป็นต้องใช้การขึ้นรูปแบบที่ต้องใช้แรงดันจากภายนอก เมื่อได้ผงวัสดุได้รับความร้อน สารตัวเติมที่เกิดเป็นเฟสของเหลวจะไหลแทรกกระหว่างระหว่างขอบอนุภาค จะแตกต่างจากการเผาผนึกในสถานะของแข็งตรงที่การเพิ่มขนาดเกรน (Coarsening) และการเชื่อมแน่น (Densification) เกิดขึ้นพร้อมกัน ทำให้เกิดการโตของเกรน (grain growth) ทำให้สามารถลดอุณหภูมิในการเผาได้ เป็นวิธีที่เป็นที่นิยมนำไปศึกษาวิจัยพัฒนาต่อ แต่ข้อเสียของการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวคือการเกิดเฟสของเหลวตามขอบเกรนทำให้ลดความบริสุทธิ์ของวัสดุพื้นฐานหลัก และส่งผลต่อสมบัติเชิงกลที่อุณหภูมิต่ำ เช่น ความแข็งแรง

ขั้นตอนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้[16]

- 1) **อนุภาคจัดเรียงตัวใหม่ (Rearrangement)** เมื่อเฟสของเหลวก่อตัว จะไหลกระจายไปทั่วพื้นผิวของอนุภาคของแข็ง แรงคาปิลลารี (capillary force) ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ ดังภาพที่ 2.7 เกิดการละลายของผิวอนุภาคที่เกาะตัวกัน (agglomerate) ลงในเฟสของเหลว และเฟสของเหลวบางส่วนแทรกตัวระหว่างอนุภาคจนอนุภาคแยกตัวกัน อนุภาคที่แยกตัวออกจากกันจะเคลือบด้วยเฟสของเหลวเกิดการจัดเรียงตัวใหม่อีกครั้ง ระยะนี้จะทำให้เกิดความหนาแน่นอย่างรวดเร็วดังภาพที่ 2.8 จะเห็นว่าในระยะนี้จะมีการหดตัวเพิ่มความหนาแน่น อนุภาคจะเชื่อมต่อกันอย่างรวดเร็ว

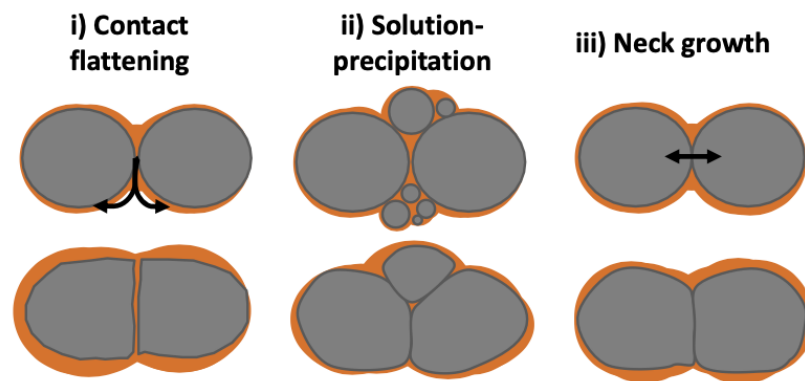


ภาพที่ 2-7 ภาพแสดงการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคเมื่อเกิดเฟสของเหลวกระจายรอบอนุภาค[16]



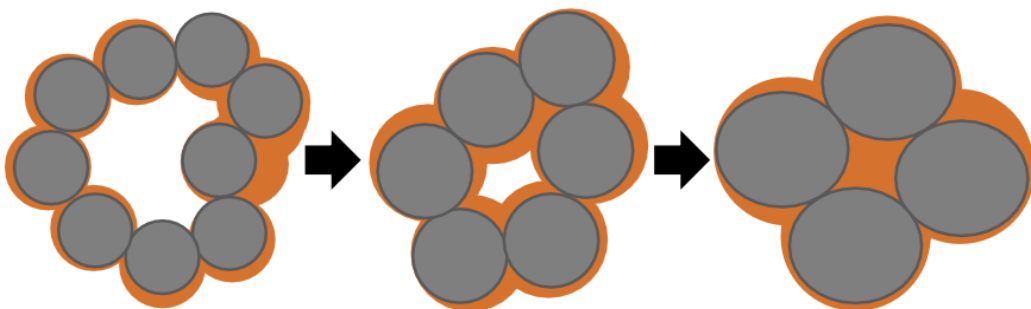
ภาพที่ 2-8 กราฟแสดงระยะการหดตัวเทียบกับช่วงเวลาในการเผาพูนที่ระยะต่างๆ

- 2) การตกตะกอนของสารละลาย (Solution-precipitation) กระบวนการนี้จะเป็นกระบวนการสำคัญ ความสามารถในการละลายของส่วนประกอบที่เป็นของแข็งในของเหลว เป็นสิ่งที่จำเป็นสำหรับการตกตะกอนของสารละลาย เกรนจะเริ่มโตเพื่อขจัดช่องว่างรูพรุน โดยในกระบวนการนี้จะแบ่งเป็นขั้นตอนย่อยอีก 3 ขั้นตอน ดังภาพที่ 2-9 คือ
 - 1) Contact flattening คือบริเวณที่มีรอยต่อระหว่างอนุภาคมีแรงดันคาปิลลารี (capillary force) สูง ทำให้อะตอมที่อยู่ห่างไกลจุดสัมผัสจะเคลื่อนที่เข้ามาในสารละลายและเกิดการตกตะกอนตามหลักการการแพร่
 - 2) Solution-precipitation เกรนที่มีขนาดเล็กกว่าจะละลายในเฟสของเหลว
 - 3) Neck Growth ขั้นตอนนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างโดยเคลื่อนที่จากศูนย์กลางอนุภาคไปยังอนุภาคขนาดใหญ่ เป็นการแพร่กระจายของสถานะของแข็ง เกิดการโตของคอคอด (neck growth)



ภาพที่ 2-9 ภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการตกตะกอนของสารละลาย[16]

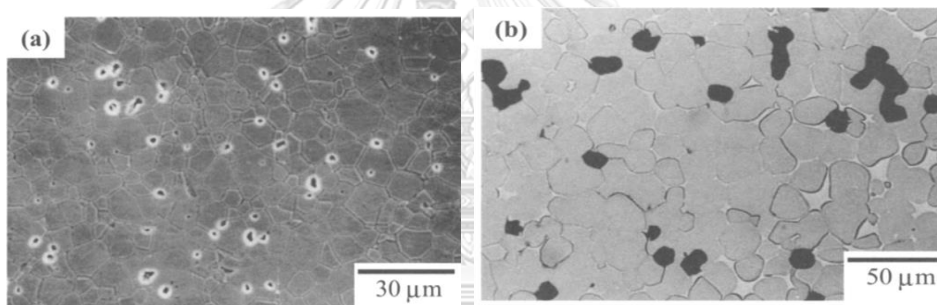
- 3) การเพิ่มความหนาแน่น (Final-state sintering by Ostwald ripening) ขนาดเกรนเริ่มโตขึ้นเฟสของเหลวเข้าไปเติมช่องว่างรูพรุนระหว่างอนุภาคเป็นการกำจัดรูพรุนและความเค้นตกค้างได้ดียิ่งขึ้น อนุภาคขนาดเล็กกลืนและหายไปจากระบบ ขอบเกรนเชื่อมติดกันดังภาพที่ 2-10



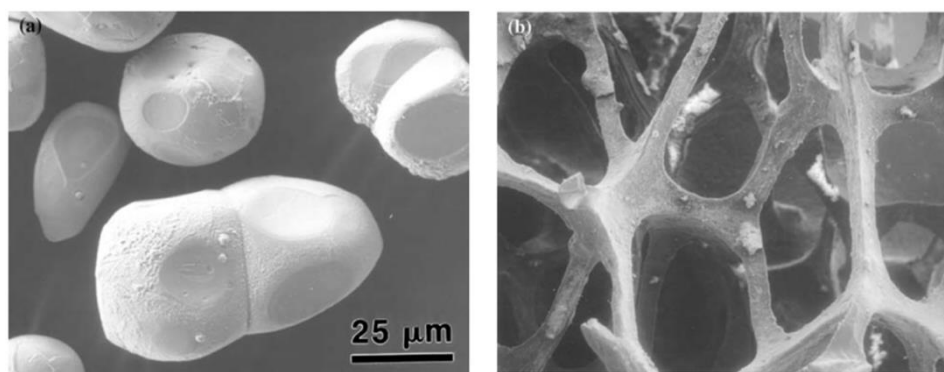
ภาพที่ 2-10 การโตของเกรนในการเพิ่มความหนาแน่นขั้นสุดท้าย[16]

โดยทั่วไปเมื่อเปรียบเทียบการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งและการเผาผนึกเฟสของเหลว [18] พบว่าการเผาผนึกเฟสของเหลว ช่วยให้ควบคุมโครงสร้างจุลภาคได้ง่ายและลดต้นทุนในกระบวนการผลิตได้ แต่จะส่งผลให้สมบัติเชิงกลบางอย่างลดลง องค์ประกอบและปริมาณเฟสของเหลวมีความสำคัญมากในการควบคุมโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของการเผาผนึก จากภาพที่

2-11 และ ภาพที่ 2-12 จะเห็นว่าทั้งสองกรณีการเผาผนึกดำเนินไปจนถึงขั้นตอนสุดท้ายคือการแยกรูพรุนออก พบว่าการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวสามารถกำจัดรูพรุนได้รวดเร็วกว่า ปัญหาที่พบและนำมาศึกษาในงานวิจัยนี้ของการเผาผนึกเฟสของเหลวคืออนุภาคมีการกระจายตัวในเฟสของเหลวไม่สม่ำเสมอ [19] ซึ่งต้องอาศัยเทคนิคในการผสม เช่น การบดผสมแบบเปียกด้วยหม้อบด ซึ่งต้องใช้ระยะเวลาในการผสมนาน อีกทั้งยังต้องมีการกำจัดน้ำหรือสารละลายออกก่อนด้วย ซึ่งอาจทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอในการระเหยแห้งซึ่งทำให้ชิ้นงานมีสมบัติไม่ดี งานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะทดลองใช้สารตัวเติมที่เป็นของเหลวหรือสารละลายของเหลว เพื่อให้ผสมได้ง่าย โดยเฉพาะสารละลายในกลุ่มฟอสเฟต เช่น โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต แคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิกโมโนไฮเดรต และ โซเดียมไตรฟอสเฟต ซึ่งจะหลอมตัวเป็นเฟสของเหลวช่วยเผาผนึกที่อุณหภูมิเผาต่ำลง



ภาพที่ 2-11 โครงสร้างจุลภาค (a) การเผาผนึกสถานะของแข็ง (Al_2O_3) และ (b) การเผาผนึกเฟสของเหลว (98W-1Ni-1Fe (wt%)) [18]

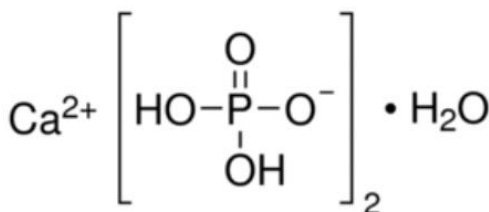


ภาพที่ 2-12 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคขององค์ประกอบของ LPS (a) เกรนของแข็งที่เริ่มละลายในของเหลว และ (b) การเชื่อมต่อระหว่างของเหลวหลังจากการละลายของของแข็ง[17]

2.3 สารประกอบกลุ่มฟอสเฟต

2.3.1 แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต (Calcium phosphate monobasic monohydrate, CMPP)

น้ำหนักโมเลกุล 252.07 กรัมต่อโมล เริ่มมีการสูญเสียน้ำในผลึกเริ่มต้นที่ 109 องศาเซลเซียส แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตละลายน้ำด้วยการตกตะกอนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ฟอสเฟตและเกิดการก่อตัวเป็นสารละลายที่ละลายน้ำได้ดีที่มีปริมาณ P_2O_5 เพิ่มขึ้น และในขั้นตอน post treatment ที่อุณหภูมิ 200-220 องศาเซลเซียส ผลึกจะเคลือบเป็นผลึกแก้วที่มีความเสถียรกับน้ำ ลักษณะเป็นผงสีขาวจนถึงสีขาว [20] มีองค์ประกอบทางเคมีประกอบด้วยโลหะหมู่แอลคาไลเอิร์ทและอนุกรมกลุ่มฟอสเฟต เป็นสารประกอบที่สังเคราะห์ได้ง่ายจากตกผลึกจากสารละลายในน้ำเมื่อกรดฟอสฟอริกมากเกินไป [21] และราคาไม่สูงมากนัก นิยมใช้ประโยชน์ทำเป็นบัพเฟอร์ สารเพิ่มความแข็งแรง ใช้ในการชะลอการตกตะกอนของยิปซัม รวมถึงใช้ทำเป็นปุ๋ยได้

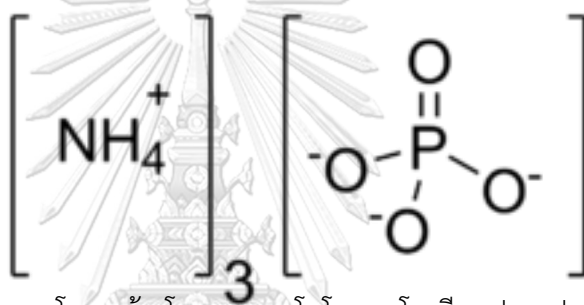
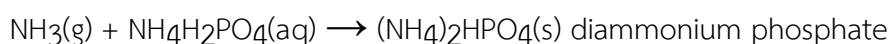


ภาพที่ 2-13 ภาพสูตรโครงสร้าง แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต

2.3.2 โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (monoammonium phosphate, MAP)

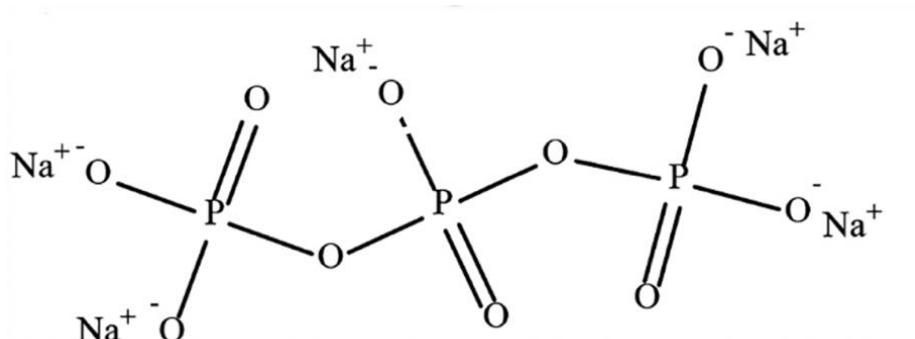
มีสูตรทางเคมีคือ $(NH_4)(H_2PO_4)$ น้ำหนักโมเลกุล 115.025 กรัมต่อโมล โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตสามารถละลายน้ำได้ 370 กรัม/ลิตร (ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส) [22] จุดหลอมเหลว 190 องศาเซลเซียส เมื่อเกิดการสลายตัว (decomposition) จะเกิดเป็นแก๊สแอมโมเนีย (NH_3) และกรดฟอสฟอริกหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 125 องศาเซลเซียส สายละลายของโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตมีสมบัติเป็นกรดโดยมีค่า pH อยู่ที่ 4.7 ที่ความเข้มข้น 1% และ 4.2 ที่ความเข้มข้น 5% นิยมนำมาใช้เป็นแหล่งฟอสเฟตในการผลิตปุ๋ย [23]

แอมโมเนียมฟอสเฟตเกิดจากปฏิกิริยาทำให้เป็นกลาง (neutralization) ระหว่างแอมโมเนีย และกรดฟอสฟอริก ซึ่งก่อให้เกิดเกลือ monobasic , dibasic หรือ tribasic ขึ้นกับอัตราส่วน โมลของไนโตรเจนจากแอมโมเนียและกรดฟอสฟอริก ถ้าอัตราส่วนโมลของไนโตรเจนจากแอมโมเนีย และกรดฟอสฟอริกเท่ากับ 1 จะเกิดเป็น โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตขึ้น จากสมการดังนี้



ภาพที่ 2-14 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต[24]

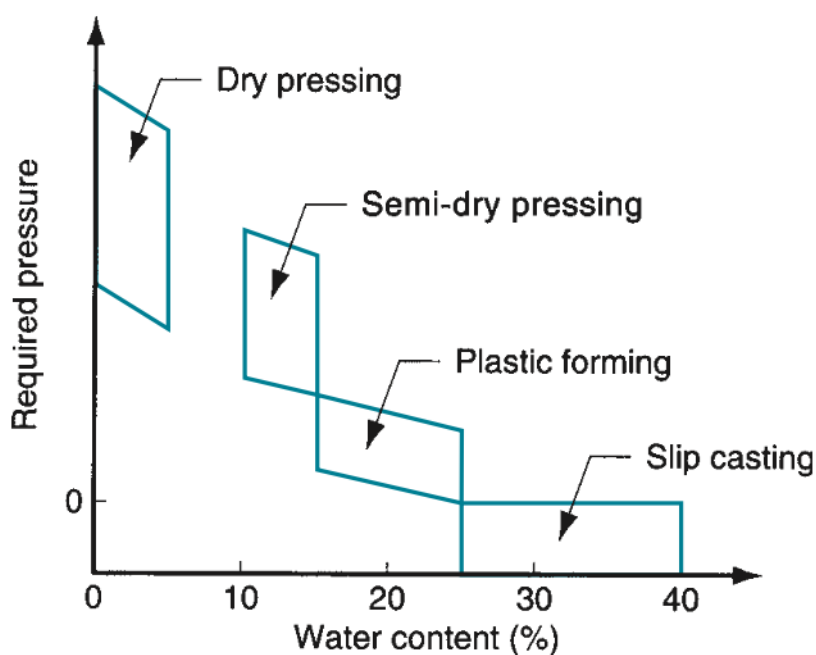
2.3.3 โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต (sodium tripolyphosphate, STPP) มีสูตรทางเคมีคือ $(\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10})$ ลักษณะเป็นผงสีขาว น้ำหนักโมเลกุล 367.864 กรัมต่อโมล จุดหลอมเหลว 622 องศาเซลเซียส ความสามารถในการละลายน้ำ 14.5 กรัมต่อมิลลิลิตร มีการใช้งานอย่างแพร่หลายในการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ซักฟอก การบำบัดน้ำ อุตสาหกรรมสี เซรามิก ทำให้ดินเกิดการแขวนตะกอน



ภาพที่ 2-15 ภาพสูตรโครงสร้างโมเลกุลของ โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต [25]

2.4 กระบวนการผลิตชิ้นงานอะลูมินา

งานวิจัยนี้แบ่งการขึ้นรูปชิ้นงานอะลูมินาเป็น 2 กระบวนการ คือ การอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial Pressing) และ การขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด (Extrusion) ซึ่งแต่ละกระบวนการจะมีสัดส่วนของของอะลูมินาและน้ำที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับกระบวนการขึ้นรูปของชิ้นงาน เช่น การหล่อแบบ (Slip casting) ซึ่งเป็นกระบวนการต้องการความชื้นสูงเพื่อความสะดวกต่อการไหลตัวของรูปร่างที่ซับซ้อน ส่วนผสมนั้นจะเป็นลักษณะสารละลายที่มีน้ำอยู่ร้อยละ 25-40 [27] หากขึ้นรูปแบบผงอัดแห้งสำหรับการขึ้นรูปโดยการอัดด้วยแรงดันผงอนุภาคจะมีลักษณะแห้งมีน้ำในผงวัตถุดิบไม่เกินร้อยละ 5 ดังแสดงในภาพที่ 2-16 ได้อธิบายการจัดหมวดหมู่ปริมาณความชื้นในการเตรียมวัตถุดิบสำหรับการขึ้นรูป



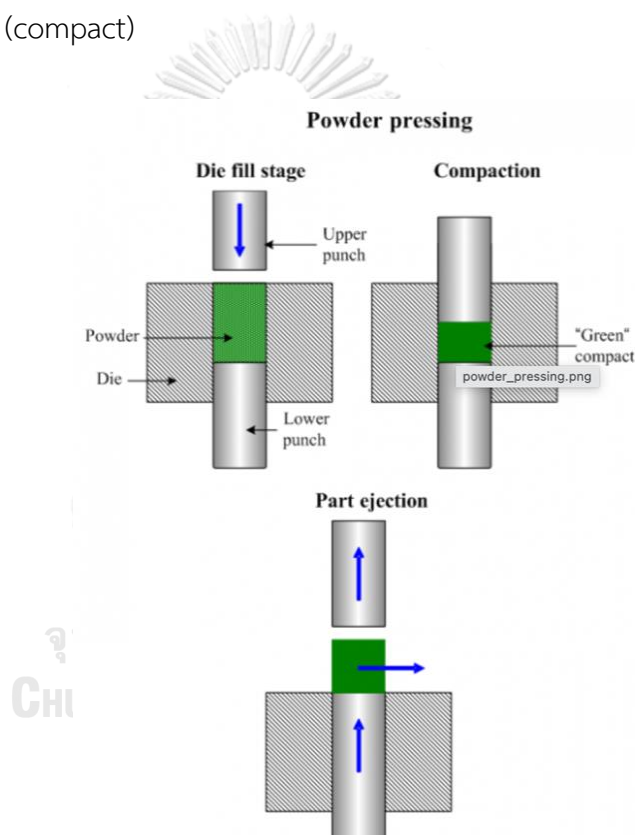
ภาพที่ 2-16 หมวดหมู่ของการขึ้นรูปเซรามิกเมื่อเทียบปริมาณน้ำและแรงดันที่ใช้ในการขึ้นรูป [26]

2.4.1 การขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial pressing)

ในขั้นต้นเพื่อศึกษาผลของสารประกอบฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำการอัดผงแห้งด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกแบบทิศทางเดียว ในกระบวนการนี้การเตรียมวัตถุดิบสำหรับขึ้น

รูปจะใช้อัตตองแห่งโดยความขึ้นของผงอนุภาคจะไม่เกินร้อยละ 5 โดยมีขั้นตอนกระบวนการอัดผงแห่งแบบทิศทางเดียวดังนี้แสดงดังภาพ 2.17

- 1) Die fill state ควบคุมปริมาณผงแห่งที่เติมเข้าไปในแม่พิมพ์ตามที่ต้องการ
Compaction กดเครื่องลงและกดผงตามค่าที่ต้องการ จากงานวิจัยนี้ทำการขึ้นรูปในช่วงของ 5-50 MPa ได้เป็นชิ้นงานดิบลักษณะแน่น (Green compact)
- 2) Part ejection เลื่อนเครื่องขึ้นและทำการถอดแม่พิมพ์ออก จะได้ชิ้นงานที่ผงเชื่อมแน่นกันก่อนเผาผนึก (compact)



ภาพที่ 2-17 ขั้นตอนกระบวนการอัดผงแห่งแบบทิศทางเดียว [28]

ข้อควรระวังในการอัดผงเซรามิกคือถ้าความขึ้นสูงเกินไปจะส่งผลให้ผงติดหน้าแม่พิมพ์ ส่งผลให้นำชิ้นงานที่ต้องการไม่เรียบ หากความขึ้นไม่เพียงพอชิ้นงานจะมีลักษณะแตกร่วนได้ง่าย และการกระจายตัวของอนุภาคที่เหมาะสมจะส่งผลต่อความแข็งแรงสมบัติของวัสดุ

2.4.2 การขึ้นรูปชิ้นงานแบบเนื้อดินปั้นสำหรับการขึ้นรูปแบบการอัดรีด (extrusion)

การอัดรีดในวัสดุเซรามิก (extrusion) นิยมใช้เพื่อผลิตชิ้นงานที่มีหน้าตัดสม่ำเสมอ สามารถตัดความยาวได้ตามต้องการ สำหรับการขึ้นรูปให้มีลักษณะเนื้อดินปั้นนั้นควรมีความชื้นอยู่ในช่วงร้อยละ 25-40 เป็นการขึ้นรูปที่ต้องอาศัยความเหนียว (plastic forming) โดยการเติมสารละลายตัวเชื่อมประสาน (binder) เพื่อให้ผงเซรามิกเกิดความเหนียวในลักษณะเนื้อดินปั้น ซึ่งจะกล่าวถึงในหัวข้อสารละลายตัวเชื่อมประสานถัดไป กระบวนการนี้มีการผลิตอย่างแพร่หลายสำหรับผลิตภัณฑ์ที่มีหน้าตัดเท่ากันและต้องการผลิตเป็นจำนวนมาก เช่น อิฐกลวง กระเบื้องที่มีรูปทรง ท่อระบายน้ำ ท่อเซรามิก งานก่อสร้าง เป็นต้น

