

ผลของพารามิเตอร์ในการเผาพริกต่อ โครงสร้างจุลภาคและสมบัติของ  
แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเซรามิก

นายปรเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2554  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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

EFFECTS OF SINTERING PARAMETERS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF  
MAGNESIUM ALUMINATE CERAMICS

Mr. Poramate Chintasongkro

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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของพารามิเตอร์ในการเผาผลาญต่อ โครงสร้างจุลภาคและสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเซรามิก
โดย	นายปรเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	อาจารย์ ดร.สุจาริณี กชวัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริชนันว์ เจียมศิริเลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(อาจารย์ ดร.สุจาริณี กชวัฒน์)

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

..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชนากร วาสนาเพชรพงศ์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(ดร.จรัสพร มงคลขจิต)

ปรเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์ : ผลของพารามิเตอร์ในการเผาผนึกต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก. (EFFECTS OF SINTERING PARAMETERS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF MAGNESIUM ALUMINATE CERAMICS) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : อ. ดร.สุจาริณี คชวัฒน์, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : อ. ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์, 60 หน้า.

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นทำการศึกษาอิทธิพลของภาวะการเผาผนึกและสารช่วยเผาผนึกลิเทียมฟลูออไรด์ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค คุณสมบัติและสมบัติหลังเผาของแมกนีเซียมอะลูมินา โดยทำการทดลองเปรียบเทียบระหว่างแมกนีเซียมอะลูมินาจาก 2 แหล่งผลิต คือ S30CR กับ TSP-20 การเผาผนึกทำในอากาศ และในบรรยากาศอื่นๆ ได้แก่ สุญญากาศ ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ในช่วงอุณหภูมิ 1430 ถึง 1650 องศาเซลเซียส จากการทดลองพบว่า อุณหภูมิเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียสในอากาศ ทำให้แมกนีเซียมอะลูมินาบริสุทธิ์ทั้งสองชนิดมีความหนาแน่นสูงถึงร้อยละ 99 ของค่าทางทฤษฎี มีขนาดเกรนเล็กและมีค่าความแข็งสูงถึง 15 กิกะพาสคัล การเติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักส่งผลต่อการเผาผนึกในอากาศของแมกนีเซียมอะลูมินาทั้งสองชนิดในรูปแบบที่แตกต่างกัน โดยในกรณี S30CR พบว่าการขึ้นไฟที่อุณหภูมิช่วง 800 ถึง 850 องศาเซลเซียส ส่งผลทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงขึ้น ในขณะที่การขึ้นไฟไม่แสดงผลชัดเจนต่อความหนาแน่นในกรณีของ TSP-20 แต่พบว่าหากไม่ทำการขึ้นไฟ ขนาดเกรนของ TSP-20 จะขยายใหญ่ขึ้นถึง 83 ไมครอน เนื่องจากอิทธิพลของลิเทียมฟลูออไรด์ที่ยังคงเหลืออยู่ในระบบ ชิ้นงานที่ได้จากการเผาผนึกทั้งสองชนิดมีสมบัติการส่องผ่านของแสงในระดับต่ำ ในงานวิจัยนี้การทดลองเผาผนึกในบรรยากาศต่างๆ ไม่สามารถเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาให้สูงกว่าการเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิเดียวกันได้

ภาควิชา วัสดุศาสตร์..... ลายมือชื่อนิติศ.....  
 สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....  
 ปีการศึกษา 2554..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

5272401423 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : MAGNESIUM ALUMINATE / SPINEL / SINTERING / MICROSTRUCTURE / LITHIUM FLUORIDE

PORAMATE CHINTASONGKRO : EFFECTS OF SINTERING PARAMETERS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF MAGNESIUM ALUMINATE CERAMICS. ADVISOR : SUJARINEE KOCHAWATTANA, Ph.D., CO-ADVISOR : KARN SERIVALSATIT, Ph.D., 60 pp.