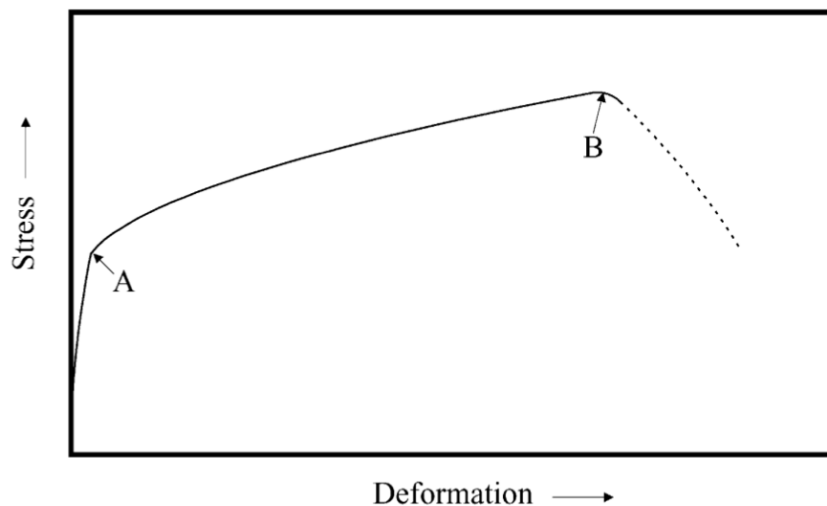
ปัจจัยที่ส่งผลต่อการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดคือ 1) พฤติกรรมความเป็นพลาสติก (plasticity) ของเนื้อดินปั้นที่อัดรีดได้ ตัวเชื่อมประสานภายในและน้ำจะทำหน้าที่เป็นตัวหล่อลื่น ทำให้อนุภาคสามารถเคลื่อนที่เข้าหากันได้ง่ายขึ้น แต่หากปริมาณตัวเชื่อมประสานหรือน้ำมากเกินไปจะทำให้วัสดุบิดขาดความสามารถในการทรงรูปร่างได้ 2) ปัจจัยจากกระบวนการเครื่องมือ เช่น รูปทรงของแม่พิมพ์ ประเภทเครื่องรีด คุณภาพของสูญญากาศ

อะลูมินาเป็นวัสดุทิศทางเซรามิกที่เป็นที่รู้จักกันว่ามีความเป็นพลาสติกต่ำมาก ดังนั้นการนำไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดจึงขึ้นอยู่กับพลาสติกไซเซอร์ เช่น polyethylene glycol (PEG), methylcellulose ซึ่งอาจใช้เป็นพลาสติกไซเซอร์ หรือ สารหล่อลื่น นอกจากนี้ยังมีปัจจัยอีกหลายประการในการเตรียมเนื้อดินปั้น[29] ดังนี้

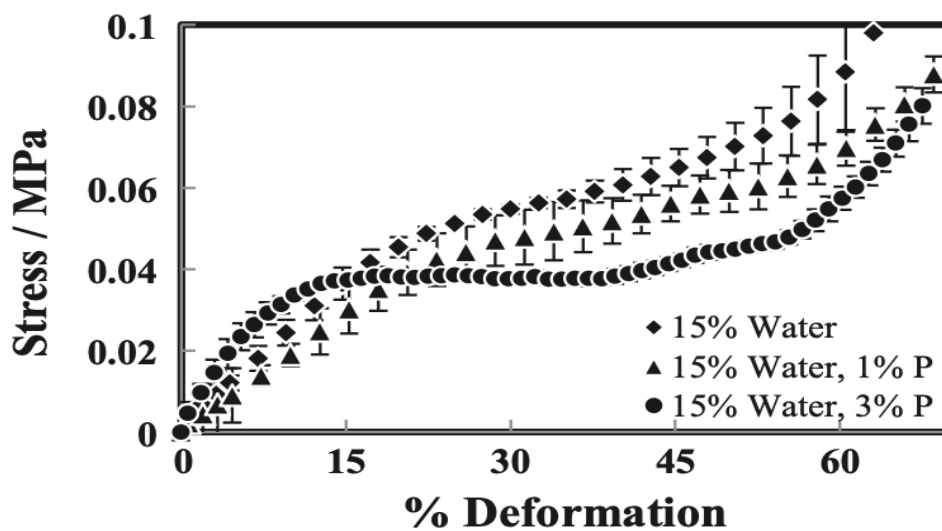
- 1) ปริมาณน้ำ
- 2) สัดส่วนของปริมาตร, รูปร่างและขนาดการกระจายตัวของอนุภาควัสดุ
- 3) องค์ประกอบทางเคมีหรือลักษณะของแร่
- 4) พื้นที่ผิวของอนุภาค
- 5) ชนิดของแรงระหว่างอนุภาค
- 6) ปริมาณสารอินทรีย์วัตถุที่เจือปน (organic matter)

พฤติกรรมความเป็นพลาสติกของเนื้อดินปั้นสามารถคาดการณ์ได้จากกราฟ stress-deformation compression แสดงดังภาพที่ 2.15 วัสดุจะมีความยืดหยุ่นจนบริเวณที่จุด A (yield

point) เหนือจุดนี้ไป ความเค้นจะเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องจนทำให้เกิดการเสียรูปความเป็นพลาสติกที่จุด B (maximum deformation) เหนือจุดนี้ วัสดุจะมีความเค้นที่ผิดปกติเพิ่มมากขึ้น (abnormal stress) แทนที่จะน้อยลง ซึ่งโดยทั่วไปเกี่ยวข้องกับขยายพื้นที่สัมผัสกับเนื้อดินปั้นที่เกิดจากแรงอัด



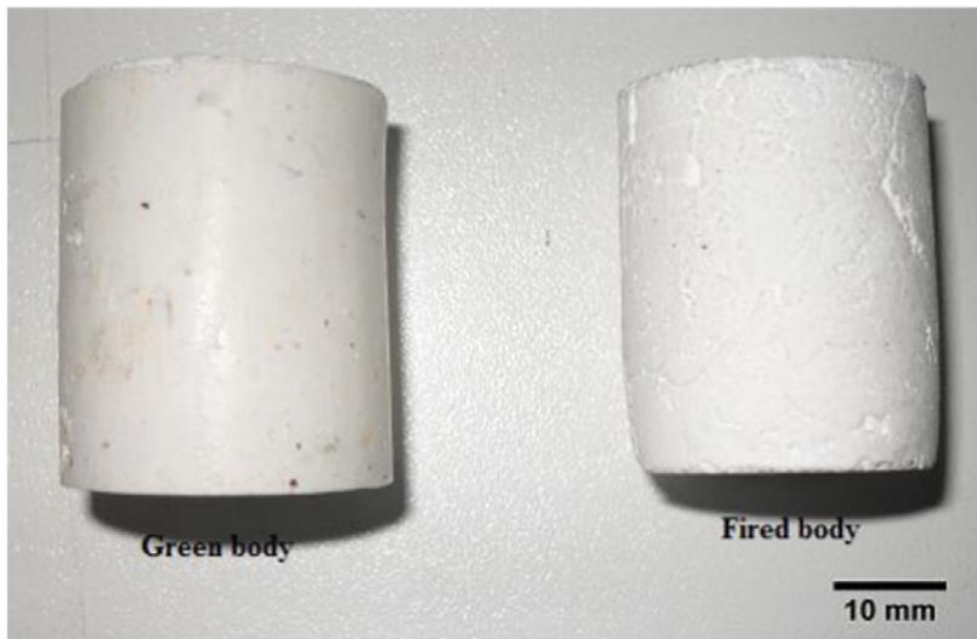
ภาพที่ 2-18 กราฟแสดง stress-deformation ของเซรามิกเนื้อดินปั้น



ภาพที่ 2-19 กราฟแสดง stress-deformation ของ อะลูมินาตามสัดส่วนการเติม plasticizer[30]

Vitorino และ คณะได้ทำการศึกษาความเป็นพลาสติกของอะลูมินาเมื่อเติมความชื้นและตัวเชื่อมประสานในอัตราส่วนต่าง ๆ จากกราฟจะเห็นว่าเมื่อมีปริมาณความชื้นสูงกว่าร้อยละ 17 เนื้อดินปั้นจะมีลักษณะไม่พบการเปลี่ยนแปลงรูปร่างตามน้ำหนักแล้ว แต่ทางกลับกันที่ความชื้นต่ำกว่าร้อยละ 13 ปริมาณความชื้นไม่เพียงพอต่อการทำให้อนุภาคเกิดการเคลื่อนที่หรือไหลตัวง่าย ทำ

ให้เกิดรอยแตกร้าวของเนื้อดินเหนียวจุดคราก (yield point) ดังนั้นจากงานวิจัยนี้ความชื้นที่เหมาะสมสำหรับอะลูมินาคือร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก



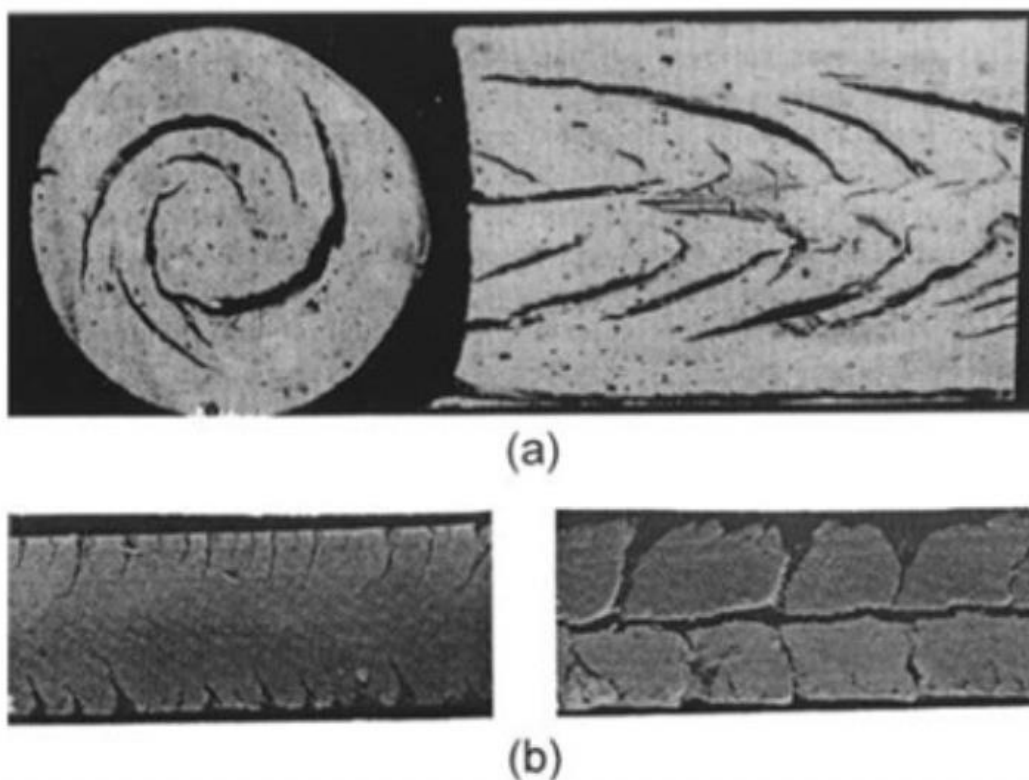
ภาพที่ 2-20 ภาพแสดงลักษณะชิ้นงานอะลูมินาที่ได้จากการอัดรีดก่อนและหลังเผา[30]

2.4.2.1 ตำหนิที่มักเกิดขึ้นกับการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด

ข้อบกพร่อง (defect) ที่มักพบในกรณีการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด [31] มีดังนี้

- 1) **รอยแตกที่ผิวชิ้นงาน (Tearing)** การฉีกขาดของชิ้นงานเกิดจากขณะที่ชิ้นงานเคลื่อนที่ผ่านแม่พิมพ์ที่ได้รับการออกแบบไม่ดีหรือเนื้อดินปั้นมีความเป็นพลาสติก (plasticity) ไม่เพียงพอ ทำให้เมื่อเกิดการเสียดสีกับแม่พิมพ์ ชิ้นงานจะเกิดการฉีกขาดได้
- 2) **การแยกตัวกับสารละลายของเหลว (Segregation)** ตำหนินี้สามารถแก้ปัญหาได้โดยการใช้สารละลายยัดเกาะที่มีความหนืดสูง เนื่องจากการแยกชั้นอาจเกิดจากขั้นตอนในการผสมไม่ดี ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างสารละลายยัดเกาะกับวัตถุดิบ ทำให้ชิ้นงานบิดเบี้ยวได้ หรือการแยกชั้นอีกรูปแบบหนึ่งจะเกิดจากการเคลื่อนที่ของวัตถุดิบจากส่วนต้นไปส่วนท้ายภายในเครื่องอัดรีดแบบลูกสูบ หากการออกแบบแม่พิมพ์ช่วงขอบมุมและทางช่องว่างไม่ดี ทำให้เกิดความแตกต่างของสารละลายหรือน้ำที่กำลังไหลออกมาได้

- 3) รอยแยกชั้นของชั้นงาน (Lamination) เกิดจากการผสมเนื้อไม่สม่ำเสมอ จึงทำให้เกิดรอยแยกของชั้นงานได้ แสดงดังภาพ 2-21



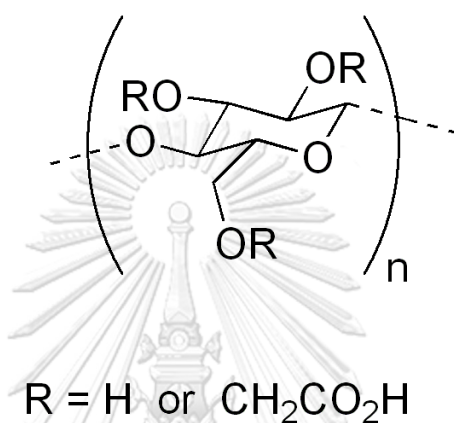
ภาพที่ 2-21 ภาพแสดงชนิดตำหนิของชั้นงาน (a) laminate crack (b) edge tearing[31]

2.5 สารละลายเชื่อมประสาน

ในอุตสาหกรรมเซรามิกนิยมใช้สารเชื่อมประสาน ในเชื่อมผงอนุภาคเซรามิกเข้าด้วยกันด้วยกระบวนการแปรรูปทางเซรามิก โดยส่วนใหญ่สารเชื่อมประสานที่ใช้โดยทั่วไปในกระบวนการเซรามิกนิยมทำจากพอลิเมอร์อินทรีย์ (organic polymer) [32] ซึ่งจะให้ความแข็งแรงกับวัสดุเซรามิกโดยเชื่อมประสานทางกายภาพหรือเคมี บางกรณีอาจใช้สารเชื่อมประสานเพียงชนิดหรืออาจใช้หลายชนิดขึ้นอยู่กับกระบวนการขึ้นรูปหรือการใช้งานทางเซรามิกในการวิจัยนี้จะใช้สารละลายเชื่อมประสานหลายชนิด ประกอบด้วย คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส, พอลิเอทิลีนไกลคอล, น้ำมันกลีเซอริน และสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

2.5.1 คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxy methyl cellulose, CMC)

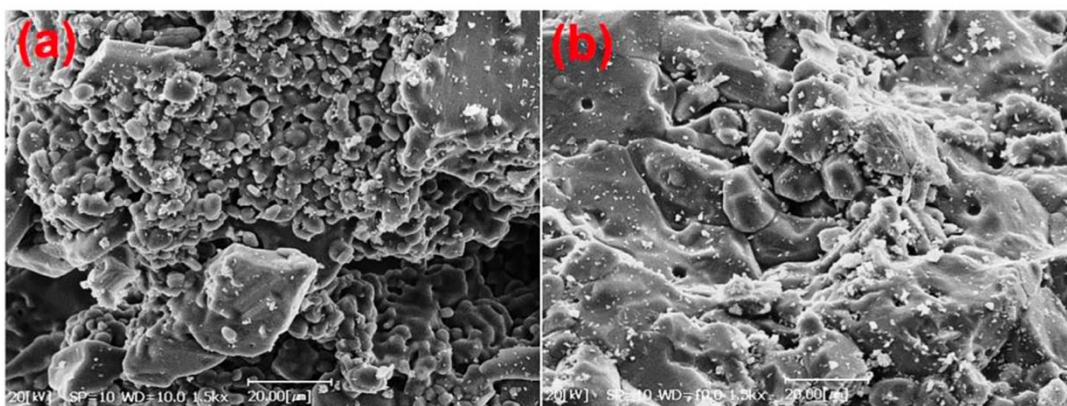
เป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลส [33] ที่มีหมู่คาร์บอกซีเมทิล (carboxymethyl group) สายโซ่ของ CMC ที่อยู่กันจะเกิดการผลักกันเนื่องจากโมเลกุลของสารละลายทำให้สามารถก่อตัวเป็นสารละลายคอลลอยด์ที่มีความหนืดสูง ดังแสดงในภาพ 2-22 [34] CMC มักใช้เป็นสารเชื่อมประสานในการผลิตอาหาร ยา สิ่งทอ วัสดุก่อสร้าง



ภาพที่ 2-22 ภาพสูตรโครงสร้างของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

2.5.2 พอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol, PEG)

เป็นสารที่นิยมใช้เป็นสารเชื่อมประสานมากที่สุดจากในบรรดาสารเชื่อมประสานในอุตสาหกรรมเซรามิก เนื่องจากพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นสารพอลิเมอร์ที่สามารถละลายน้ำได้และละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้หลายชนิดเช่น แอลกอฮอล์ เบนซีน และอีเทอร์ ในการขึ้นรูปอนุภาคเซรามิกและสารเชื่อมประสาน อุณหภูมิที่ใช้ควรมากกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ของสารเชื่อมประสาน เพื่อให้กระบวนการผลิตเซรามิกมีประสิทธิภาพดี ซึ่งอุณหภูมิ T_g ของ PEG แบบแห้ง อยู่ที่ -60 องศาเซลเซียส [32] Masoud H. และ คณะทำการศึกษาเกี่ยวโครงสร้างทางจุลภาคของการเติมสารเชื่อมประสาน PEG ในกระบวนการเผาผนึกอะลูมินาได้มีการไล่สารเชื่อมประสาน (debinding) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำอะลูมินาไปเผาผนึกในการทดลองมีช่วงการเติมสารเชื่อมประสานอยู่ที่ร้อยละ 1-5 โดยน้ำหนัก ซึ่งการทดลองนี้พบว่า PEG ส่งผลให้ชิ้นงานอะลูมินามีความหนาแน่นต่ำลงหากมีปริมาณ PEG มาก และพบว่าหากสารเชื่อมประสานมีอุณหภูมิ T_g ต่ำ มีผลต่อสมบัติความแข็งแรงอะลูมินามากกว่า



ภาพที่ 2-23 ลักษณะทางจุลภาคของอะลูมินาที่มีการเติม PEG 2 wt% ที่ (a) 1600 องศาเซลเซียส และ (b) 1750 องศาเซลเซียส [32]

2.5.3 น้ำมันกลีเซอริน (Glycerin oil)

กลีเซอรินมีสมบัติหลายประการที่ทำให้สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกต่าง ๆ ได้ อย่างหลากหลาย หนึ่งในสมบัติเหล่านี้คือความชื้น หรือเป็นสารหล่อลื่น (Lubricant) และด้วยเหตุนี้เติมปริมาณเล็กน้อยเมื่อเติมลงในส่วนผสมและองค์ประกอบเซรามิกต่าง ๆ จึงสามารถคงปริมาณน้ำในอัตราส่วนผสมให้คงที่อยู่ได้ ไม่เปลี่ยนแปลงสมบัติบางอย่างของวัสดุในการขึ้นรูป อีกสมบัติที่ดีสำหรับอุตสาหกรรมเซรามิกคือ ในระหว่างกระบวนการเผาโดยจะไม่ทิ้งคาร์บอนหรือวัสดุคาร์บอนหลงเหลือในเซรามิก นอกจากนี้ยังเป็นตัวทำลายและสารแขวนลอยที่มีความโดดเด่นและมีสมบัติและการไหลตัวที่ดีจึงนิยมนำไปใช้ในการตกแต่งเซรามิกต่าง ๆ [35]

2.5.4 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA)

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่ละลายน้ำได้ และนิยมนำมาใช้เป็นสารเชื่อมประสานในอุตสาหกรรมเซรามิก เมื่อให้ความร้อนจะเผาไหม้จนหมด มีความแข็งแรงต่อการกดสูงและอุณหภูมิ T_g อยู่ที่ 70 องศาเซลเซียส [36]

2.6 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ผลิตภัณฑ์จากอะลูมินาที่ต้องการความหนาแน่นสูงมีการใช้งานกันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เช่นทางการแพทย์ วัสดุเซรามิกทางวิศวกรรม บางวัสดุมีรูปร่างซับซ้อนแต่มีความหนาแน่นสูง เช่น ข้อต่อเทียม ข้อต่อสะโพก มีการใช้อะลูมินาในการฉีดเข้าไปเพื่อให้ได้รูปร่างที่ต้องการ [37] จะได้วัสดุที่มี

ความทนทานต่อการกัดกร่อนสูง และแข็งแรง และดูดซึมน้ำต่ำ ดังนั้นการใช้สารตัวเติมที่เกิดเป็นเฟสของเหลวในขณะเผาผนึกจะช่วยให้อนุภาคเกิดการจัดเรียงตัวและเชื่อมกันแน่นที่อุณหภูมิต่ำ วัสดุที่มีความหนาแน่นสูง การดูดซึมน้ำต่ำ เป็นเทคนิคที่เป็นที่นิยม และมีการตีพิมพ์เผยแพร่ไว้อย่างแพร่หลาย Latella และ คณะ [19] ศึกษาการเตรียมอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ประกอบด้วยอะลูมินา และ MgO ร้อยละ 0.03 โดยน้ำหนัก) และอะลูมินาที่มีสารตัวเติม (Liquid-phase-sintered (LPS) alumina) (ประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 84 โดยน้ำหนัก ดินขาวเกาหลีร้อยละ 9 โดยน้ำหนัก ทัลค์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ แคลไซต์ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก) สำหรับการใช้ในสภาวะที่ทนต่อการกัดกร่อน โดยขนาดอนุภาคอะลูมินาเริ่มต้นมีขนาด 0.5 μm โดยการเตรียมอะลูมินาด้วยการบดด้วยเครื่อง attrition milled เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ขึ้นรูปชิ้นงานด้วยการอัดแห้งที่ความดัน 200 เมกะพาสคัล เป็นเม็ดกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร หนา 3-7 มิลลิเมตร และอัดแห้งที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล เป็นเม็ดกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร สำหรับอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูงเผาในช่วง อุณหภูมิ 1000-1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.25-6 ชั่วโมง และ LPS alumina เผาในช่วงอุณหภูมิ 1200- 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.25-12 ชั่วโมง พบว่าการเติมสารตัวเติมจะทำให้เกิดเฟสแก้วบริเวณขอบเกรน สามารถเตรียมอะลูมินาที่มีราคาถูกลงได้ แต่อาจส่งผลกระทบต่อสมบัติบางประการ ในการศึกษาสามารถเตรียม LPS alumina ที่มีความหนาแน่นสูง (97.5% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี (3.56 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) โดยค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของ LPS alumina มีค่า 3.65 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) และขนาดเกรนเล็กได้โดยใช้วัตถุดิบที่ราคาถูกลง

ตารางที่ 2-2 ตารางเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของอะลูมินาที่เผาผนึกด้วยวิธี LPS [19]

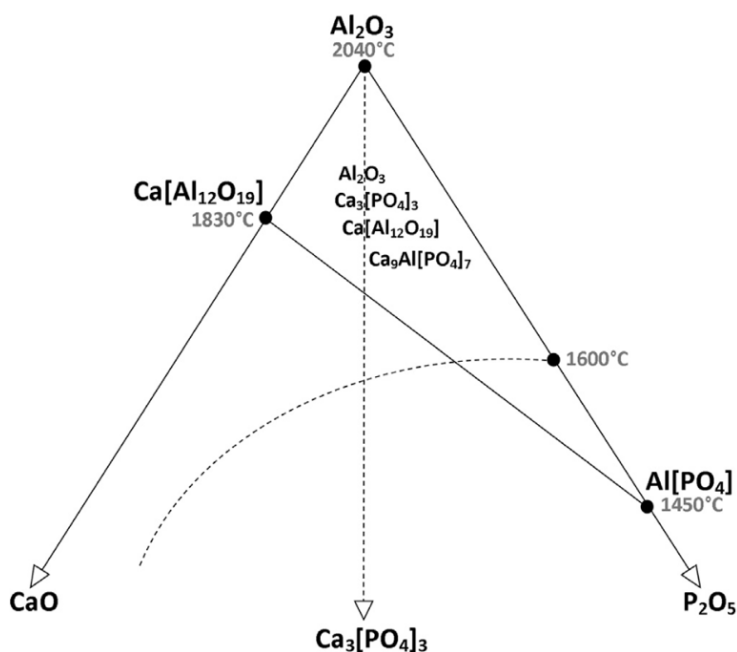
	LPS Alumina					Al ₂ O ₃	AD85	AD997
	1250 °C, 4 h	1300 °C, 0.25 h	1300 °C, 1 h	1300 °C, 4 h	1400 °C 4 h	1500 °C 3 h		
Grain size (μm)	≈ 1	≈ 1	≈ 2	3	4	2	6.2(6)	2
Density (% th)*	3.002(3) (82.2%)	3.20(1) (87.7%)	3.40(1) (93.2%)	3.503(3) (95.9%)	3.561(3) (97.5%)	3.91(1) (98.1%)	3.42(2)	3.90(2) (97.8%)
Hardness (GPa)	5.29(5)	7.5(1)	9.8(1)	10.81(8)	11.15(5)	16.7(5)	9.1(1)	16.1(2)
Toughness (MPa m ^{1/2})	–	2.5(2)	3.0(2)	2.62(5)	2.4(1)	2.9(2)	3.6(2)	4.3
Strength (MPa)	280(20)	310(57)	412(22)	453(43)	454(23)	594(50)	–	–
E(GPa)	110(15)	127(15)	184(15)	232(15)	268(15)	344(15)	240	372
G(GPa)	49(3)	53(3)	76(3)	96(3)	108(3)	145(3)	98	151
K(GPa)	50(13)	69(13)	108(13)	134(13)	167(13)	183(13)	144	227
v	0.14(2)	0.19(2)	0.21(2)	0.21(2)	0.23(2)	0.19(2)	0.22	0.22

Ehsan และคณะ [38] ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดของ $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ เพื่อให้ได้ความหนาแน่นสูง การเติมสารตัวเติมที่จุดเดือดจุดหลอมเหลวต่ำบางชนิด เช่น การเติมยูเทคติกเฟสเมื่อระบบยูเทคติกสูงขึ้นทำให้จุดหลอมเหลวในระบบลดลง สามารถสร้างชั้นเฟสของเหลวระหว่างเกรนทำให้สามารถเผาและเชื่อมอนุภาคเซรามิกที่อุณหภูมิต่ำกว่าได้ เฟสของเหลวจะเคลื่อนตัวระหว่างอนุภาคเซรามิกเกิดการจัดเรียงใหม่ของอนุภาคช่วยเพิ่มความหนาแน่นให้กับของเหลวและสามารถกำจัดรูพรุนของเซรามิกได้ งานวิจัยนี้ใช้วิธีการผสมด้วยหม้อบดเพื่อเพิ่มความสม่ำเสมอในการผสม และมีการเติมแคลเซียมสเตียเรตเข้าไปเป็นสารหล่อลื่นเพื่อลดแรงเสียดทานขณะอัดขึ้นรูป แล้วอัดตัวอย่างเป็นเม็ดกลม งานวิจัยนี้ได้มีการวิเคราะห์ผลในรูปแบบของสถิติ พบว่าอุณหภูมิเผาที่ทำให้ได้สมบัติที่ดีที่สุดคือ 1533 องศาเซลเซียส ได้ชิ้นงานความหนาแน่น 3.61 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร อีกทั้งยังพบว่า การลดขนาดของยูเทคติกเฟสและการกระจายตัวในเฟสของเหลวที่ความสม่ำเสมอช่วยลดปริมาณสารเติมแต่งลงและได้ชิ้นงานที่มีความแข็งที่อุณหภูมิต่ำ

ดังนั้นการใช้สารตัวเติมที่เป็นผงไม่ละลายน้ำ หากต้องการให้การผสมตัวเติมเข้ากันดีสม่ำเสมอจำเป็นต้องใช้เทคนิคการบด ผสมใช้น้ำหรือสารละลายเป็นตัวกลาง แล้วจำเป็นต้องมีการอัดกรองหรืออบแห้งเพื่อกำจัดของเหลวส่วนเกินออกไป ซึ่งจะทำให้มีค่าใช้จ่ายต้นทุนในการผลิตที่สูงขึ้นได้ จึงมีแนวคิดที่จะศึกษาหาสารตัวเติมที่ละลายน้ำได้ เพื่อที่จะผสมให้เข้ากันดีสม่ำเสมอได้ง่าย พบว่าสารประกอบฟอสเฟต เช่น กรดฟอสฟอริก สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟต สารประกอบอะลูมินาของฟอสเฟต บางตัวก็ละลายน้ำได้ดี

จากการศึกษาสมมูลเฟสไดอะแกรมพบว่าฟอสฟอริกออกไซด์มีจุดหลอมเหลวที่ต่ำเพียง 580 องศาเซลเซียส สามารถเกิดเฟสที่มีจุดหลอมเหลวต่ำได้ร่วมกับอะลูมินา คือ AlP_3O_9 และเกิดเป็นเฟสอะลูมิเนียมฟอสเฟต AlPO_4 ที่มีจุดหลอมตัวสูงมากได้ โดยในระหว่างที่มีการหลอมตัวจะช่วยให้การเผาผนึกของอะลูมินาเกิดขึ้นได้ดี มีความหนาแน่นสูง [39] ซึ่งเฟสอะลูมิเนียมฟอสเฟตนั้นอาจเรียกอีกชื่อว่า เบอร์ลิไนต์ (berlinite) มีโครงสร้างผลึกเป็น orthophosphate [40] เกิดจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างกรดฟอสฟอริกและอะลูมินา เกิดเป็นเฟสของแข็งที่เกิดจากพันธะโคเวเลนต์ระหว่าง PO_4 และ AlPO_4 tetrahedra ลักษณะโครงสร้างมีความคล้ายกันกับโครงร่างผลึกของซิลิกา [5] ดังนั้นอะลูมิเนียมซัลเฟตจึงมีสมบัติทางเคมีและกายภาพคล้ายกันมาก แต่อะลูมิเนียมซัลเฟตสามารถก่อตัว

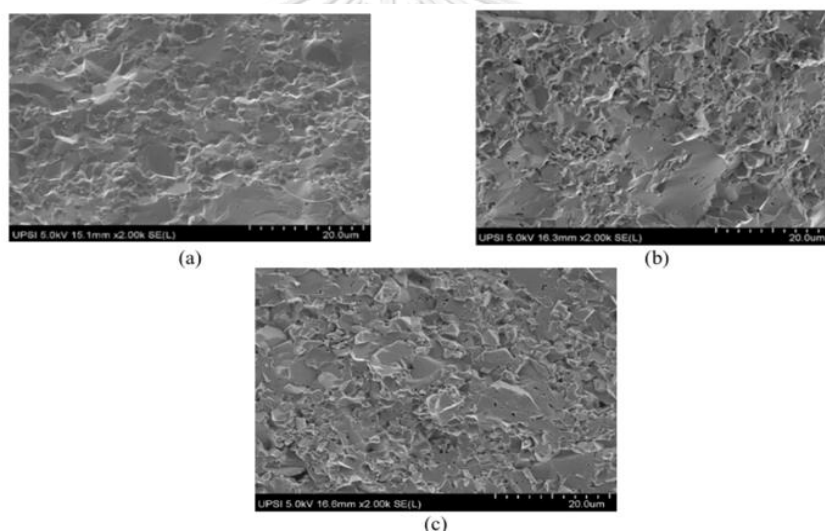
ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าซึ่งอาจทำให้มีความเค้นภายในน้อยกว่าเหมาะแก่การนำไปใช้เป็นวัสดุทนไฟที่อุณหภูมิสูง ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ลดต้นทุนการผลิตได้



ภาพที่ 2-24 ภาพองค์ประกอบทางเคมีของ CaO-Al₂O₃-P₂O₅[39]

Jaafar และ คณะ [36] ทำการทดลองตัวเชื่อมประสาน ในงานนี้ได้ทำการศึกษาผลกระทบขององค์ประกอบของสารเชื่อมประสาน (binder) ต่อสมบัติทางกล ความหนาแน่น การหดตัวของชิ้นงาน และโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาที่อุณหภูมิเผาผนึกสูง เตรียมโดยการผสมอะลูมินากับพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักกับสารเชื่อมประสานพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 1 ถึง 3 โดยน้ำหนัก พบว่าสารเชื่อมประสาน PVA มีบทบาทสำคัญในการเผาผนึกอะลูมินา ความหนาแน่นสัมพัทธ์และความต้านทานแรงดึงเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ PVA เพิ่มขึ้นสำหรับแต่ละอุณหภูมิการเผาผนึก แต่การหดตัวของชิ้นงานไม่ได้รับผลกระทบจากองค์ประกอบของสารเชื่อมประสานมากนัก สรุปได้ว่าตัวอย่างอะลูมินาที่มีการเติมสารเชื่อมประสาน PVA ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักและ PEG ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เผาที่ 1600 องศาเซลเซียส แสดงค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (129 MPa)

สารเชื่อมประสานมักถูกเติมเข้าไปในกระบวนการผลิตเซรามิกเพื่อปรับปรุงหรือเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงานก่อนนำไปเผา โดยทั่วไปเป็นวัสดุ PVA และ PEG เป็นสารช่วยยึดเกาะเชื่อมระหว่างอนุภาคในระหว่างการขึ้นรูปอะลูมินามีการใช้สารเชื่อมประสานในกระบวนการผลิตหลายอย่าง เช่น การฉีดขึ้นรูปผง เครื่องอัดแบบแห้ง เครื่องพิมพ์ 3 มิติ เป็นที่ทราบกันดีว่า PVA และ PEG เป็นสารยึดประสานที่ใช้กันทั่วไปในการเตรียมอะลูมินา PVA เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่ละลายน้ำได้และเกิดการเดือดจนหมดในระหว่างการให้ความร้อน สารเชื่อมประสานนี้มีความแข็งแรงในการกดค้อนข้างสูงและอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะเป็นของกึ่งแข็งกึ่งเหลว (T_g) อยู่ที่ประมาณ 70 องศาเซลเซียส ในขณะที่ PEG มีค่าอุณหภูมิ T_g ค่อนข้างต่ำ (-15 องศาเซลเซียส) เป็นสารที่ช่วยให้วัสดุมีความเป็นพลาสติกสูง



ภาพที่ 2-25 ภาพโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

[36]

Luz และ คณะ [41] ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับโมโนอะลูมิเนียมฟอสเฟต $[Al(H_2PO_4)_3]$ หรือ MAP ซึ่งเป็นกลุ่มสารเชื่อมประสานที่มีการใช้งานกันอย่างมากที่สุดในวัสดุทนไฟ เนื่องจากมีความสามารถในการละลายน้ำและมีแรงยึดเหนี่ยวสูง งานวิจัยนี้ชี้ให้เห็นถึงความสำคัญของการเกิด $Al(OH)_3$ และการรวมกันกับวัสดุหล่ออะลูมินา พบว่าการเกิดสารประกอบฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบส่งผลต่อขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงเฟสและสมบัติของวัสดุทนไฟขณะแห้งและที่อุณหภูมิสูง จากการทดลองสรุปได้ว่าสารละลายโมโนอะลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นทางเลือกในการผลิตวัสดุอะลูมินาทนไฟ ช่วยให้สมบัติเชิงกลทางความร้อนและเย็นดีขึ้นเมื่อเทียบกับวัสดุทนไฟฟอสเฟตทางการค้า และการสลายตัวของ

MAP และการตกตะกอนของ $AlPO_4 \cdot H_2O$ โดยส่วนมากเป็นโครงสร้างแบบอสมมาตรส่งผลให้วัสดุเกิดความแข็งแรงมากขึ้น อย่างไรก็ตามเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของกรดฟอสฟอริกและโมโนอะลูมิเนียมฟอสเฟตกับวัสดุทนไฟเร็วขึ้นทำได้โดยการเติมสารกลุ่ม setting agents เช่น แมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และอะลูมินา ส่งผลให้เกิดผลึกฟอสเฟตที่ทำให้เพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุทนไฟมากขึ้น [42]



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาผลของการเติมสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาของอะลูมินาเป็นการใช้สารประกอบกลุ่มฟอสเฟตเป็นตัวช่วยในการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลว โดยเน้นศึกษาในกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตในกลุ่มที่สามารถละลายน้ำได้เพื่อง่ายต่อการนำไปผสมในการขึ้นรูปอะลูมินาแบบเนื้อดินปั้นด้วยกระบวนการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด (โดยแบ่งการขึ้นรูปเพื่อศึกษาผลของสารตัวเติมต่อสมบัติของอะลูมินา เป็น 2 ส่วน คือ การขึ้นรูปแบบผงด้วยวิธีการอัดแบบทิศทางเดียว เพื่อศึกษาอัตราส่วนของชนิดของสารประกอบฟอสเฟตที่เหมาะสมเพื่อนำไปขึ้นรูปโดยการเตรียมเนื้อดินปั้น และการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด โดยเลือกสารประกอบฟอสเฟตที่เหมาะสมมาเติมสารละลายตัวเชื่อมประสานเพื่อทำการเตรียมเป็นเนื้อดินปั้นอะลูมินา

3.1 สารเคมีและวัตถุดิบในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้การทดลอง

ตารางที่ 3-1 รายละเอียดชื่อและที่มาของวัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมี	ชื่อทางการค้า	รายละเอียดคุณภาพ	แหล่งที่มา
อะลูมินา	Alteo P122SB	- 2.5 ไมครอน - อะลูมินาบริสุทธิ์สูง 99.85% - ความหนาแน่นเมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1670 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง คือ 3.20 g/cm ³	Alteo Co., Ltd., France
แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิก โมโนไฮเดรต	SIGMA-ALDRICH 21053 Calcium phosphate monobasic monohydrate, purum p.a., ≥85% (KT)	- สูตรเคมี Ca(H ₂ PO ₄) ₂ · H ₂ O - มวลโมเลกุล เท่ากับ 252.07 กรัมต่อโมล	SIGMA-ALDRICH, Co., 3050 Sqrce Street, St. Louis, MO 63103 USA 314-771-5765

โมโนแอมโมเนียม ฟอสเฟต (Monoammonium Phosphate)	เวสโก้	- ไนโตรเจน (N) 12% - ฟอสฟอรัส (P ₂ O ₅) 60% - โฟแทสเซียมที่ละลายน้ำ (0%)	บริษัท เวสโก้ เคมี ประเทศไทย จำกัด
โซเดียมไตรพอลิ ฟอสเฟต (Sodium tripolyphosphate)	CHUNCHENG	- สูตรโมเลกุล Na ₅ P ₃ O ₁₀ - ลักษณะผงสีขาว - Industrial Grade	CHUNCHENG SILVER MEDAL, Yunnan China
แมกนีเซียม คาร์บอเนต	Ajax Finechem Pty Ltd	- ลักษณะผงสีขาว - สูตรโมเลกุล MgCO ₃	Australia
คาร์บอกซีเมทิล เซลลูโลส (CMC)	Krungthepchemi	- C ₈ H ₁₅ N ₃ O ₈ - ผงสีขาวหรือครีม - ละลายน้ำได้ง่าย	Krungthepchemi Co., Ltd., Thailand
พอลิไวนิล แอลกอฮอล์(PVA)	Wako Pure Chemicals	- น้ำหนักโมเลกุล 400- 600	Wako Pure Chemicals Co., Ltd., Japan
พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG)	Wako Pure Chemicals	- น้ำหนักโมเลกุล 1500	Wako Pure Chemicals Co., Ltd., Japan
น้ำมันกลีเซอริน	Ajax Finechem	- ความหนาแน่น 1.2570 g/mL	Ajax Finechem Pty Ltd, Australia

3.1.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.2.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) ปีกเกอร์สำหรับการผสมสารละลาย
- 2) ซ้อนตักสาร
- 3) ถาดสแตนเลสสำหรับใส่ชิ้นงาน
- 4) ถ้วยสำหรับการผสม
- 5) ผ้าซามัวร์
- 6) เวอร์เนียคาลิเปอร์แบบดิจิตอล (Vernier caliper)
- 7) ตะแกรงสำหรับร่อนสาร ขนาด 100 เมช

- 8) ไม้พายสำหรับกวนผสมเนื้อดินปั้น
- 9) ที่คืบสำหรับคืบชิ้นงาน
- 10) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอลไฟฟ้า ทศนิยม 2 ตำแหน่ง Satorius รุ่น ED3202S
- 11) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอลไฟฟ้า สำหรับการทดสอบอาร์คิมิดีส (Archimedes test equipment) 3 ตำแหน่ง ALFA MIRAGE รุ่น MDS-300
- 12) เครื่อง Magnetic stirrer
- 13) เครื่อง Castable Vacuum System เครื่องหมายการค้า Buehler

3.1.2.2 เครื่องมือสำหรับการขึ้นรูปชิ้นงาน

- 1) เครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว รุ่น NT-100H เครื่องหมายการค้า NPA
- 2) ตู้อบไฟฟ้า อุณหภูมิสูงสุด 300 องศาเซลเซียส รุ่น UN75 เครื่องหมายการค้า Memmert
- 3) เตาเผาไฟฟ้า อุณหภูมิสูงสุด 1700 องศาเซลเซียส Vecstar XF1 Chamber furnace+Shimax MAC3D controller
- 4) เครื่อง Rotary evaporater เครื่องหมายการค้า Heidolph รุ่น Laborota 4000 efficient
- 5) เครื่องอัดรีดแบบไฮดรอลิก บริษัท เพชรเกษมจักรกลซีรามิก จำกัด
- 6) เครื่องปั่นผสมแบบใบพัด เครื่องหมายการค้า Moulinex Opiblend
- 7) เครื่องปั่นผสมสารเชื่อมประสาน (ใบพัด)

3.2 เครื่องมืออุปกรณ์และการวิเคราะห์ผลสารประกอบฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาผนึกอะลูมินา

3.2.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (Phase composition)

การวิเคราะห์ศึกษาองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานหลังจากการเติมสารตัวเติมกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตด้วยวิธีขึ้นรูปแบบลักษณะเม็ดกลม (disc) เพื่อศึกษาเฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นหลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิควิเคราะห์เลี้ยวเบนจากรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) จากเครื่องผลิตโดยบริษัท Bruker รุ่น D8 Advanced สำหรับงานวิจัยนี้ใช้ Cu-K α radiation ในช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ 5-80 องศา เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ใช้หลักการการตกกระทบของรังสีเอกซ์ที่กระทบกับระนาบของหน้าผลึกของสารตัวอย่าง เกิดการกระเจิงและเลี้ยวเบน โดยมีเครื่องมือวัดทำการวัดค่าความเข้มรังสีที่กระเจิงออกมา ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีลักษณะระหว่างระนาบอะตอมที่แตกต่างกัน มีรูปแบบเฉพาะตัว จึงทำให้สามารถระบุได้ว่าชิ้นงานหรือวัสดุนั้นเป็นสารชนิดใด ซึ่งมุมที่วัดได้จากการเลี้ยวเบน (diffraction angle) [43]



ภาพที่ 3-1 เครื่อง X-ray diffractometer (XRD)

3.2.2 การวิเคราะห์ผลโครงสร้างจุลภาค (Microstructure)

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเพื่อวิเคราะห์ดูพื้นผิวชิ้นงานและศึกษาการเชื่อมกันระหว่างอนุภาคหลังเกิดการเผาผนึกในแต่ละอุณหภูมิและการเปลี่ยนแปลงลักษณะการเชื่อมกันของอนุภาค

เมื่อทำการเติมสารตัวเติมสารประกอบฟอสเฟตในอัตราส่วนต่าง ๆ การศึกษาเพื่อดูอนุภาคที่เชื่อมกันทำได้โดยการเตรียมชิ้นงานด้วยการนำชิ้นงานไปขัดเรียบด้วยกระดาษทรายซิลิคอนคาร์ไบด์ขัดเพื่อให้ผิวชิ้นงานเรียบด้วยกระดาษขัดเบอร์ 400 800 และ 800 จากนั้นตามด้วยผงเพชรขนาด 3 และ 1 ไมครอน เมื่อขัดชิ้นงานจนเรียบแล้วนำไปแช่ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นนำชิ้นงานไปวิเคราะห์เพื่อพิจารณาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) เครื่องหมายการค้า JEOL รุ่น JSM-6480LV เตรียมตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์มาติดบนเทปคาร์บอนหลังจากนั้นทำการเคลือบทอง แล้วทำวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM



ภาพที่ 3-2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

3.2.3 การทดสอบการดูดซึมน้ำ (Water absorption)

การทดสอบการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกแล้วสามารถวิเคราะห์ได้โดยการใช้เทคนิคการแทนที่น้ำด้วยชุดทดสอบอาร์คิมิดีส (Archimedes test) โดยขั้นตอนการทดสอบดังนี้

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกแล้วมาชั่งด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้า 3 ตำแหน่ง สำหรับวัดความหนาแน่น จดบันทึกค่าเป็นน้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (W_1) หน่วย กรัม (g)
- 2) นำชิ้นงานไปใส่ใน เครื่อง Castable Vacuum system ทำการปรับให้อยู่ในสถานะสุญญากาศ เข็มชี้ไปที่ -100 kPa ทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
- 3) นำน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ใน Chamber เทใส่ชิ้นงาน หลังจากทิ้งไว้ในระบบสุญญากาศเป็นเวลา 10 นาที

- 4) ปิดระบบสุญญากาศ แซ่ชิ้นงานไว้เป็นเวลา 15 นาที
- 5) นำชิ้นงานขึ้นมาซับหมาดด้วยผ้าซามัวร์ชุ่มน้ำ แล้วจึงนำไปชั่งด้วยเครื่องชั่งในอากาศด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้า 3 ตำแหน่งดังภาพที่ 3-3 บันทึกค่าเป็นน้ำหนักในอากาศ (W_2) หน่วย (g) แทนค่าที่บันทึก ตามสมการที่ 3.1 ดังนี้

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ (\%WA)} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100 \quad (3.1)$$

W_1 = น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (กรัม)

W_2 = น้ำหนักของชิ้นงานที่ซับน้ำที่ผิวออก (กรัม)



(ก)



(ข)

ภาพที่ 3-3 เครื่องมืออุปกรณ์ในการวัดค่าความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำ (ก) เครื่องทำระบบสุญญากาศและ (ข) เครื่องชั่งน้ำหนักชุดทดสอบความหนาแน่น

3.2.4 ความหนาแน่น (Bulk Density)

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานสามารถวิเคราะห์ทดสอบได้โดยการใช้หลักการแทนที่น้ำเพื่อหาความหนาแน่นโดยใช้เครื่องมือชุดทดสอบ Archimedes ทำการทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบหาค่าการดูดซึมน้ำในหัวข้อ 3.2.3 แต่ทำการบันทึกค่าน้ำหนักชิ้นงานเมื่อแขวนชั่งในน้ำเพิ่มเติม จดบันทึกเป็นค่าน้ำหนักแขวนในน้ำ (W_3) จากนั้นคำนวณค่าจากสมการ ที่ 3.2

$$\text{ความหนาแน่น (g/cm}^3\text{)} = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \times 100 \quad (3.2)$$

3.2.5 การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังเผา (Linear shrinkage)

นำชิ้นงานที่เตรียมด้วยวิธีการอัดเม็ดเป็นลักษณะเม็ดกลม (disc) และชิ้นงานที่ขึ้นรูปเป็นลักษณะแท่งกลม (rod) วัดเส้นผ่านศูนย์กลางด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ก่อนนำไปเผาผนึก บันทึกค่าเป็น d_1 ในหน่วยมิลลิเมตร และเปรียบเทียบกับค่าเส้นผ่านศูนย์กลางหลังการนำไปเผาผนึก บันทึกค่าเป็น d_2 ในหน่วยมิลลิเมตร จากนั้นนำค่าที่ได้ทำการคำนวณค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานหลังเผาดังสมการที่ 3.3

$$\text{ร้อยละการหดตัวของชิ้นงาน} = \frac{d_1 - d_2}{d_1} \times 100 \quad (3.3)$$

3.2.6 การวิเคราะห์ความแข็งแรงการตัดโค้งของชิ้นงาน (Flexural strength)

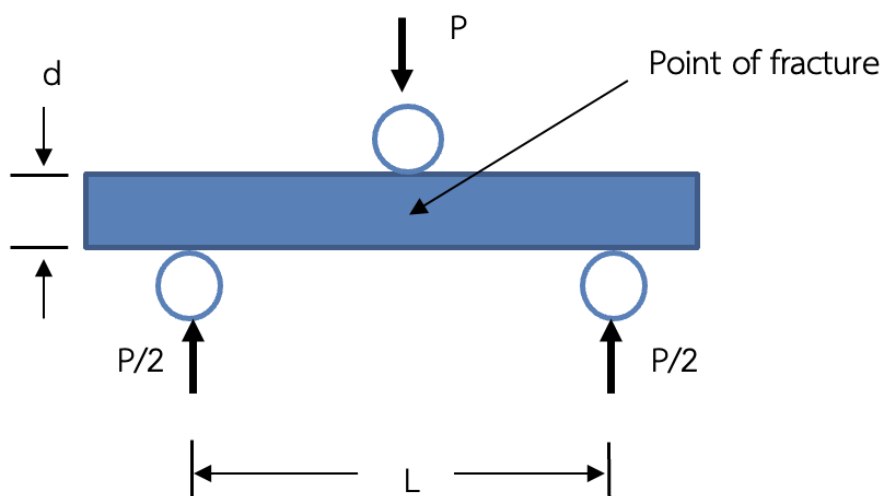
การวิเคราะห์ความแข็งแรงต่อแรงดัดโค้งนิยมใช้ในการทดสอบสมบัติหลังเผาของวัสดุเซรามิก งานวิจัยนี้ใช้การตรวจสอบโดยเครื่องทดสอบความแข็งแรงแบบ Three-point bending Strength โดยจะรายงานผลเป็นค่าโมดูลัสของการแตกหัก (Modulus of Rupture หรือ MOR) ทำการทดสอบกับชิ้นงานเนื้อดินปั้นอะลูมินาที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดเป็นลักษณะแท่งกระบอกตัน (rod) หาค่าแรงกดที่ทำให้แท่งที่ทำกรทดสอบหักและจดบันทึกค่า P ที่แสดงในมอร์นิเตอร์ สำหรับกรณีนี้แท่งทดสอบเป็นลักษณะทรงกลมกระบอกสามารถคำนวณได้จากสูตร ดังสมการที่ 3.4 ดังนี้

$$\text{Modulus of Rupture (MPa)} = \frac{8PL}{\pi d^3} \times 0.098 \quad (3.4)$$

P = Force / Load หน่วยเป็นกิโลกรัม

L = ระยะทอดข้าม หน่วยเป็น เซนติเมตร

d = เส้นผ่านศูนย์กลางชิ้นงาน หน่วยเป็น เซนติเมตร



ภาพที่ 3-4 แผนภาพแสดงการทดสอบความแข็งแรง

3.2.7 การวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในเนื้อของวัตถุดิบ (Loss on Ignition, L.O.I)

เป็นขั้นตอนการวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในวัตถุดิบ เพื่อตรวจสอบปริมาณน้ำและสารอินทรีย์ภายในสารประกอบฟอสเฟตและผงอะลูมินา โดยมีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งถ้วยใส่สาร (crucible) ด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (A)
- 2) ใส่ตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ชั่งน้ำหนัก (B)
- 3) เผาสารที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นชั่งน้ำหนัก (C)