This study focuses on the influences of sintering conditions and sintering additives on the microstructures and properties of sintered magnesium aluminate ceramics. Two magnesium aluminate powders, S30CR and TSP-20, were isostatically pressed and then subsequently sintered in air or in other atmospheres (vacuum, nitrogen and hydrogen) at the temperature range from 1430°C to 1650°C. It was found that when sintered in air at 1650°C, both pure magnesium aluminate ceramics gained fine-grain microstructure with the relative density over 99% and the Vickers hardness of 15 GPa. The addition of 1 wt.% lithium fluoride into magnesium aluminate powders showed the different results on the sintering behavior between these powders. For S30CR, the relative density of the sintered specimens improved when the specimens were soaked at 800-850°C during sintering while no significant change was observed for TSP-20. Without soaking, the remaining lithium fluoride accelerated the grain growth in the lithium fluoride doped TSP-20 specimen to the size of 83 micron. The light transmittance of both sintered S30CR and TSP-20 specimens was low in the visible region. Furthermore, there was no improvement on the relative density of the sintered magnesium aluminate specimens when sintered in other atmospheres at the same temperature.

Department : Materials Science .....	Student's Signature .....
Field of Study : Ceramic Technology .....	Advisor's Signature .....
Academic Year : 2011 .....	Co-advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ การสนับสนุนให้ความช่วยเหลือ ทั้งทางด้านวิชาการและการดำเนินงานวิจัยอย่างดีจากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

อาจารย์ ดร.สุจาริณี คชวัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์และ อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำและความช่วยเหลือ ตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยมาด้วยดี อีกทั้งคอยอบรมสั่งสอนในเรื่องคุณธรรมและจริยธรรม ของการเป็นนักวิจัยที่ดี

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ หัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชนากร วาสนาเพียรพงศ์ และคณาจารย์ทุกท่านที่กรุณาให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัยและการใช้เครื่องมือต่างๆ ในภาควิชาวัสดุศาสตร์ ตลอดจน คำแนะนำในการแก้ไขรูปเล่มวิทยานิพนธ์ให้มีความถูกต้องเหมาะสม

ดร.กมลจิรา สุจิโรจน์ นักวิจัยศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่ให้คำแนะนำ ช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

กลุ่มเซรามาร์ท ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย

ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่ให้ทุนสนับสนุนงานวิจัยและให้การอนุเคราะห์ ใช้เครื่องมือต่างๆ

ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง ที่ให้ทุนสนับสนุน ด้านการศึกษา งานวิจัยและการนำเสนอผลงาน

บริษัท Baikowski Chimie ประเทศฝรั่งเศส ที่เอื้อเฟื้อผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไดออกไซด์ น้ำหนัก 500 กรัม

พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เป็นกำลังใจ และให้ความช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัย ที่คอยอบรมสั่งสอน ให้การสนับสนุนและ คอยเป็นกำลังใจ อีกทั้งมอบโอกาสและประสบการณ์ที่มีคุณค่าให้โดยเสมอมา จนกระทั่งงานวิจัยนี้ สำเร็จลงได้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 วัสดุเซรามิกโปร่งใส.....	3
2.2 แมกนีเซียมอะลูมินต.....	7
2.3 การผลิตแมกนีเซียมอะลูมินตแบบโปร่งใส.....	9
2.4 สารตัวเติมและผลของสารตัวเติมที่มีต่อการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินต.....	10
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	15
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	15
3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง.....	15
3.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน.....	16
3.4 การเผาผนึกในอากาศ.....	17
3.5 การเผาผนึกในบรรยากาศต่างๆ.....	18
3.5.1 การเผาผนึกในไฮโดรเจน.....	18