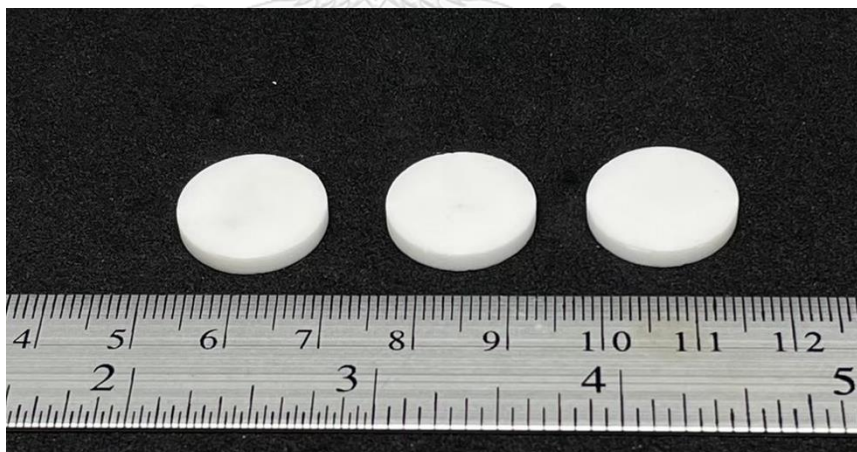
$$\% \text{ L.O.I} = \frac{(B-A)-(C-A)}{B-A} \times 100 \quad (3.5)$$

3.2.8 การเตรียมชิ้นงานลักษณะเม็ดกลม (disc) เพื่อวิเคราะห์ผลของการเติมสารประกอบฟอสเฟตที่มีผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาของอะลูมินา

- 1) เตรียมผงอะลูมินาขนาดอนุภาคเฉลี่ย 2.5 ไมโครเมตร (Alteo , P122SB)
- 2) เตรียมส่วนของสารตัวเติมสารประกอบฟอสเฟตโดยกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่ต้องการศึกษาวิจัยประกอบด้วย แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิก โมโนไฮดรต โมโนแอมโมเนียม

ฟอสเฟต และ โซเดียมไตรฟอสเฟต ซึ่งเป็นกลุ่มฟอสเฟตที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี นำสารประกอบฟอสเฟตตามอัตราส่วนร้อยละ 1 5 10 จนถึง 15 โดยน้ำหนัก ผสมกับน้ำระบบ Reverse Osmosis (R.O. water) น้ำที่ปราศจากแร่ธาตุ ปริมาณ 200 มิลลิลิตร จากนั้นทำการผสมเข้าด้วยกันกับผงอะลูมินาเพื่อให้สารประกอบกลุ่มฟอสเฟตละลายกับอะลูมินาเป็นสารละลายด้วยเครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer bar) เป็นเวลา 30 นาที

- 3) นำสารละลายที่ได้มาทำการระเหยเพื่อแยกน้ำออกด้วยเครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (Rotary evaporator) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- 4) เมื่อสารละลายระเหยจนเป็นของแข็งแล้ว นำมาบดและร่อนด้วยตะแกรงขนาดช่อง 100 เมช
- 5) นำผงอะลูมินาที่ทำการเติมสารประกอบฟอสเฟต 2 กรัม อัดขึ้นรูปขึ้นงานเป็นลักษณะเม็ดกลมด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว ความดัน 50 เมกะปาสคาล ดังแสดงดังภาพที่ 3-5
- 6) นำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปเผาผนึกเพื่อวิเคราะห์สมบัติของอะลูมินาในแต่ละช่วงอุณหภูมิ ช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษาอยู่ในช่วง 1400-1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเผา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที



ภาพที่ 3-5 ภาพชิ้นงานที่ขึ้นด้วยวิธีการอัดแบบทิศทางเดียว

3.2.9 การเตรียมชิ้นงานจากเนื้อดินปั้นอะลูมินา

- 1) เมื่อวิเคราะห์ศึกษาหากกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่สามารถทำให้ชิ้นงานอะลูมินามีความหนาแน่นสูงสุดและการดูดซึมน้ำต่ำที่อุณหภูมิต่ำสุดแล้ว เลือกสารประกอบฟอสเฟตกลุ่มนี้นำมาใช้ในการสร้างชิ้นงานอะลูมินาด้วยกระบวนการอัดรีดโดยการเตรียมจากเนื้อดินปั้น

2) เตรียมวัตถุดิบสำหรับสารละลายเชื่อมประสานด้วยอัตราส่วนผสมดังตารางที่ 3.2 ต่อไปนี้ งานวิจัยได้นำอัตราส่วนสารละลายเชื่อมประสานจากงานวิจัยของ กัญญภักดิ์ [44] เพื่อให้มีความเหนียวเป็นเนื้อดินปั้น โดยนำมาปรับปรุงเพิ่มเติมตามความเหมาะสมกับลักษณะเนื้อดินปั้นอะลูมินา

ตารางที่ 3-2 ตารางส่วนผสมสารละลายเชื่อมประสานสูตรต่างๆ

สูตร	ชนิดสาร	CMC (g)	PEG (g)	Glycerine oil (g)	PVA (g)	D.I. water (g)
A		23.33	1.67	3.33	3.33	500
B		23.33	10.67	3.33	3.33	400
C		23.33	1.67	3.33	8.33	400
D		23.33	6.67	3.33	3.33	450
E		23.33	6.67	3.33	3.33	450

3) นำวัตถุดิบที่เตรียมไว้ทำการผสมด้วยเครื่องปั่นผสมจนทุกสารผสมเข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นพักทิ้งไว้ 1 วัน

4) นำผงอะลูมินาและสารประกอบฟอสเฟตตามอัตราส่วนที่ต้องการศึกษาผสมให้เข้ากันเพื่อความสม่ำเสมอของผงวัตถุดิบด้วยเครื่องปั่นผสมแบบใบพัด

5) เติมสารละลายเชื่อมประสานลงไป 15-20 กรัม แล้วทำการผสมจนมีลักษณะเป็นดินปั้นไม่เหนียวติดมือ จากนั้นพักทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

6) ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 5 เมกะพาสกาล เพื่อใช้ในศึกษาหาอัตราส่วนของสารเชื่อมประสานที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นเป็นแบบแห้งต่อไป ดังแสดงดังภาพที่ 3-6

7) เมื่อได้อัตราส่วนของสารเชื่อมประสานและลักษณะเนื้อดินปั้นที่เหมาะสมแล้วจึง นำเนื้อดินปั้นที่ได้ขึ้นรูปขึ้นงานแบบแห้งด้วยกระบวนการอัดรีด (Extrusion) เส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ดังแสดงดังภาพที่ 3-7

8) อบแห้งชิ้นงานที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

9) เผาที่อุณหภูมิในช่วง 1550-1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาต่อนาที เพื่อนำไปทดสอบสมบัติความแข็งแรงต่อแรงดัดต่อไป



ภาพที่ 3-6 ภาพชิ้นอะลูมินาที่เตรียมเป็นเนื้อดินปั้นแล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก



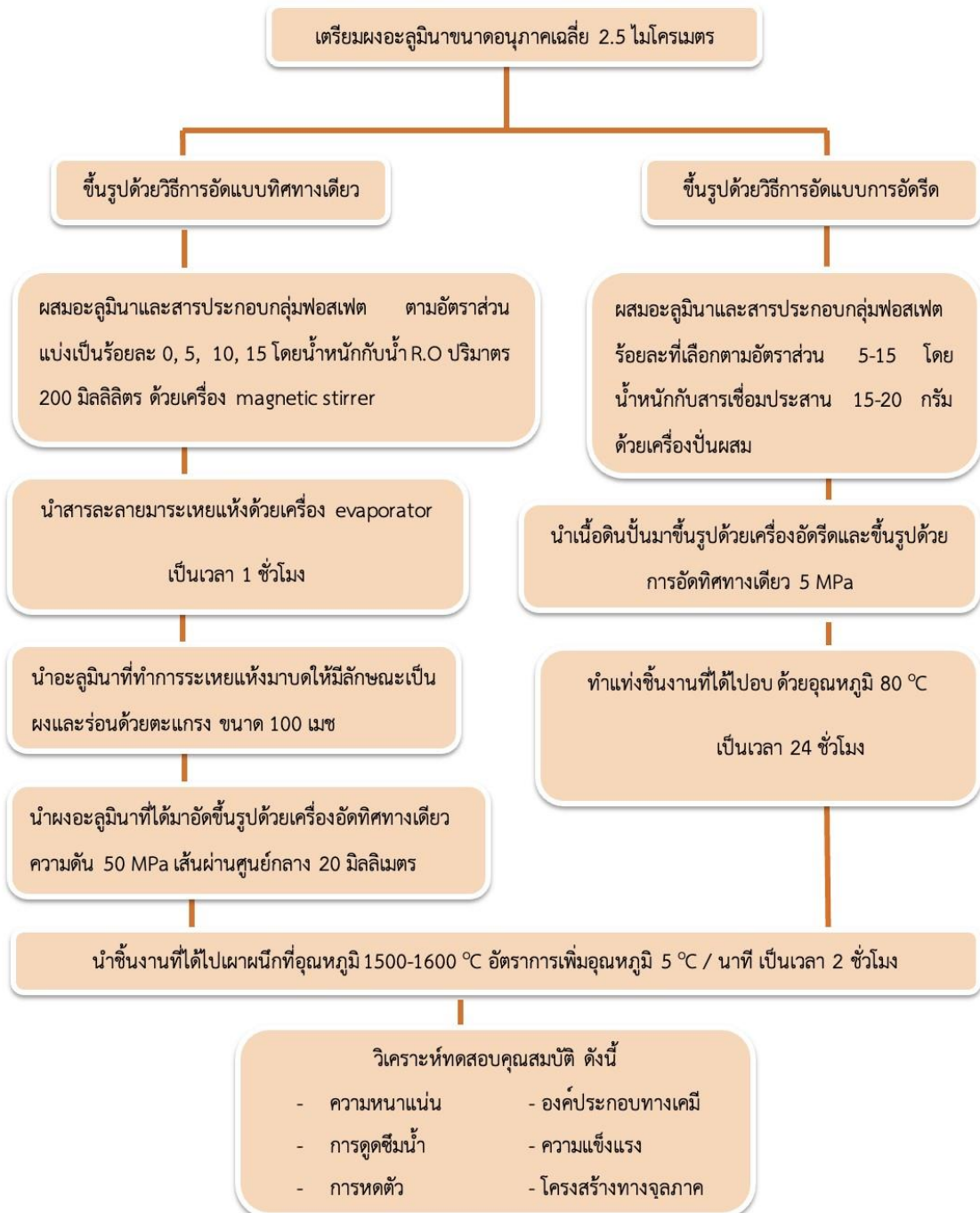
ภาพที่ 3-7 ภาพชิ้นงานอะลูมินาที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด

3.2.10 เตรียมชิ้นงานอะลูมินาโดยเติมสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนต เพื่อเป็นชิ้นงานในการเปรียบเทียบ

- 1) เตรียมผงอะลูมินาขนาดอนุภาคเฉลี่ย 2.5 ไมโครเมตร (Alteo , P122SB)
- 2) เตรียมส่วนแมกนีเซียมคาร์บอเนตมาผสมกับอะลูมินาในอัตราส่วนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก
- 3) นำผงอะลูมินาที่เติมแมกนีเซียมคาร์บอเนตปริมาณ 2 กรัม อัดขึ้นรูปชิ้นงานเป็นลักษณะเม็ดกลมด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว ความดัน 50 เมกะปาสคาล
- 4) นำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปเผาผนึกเพื่อวิเคราะห์สมบัติของอะลูมินาในแต่ละช่วงอุณหภูมิ ช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษาอยู่ในช่วง 1500-1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเผา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที
- 5) นำชิ้นงานวัดค่าและวิเคราะห์ผลเพื่อใช้ในการเปรียบเทียบ



3.2.11 แผนผังการทดลอง



ภาพที่ 3-8 แผนผังการวิจัย

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานวิจัย

4.1 ผลการวิเคราะห์ผลของสารตัวเติมสารประกอบฟอสเฟตต่อการเผาผนึกอะลูมินา

สำหรับการวิเคราะห์เพื่อหาผลของสารประกอบฟอสเฟตที่ส่งผลต่อการเผาผนึกอะลูมินา งานวิจัยนี้ได้เลือกศึกษาสารประกอบฟอสเฟตที่มีสมบัติการละลายน้ำได้ดี เพื่อแก้ปัญหาการผสม อะลูมินาและสารตัวเติมที่ไม่สม่ำเสมอ ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลของชิ้นงานอะลูมินาได้ เช่น ความหนาแน่น ความแข็งแรง ของชิ้นงาน ในการขึ้นรูปเพื่อเลือกสารประกอบฟอสเฟตที่สามารถลด อุณหภูมิการเผาผนึกอะลูมินาในการเตรียมชิ้นงานอะลูมินาที่มีความหนาแน่นสูงและการดูดซึมน้ำต่า นั้น จะทำการศึกษาโดยการขึ้นรูปชิ้นงานเป็นลักษณะเม็ดกลม (disc) เพื่อทำการหาอัตราส่วนของ สารประกอบฟอสเฟตที่เหมาะสม โดยทำการศึกษาสมบัติดังต่อไปนี้

4.1.1 ผลการทดสอบวิเคราะห์การเผาผนึกชิ้นงานอะลูมินา

จากข้อมูลทางการค้าของอะลูมินาของบริษัท Alteo P122SB พบว่าหากเผาอะลูมินาที่ อุณหภูมิ 1670 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะให้ค่าความหนาแน่นเท่ากับ 3.20 และ ค่าการหด ตัวอยู่ที่ร้อยละ 11.6 จึงทำการนำผงอะลูมินาเผาที่อุณหภูมิ 1500 1550 และ 1600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการเผา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเป็นชิ้นงานเปรียบเทียบได้ผลดัง ตารางที่ 4-1

ตาราง 4-1 ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำของอะลูมินา P122SB

อุณหภูมิ (°C)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	การดูดซึมน้ำ (%)
1500	2.50 ± 0.01	14.91 ± 0.23
1550	2.68 ± 0.09	12.30 ± 0.80
1600	2.82 ± 0.02	10.83 ± 0.39

4.1.2 ผลการทดสอบวิเคราะห์การเผาผนึกชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมแมกนีเซียมคาร์บอเนต

จากงานวิจัยวิทยานิพนธ์ของกัญญภัค [44] มีการกล่าวถึงงานวิจัยของ Dong และคณะ และงานวิจัยของ Peelen พบว่าการเติมแมกนีเซียมสามารถลดอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินาลงได้ เนื่องจากแมกนีเซียมเป็นสารยับยั้งการโตของเกรนในการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวให้อะลูมินางานวิจัยนี้จึงทำการทดลองเพื่อเป็นการเปรียบเทียบกับกรณีเติมสารประกอบฟอสเฟต โดยจะมีการเติมแมกนีเซียมคาร์บอเนตปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก โดยให้ผลการทดสอบดังตารางที่ 4-2

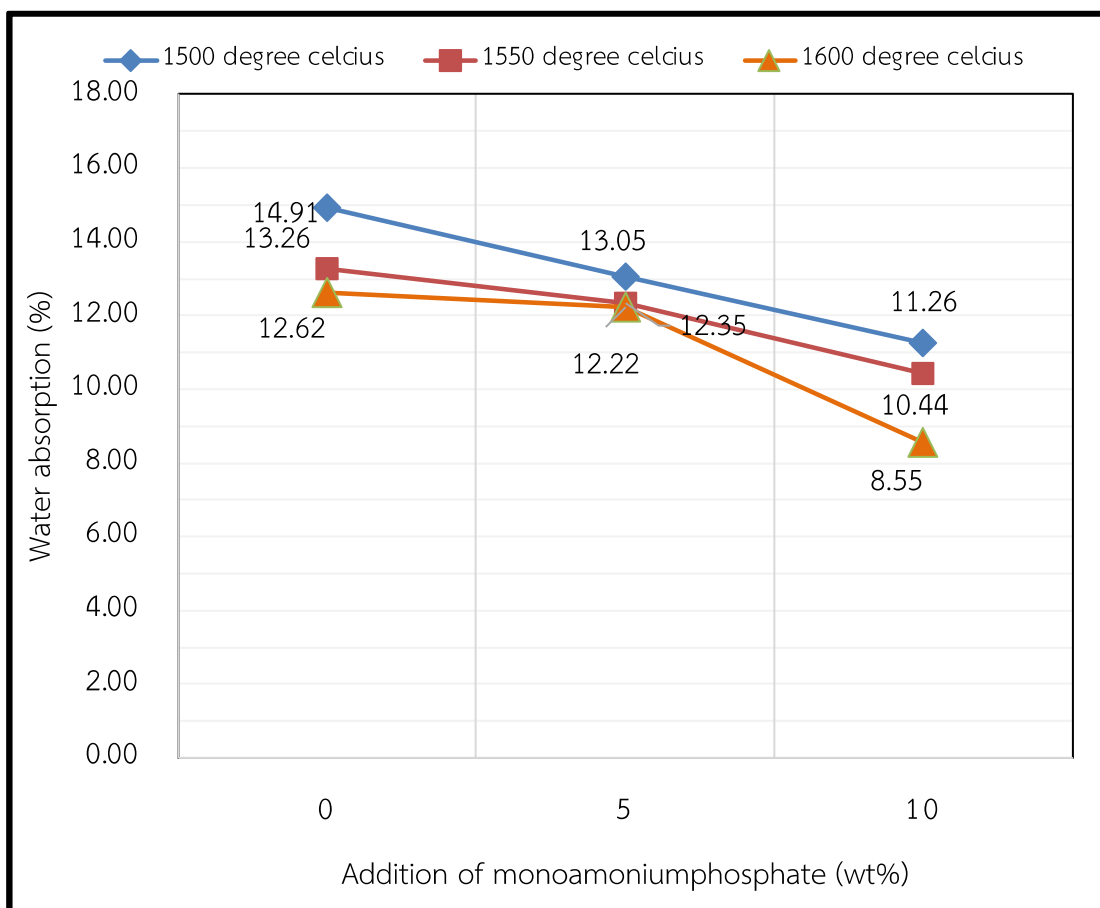
ตาราง 4-2 ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำของอะลูมินาเมื่อเติมแมกนีเซียมคาร์บอเนต

อุณหภูมิ (°C)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	การดูดซึมน้ำ (%)
1500	3.02 ± 0.04	8.42 ± 0.12
1600	3.23 ± 0.02	6.00 ± 0.23

4.1.3 การดูดซึมน้ำ (Water absorption)

ในการทดสอบการดูดซึมน้ำ จะแบ่งเป็นการทดสอบสารประกอบฟอสเฟตทั้งหมด 3 ชนิด ดังนี้ 1) Monoammonium phosphate (MAP) 2) Sodium tripolyphosphate (STPP) และ 3) Calcium phosphate monobasic monohydrate (CPMM) ด้วยอัตราส่วนร้อยละการเติม 0-10 โดยน้ำหนักและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส

จากกราฟในภาพที่ 4-1 พบว่าเมื่อเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นจะสามารถลดค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานอะลูมินาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น ดังแสดงในภาพกราฟที่ 4-5 จากการวิเคราะห์ผลการเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตที่ให้ผลชิ้นงานการดูดซึมน้ำน้อยที่สุด คือ เมื่อเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตปริมาณ 10% เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำเท่ากับ 8.55 ซึ่งถือว่าชิ้นงานยังมีค่าการดูดซึมน้ำที่สูงและชิ้นงานอะลูมินายังไม่สุกตัว สังเกตได้จากภาพที่ 4-16 วัสดุอะลูมินายังไม่สุกตัว

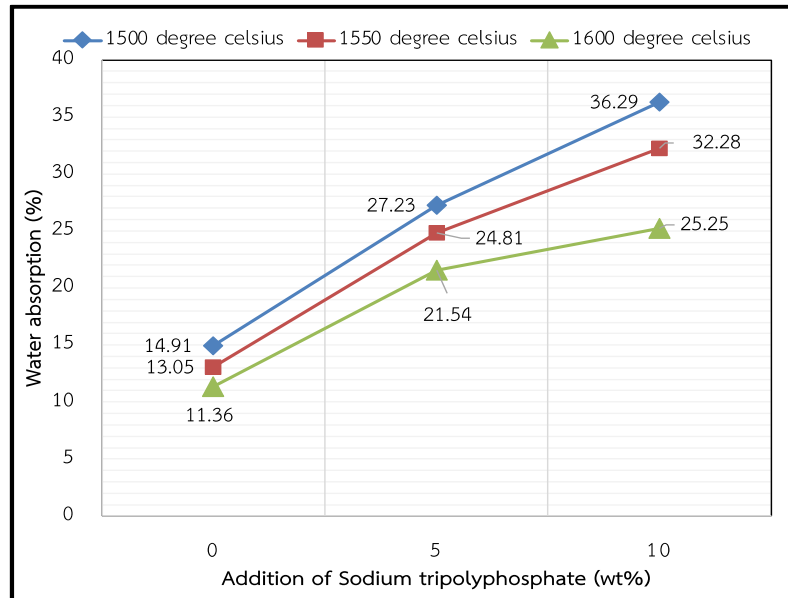


ภาพที่ 4-1 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต

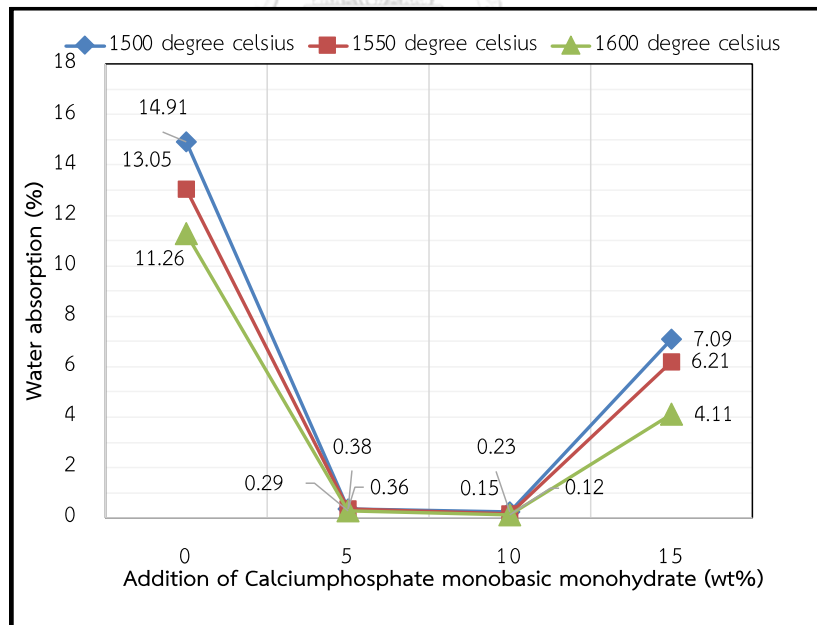
จากกราฟในภาพที่ 4-2 พบว่า เมื่อเติมสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตเพิ่มขึ้นพบว่า ค่าการดูดซึมน้ำสูงขึ้น สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นและลักษณะชิ้นงาน ชิ้นงานมีลักษณะโค้ง พอง ดังแสดงในภาพที่ 4-16 ไม่แข็งแรง สารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตจึงไม่เหมาะสมในการนำไปศึกษาต่อเพื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด เนื่องจากส่งผลให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินามีค่าลดลงอย่างมาก หากนำไปขึ้นรูปลักษณะเป็นชิ้นงานแท่งอาจจะโก่งงอและหักได้

จากกราฟในภาพที่ 4-3 พบว่า การเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิกโมโนไฮดรต ส่งผลให้ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานอะลูมินาลดลงอย่างเห็นได้ชัด และ ชิ้นงานที่ได้มีลักษณะโปร่งแสงเมื่อส่องไฟผ่านชิ้นงาน อัตราส่วนที่ดีที่สุดในการเติมสารประกอบ

แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตคือร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำที่ 0.12

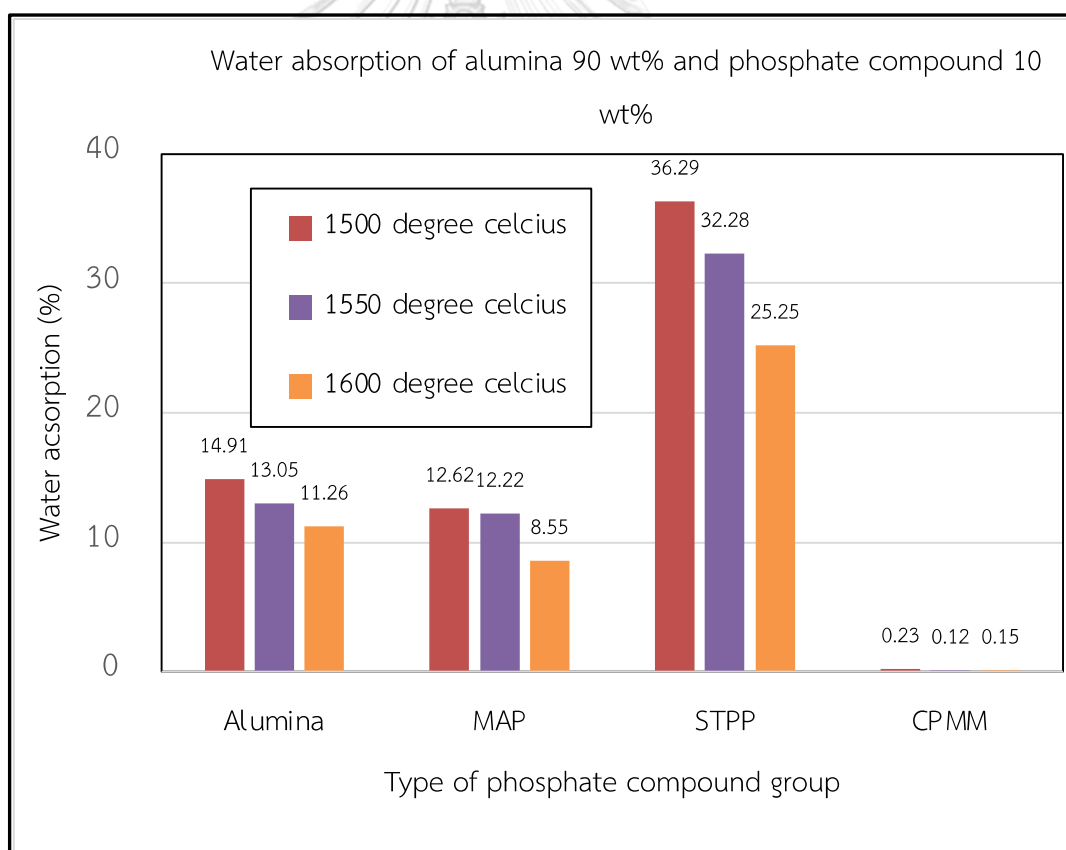


ภาพที่ 4-2 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบโซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต



ภาพที่ 4-3 กราฟแสดงแนวโน้มการดูดซึมน้ำของสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต

สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮเดรตถือว่าเป็นกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่ลดค่าการดูดซึมน้ำได้ดีที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับกลุ่มสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตและโซเดียมไตรโพลีฟอสเฟตดังแสดงให้เห็นในกราฟเปรียบเทียบที่การเติมสารประกอบฟอสเฟตปริมาณร้อยละ 10 และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสในภาพที่ 4-4 แต่จากกราฟจะเห็นแนวโน้มว่าเมื่อทำการเติมสารประกอบฟอสเฟตแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตเพิ่มขึ้นเป็น 15% พบว่าชิ้นงานอะลูมินามีแนวโน้มที่ทำให้ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับเติมปริมาณแมกนีเซียมคาร์บอเนต ($MgCO_3$) ปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก เนื่องจากแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ทำหน้าที่เป็นสารยับยั้งการโตของเกรน สามารถช่วยในการลดอุณหภูมิการเผาผนึกได้ พบว่าเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส ได้ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำอยู่ที่ 8.42 และ 6.00 ตามลำดับ ซึ่งมีค่ามากกว่าการเติมแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮเดรต



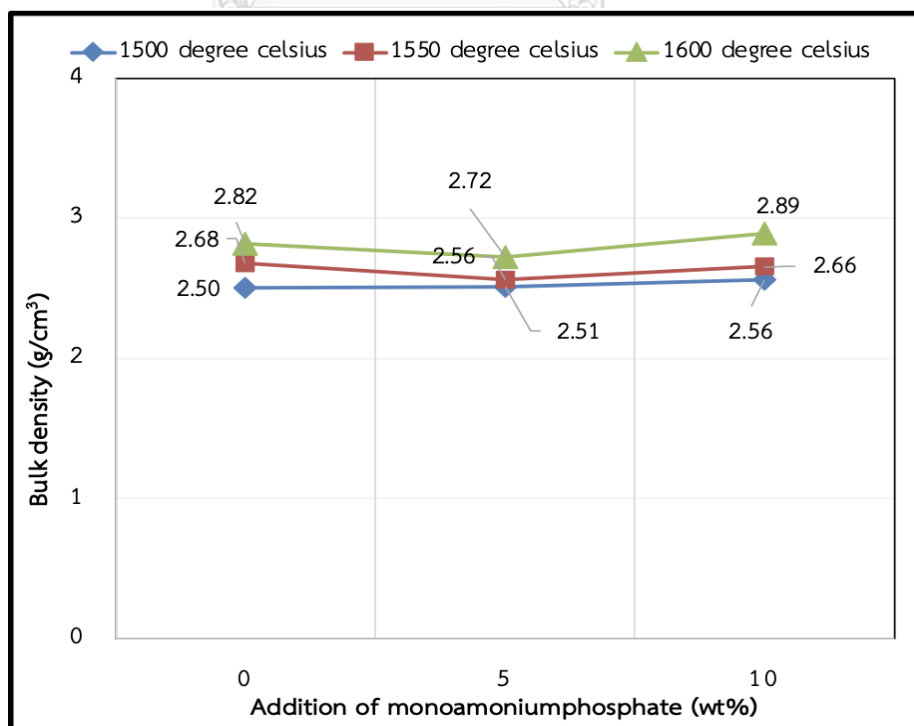
ภาพที่ 4-4 กราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละการดูดซึมน้ำของการเติมสารประกอบฟอสเฟต.

ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

4.1.4 การวิเคราะห์ค่าความหนาแน่น (Bulk Density)

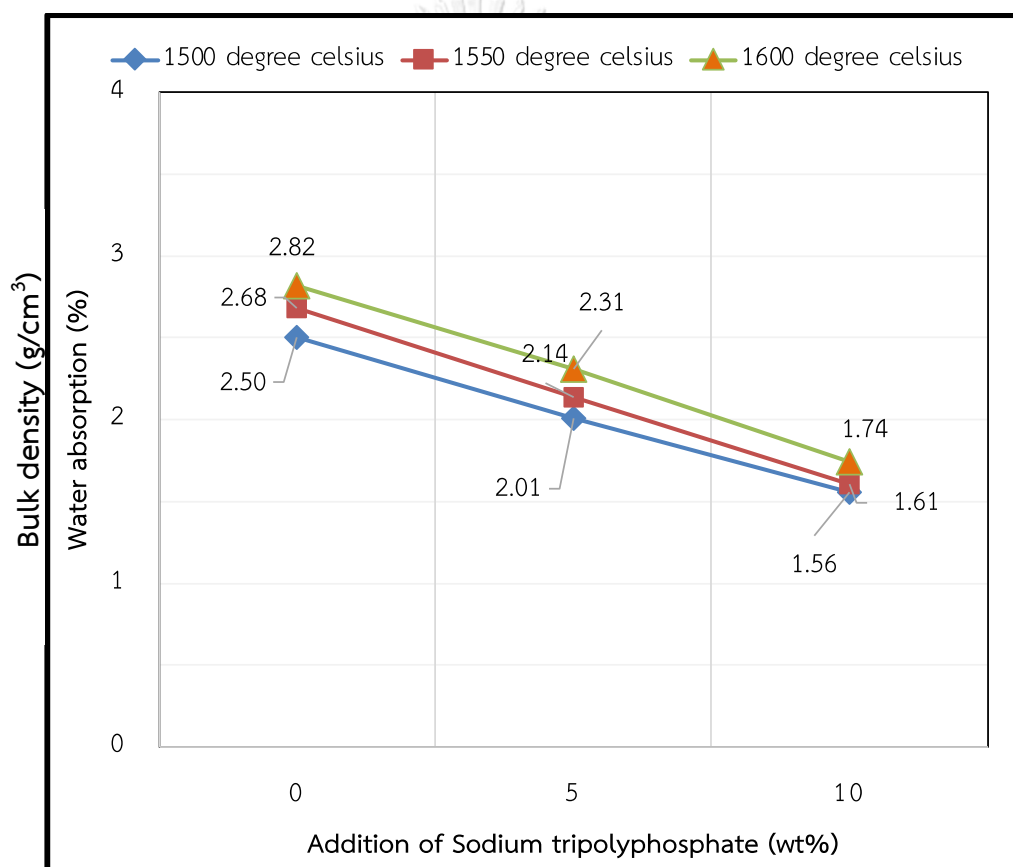
จากค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของอะลูมินา คือ 3.97 g/cm^3 แต่ต้องใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกสูง เทคนิคการลดอุณหภูมิในการเผาผนึกที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือการเติมสารตัวเติมเพื่อให้เกิดเฟสของเหลวในการเผาผนึกเป็นการเพิ่มความหนาแน่น ให้กับชิ้นงานอะลูมินาได้ จึงเลือกการศึกษาผลของสารประกอบฟอสเฟตที่สามารถทำให้ชิ้นงานอะลูมินาเกิดความหนาแน่นสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำ และมีค่าการดูดซึมน้ำต่ำ ซึ่งค่าความหนาแน่นจะสอดคล้องกับค่าการดูดซึมน้ำในวัสดุอะลูมินา เนื่องจากหากชิ้นงานมีความพรุนตัวหรือการดูดซึมน้ำสูงจะส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำด้วย

จากภาพที่ 4-5 จะเห็นว่าความหนาแน่นเมื่อเทียบกับชิ้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้เติมสารตัวเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต พบว่าการเติมในปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก มีค่าใกล้เคียงกันกับชิ้นงานอะลูมินาเริ่มต้นให้ความหนาแน่นสูงสุดที่ 2.89 g/cm^3 และหากเติมที่ปริมาณร้อยละ 5 พบว่าค่าความหนาแน่นต่ำกว่า ซึ่งสอดคล้องกับค่าการดูดซึมน้ำ ดังนั้นการเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต ไม่ส่งผลต่อการลดอุณหภูมิการเผาผนึกมากนัก หากเติมในปริมาณที่มากกว่านี้จะส่งผลให้ค่าความบริสุทธิ์ของอะลูมินาลดลงซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติในการใช้งานหลายประการ



ภาพที่ 4-5 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต

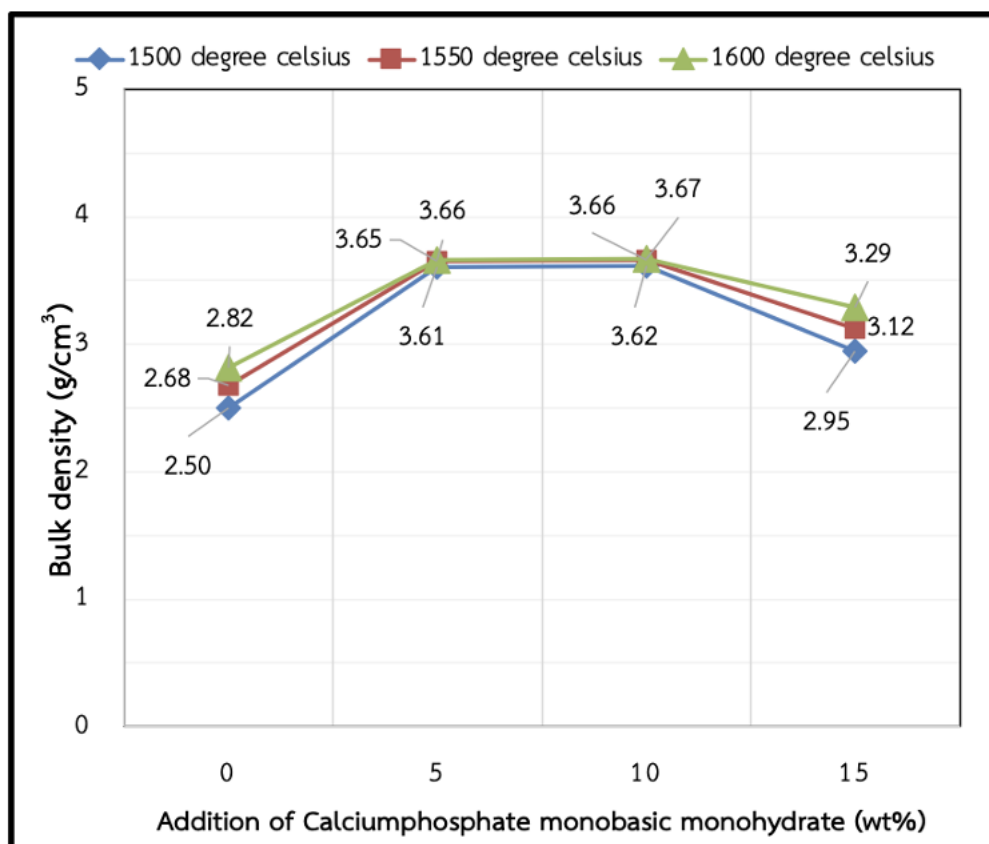
จากค่าการดูดซึมน้ำในภาพที่ 4-2 จะพบว่าเมื่อเติมสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตจะทำให้ค่าการดูดซึมน้ำเพิ่มมากขึ้นแสดงว่าภายในชิ้นงานมีความพรุนสูง หากชิ้นงานมีความพรุนตัวสูงจะส่งผลต่อสมบัติความหนาแน่นของชิ้นงานด้วยดังแสดงในภาพที่ 4-6 ความแน่นเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 พบว่า ความหนาแน่นต่ำถึง 1.74 g/cm^3 ซึ่งต่ำกว่าความหนาแน่นของอะลูมินาขณะที่ยังไม่มีสารตัวเติมอยู่มาก จากการพิจารณาด้วยเหตุผลทั้ง 2 ประการคือ ค่าการดูดซึมน้ำและความหนาแน่นแสดงให้เห็นว่าสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตไม่เหมาะแก่การใช้เป็นสารตัวเติมเพื่อลดอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินา



ภาพที่ 4-6 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต

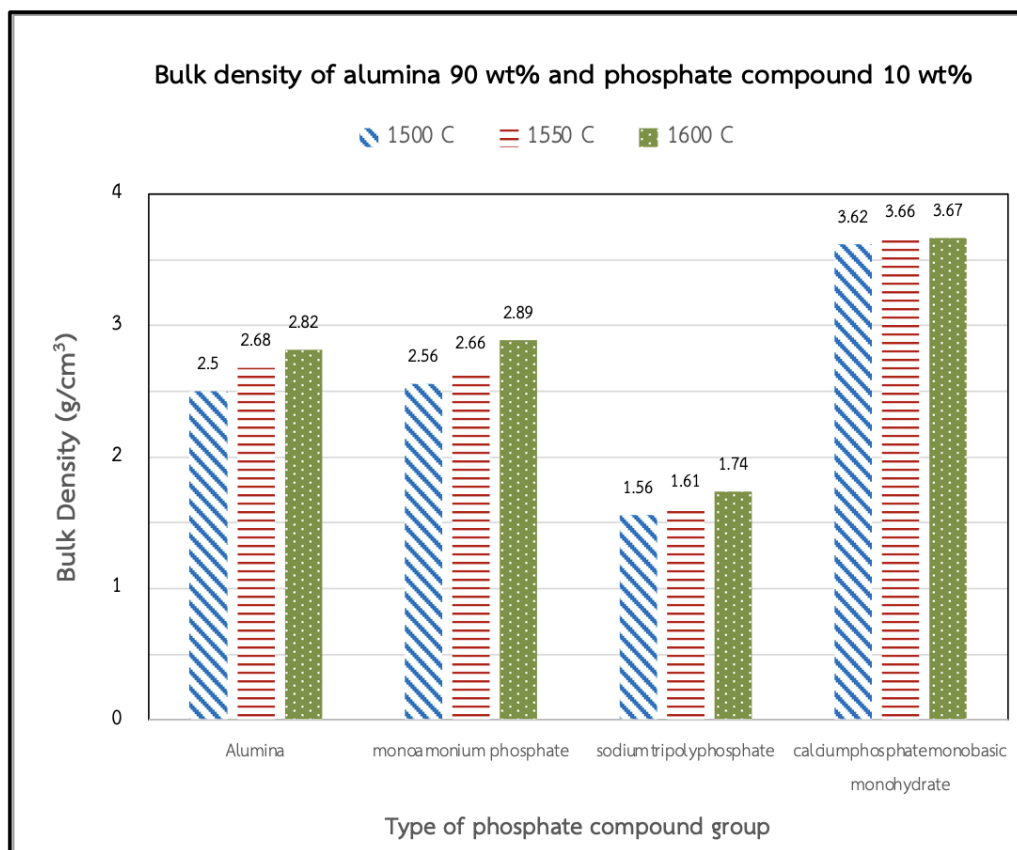
จากภาพที่ 4-7 พบว่าการเติมสารตัวเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตส่งผลต่อการเพิ่มความหนาแน่นอย่างเห็นได้ชัดตั้งแต่ในช่วงของการเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนักก็ทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นถึง 3.61 g/cm^3 ที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1500 องศาเซลเซียส และให้ความหนาแน่นสูงสุดที่การเติม แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮ

เตรตร้อยละ 10 เผาฉนิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นค่าความหนาแน่นที่มีความใกล้เคียงกัน แต่ค่าการดูดซึมน้ำมีความต่างกันอยู่มาก จึงต้องทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาพประกอบการศึกษาเพิ่มเติม แต่ในขณะที่หากเพิ่มปริมาณสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเตรต เป็นร้อยละ 15 พบว่าทำให้ความหนาแน่นของชิ้นส่วนอะลูมินา อาจเกิดจากที่ปริมาณของสารตัวเติมมากเกินไปส่งผลต่อสมบัติความบริสุทธิ์ของอะลูมินาทำให้ค่าความหนาแน่นลดต่ำลงสอดคล้องกับการดูดซึมน้ำที่เพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบกับชิ้นงานที่เติมแมกนีเซียมคาร์บอเนตพบว่ามีค่าความหนาแน่นสูงกว่าที่อุณหภูมิการเผาฉนิกเดียวกัน คือ 1500 และ 1600 องศาเซลเซียสชิ้นงานที่เติมแมกนีเซียมคาร์บอเนตให้ความหนาแน่นเท่ากับ 3.02 และ 3.23 g/cm³ ตามลำดับ หากคิดเป็นร้อยละเปรียบเทียบกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี การเติมสารแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเตรตสามารถทำให้ได้ชิ้นงานอะลูมินาที่มีความหนาแน่นสูงสุดอยู่ที่ 92.44 % จากความหนาแน่นทางทฤษฎี (3.97 g/cm³) นั่นคือ 3.67 g/cm³



ภาพที่ 4-7 กราฟแสดงแนวโน้มความหนาแน่นเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเตรต

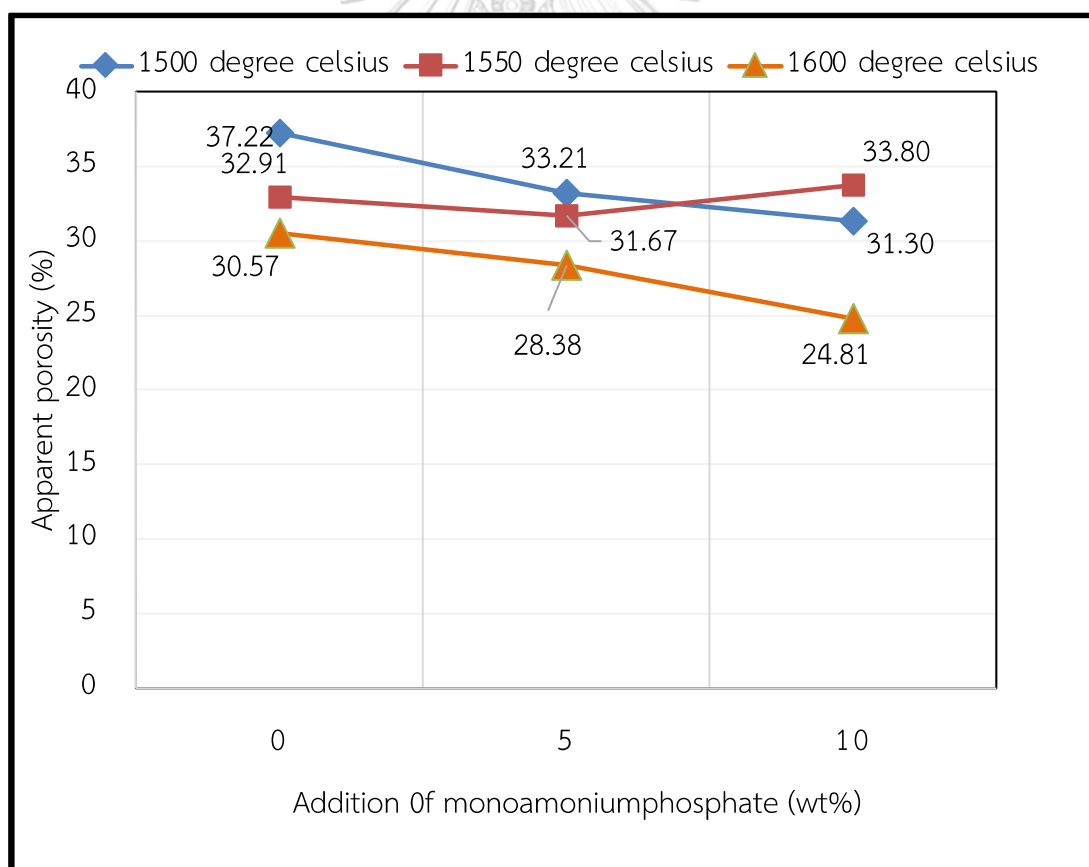
เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของการเติมสารประกอบฟอสเฟตพบว่ากลุ่มที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดคือ กลุ่มของการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรต ดังแสดงในภาพที่ 4-8 แสดงชิ้นงานที่เติมสารประกอบฟอสเฟตปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิในช่วง 1500-1600 องศาเซลเซียส ให้ค่าความหนาแน่นสูงสุดคือการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรตที่อุณหภูมิ 1600 °C ได้ค่าความหนาแน่นเท่ากับ 3.67 g/cm³



ภาพที่ 4-8 กราฟแสดงการเปรียบเทียบความหนาแน่นของการเติมสารประกอบฟอสเฟตอัตราส่วน ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

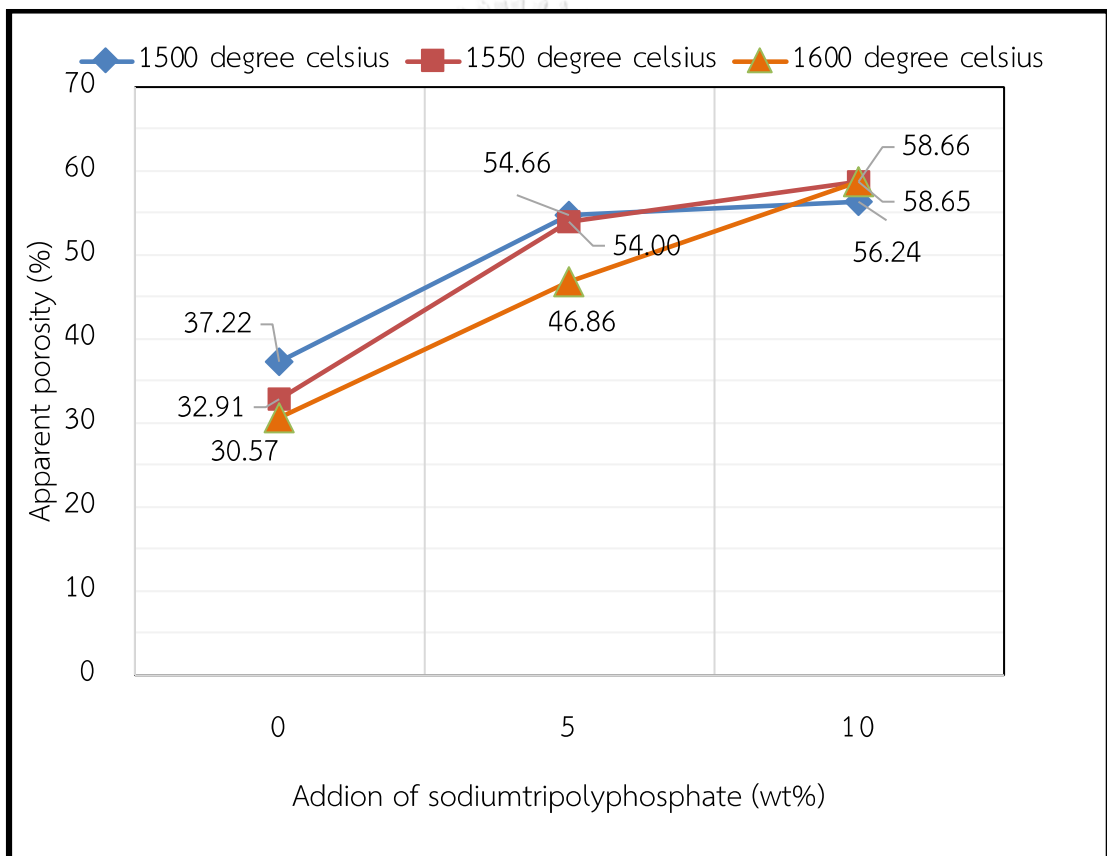
4.1.5 ค่าความพรุนตัว (Apparent porosity)

จากผลการวิเคราะห์การทดลองพบว่าเมื่อเติมสารประกอบมอนอแอมโมเนียมฟอสเฟตพบว่าชิ้นงานมีความพรุนตัวลดลงแต่ยังคงมีค่าใกล้เคียงกับค่าความพรุนตัวของชิ้นงานอะลูมินาโดยมีความพรุนตัวต่ำสุดอยู่ที่ร้อยละ 24.81 คือการเติมมอนอแอมโมเนียมฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นและค่าการดูดซึมน้ำ แต่จากกราฟแสดงแนวโน้มพบว่าที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส มีค่าไม่เป็นไปตามแนวโน้มคือมีค่าความพรุนตัวสูงกว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส แต่ความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อเติมมอนอแอมโมเนียมฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส มีค่าสูงกว่าชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เนื่องจากอาจเกิดความคลาดเคลื่อนจากการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานในขั้นตอนการชั่งแห้ง โดยให้ผลแนวโน้มค่าความพรุนตัวดังภาพที่ 4-9



ภาพที่ 4-9 ค่าความพรุนตัวชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมมอนอแอมโมเนียมฟอสเฟต