3.5.2 การเผาผลาญในสุญญากาศ .....	19
3.5.3 การเผาผลาญในไนโตรเจน .....	20
3.6 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของชิ้นงาน .....	22
3.6.1 ความหนาแน่น .....	22
3.6.2 โครงสร้างจุลภาค .....	22
3.6.3 การวัดขนาดเกรน .....	23
3.6.4 ความแข็ง .....	23
3.6.5 การส่องผ่านของแสง .....	24
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล .....	25
4.1 ลักษณะเฉพาะของผงวัตถุคิบ .....	25
4.1.1 องค์ประกอบทางเฟส .....	25
4.1.2 องค์ประกอบทางเคมี .....	26
4.1.3 โครงสร้างจุลภาค .....	27
4.1.4 การกระจายขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ .....	28
4.1.5 การขยายตัวทางความร้อนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	30
4.2 ความหนาแน่นของชิ้นงานคิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	32
4.3 การเผาผลาญในอากาศ .....	33
4.3.1 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ .....	33
4.3.2 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ .....	36
4.3.3 ความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	42
4.3.4 ความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	44
4.4 การเผาผลาญในบรรยากาศต่างๆ .....	46
4.4.1 ผลของการเผาผลาญในไฮโดรเจนต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	46
4.4.2 ผลของการเผาผลาญในสุญญากาศต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	49
4.4.3 ผลของการเผาผลาญในไนโตรเจนต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....	51
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ .....	52



5.1 สรุปผลการวิจัย .....	52
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	53
รายการอ้างอิง .....	54
ภาคผนวก .....	57
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....	60

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	14
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีของผงวัตถุคิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....26	26
ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของผงวัตถุคิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม .....29	29
ตารางที่ 4.3 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิและเวลายื่นไฟต่างๆ .....34	34
ตารางที่ 4.4 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมลิเทียมฟลูออไรด์ยื่นไฟ ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	38
ตารางที่ 4.5 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมนิกในไฮโดรเจน 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที .....	47
ตารางที่ 4.6 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมนิกในสุญญากาศ .....	49
ตารางที่ 4.7 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมนิกในไนโตรเจน .....	51

## สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเมื่อแสงตกกระทบวัสดุโปร่งใส .....	3
รูปที่ 2.2 การสะท้อนและการหักเหของแสงในวัสดุโปร่งใส.....	6
รูปที่ 2.3 การกระเจิงของแสงรูปแบบต่างๆ ที่มีปรากฏในวัสดุเซรามิกชนิดพหุผลึก.....	7
รูปที่ 2.4 โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินา .....	8
รูปที่ 2.5 เปรียบเทียบการส่องผ่านของวัสดุ .....	9
รูปที่ 2.6 การวัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง .....	10
รูปที่ 2.7 ค่าการส่องผ่านของชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณต่างๆ.....	12
รูปที่ 2.8 ชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณร้อยละ 0.5 2 และ 10 โดยน้ำหนัก .....	13
รูปที่ 3.1 การจัดวางชิ้นงานในภาชนะอะลูมินาบริเวณกลางห้องเผา .....	17
รูปที่ 3.2 เตาที่อะลูมินา (tube furnace: Lenton furnace 1500°C).....	18
รูปที่ 3.3 การจัดวางชิ้นงานในภาชนะอะลูมินาและภาชนะกราไฟต์.....	19
รูปที่ 3.4 เตาเผาควบคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000, FV PHP-R-5, FRET-25).....	20
รูปที่ 3.5 แผนผังการวิจัย .....	21
รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของผงวัตถุดิบ a) ผงแมกนีเซียมอะลูมินาทั้งสองชนิด คือ S30CR กับ TSP-20 b) ผงลิเทียมฟลูออไรด์.....	25
รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมินา a) S30CR และ b) TSP-20 .....	27
รูปที่ 4.3 a) การกระจายขนาดอนุภาคและ b) การกระจายขนาดอนุภาคสะสมของผงวัตถุดิบ แมกนีเซียมอะลูมินาทั้งสองชนิดในเอทานอล .....	28
รูปที่ 4.4 a) การขยายตัวทางความร้อนและ b) ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมินา ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	31
รูปที่ 4.5 ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมินาเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิต่างๆ.....	33
รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินา a) S30CR และ b) TSP-20 เผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ.....	35

รูปที่ 4.7 ความหนาแน่นของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมลิเทียมฟลูออไรด์เผาผนึกในอากาศ ที่ 1650 องศาเซลเซียส โดยยื่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ.....	37
รูปที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมฟลูออไรด์เผาผนึกใน อากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที a) S30CR และ b) TSP-20 .....	41
รูปที่ 4.9 ความแข็งของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิต่างๆ .....	42
รูปที่ 4.10 ความแข็งของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมฟลูออไรด์ยื่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ และเผาผนึกในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที .....	43
รูปที่ 4.11 ค่าการส่องผ่านของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมเผาผนึกในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส .....	44
รูปที่ 4.12 ความหนาแน่นของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมที่ยื่นไฟ ณ อุณหภูมิต่างๆ และเผาผนึก ในไฮโดรเจน 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที .....	47
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียม a) S30CR และ b) TSP-20 เผาผนึกในไฮโดรเจนที่ 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที .....	48
รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก a) S30CR และ b) TSP-20 ยื่นไฟที่ 850 องศาเซลเซียสและเผาผนึก ในไฮโดรเจนที่ 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที .....	48
รูปที่ 4.15 ความหนาแน่นของเมกนีเซียมอะลูมิเนียมเดลิเทียมเผาผนึกในสุญญากาศที่อุณหภูมิต่างๆ .....	50
รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน S30CR เผาผนึกในสุญญากาศที่ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที.....	50

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันวัสดุโปร่งใสหลากหลายชนิดถูกนำมาใช้งานในรูปแบบต่างๆ อย่างแพร่หลาย ตั้งแต่การทำเป็นช่องแสงหรือช่องสำหรับมองที่ประตู หน้าต่างและผนังซึ่งประกอบด้วยวัสดุทึบแสงเป็นหลัก การทำเป็นชิ้นส่วนประดับเพิ่มความสวยงามหรือกรองแสงสีต่างๆ ซึ่งพบได้ในส่วนประกอบของอุปกรณ์ส่องสว่าง ตัวอาคารสถานที่และยานพาหนะทั่วไป จนถึงการใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ เลนส์สำหรับเครื่องมือประสิทธิภาพสูงและเกราะกันกระสุนแบบโปร่งใส ซึ่งวัสดุเหล่านี้ถูกผลิตขึ้นโดยมีจุดประสงค์เพื่อความสวยงามทันสมัย สร้างความโดดเด่นให้ตัวอุปกรณ์หรือต้องการแสดงโครงสร้างและสิ่งของที่อยู๋ภายในอุปกรณ์นั้น รวมถึงการใช้งานสมบัติทางแสงและทางกลของตัววัสดุไปพร้อมๆกัน โดยอาศัยความแข็งแรงของตัววัสดุเป็นโครงสร้างหลักและใช้สมบัติทางแสงของตัววัสดุควบคู่กันไปด้วย ทั้งนี้ในกรณีของงานด้านความปลอดภัยตัววัสดุจะมีหน้าที่กั้นพื้นที่ของผู้ปฏิบัติงานให้แยกออกจากพื้นที่อันตรายทั้งจากความดัน อุณหภูมิและแรงกระแทกจากวัตถุต่างๆ ที่อาจเกิดขึ้นระหว่างปฏิบัติงาน โดยที่ผู้ปฏิบัติงานยังมีความปลอดภัยและไม่ต้องสูญเสียความสามารถในการสังเกตการณ์ไปแต่อย่างใด ตัวอย่างวัสดุโปร่งใสที่ได้รับความนิยมใช้งานทั่วไป ได้แก่ กระดาษชนิดโซดาไฟ กระจกใส ออะคริลิก พอลิคาร์บอเนต ไนลอนโปร่งใสและพอลิยูรีเทน วัสดุโปร่งใสส่วนใหญ่ยังมีปัญหาเรื่องรอยขีดข่วนบนผิวหน้า ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพในการส่องผ่านของแสงลดลงหรือก็คือลดทอนความใสลงนั่นเอง ดังนั้นงานที่ต้องการความสวยงาม ความใสพิเศษ ความแข็งแรงสูง ทนต่ออุณหภูมิและความดันสูง ทนต่อรอยขีดข่วนและทนต่อสภาวะกัดกร่อนต่างๆ เช่นนี้ ผู้ผลิตและพัฒนาวัสดุจึงมุ่งความสนใจไปยังการวิจัยพัฒนาวัสดุเซรามิกโปร่งใส