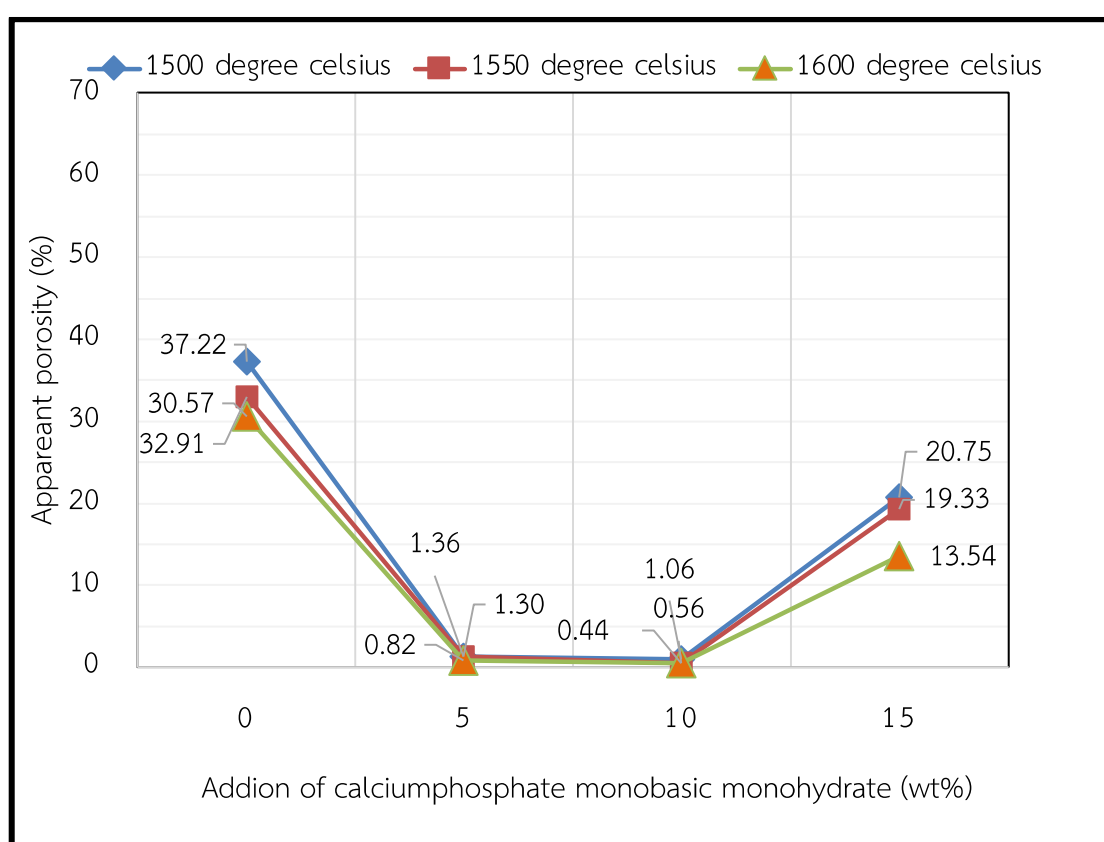
จากภาพที่ 4-10 พบว่าค่าความพรุนตัวของชิ้นงานมีความสอดคล้องกับลักษณะของชิ้นงานที่มีลักษณะโค้งและขยายตัวและสอดคล้องกับค่าการดูดซึมน้ำสูงเมื่อเติมสารประกอบโซเดียมไตรพอสเฟตในปริมาณเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักจะส่งผลให้ชิ้นงานมีความพรุนตัวสูงขึ้นส่งผลให้ค่าการดูดซึมน้ำสูงและค่าความหนาแน่นต่ำ สารประกอบฟอสเฟตกลุ่มนี้จึงเป็นกลุ่มที่ให้ประสิทธิภาพต่ำที่สุดจากกลุ่มทดสอบ 3 กลุ่ม



ภาพที่ 4-10 ค่าความพรุนตัวชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมโซเดียมไตรพอสเฟต

จากกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่ทำการศึกษาพบว่า การเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟต มอนอเบสิกมอนอไฮเดรตให้ค่าความพรุนตัวที่ต่ำที่สุดซึ่งสอดคล้องกับลักษณะชิ้นงาน ค่าความหนาแน่นและค่าการดูดซึมน้ำดังแสดงในภาพที่ 4-11 โดยที่อัตราส่วนการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิเผา 1550 องศาเซลเซียสจะ

พบว่ามีการดูดซึมน้ำน้อยกว่าที่อุณหภูมิเผา 1600 องศาเซลเซียส เนื่องจากเมื่อพิจารณาจากค่าความพรุนตัวแล้ว จะพบว่าที่อุณหภูมิเผา 1550 องศาเซลเซียสจะพบว่ามีค่าการพรุนตัวสูงกว่าที่อุณหภูมิเผา 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลที่สอดคล้องกัน และจะเห็นได้ว่าค่าความพรุนตัวจะมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรตที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก จึงพบว่าอัตราส่วนในช่วงที่เหมาะสมในการนำไปศึกษาต่อคือช่วงการเติมอัตราส่วนร้อยละ 5-10 โดยน้ำหนัก

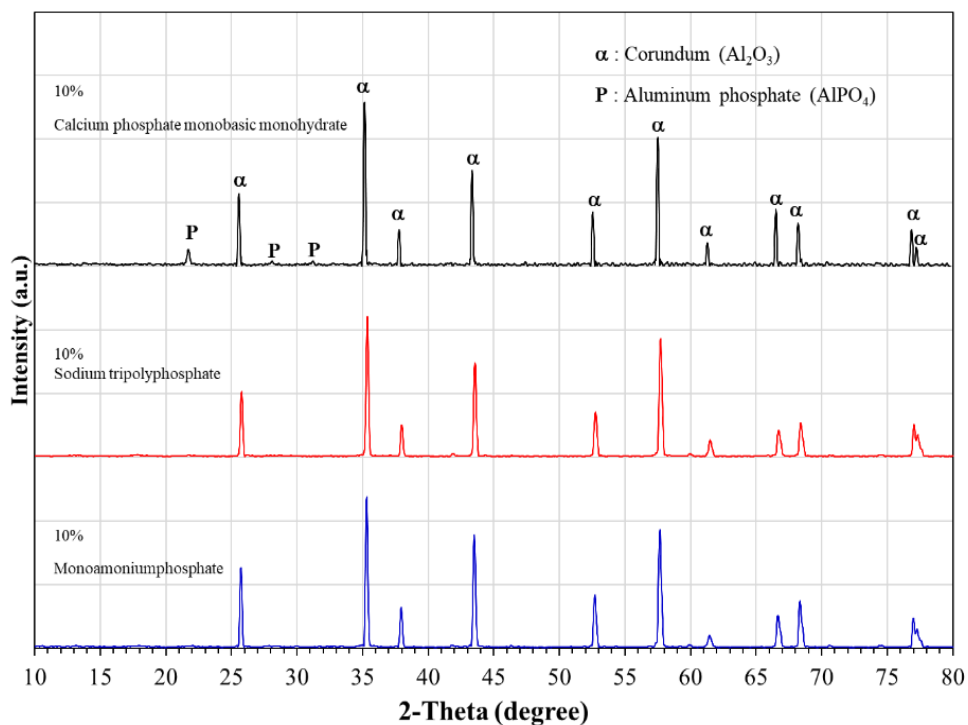


ภาพที่ 4-11 ค่าความพรุนตัวชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตมอนอเบสิกมอนอไฮเดรต

4.1.6 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (Phase composition)

จากการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ขึ้นรูปแบบเม็ดกลมแบน (disc) ชิ้นงานมีลักษณะผิวเรียบ ด้วยเครื่องมือ X-ray diffractometer (XRD) พบว่าในอัตราส่วนการเติมสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตในปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และเผาพูนที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่า กลุ่มชิ้นงานที่เติม โซเดียมไตรฟอสเฟต และ โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตนั้นพบองค์ประกอบเฟสหลักเพียง คือ

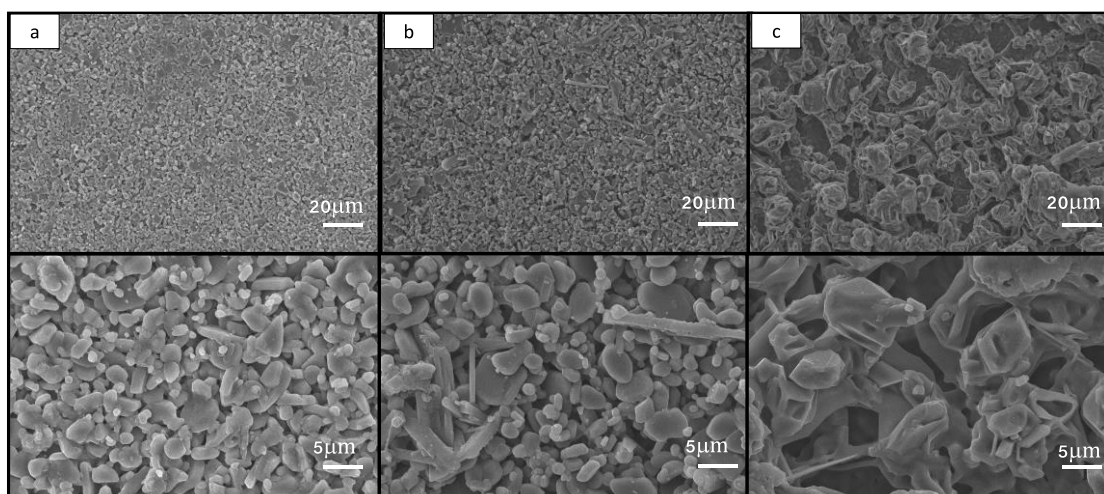
คอร์รันดัม (Al_2O_3) ไม่พบเฟสอื่นที่การเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เนื่องจากอุณหภูมิการสลายตัวของโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตและโซเดียมไตรโพลิฟอสเฟตต่ำกว่าอุณหภูมิเผา ซึ่งสอดคล้องกับผลของภาพการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค คือ ลักษณะอนุภาคพื้นผิวยังคงมีลักษณะคล้ายกับลักษณะของอนุภาคอะลูมินา ยังไม่เกิดการเชื่อมพนักกันระหว่างอนุภาค แต่ชิ้นงานกลุ่มที่มีการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต พบว่าเกิดเฟสอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับแผนภาพเฟสไดอะแกรมดังภาพที่ 2-24 ที่จะพบว่ามีเฟสของเหลวเกิดขึ้นคือ อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า เบอริลีนิต (Berlinit) ซึ่งเป็นเฟสที่มีความแข็งแรงสูงและสามารถก่อตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าซิลิกาแม้ว่ามีสมบัติและโครงสร้างที่คล้ายกัน อีกทั้งยังมีความเค้นภายในน้อยเมื่อเผาพริก ด้วยเหตุนี้การเกิดเฟสนี้ขึ้นทำให้ชิ้นงานอะลูมินามีความแข็งแรงที่ทนต่ออุณหภูมิสูงได้



ภาพที่ 4-12 ภาพแสดงการวิเคราะห์ผลองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานอะลูมินาที่เติมสารโซเดียมไตรโพลิฟอสเฟต โมโนแอมโมเนียม และแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮเดรต ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เผาพริกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

4.1.7 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานอะลูมินา (Microstructure)

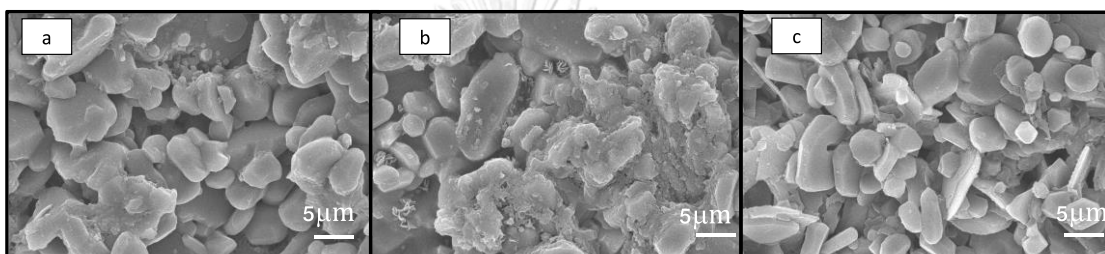
ชิ้นงานที่ขึ้นรูปแบบเม็ดกลมถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราด (SEM) เพื่อดูพื้นผิวชิ้นงานและดูปริมาณรูพรุนของชิ้นงานและขอบเกรนเพื่อการวิเคราะห์รูพรุนของชิ้นงานนั้น ต้องทำการขัดผิวให้เรียบและนำไปกัดด้วยกรดเพื่อเป็นการละลายผิวหน้าของชิ้นงานเพื่อให้ขอบเกรนและรูพรุนที่ชัดเจนมากขึ้น



ภาพที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของชิ้นงานที่มีการเติมสารประกอบฟอสเฟตอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส (a) โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (b) โซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตและ (c) แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต

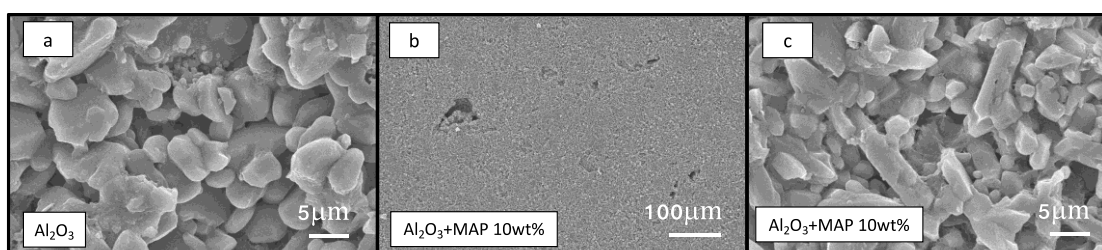
จากภาพการวิเคราะห์โครงสร้างอนุภาคบริเวณพื้นผิวพบว่าลักษณะของชิ้นงานที่ผ่านการเติมสารประกอบ โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตและโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตในปริมาณร้อยละ 10 ยังคงมีลักษณะอนุภาคใกล้เคียงกับอนุภาคของอะลูมินาตั้งต้น อนุภาคไม่เกิดการเชื่อมติดกันที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ยังไม่ทำให้อะลูมินาเกิดการเชื่อมผนังอนุภาค (densification) แต่เมื่อวิเคราะห์พิจารณาจากภาพที่ 4-13 (C) ซึ่งเป็นชิ้นงานอะลูมินาที่เติมสารตัวเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตไปร้อยละ 10 เช่นกัน พบว่าอนุภาคเริ่มมีการเชื่อมประสานกันระหว่างอนุภาค สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นและค่าการดูดซึมน้ำที่วัดได้ จากเติมสารกลุ่มนี้ทำให้เพิ่มความหนาแน่นของอะลูมินาได้ที่อุณหภูมิการเผาผนึกเท่ากัน

ในลำดับถัดไปจะเป็นการวิเคราะห์ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการนำชิ้นงานไปขัดและนำไปกัดกรดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เพื่อกัดให้เกิดขอบเกรน จากภาพที่ 4-14 เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้ใส่สารตัวเติมเพื่อลดอุณหภูมิการเผาผนึกพบว่าเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตลงไปแล้วทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานอะลูมินาน้อยลง เมื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคแล้วพบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ เกิดขึ้น การจัดเรียงอนุภาคมีความห่างมากขึ้น สอดคล้องกับลักษณะชิ้นงานที่ลักษณะโค้งและขยายตัว ดังภาพที่ 4-18 และมีความหนาแน่นต่ำ เมื่อเติมปริมาณของโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4-14 ภาพแสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค (a) อะลูมินา (b) อะลูมินาที่เติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (c) อะลูมินาที่เติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เเผผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

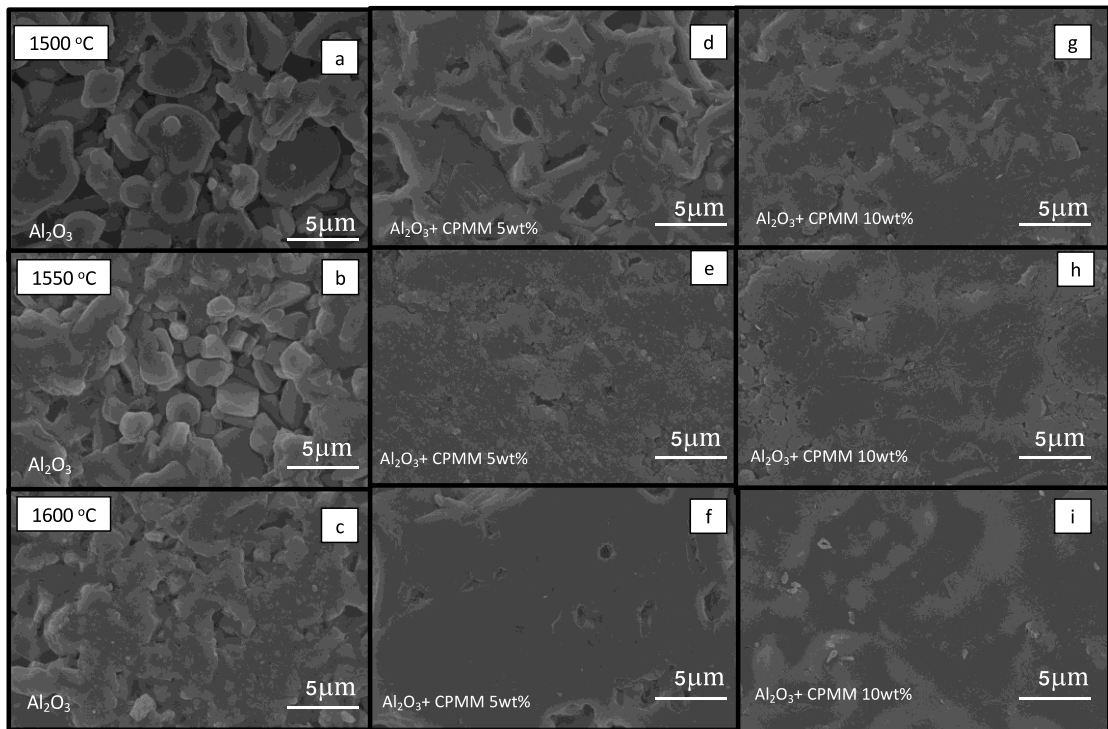
เมื่อพิจารณาจากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส จากการเติมโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักหลังจากทำการขัดผิวชิ้นงานวัสดุและนำไปวิเคราะห์ภาพทางโครงสร้างพบว่าพบรูพรุนภายในชิ้นงานและอนุภาคอะลูมินายังคงไม่เชื่อมแน่นกัน และอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งยาว ส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำและการดูดซึมน้ำสูงดังการรายงานผลข้างต้น ดังภาพที่ 4-15



ภาพที่ 4-15 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ (a) อะลูมินา (b และ c) อะลูมินาเมื่อเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก กำลังขยาย 250x และ 5000x ตามลำดับ โดยเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

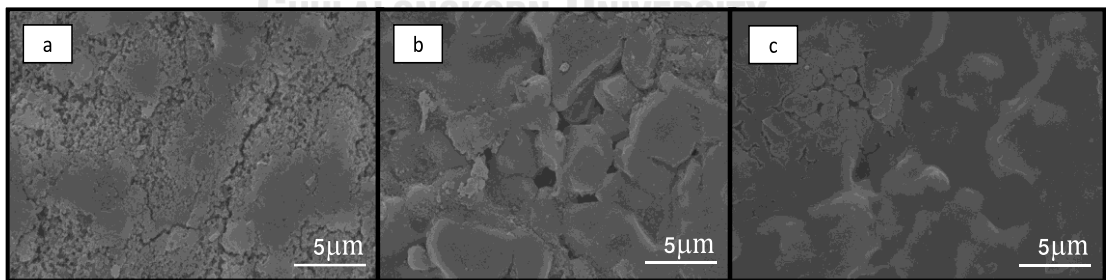
จากภาพที่ 4-16 จะเห็นได้ชัดว่าแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิก โมโนไฮดรตเป็นสารตัวเติมที่สามารถเพิ่มความแข็งแรงของอนุภาคอะลูมินาได้อย่างชัดเจน และมีรูพรุนน้อยลงเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิก โมโนไฮดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนักดังแสดงให้เห็นในภาพ 4-16 (i) แต่ยังคงไม่เห็นลักษณะขอบเกรน เมื่อนำชิ้นงานอะลูมินาไปกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ขอบเกรนของชิ้นงานอะลูมินาไม่แสดงให้เห็นขอบเกรนอาจเกิดจากการกัดกรดชิ้นงานไม่นานพอทำให้ผิวของอะลูมินาไม่ได้ทำปฏิกิริยากับสารเคมีเพียงพอจึงไม่เห็นขอบเกรน ซึ่งจากภาพมีความสอดคล้องกันกับค่าความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำอย่างชัดเจน ที่การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสพบว่ามีรูพรุนน้อยมากขึ้นงานมีลักษณะแข็งแรงเพิ่มขึ้นจากชิ้นอะลูมินาที่ไม่ผ่านการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิก โมโนไฮดรต ที่การเผาผนึกเดียวกันอย่างชัดเจน

จากผลของความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำจะพบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตเป็นร้อยละ 15 โดยน้ำหนักจะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานต่ำลงเมื่อพิจารณาจากภาพโครงสร้างจุลภาคแล้วพบว่าระยะห่างระหว่างอนุภาคของอะลูมินาเพิ่มมากขึ้นทำให้ส่งผลต่อความพรุนในชิ้นงาน ค่าความหนาแน่นจึงลดต่ำลง พิจารณาได้ว่าเกิดจากการที่มีปริมาณสารตัวเติมมากเกินไปทำให้ส่งผลต่อการโตของเกรนอะลูมินา ทำให้อนุภาคไม่เชื่อมแน่นกันเท่ากับการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรต ในช่วงปริมาณร้อยละ 5-10 โดยน้ำหนัก ดังแสดงในภาพที่ 4-17 ดังนั้นสัดส่วนที่เหมาะสมที่นำไปศึกษาพิจารณาในการนำไปเตรียมเนื้อดินปั้นสำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดคือ สัดส่วนการเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรต ร้อยละ 5-10 โดยน้ำหนัก เพื่อทำการศึกษาสมบัติหลังเผาของการขึ้นรูปเมื่อเติมสารเชื่อมประสานสำหรับการเตรียมเนื้อดินปั้น



ภาพที่ 4-16 ภาพลักษณะโครงสร้างทางจุลภาพ เมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตที่อัตราส่วนและการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a-c) ชิ้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้เติมสารตัวเติม แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรต (d-f) ชิ้นงานอะลูมินาที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (g-i) ชิ้นงานอะลูมินาเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก

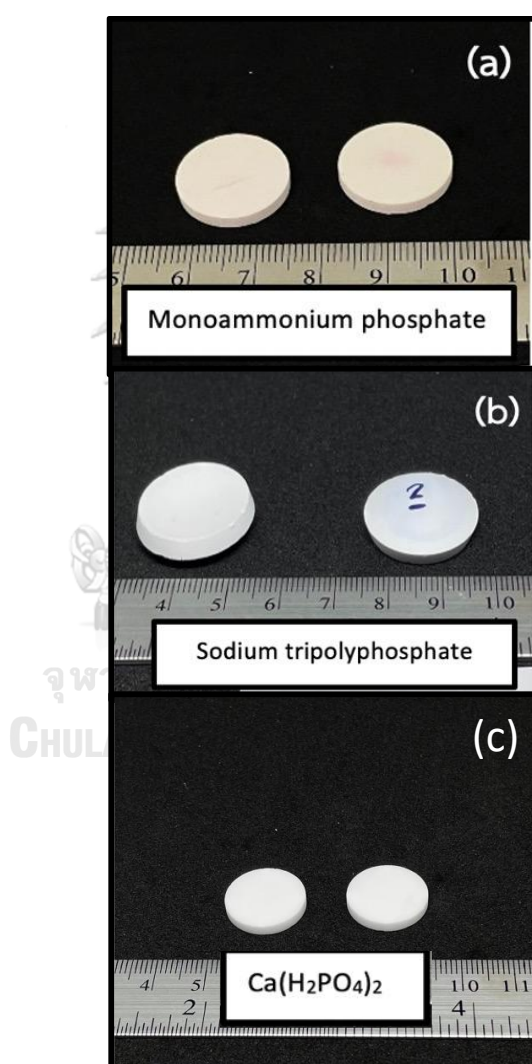
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 4-17 ภาพลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตที่อัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก และการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1500 องศาเซลเซียส (b) 1550 องศาเซลเซียส (c) 1600 องศาเซลเซียส

4.1.8 ชิ้นงานอะลูมินาหลังเผาเมื่อเติมสารประกอบฟอสเฟต

ชิ้นงานอะลูมินาในการศึกษาสมบัติต่างๆ เพื่อเลือกสัดส่วนและชนิดของสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเนื้อดินปั้นเพื่อขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดทำโดยการขึ้นรูปด้วยผงแห้งชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมสารประกอบฟอสเฟตปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ปริมาณ 2 กรัม อัดเป็นเม็ดกลมทรงกระบอกด้วยความดัน 50 MPa และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสชิ้นงานมีลักษณะดังต่อไปนี้ ดังภาพที่ 4-18



ภาพที่ 4-18 ภาพชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมสารประกอบฟอสเฟตปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนักและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