วัสดุเซรามิกโปร่งใสที่ได้รับความนิยมมากในการศึกษาวิจัย ได้แก่ อะลูมินาผลึกเดี่ยวหรือแซฟไฟร์ ( $Al_2O_3$ ) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ (ALON) และแมกนีเซียมอะลูมินา ( $MgAl_2O_4$ )<sup>(1, 2)</sup> ด้วยสมบัติที่โดดเด่นของวัสดุเซรามิก ที่มีความแข็งแรงสูง ทนต่อสารเคมีและการกัดกร่อนต่างๆ ทนการขีดข่วนจากการใช้งาน มีน้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับโลหะ รวมถึงทนต่อความดันและอุณหภูมิสูง ทำให้วัสดุกลุ่มนี้ถูกนำมาใช้งานเฉพาะทางหลายๆ ด้าน ได้แก่ ยานพาหนะและยุทธโศปกรณ์ทางการทหาร อุปกรณ์ป้องกันและรักษาความปลอดภัย เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์และอุปกรณ์การแพทย์ เครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ รวมไปถึงเครื่องประดับและอัญมณี โดยเมื่อเปรียบเทียบตัววัสดุทั้ง 3 ชนิด จะพบว่าแมกนีเซียมอะลูมินาเคมีมีข้อได้เปรียบที่สามารถใช้กระบวนการผลิตทั่วไปทางเซรามิกได้ มีอุณหภูมิการผลิตต่ำกว่า จึงทำให้ได้ต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่า

และแมกนีเซียมอะลูมินิตยังมีช่วงความยาวคลื่นในการส่องผ่านของแสงกว้างกว่าเซฟไฟร์และอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์<sup>(3)</sup> ด้วยเหตุนี้แมกนีเซียมอะลูมินิตจึงเป็นตัวเลือกที่มีความน่าสนใจในการศึกษาวิจัยและพัฒนาต่อยอดเทคโนโลยีการผลิตสู่ระดับอุตสาหกรรมอย่างยิ่ง ซึ่งวิธีหนึ่งที่ถูกใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการผลิตคือการเติมตัวช่วยเผาผนึก (sintering aids) ลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) ที่สามารถลดอุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึกลง อีกทั้งยังช่วยปรับปรุงสมบัติทางแสงของชิ้นงานให้ดีขึ้น<sup>(4,5)</sup> แต่น่าเสียดายที่การศึกษาวิจัยและพัฒนาวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินิตแบบโปร่งใสภายในประเทศยังคงมีน้อย มีข้อจำกัดด้านเทคโนโลยีทางการผลิตและยังขาดความรู้ความเข้าใจในการเลือกใช้ลิเทียมฟลูออไรด์เป็นตัวช่วยเผาผนึกในกระบวนการผลิตแมกนีเซียมอะลูมินิตแบบโปร่งใส

งานวิจัยนี้จึงมีเป้าหมายเพื่อศึกษาแนวทางการพัฒนากระบวนการผลิตทางเซรามิกภายในประเทศให้มีสมบัติเหมาะสมต่อการใช้เป็นวัสดุเซรามิกแบบโปร่งใส โดยมีแมกนีเซียมอะลูมินิตเป็นวัสดุที่เลือกใช้และมีลิเทียมฟลูออไรด์เป็นตัวช่วยเผาผนึกในการศึกษาวิจัยครั้งนี้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาอิทธิพลของภาวะการเผาผนึกและสารช่วยเผาผนึกลิเทียมฟลูออไรด์ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค คุณลักษณะและสมบัติหลังเผาของแมกนีเซียมอะลูมินิตเซรามิก

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 เตรียมและศึกษาโครงสร้างจุลภาครวมถึงสมบัติต่างๆ ของวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินิตเซรามิก ได้แก่ความหนาแน่น ความแข็ง โครงสร้างจุลภาคและการส่องผ่านของแสง

1.3.2 ศึกษาภาวะการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินิตที่เหมาะสมในช่วงอุณหภูมิ 1400 ถึง 1800 องศาเซลเซียส ในอากาศ สุญญากาศ ไฮโดรเจนและไนโตรเจน