จากภาพชิ้นงานพบว่าเมื่อเติมโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตชิ้นงานอะลูมินามีลักษณะโปร่งแสงน้อยเมื่อทดสอบโดยการส่องแสงทะลุผ่านชิ้นงาน เนื่องจากผลึกอนุภาคอะลูมินายังมีช่องว่างและเนื้อยังไม่แน่นพอ ในขณะที่การเติมสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตส่งผลให้ชิ้นอะลูมินามีความหนาแน่นต่ำลงและลักษณะชิ้นงานมีความลักษณะโคงขึ้นดังภาพที่ 4-15 (b) สารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่ทำให้ชิ้นงานอะลูมินามีลักษณะโปร่งแสงเมื่อส่องแสงผ่าน ลักษณะชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงคือกลุ่มของสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต

4.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเนื้อดินปั้น

เมื่อทำการพิจารณาอัตราส่วนและชนิดของสารตัวเติมสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่ให้ค่าความหนาแน่นที่เหมาะสมแล้วจึงนำมาทำการเตรียมอะลูมินาเนื้อดินปั้น โดยการศึกษาขั้นต้นจะเป็นการศึกษาหาปริมาณการเติมสารละลายเชื่อมประสานที่เหมาะสมสามารถขึ้นรูปเนื้อดินปั้นอะลูมินาได้ โดยมีลักษณะไม่เหลวจนเกินไป หรือแตกร่วนเมื่อออกแรง โดยในการผสมจะคำนึงถึงปัจจัยหลักคือความเป็นเนื้อเดียวกันของสารประกอบฟอสเฟตและผงอะลูมินาเนื่องจากหากมีความไม่สม่ำเสมอในการผสมจะส่งผลต่อสมบัติของชิ้นงานหลังเผาได้

สารประกอบฟอสเฟตกลุ่มที่เลือกนำมาศึกษาต่อคือ สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ขั้นต้นจะทำการศึกษาหาปริมาณการเติมสารเชื่อมประสานเพื่อให้ได้สัดส่วนที่เหมาะสม โดยเริ่มจากการนำเนื้อดินปั้นขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดแบบทิศทางเดียวที่ค่าแรงดัน 5 MPa เพื่อนำชิ้นงานไปตรวจสอบสมบัติค่าการดูดซึมน้ำและความหนาแน่น สำหรับการเลือกปริมาณสารละลายเชื่อมประสานที่เหมาะสมในการนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดต่อไป ได้แบ่งชิ้นงานตามกลุ่มทดสอบดังแสดงในตารางที่ 4-1

ตารางที่ 4-1 ตารางการผสมสารเพื่อเตรียมเนื้อดินปั้น

กลุ่ม	อัตราส่วนสารเชื่อมประสานและการผสม
1	Alumina+สารเชื่อมประสานสูตร A ปริมาณ 25 กรัม
2	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร C 15 กรัม
3	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร B 20 กรัม
4	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร C 20 กรัม
5	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร D 20 กรัม
6	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร A 20 กรัม
7	Alumina+CPMM ด้วยเครื่องปั่นผสม + สารเชื่อมประสานสูตร A 18 กรัม

ในเบื้องต้นสำหรับกลุ่ม 1 ปัญหาที่เกิดขึ้นคืออะลูมินาเป็นวัสดุที่มีความพลาสติกต่ำมากจึงต้องใช้ปริมาณสารเชื่อมประสานค่อนข้างมากเพื่อให้ได้อะลูมินาที่มีลักษณะเป็นเนื้อดินปั้น และเมื่อทำงานขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกชิ้นงานที่ได้มีลักษณะขรุขระหน้าไม่เรียบ เนื่องจากเนื้อดินปั้นมีลักษณะเหลว ไม่คงตัว ทำให้เมื่อนำไปขึ้นรูปเมื่อนำออกจากแม่พิมพ์ หลังการอัด จึงติดแม่พิมพ์ทำให้หน้าชิ้นงานไม่สม่ำเสมอ ทำการแก้ไขโดยการเพิ่มความหล่อลื่นให้กับแม่พิมพ์ ดังแสดงในภาพที่ 4-19



ภาพที่ 4-19 ชิ้นงานอะลูมินาเมื่อเติมสารเชื่อมประสานกลุ่มที่ 1

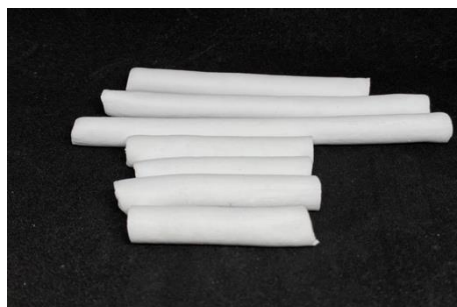
ผลการทดสอบความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำของอะลูมินาเมื่อเติมสารละลายเชื่อมประสานแล้วได้ผลความหนาแน่นอยู่ที่ 2.92 g/cm^3 ร้อยละค่าการดูดซึมน้ำเท่ากับ 8.98 จึงทำการปรับปรุงสารละลายตัวเชื่อมประสานโดยการปรับปรุงวิธีการผสมสารผงแห้งและสารละลายเชื่อมประสานด้วยการใช้เครื่องปั่นในการผสมวัตถุดิบแห้งและเติมสารเชื่อมประสาน จากการทดลองข้างต้นพบว่าลักษณะชิ้นงานไม่เหมาะสมเนื่องจากมีลักษณะเหลวมากเกินไป จึงทำการลดน้ำในสูตรสารละลายเชื่อมประสาน และเริ่มทำการผสมสารตัวเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าการลดน้ำและเพิ่มปริมาณสารพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ดังการทดลองกลุ่มที่ 2 พบว่าเนื้อดินปั้นมีลักษณะแตกร่วน และความเป็นพลาสติกต่ำ ให้ค่าความหนาแน่นอยู่ที่ 3.28 g/cm^3 และร้อยละการดูดซึมน้ำเท่ากับ 3.89 พบว่าเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตส่งผลให้ความหนาแน่นสูงแต่ค่าการดูดซึมน้ำยังคงสูงอยู่ เนื่องจากการบริเวณผิวของชิ้นงานก่อนเผามีความขรุขระจากการขึ้นรูปอยู่จึงทำให้มีปริมาณรูพรุนภายนอกชิ้นงานอย่างเห็นได้ชัดแสดงดังภาพที่ 4-20



ภาพที่ 4-20 ภาพชิ้นงานการขึ้นรูปด้วยการผสมกลุ่มที่ 2

ทำการปรับสารละลายเชื่อมประสานโดยการเติมปริมาณโพลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ซึ่งเป็นสารในกลุ่ม plasticizer เพื่อแก้ปัญหาเนื้อดินปั้นที่มีความพลาสติกน้อย พบว่าเมื่อทำการผสมเป็นเนื้อดินปั้น เนื้อดินปั้นมีความเป็นพลาสติกมากขึ้น แต่ยังคงมีความขรุขระและรูพรุนจากการขึ้นรูป ค่าร้อยละการดูดซึมน้ำลดลงอย่างเห็นได้ชัด คือร้อยละค่าเฉลี่ยของชิ้นงานเท่ากับ 0.55 ความหนาแน่นของชิ้นงานมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 3.32 g/cm^3 เป็นค่าที่มีความใกล้เคียงกับค่าที่ได้ศึกษาจากการอัดชิ้นงานโดย

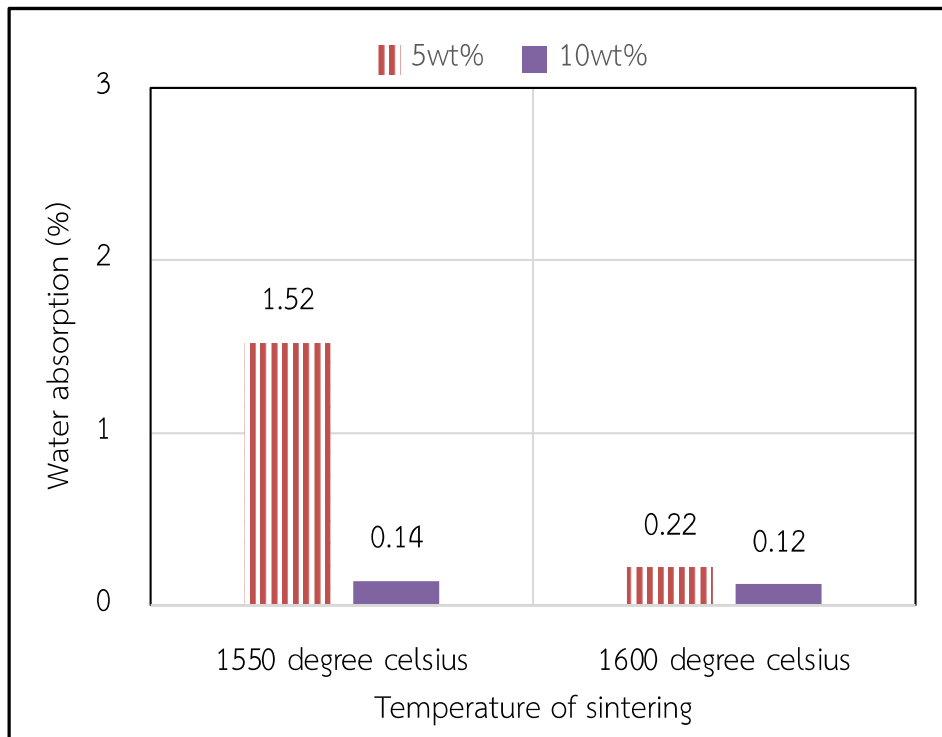
ไม่เติมสารเชื่อมประสาน จากนั้นทำการปรับปริมาณสารละลายเชื่อมประสานเพิ่มเติมจนได้กลุ่มที่เหมาะสมสามารถแก้ปัญหาลักษณะความไม่เรียบของชิ้นงานได้คือการใช้สูตรสารละลายเชื่อมประสานกลุ่ม A ซึ่งเป็นกลุ่มที่ทำการปรับเพิ่มปริมาณน้ำในตัวเชื่อมประสาน จากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดเพื่อทดสอบหาปริมาณสารละลายเชื่อมประสาน พบว่าการขึ้นรูปด้วยการอัดรีดนั้นต้องมีความสม่ำเสมอของเนื้อดินปั้นหากเนื้อดินปั้นมีความไม่สม่ำเสมอจะส่งผลกระทบต่อสมบัติต่าง ๆ ได้ ปัญหาที่พบในการขึ้นรูปคือเมื่อขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด หากสารละลายเชื่อมประสานมากเกินไปจะส่งผลให้ชิ้นงานก่อนนำไปเผาผลาญมีลักษณะอ่อนนิ่มไม่คงตัว ปริมาณสารละลายเชื่อมประสานที่เหมาะสมที่สุดคือหากเติมปริมาณสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนักจะต้องเติมปริมาณสารละลายเชื่อมประสาน 20 กรัมเนื่องจากสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตมีค่า L.O.I อยู่ประมาณ 24.76% นั่นคือมีน้ำอยู่ในโครงสร้างสารเคมีและค่าปริมาณสารละลายเชื่อมประสานที่เหมาะสมในการเติมปริมาณสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก คือ 18 กรัม จึงจะให้เนื้อดินปั้นในลักษณะที่คงรูปหลังผ่านการรีดได้ดี นอกจากนี้ยังพบว่ารอยแตกของชิ้นงานก่อนนำไปเผาผลาญส่งผลต่อค่าร้อยละการดูดซึมน้ำอีกด้วย และการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดนั้นควรนำชิ้นงานที่ผ่านการอัดรีดไปอบเพื่อไล่ความชื้นในชิ้นงานก่อนการนำไปเผา หากชิ้นงานนั้นยังมีความชื้นอยู่มากเมื่อนำไปเผาผลาญ ชิ้นงานอาจเกิดการแตกหักเนื่องจากความชื้นและสารเชื่อมประสานออกจากชิ้นงานรวดเร็วเกินไป อีกทั้งยังส่งผลกระทบต่อความหนาแน่นภายในชิ้นงานด้วย ภาพที่ 4-21 แสดงชิ้นงานหลังการเผาผลาญที่มีการผสมสารเชื่อมประสานปริมาณที่เหมาะสมคือการทดลองกลุ่มที่ 6-7



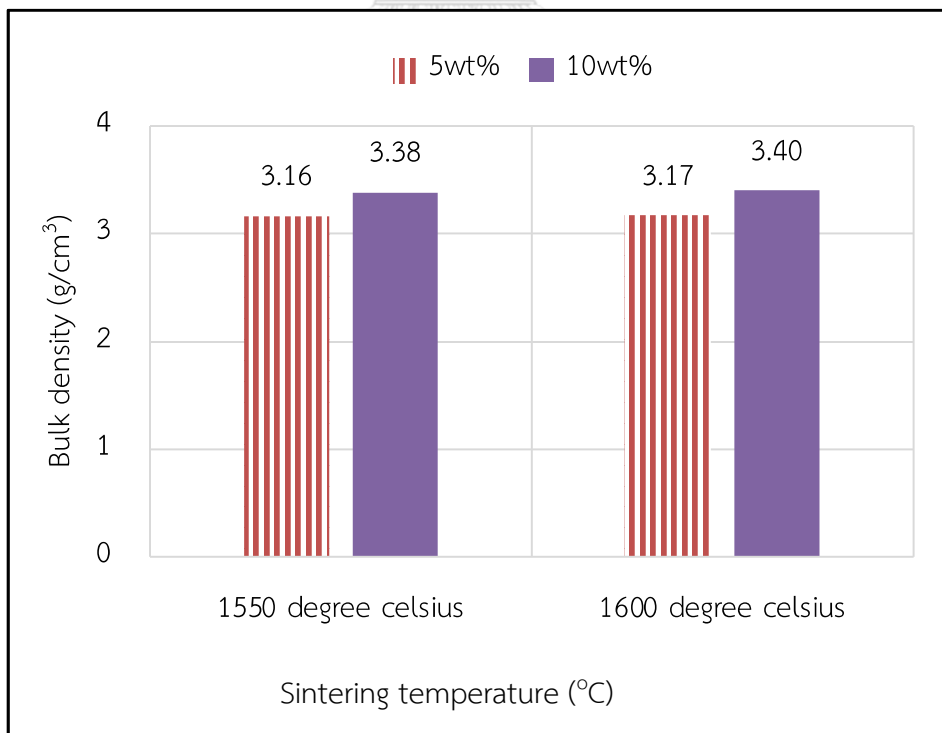
ภาพที่ 4-21 ภาพชิ้นงานอะลูมินาเมื่อใส่สารตัวเติมและขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดหลังการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1550-1600 องศาเซลเซียส

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นและการดูดซึมน้ำของชิ้นงานแท่งอะลูมินา

จากการศึกษาหาปริมาณการเติมสารเชื่อมประสานเมื่อได้เทคนิคการผสมเพื่อให้ได้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงและการดูดซึมน้ำต่ำแล้ว จึงนำอัตราส่วนของสารเชื่อมประสานที่เหมาะสมไปขึ้นรูปชิ้นงานแบบแท่งด้วยกระบวนการอัดรีด จากการทดลองแม้ว่าอัตราส่วนของปริมาณอะลูมินาและสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮดรตปริมาณเท่ากัน แต่หากมีการผสมอย่างไม่สม่ำเสมอกับสารละลายเชื่อมประสาน ก็จะทำให้เกิดปริมาณรูพรุนในชิ้นงานมากส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำ หรือการไล่ความชื้นและตัวเชื่อมประสานไม่หมดก็จะส่งผลต่อสมบัติชิ้นงานเช่นกัน วิธีการผสมและปริมาณสารเชื่อมประสานที่ทำให้ได้ค่าที่ดีที่สุดและมีความใกล้เคียงกับการศึกษาผลของการเติมสารในประกอบแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮดรตด้วยวิธีการอัดผงแห้งนั้น คือ การทดลองกลุ่มที่ 6 และ กลุ่มที่ 7 โดยทำการเลือกสัดส่วนปริมาณการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตในอัตราส่วนการเติมร้อยละ 5-10 เพื่อพิจารณาศึกษาการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดต่อ เนื่องจากสัดส่วนนี้เป็นสัดส่วนที่ให้ค่าความหนาแน่นสูงและค่าการดูดซึมน้ำต่ำ แสดงผลการเปรียบเทียบการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1600 องศาเซลเซียสดังภาพที่ 4-22 และ ภาพที่ 4-23 พบว่า การเติมสารตัวเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตในปริมาณการร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ทำให้ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละการดูดซึมน้ำต่ำถึง 0.12 และค่าเฉลี่ยความหนาแน่นเท่ากับ 3.40 g/cm^3 ชิ้นงานมีเนื้อเรียบ รูพรุนรอบชิ้นงานน้อย ค่าความหนาแน่นมีค่าน้อยกว่าการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้งแบบไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว เนื่องจากกระบวนการขึ้นรูปที่แตกต่างกัน ส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำกว่า



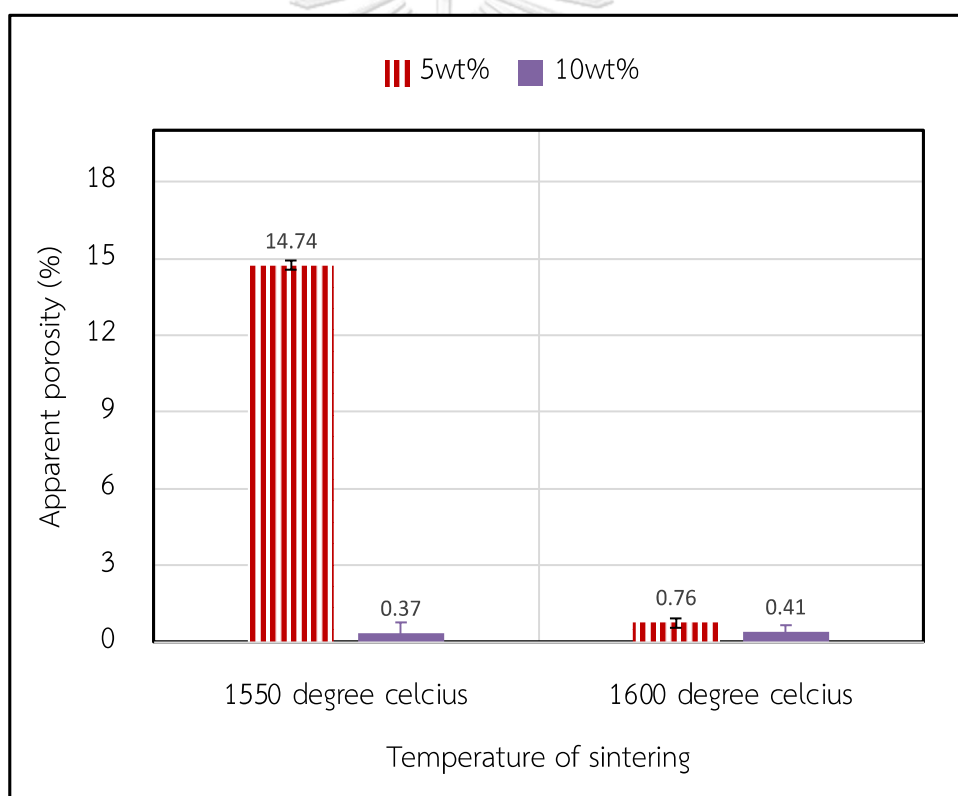
ภาพที่ 4-22 กราฟแสดงการดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกเมื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด



ภาพที่ 4-23 กราฟแสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาผนึกเมื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีด

4.2.2 ค่าความพรุนตัว (Apparent porosity)

จากการวิเคราะห์ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานพบว่าที่เมื่อเติมสารประกอบแคลเซียมโมโนเบสิกโมโนไฮดรอกไซด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักส่งผลให้ความพรุนของชิ้นงานลดลงดังแสดงในภาพที่ 4-24 พบว่าที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียสให้ค่าความพรุนต่ำที่สุด แต่ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อนำมาขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดมีค่าต่ำกว่าผลการทดสอบความหนาแน่นเมื่อขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้งทิศทางเดียวเนื่องจากการกระบวนการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดมีการเติมสารละลายเชื่อมประสานเพื่อให้เกิดเป็นเนื้อดินปั้นดังนั้นเมื่อสารละลายเชื่อมประสานสลายตัวไปอาจทำให้เกิดรูพรุนปิดในชิ้นงานส่งผลให้ค่าความหนาแน่นต่ำลง เนื่องจากค่ารูพรุนปรากฏและค่าการดูดซึมน้ำมีค่าต่ำสอดคล้องกัน

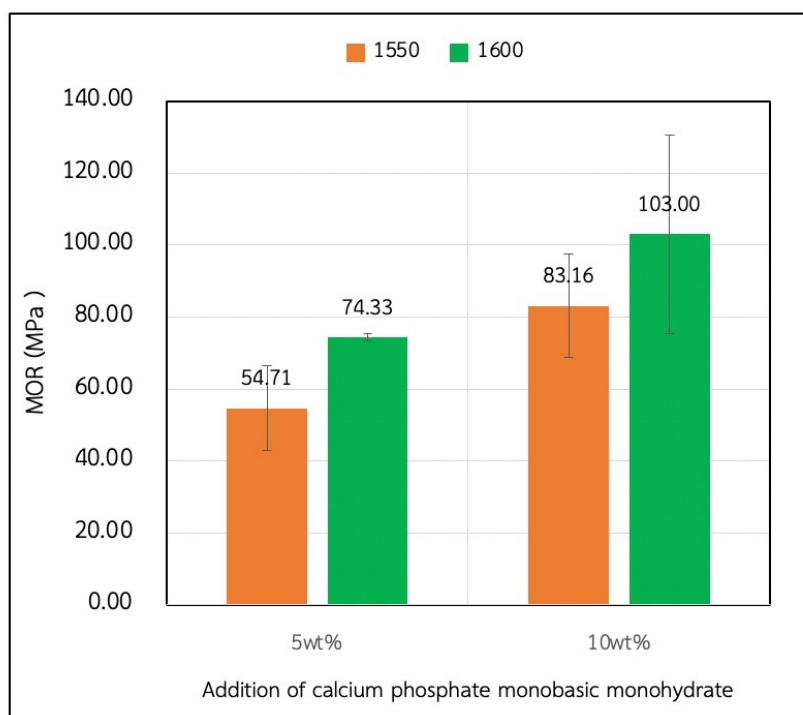


ภาพที่ 4-24 ค่าความพรุนตัวชิ้นงานเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟต โมโนเบสิก โมโนไฮดรอกไซด์

4.2.3 ค่าความแข็งแรง (Strength of material)

เมื่อนำชิ้นงานขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดเป็นลักษณะแท่ง (rod) แล้วไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบที่มีแรงกด 3 จุด โดยใช้สูตรคำนวณความแข็งแรงต่อแรงกด ได้ค่าความแข็งแรงดังกราฟในภาพที่ 4-25 พบว่ามีความสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นซึ่งอาจกล่าวได้ว่าชิ้นงานที่มีความ

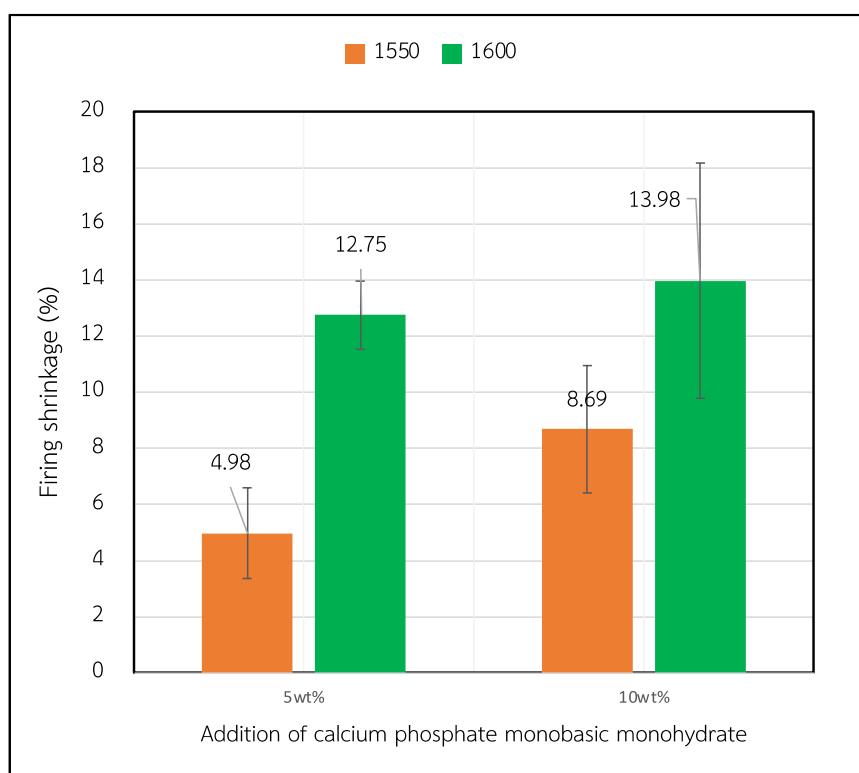
หนาแน่นสูงจะมีความแข็งแรงสูง แต่จากผลการวิเคราะห์เมื่อเติมสารแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ในปริมาณร้อยละ 8 โดยน้ำหนักพบว่าให้ความแข็งแรงสูงแต่พบว่าที่อุณหภูมิ 1550 และ 1600 องศาเซลเซียสมีการดูดซึมน้ำร้อยละ 1.69 และ 1.11 ตามลำดับ และความหนาแน่นอยู่ที่ 3.33 และ 3.36 g/cm³ ตามลำดับ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการเติมสารประกอบฟอสเฟต แต่เนื่องจากงานวิจัยนี้เป็นการวัดค่าความหนาแน่นแบบรวมปริมาตรรูพรุนในชิ้นงานดังนั้นความแข็งแรงจึงอาจไม่สอดคล้องกับค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานอะลูมินา ซึ่งค่าความแข็งแรงต่อแรงดัดที่ได้เมื่อเปรียบเทียบกับค่าความแข็งแรงอะลูมินาความบริสุทธิ์ 98% ความหนาแน่น 3.90 จะมีค่าความแข็งแรงต่อแรงดัดอยู่ที่ 350 MPa ซึ่งอัตราส่วนที่ดีที่สุดคือ การเติมสารแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ในปริมาณร้อยละ 10 ค่าความแข็งแรงคือ 103 MPa คิดเป็น 29.43% ของอะลูมินาที่มีความหนาแน่นสูงกว่า ซึ่งอาจเป็นผลจากการขึ้นรูป และตำหนิต่าง ๆ ที่เกิดจากการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด ในแท่งชิ้นงานก่อนการนำไปเผาผนึกยังคงพบรอยแตกและรูพรุนบริเวณชิ้นงาน ส่งผลให้ความแข็งแรงลดลงได้