1.3.3 ศึกษาอิทธิพลของการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ในวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินิตที่มีต่อสมบัติและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้วัสดุแมกนีเซียมอะลูมินิตโปร่งใสที่มีสมบัติทางกลและสมบัติทางแสงเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้ประกอบแผ่นเกราะใสกันกระสุน

1.4.2 สามารถผลิตเซรามิกโปร่งใสขึ้นใช้ภายในประเทศ

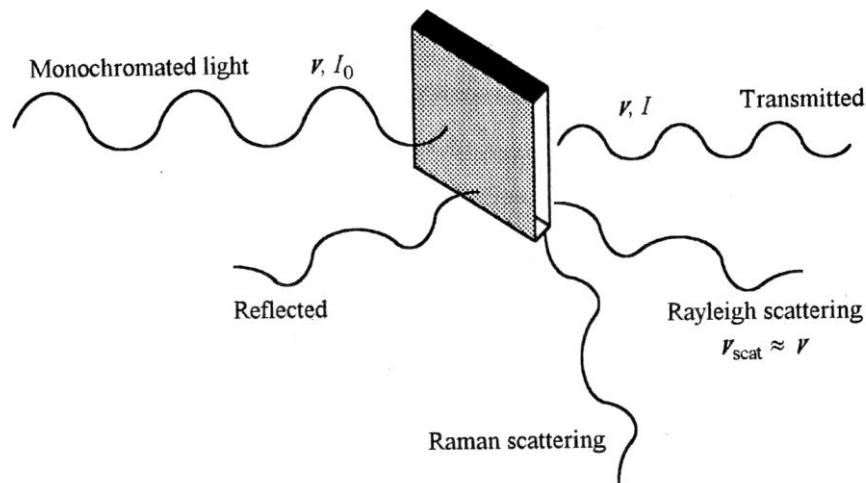
## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 วัสดุเซรามิกโปร่งใส

วัสดุเซรามิกโปร่งใสคือวัสดุเซรามิกที่มีสมบัติทางแสงที่ดี แสงสามารถเดินทางผ่านได้ในสัดส่วนที่มากกว่าการดูดกลืนและการสะท้อน โดยยังคงมีสมบัติทางกลเช่นเดียวกับเซรามิกทั่วไป คือ มีความแข็งแรงสูง ทนต่อปฏิกิริยาเคมีและการกัดกร่อน ทนต่อรอยขีดข่วนบนผิว มีน้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับโลหะที่ความแข็งแรงเท่ากันและมีความเสถียรที่ความดันและอุณหภูมิสูง

หลักการโดยทั่วไปในการผลิตวัสดุเซรามิกให้เกิดความโปร่งใส ได้แก่ การปรับหรือพัฒนาให้เนื้อของวัสดุเซรามิกนั้นมีรูพรุนต่ำกว่าร้อยละ 0.1 นอกจากนี้ ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณต่างๆ ในโครงสร้างดังกล่าวจะต้องเอื้ออำนวยต่อการส่องผ่านของแสง หากพิจารณาในเชิงฟิสิกส์ของวัสดุแล้ว เราสามารถอธิบายเหตุผลประกอบได้จากปรากฏการณ์ต่างๆ ที่เกิดขึ้นเมื่อคลื่นแสงหรืออนุภาคของแสง ซึ่งเรียกว่า “โฟตอน” <sup>(6)</sup> ตกกระทบบนวัสดุ ดังรูปที่ 2.1 <sup>(7)</sup>



รูปที่ 2.1 ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเมื่อแสงตกกระทบวัสดุโปร่งใส