ภาพที่ 4-25 ค่าความแข็งแรงของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1550-1600 องศาเซลเซียส

4.2.4 ค่าการหดตัวของชิ้นงาน

จากภาพที่ 4-26 พบว่าผลของการวิเคราะห์ค่าการหดตัวของชิ้นงานอะลูมินาหลังเผาพบว่า ชิ้นงานที่มีการหดตัวสูงที่สุด คือชิ้นงานที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก มีร้อยละการหดตัวอยู่ที่ 13.98 เนื่องจากจากโครงสร้างจุลภาคอนุภาคของอะลูมินามี ลักษณะการเชื่อมแน่นมากขึ้นเมื่อเปรียบการเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4-26 ค่าการหดตัวของชิ้นงานในอัตราส่วนต่าง ๆ และเผาผนังในช่วง 1550-1600 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การทดลองเพื่อหาผลของสารประกอบฟอสเฟตที่มีผลต่อการเผาผลาญอะลูมินาโดยกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตกลุ่มที่เลือกใช้คือกลุ่มที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ เพื่อนำไปปรับวิธีการผสมอะลูมินาและสารตัวเติมฟอสเฟตให้มีความสม่ำเสมอ และเพื่อให้เกิดเป็นของเหลวในระหว่างการเผาผลาญเพื่อเพิ่มความหนาแน่นของวัสดุอะลูมินาที่อุณหภูมิต่ำ โดยแบ่งศึกษาเป็น 2 ส่วน

5.1.2 ผลของการศึกษาสารประกอบฟอสเฟตโดยการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดแห้ง

1) กลุ่มสารประกอบที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดใน 3 กลุ่มตัวอย่าง คือ แคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต

2) ความหนาแน่นที่สูงสุดและค่าการดูดซึมน้ำของการเติมแต่ละกลุ่มสารประกอบฟอสเฟต มีค่าดังนี้

- กลุ่มการเติมสารประกอบโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต คือเมื่อเติมโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นเท่ากับ 2.89 g/cm^3 โดยมีค่าการดูดซึมน้ำร้อยละ 8.26

- กลุ่มการเติมสารประกอบโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟต คือเมื่อเติมโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นเท่ากับ 2.31 g/cm^3 โดยมีค่าการดูดซึมน้ำร้อยละ 25.25 สำหรับในกรณีนี้ ชิ้นงานมีลักษณะโป่งพอง เมื่อเติมปริมาณโซเดียมไตรพอลิฟอสเฟตเพิ่มขึ้น

- กลุ่มการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต คือเมื่อเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นเท่ากับ 3.67 g/cm^3 โดยมีค่าการดูดซึมน้ำร้อยละ 0.15

3) ในกลุ่มของการเติมสารประกอบฟอสเฟตทั้ง 3 กลุ่มจะพบว่าสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรต ให้ผลของความหนาแน่นสูงที่สุดและการดูดซึมน้ำต่ำที่สุด เมื่อ

วิเคราะห์ด้วยโครงสร้างจุลภาคจะพบว่าอนุภาคเมื่อเติมโซเดียมไตรฟอสเฟตและโมโนแอมโมเนียมยังไม่เกิดการเชื่อมผนังกันค้ำค้ำยังไม่เกิดเฟสของเหลวในการเผาผนึกสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีที่พบว่าเมื่อนำขึ้นตัวอย่างที่มีการเติมกลุ่มสารประกอบฟอสเฟตที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าพบเพียงเฟสของอะลูมินาเพียงเฟสเดียวและลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาคยังคงมีความใกล้เคียงกับอนุภาคเริ่มต้น และพบว่าการเติมโมโนแอมโมเนียมก่อให้เกิดอนุภาคลักษณะแท่งยาวคล้ายเข็ม ในขณะที่ผลการสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตให้ความหนาแน่นสูงที่สุดและมีค่าการดูดซึมน้ำต่ำที่สุดนั้นมีผลลักษณะทางจุลภาค คือลักษณะอนุภาคมีความเชื่อมแน่นกันรูพรุนในชิ้นงานพบน้อย และมีการพบเฟสอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) เกิดขึ้นเมื่อนำขึ้นงานที่มีการเติมสารแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 10 ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส สอดคล้องเฟสไดอะแกรมของ Al_2O_3 -CaO- P_2O_5 ที่พบว่าช่วงอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส จะมีเฟสของเหลวของอะลูมิเนียมฟอสเฟตเกิดขึ้น ซึ่งอะลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นเฟสที่ให้ความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูงส่งผลให้ชิ้นงานอะลูมินามีความแข็งแรง

4) อัตราส่วนที่น่าสนใจสำหรับการเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตคือเมื่อเติมในปริมาณร้อยละ 15 โดยน้ำหนักจะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นต่ำลงอาจเกิดจากปริมาณสารตัวเติมที่มากเกินไปทำให้ไปขัดขวางการโตของเกรนอนุภาคจึงมีความหนาแน่นต่ำลง

5.1.3 ผลของการศึกษาสารประกอบฟอสเฟตโดยการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดโดยเตรียมอะลูมินาในลักษณะเนื้อดินปั้น

1) มุ่งเน้นศึกษาในกลุ่มสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรต เนื่องจากให้ค่าความหนาแน่นที่ดีที่สุด

2) กลุ่มการทดลองการผสมสารคือกลุ่มที่ 6 และ 7 คือการนำแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตป่นผสมกับอะลูมินาเพื่อให้เกิดความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันจากนั้นเติมสารละลายเชื่อมประสานกลุ่ม A ในปริมาณ 18 กรัม หากเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และเติมสารละลายเชื่อมประสาน 20 กรัม ในกลุ่มสารเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เนื่องจากในแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตมีน้ำ

อยู่ในโครงสร้างจึงเพิ่มความชื้นให้กับเนื้อดินปั้นหากเติมสารละลายเชื่อมประสานมากเกินไปเนื้อดินปั้นจะมีลักษณะเหลวเกินไปทำให้ขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดแล้วชิ้นงานไม่คงตัว

3) ค่าความหนาแน่นที่สูงที่สุดในการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดคือการขึ้นรูปด้วยการเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส ให้ความหนาแน่นเท่ากับ 3.40 g/cm^3 และค่าการดูดซึมน้ำอยู่ที่ร้อยละ 0.12 ซึ่งค่าความความหนาแน่นมีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการทดลองแบบอัดผงแห้ง เนื่องจากในขั้นตอนการอัดรีดมีการเติมสารละลายเชื่อมประสาน เมื่อให้ความร้อนจะเกิดการไล่สารละลายเชื่อมประสานออก ส่งผลให้ความหนาแน่นต่ำลง

4) ค่าความแข็งแรงของชิ้นงานสูงที่สุดอยู่ที่ 103.00 MPa คือกลุ่มที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส

5) ค่าการหดตัวที่มีค่าสูงที่สุดคือร้อยละ 13.98 คือกลุ่มที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส

5.2 ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม

- 1) การเตรียมเนื้อดินปั้น หากบ่มเนื้อดินปั้นนานเกินไปจะทำให้ น้ำระเหยออกจากชิ้นงาน ความชื้นในเนื้อดินปั้นลดลงทำให้ชิ้นงานมีความแห้งมีความเป็นพลาสติกไม่เพียงพอต่อการขึ้นรูป
- 2) ผิวของชิ้นงานที่มีความแข็งแรงต่ำบางส่วนเกิดการดำหนิจากขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีด มีรอยแตกในชิ้นงานไม่สม่ำเสมอมีรูพรุนในชิ้นงานตั้งแต่ก่อนนำไปเผาผืนึก
- 3) เพิ่มระบบสุญญากาศให้เครื่องอัดรีดช่วยทำให้เนื้อชิ้นงานที่ผ่านการรีดมีความแน่นมากขึ้น

ภาคผนวก
ภาคผนวก ก
อุปกรณ์การทดลอง



(ก)



(ข)

ภาพที่ ก-1 แม่พิมพ์ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (ก) ขนาดเว้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร (ข) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร



ภาพที่ ก-5-1 เครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว



ภาพที่ ก-5-2 เครื่องปั่นผสมสารละลายเชิงประสาน



ภาพที่ ก-5-3 เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (Rotary evaporator)



ภาพที่ ก-5-4 เครื่องอัดรีด (Extrusion)

ภาคผนวก ข
ผลการทดลอง

ผลของสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่มีผลต่อการเผาผนึกของอะลูมินา

- Monoammoniumphosphate
- Sodiumtripolyphosphate
- Calciumphosphate monobasic monohydrate

การวิเคราะห์ผลจากชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยการอัดทิศทางเดียว

ความหนาแน่น (Bulk density)

- Monoammoniumphosphate

Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	2.50 ± 0.01	2.68 ± 0.09	2.82 ± 0.02
5 wt%	-	2.51 ± 0.02	2.56 ± 0.02	2.72 ± 0.04
10 wt%	2.90 ± 0.02	2.68 ± 0.01	2.56 ± 0.04	2.90 ± 0.02

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

- Sodiumtripolyphosphate

Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	2.50 ± 0.01	2.68 ± 0.09	2.82 ± 0.02
1 wt%	1.84 ± 0.02	1.86 ± 0.03	-	-
5 wt%	-	2.01 ± 0.02	2.15 ± 0.07	2.31 ± 0.08
10 wt%	-	1.56 ± 0.03	1.65 ± 0.04	1.74 ± 0.04

- Calciumphosphate monobasic monohydrate

Temp(°C) สัดส่วน	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	2.50 ± 0.01	2.68 ± 0.09	2.82 ± 0.02
1 wt%	2.58 ± 0.01	-	3.23 ± 0.02
5 wt%	3.61 ± 0.09	3.62 ± 0.02	3.65 ± 0.01
10 wt%	3.62 ± 0.05	3.66 ± 0.03	3.67 ± 0.05
15 wt%	2.95 ± 0.13	3.12 ± 0.01	3.29 ± 0.02

การดูดซึมน้ำ (water absorption)

- Monoammoniumphosphate

Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	14.91 ± 0.23	13.05 ± 0.80	11.26 ± 0.39
5 wt%	-	13.26 ± 1.04	12.35 ± 0.99	10.44 ± 0.38
10 wt%	11.47 ± 1.03	12.62 ± 0.07	12.22 ± 0.77	8.55 ± 0.55

- Sodiumtripolyphosphate

Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	14.91 ± 0.23	13.05 ± 0.80	11.26 ± 0.39
1 wt%	29.87 ± 0.81	28.93 ± 2.43	-	-
5 wt%	-	27.23 ± 0.76	25.25 ± 3.54	20.30 ± 1.10
10 wt%	-	37.62 ± 1.18	35.48 ± 1.98	32.28 ± 2.82

- Calciumphosphate monobasic monohydrate

Temp(°C) สัดส่วน	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	14.91 ± 0.23	13.05 ± 0.80	11.26 ± 0.39
1 wt%	13.37 ± 0.17	-	6.06 ± 0.18
5 wt%	0.38 ± 0.03	0.36 ± 0.05	0.23 ± 0.08
10 wt%	0.29 ± 0.03	0.12 ± 0.12	0.15 ± 0.00
15 wt%	7.09 ± 1.41	6.21 ± 0.69	4.11 ± 1.13

ค่าความพรุนตัว (Apparent porosity)

- Monoammoniumphosphate

Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	37.22 ± 0.61	32.91 ± 1.57	30.57 ± 0.93
5 wt%	-	33.21 ± 2.49	31.67 ± 2.73	28.38 ± 0.75
10 wt%	28.77 ± 2.13	33.80 ± 0.07	31.30 ± 1.35	24.81 ± 0.29

- Sodiumtripolyphosphate

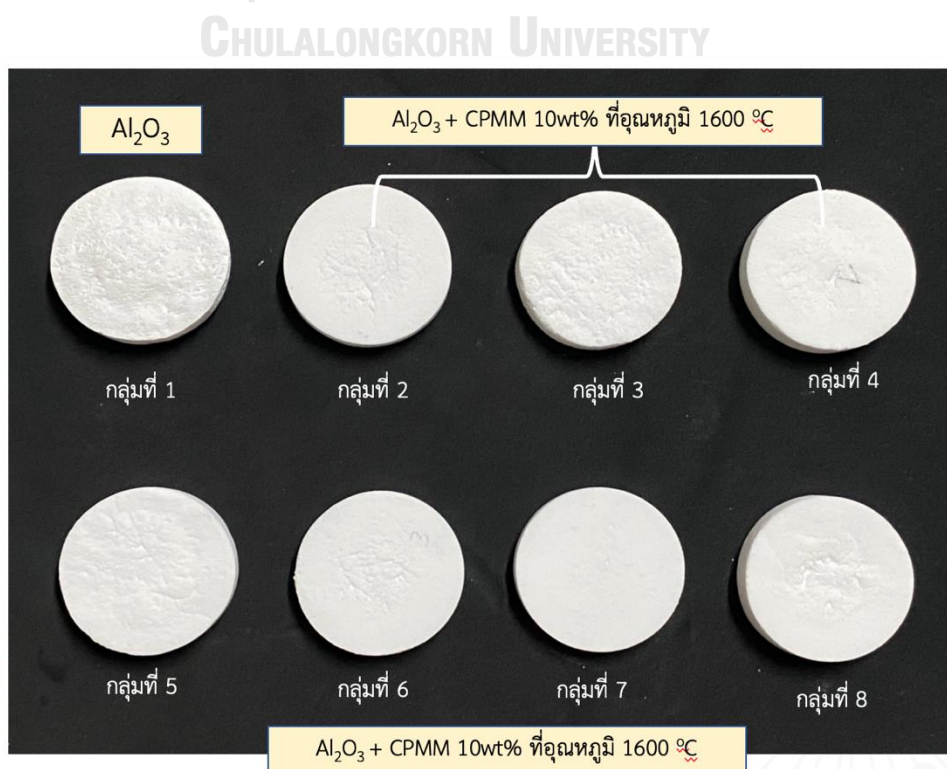
Temp(°C) สัดส่วน	1400 (%)	1500 (%)	1550 (%)	1600 (%)
0 wt%	-	37.22 ± 0.61	32.91 ± 1.57	30.57 ± 0.93

1 wt%	54.82 ± 1.37	53.64 ± 3.65	-	-
5 wt%	-	54.66 ± 2.03	54.00 ± 5.86	46.86 ± 1.00
10 wt%	-	58.65 ± 0.73	58.66 ± 3.70	56.24 ± 3.67

- Calciumphosphate monobasic monohydrate

Temp(°C)	1500	1550	1600
สัดส่วน	(%)	(%)	(%)
0 wt%	37.22 ± 0.61	32.91 ± 1.57	30.57 ± 0.93
1 wt%	34.51 ± 0.73	-	19.56 ± 0.65
5 wt%	1.36 ± 0.12	1.30 ± 0.19	0.82 ± 0.30
10 wt%	1.06 ± 0.10	0.44 ± 0.11	0.56 ± 0.00
15 wt%	20.75 ± 3.30	19.33 ± 2.07	13.54 ± 3.81

ภาพชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยการอัดทิศทางเดียวชิ้นงานมีการเติมสารเชื่อมประสาน



ผลการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดทิศทางเดียวโดยการเติมสารละลายเชื่อมประสาน

กลุ่ม	การดูดซึมน้ำ (%)	ความหนาแน่น (g/cm ³)
1	8.98	2.92
2	3.89	3.28
3	0.55	3.32
4	3.32	3.38
5	2.88	3.31
6	0.95	3.39
7	0.87	3.40
8	2.92	3.32

บรรณานุกรม

1. A. Ruys, 1 - *Introduction to alumina ceramics*, in *Alumina Ceramics*, A. Ruys, Editor. 2019, Woodhead Publishing. p. 1-37.
2. A. Ruys, 12 - *Alumina as a wear-resistant industrial ceramic*, in *Alumina Ceramics*, A. Ruys, Editor. 2019, Woodhead Publishing. p. 369-411.
3. A. Ruys, 4 - *Processing, structure, and properties of alumina ceramics*, in *Alumina Ceramics*, A. Ruys, Editor. 2019, Woodhead Publishing. p. 71-121.
4. J. Sedláček, D. Galusek, P. Šajgalík, *Effect of rare Earth Oxide and rare Earth-Alumina-Silica Glass on Mechanical Properties of Liquid Phase Sintered Alumina Ceramics*. Key Engineering Materials 2005. **290**: p. 246-249.
5. J. Cassidy, *Phosphate bonding then and now*. Am Ceram Soc Bull, 1977. **56**(7): p. 640-643.
6. C. Baudín, *Alumina, Structure and Properties in Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses*. 2021. p. 25-46.
7. A. Ruys, *Processing, structure, and properties of alumina ceramics* in *Alumina Ceramics*. 2019. p. 71-121.
8. E. Dörre, *Alumina*. 1 ed. Materials Research and Engineering. 1984: Springer Berlin Heidelberg. 330.
9. S. Lamouri, *Control of the γ -alumina to α -alumina phase transformation for an optimized alumina densification*. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2017. **56**(2): p. 47-54.
10. T. Shirai, H. Watanabe, M. Fuji, M. Takahashi, *Structural Properties and Surface Characteristics on Alumina Powders*. Annual report of the Ceramics Research Laboratory Nagoya Institute of Technology, 2009. **9**: p. 23-31.
11. K. Wefers, C. Misra, *Oxide and Hydroxides of aluminum*. Alcoa technical paper. 1987: Aluminium Company of America.
12. M. Authier-Martin, G.F., S. Ostap, J. See, *The Mineralogy of Bauxite for Producing Smelter-Grade Alumina*. The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2001. **52**(12): p. 36-40.

13. S.Kang, *Sintering*. 2005, Amsterdam: Elsevier Butterworth Heinemann.
14. W. Dong, H. Jain, and M.P. Harmer, *Liquid Phase Sintering of Alumina, I. Microstructure Evolution and Densification*. Journal of the American Ceramic Society, 2005. **88**(7): p. 1702-1707.
15. H. Xu, *Densification mechanism and microstructure characteristics of nano- and micro- crystalline alumina by high-pressure and low temperature sintering*. Journal of the European Ceramic Society, 2021. **41**(1): p. 635-645.
16. R. de Oro Calderon, C. Gierl-Mayer, and H. Danninger, *Fundamentals of Sintering: Liquid Phase Sintering*, in *Encyclopedia of Materials: Metals and Alloys*. 2022. p. 481-492.
17. R. German, P. Suri, and S.J. Park, *Review: liquid phase sintering*. Journal of Materials Science, 2009. **44**(1): p. 1-39.
18. S.J. Kang, *Liquid phase sintering*, in *Sintering of Advanced Materials*. 2010. Elsevier Butterworth Heinemann. p. 110-129.
19. B. A. LATELLA, B.H.O.C., *Processing high-purity and liquid-phase-sintered alumina ceramics using locally synthesized alumina powders*. Journal of Materials Science, 1998. **33**: p. 877-886.
20. K. Schrödter, *Phosphoric Acid and Phosphates*, in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 2008.
21. J. Sanchez-Enriquez, and J. Reyes-Gasga, *Obtaining $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, monocalcium phosphate monohydrate, via monetite from brushite by using sonication*. Ultrason Sonochem, 2013. **20**(3): p. 948-54.
22. D. Xu, *Determination of the Solubility of Ammonium Dihydrogen Phosphate in Water–Ethanol System at Different Temperatures from 283.2 to 343.2 K*. Journal of Chemical & Engineering Data, 2015. **61**(1): p. 78-82.
23. M. Gargouri, *Experimental Study of the Purification of an Industrial Fertilizer (Mono-Ammonium Phosphate) to Larger Scale Using an Experimental Design*. International Journal of Materials Engineering, 2012. **2**(4): p. 32-37.
24. D.R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics*, ed. 87. 1998, Boca Raton, Florida: CRC Press. 4-42.
25. J. Yao, *Sodium tripolyphosphate as a selective depressant for separating*

- magnesite from dolomite and its depression mechanism*. Powder Technology, 2021. **382**: p. 244-253.
26. M.P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing Materials Processes and Systems* 4th ed. 2010, United States: John Wiley.
27. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, เซรามิกส์ วัสดุขั้นสูงสำหรับงานวิศวกรรม. 2562, ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ร่วมกับ สมาคมเซรามิกส์ไทย. 223.
28. Kopeliovich, D.D. *Methods of shape forming ceramic powders*. 2012 31/05/2012; Available from:
https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=methods_of_shape_forming_ceramic_powders.
29. M.J. Ribeiro, J.M. Ferreira, and J.A. Labrincha, *Plastic behaviour of different ceramic pastes processed by extrusion*. Ceramics International, 2005. **31**(4): p. 515-519.
30. N.Vitorino, *Extrusion of ceramic emulsions: Plastic behavior*. Applied Clay Science, 2014. **101**: p. 315-319.
31. R.A. TERPSTRA, A.H. DE VRIES, *Ceramic Processing*. 1 ed. 1995, India: Chapman&Hall. 175.
32. M.H. Zare, N. Hajilary, and M. Rezakazemi, *Microstructural modifications of polyethylene glycol powder binder in the processing of sintered alpha alumina under different conditions of preparation*. Materials Science for Energy Technologies, 2019. **2**(1): p. 89-95.
33. K. Huntrakul, and N. Harnkarnsujarit, *Effects of plasticizers on water sorption and aging stability of whey protein/carboxy methyl cellulose films*. Journal of Food Engineering, 2020. **272**.
34. Y.F. Du, *The Influence of CMC on Paper Coating Properties*. Advanced Materials Research, 2011. **236-238**: p. 1391-1395.
35. ASSOCIATION, T.G.P., *Uses of Glycerine*. 1963. 26.
36. C. Jaafar, *Effects of PVA-PEG Binders System on Microstructure and Properties of Sintered Alumina*. Applied Mechanics and Materials, 2014. **564**: p. 355-360.
37. M.Kavanova, *Characterization of the Interaction between Glazes and Ceramic Bodies*. Ceramics - Silikaty, 2017: p. 267-275.

38. E.Keramat, and B. Hashemi, *Modelling and optimizing the liquid phase sintering of alumina/CaO-SiO₂-Al₂O₃ ceramics using response surface methodology*. Ceramics International, 2021. **47**(3): p. 3159-3172.
39. L. Mandecka-Kamien, *The phase composition of mixtures in corundum-rich Al₂O₃-CaO-P₂O₅ systems*. Ceramics International, 2015. **41**(3): p. 4093-4100.
40. A.S. Wagh, *Aluminum Phosphate Ceramics*, in *Chemically Bonded Phosphate Ceramics*. 2016. p. 141-155
41. A.P. Luz, D.T. Gomes, and V.C. Pandolfelli, *High-alumina phosphate-bonded refractory castables: Al(OH)₃ sources and their effects*. Ceramics International, 2015. **41**(7): p. 9041-9050.
42. A. P. Luz, S.J.S.L., D. T. Gomes, V. C. Pandolfelli, *High-Alumina Chemically Bonded Refractory Castables Containing Liquid or Powdered Binders*, in *refractories WORLDFORUM*. 2018. p. 68-73.
43. นุชนภา ตั้งบริบูรณ์, เซรามิกวิศวกรรม. 2556, กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. 386.
44. K. Siriphaisantavee, *EFFECTS OF ALKALI SILICATE ADDITIONS ON LIQUID PHASE SINTERING OF ALUMINA CERAMIC FORMED BY EXTRUSION METHOD*, in Master Degree Thesis *Materials Science*. 2019, Chulalongkorn University: Bangkok.



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ชฎานิษฐ์ ศรีประดิษฐ์
วัน เดือน ปี เกิด	2 พฤษภาคม 2540
สถานที่เกิด	นครศรีธรรมราช
วุฒิการศึกษา	สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีจาก หลักสูตรวิทยาศาสตร์ สาขาวิชาเซรามิกและวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2561
ที่อยู่ปัจจุบัน	173/1 ซ.ประชาสงเคราะห์ 24 แขวงดินแดง เขตดินแดง กทม. 10400
ผลงานตีพิมพ์	การประชุมวิชาการ The 47th International Congress on Science Technology and Technology-based Innovation 2021นำเสนอผลงานในรูปแบบ Poster presentation ระหว่างวันที่ 5-7 ตุลาคม 2564 โดยเป็นการนำเสนอแบบออนไลน์ และได้รับการตีพิมพ์ในรูปแบบ E-Proceeding หน้าที่ 601-607 หัวข้อเรื่อง "Effect of Phosphate Compound as Liquid Phase Sintering Additive on Properties of Alumina Ceramics"