โดยปรากฏการณ์ของแสงที่น่าสนใจได้แก่

#### 1) การส่องผ่าน (transmission)

เมื่อแสงตกกระทบวัสดุโปร่งใส ลำแสงจะทะลุผ่านไปยังผิววัสดุอีกด้านได้ดี มีการสูญเสียระหว่างทางจากการดูดกลืนและการกระเจิงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ทั้งนี้หากเราตั้งสมมุติฐานว่าวัสดุเป็นสารเนื้อเดียวไม่มีตำหนิและปราศจากรูพรุน เราสามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้ตามสมการดังนี้

$$I_0 = I_T + I_A + I_R \quad (2.1)$$

และสามารถจัดรูปสมการ 2.1 ได้ใหม่

$$1 = T + A + R \quad (2.2)$$

โดย  $I_0$  คือผลรวมความเข้มพลังงานโฟตอน ส่วน  $I_T$   $I_A$  และ  $I_R$  คือความเข้มโฟตอนในการส่องผ่าน การดูดกลืนและการสะท้อนตามลำดับ มีหน่วยเป็น  $J/(m^2 \cdot s)$  เมื่อทำการจัดสมการใหม่โดยกำหนด  $T$   $A$  และ  $R$  ซึ่งเป็นสัดส่วนของการส่องผ่านของแสง ( $I_T/I_0$ ) การดูดกลืน ( $I_A/I_0$ ) และการสะท้อน ( $I_R/I_0$ ) โดยมีค่ารวมกันเท่ากับ 1 จะเห็นได้ว่าวัสดุเซรามิกที่โปร่งใสจะต้องมีค่า  $T$  สูง ในขณะที่ค่า  $A$  กับ  $R$  มีค่าต่ำ หากการส่องผ่านของแสงมีน้อยกว่าในกรณีแรกไม่ว่าจะเกิดจากการดูดกลืนหรือการกระเจิงของแสงในเนื้อวัสดุ ซึ่งเป็นผลจากตำหนิต่างๆ (defect) หรือลักษณะเฉพาะตัวก็ตาม ล้วนแต่ทำให้วัสดุนั้นมีสมบัติทางแสงลดลงมาอยู่ในระดับโปร่งแสงเท่านั้น และถ้าแสงไม่สามารถส่องผ่านเนื้อวัสดุได้ หรือมีค่า  $T$  ต่ำ วัสดุเซรามิกนั้นจะเป็นเพียงวัสดุทึบแสง

อย่างไรก็ตาม ในวัสดุเซรามิกที่มีโครงสร้างจุลภาคเป็นแบบพหุผลึก (polycrystalline ceramics) การส่องผ่านของแสง ( $I_T/I_0$ ) ไม่เพียงขึ้นกับโครงสร้างผลึกของวัสดุ แต่ยังขึ้นกับรูปร่างขนาดของเกรนและขอบเกรน รวมไปถึงเฟสเจือปนและรูพรุน ดังนั้น ในกรณีวัสดุเซรามิกแบบพหุผลึก จึงต้องเพิ่มตัวแปร  $I_S$  (ความเข้มแสงจากการกระเจิง) ลงในสมการ 2.1 ดังนี้

$$I_0 = I_T + I_A + I_R + I_S \quad (2.3)$$

## 2) การดูดกลืน (absorption)

โฟตอนหรือก้อนพลังงานแสงที่ตกกระทบวัสดุจะไปกระทำต่ออิเล็กตรอน ส่งผลให้เกิดการสั่นของแลตทิซ (lattice vibrations) หรือเกิดการกระตุ้นอิเล็กตรอน (excitation of electron) ให้เปลี่ยนชั้นพลังงาน ปรากฏการณ์ดังกล่าว คือการดูดกลืนพลังงานโฟตอนของวัสดุ<sup>(8)</sup> สมการต่อไปนี้อธิบายว่า ค่าช่องว่างระดับพลังงาน (energy band gap,  $E_g$ ) แบบใดถึงจะส่งผลให้วัสดุโปร่งใส

$$E = h\nu = hc/\lambda \quad (2.4)$$

กำหนดให้  $E$  = พลังงานโฟตอน (อิเล็กตรอนโวลต์)

$h$  = ค่าคงที่ของพลังค์ ( $4.13 \times 10^{-15}$  อิเล็กตรอนโวลต์)



$V$  = ความถี่ของแสง (เฮิรตซ์)

$c$  = ความเร็วของแสง ( $3 \times 10^8$  เมตรต่อวินาที)

$\lambda$  = ความยาวคลื่นของแสง (เมตร)

เมื่อพิจารณาสมการ 2.4 พลังงานโฟตอนจะถูกดูดกลืนก็ต่อเมื่อ  $hc/\lambda > E_g$  เนื่องจากพลังงานดังกล่าวจะไปกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ (valence band) เลื่อนไปที่แถบการนำ (conduction band) ซึ่งเรียกว่าปรากฏการณ์ “โฟโตอิเล็กทริก” (Photoelectric effect) แต่ถ้าพลังงานโฟตอนต่ำกว่าค่า  $E_g$  พลังงานนั้นก็จะไม่ถูกดูดกลืนและเดินทางผ่านไปไม่ได้ เมื่อพิจารณาความยาวคลื่นแสง ซึ่งอยู่ในช่วง 0.4 ถึง 0.7 ไมครอน จากการแทนค่าสมการ 2.4 จะพบว่าพลังงานของแสงอยู่ในช่วง 1.8 ถึง 3.1 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งถ้าวัสดุมีค่าช่องว่างระดับพลังงาน (energy band gap) มากกว่า 3.1 อิเล็กตรอนโวลต์ขึ้นไปก็จะไม่เกิดการดูดกลืนแสง วัสดุนั้นจึงมีโอกาสโปร่งใสได้ ถ้าไม่มีแหล่งกระเจิงแสงอื่นๆ (scattering) ขณะที่ความทึบแสงจะเกิดในวัสดุที่มีค่าช่องว่างระดับพลังงานต่ำกว่า 1.8 อิเล็กตรอนโวลต์ เนื่องจากเกิดการดูดกลืนแสงทั้งหมดในวัสดุตัวนั้น สำหรับวัสดุที่มีค่าอยู่ระหว่างช่วงดังกล่าวจะมีความโปร่งแสงเพราะโฟตอนถูกดูดกลืนแสงแค่บางส่วนเท่านั้น ในกรณีของวัสดุเซรามิกส่วนใหญ่จะมีค่าช่องว่างระดับพลังงานมากกว่า 3.1 อิเล็กตรอนโวลต์ เช่น เพชร อะลูมินาและซิลิกา ซึ่งมีค่า 5.3 7.4 และ 8.9 อิเล็กตรอนโวลต์ตามลำดับ จึงทำให้วัสดุเซรามิกเหล่านี้สามารถนำมาผลิตเป็นวัสดุโปร่งใสได้<sup>(9)</sup>

### 3) การสะท้อนแสง (reflection)

การสะท้อนเกิดขึ้นเมื่อแสงเดินทางผ่านรอยต่อของตัวกลาง 2 ชนิด ซึ่งมีค่าดัชนีหักเห (refractive index) แตกต่างกันหรือความหนาแน่นต่างกัน ยกตัวอย่างเช่น เมื่อแสงเดินทางมาจนถึงขอบของวัสดุซึ่งเชื่อมต่อกับอากาศ แสงจะสะท้อนกลับ ดังรูปที่ 2.2 เราสามารถหาค่าการสะท้อน (reflectivity) ได้จากสมการ 2.5

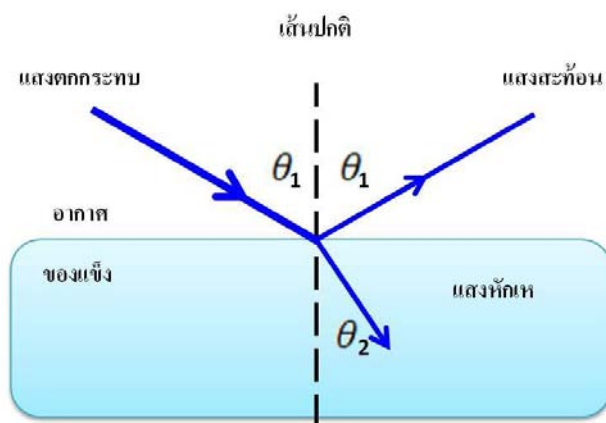
$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (2.5)$$

กำหนดให้  $R$  = ค่าการสะท้อนของตัวกลาง

$n$  = ค่าดัชนีหักเหตัวกลางที่แสงตกกระทบ

$k$  = ค่าดัชนีการดูดกลืนของตัวกลาง

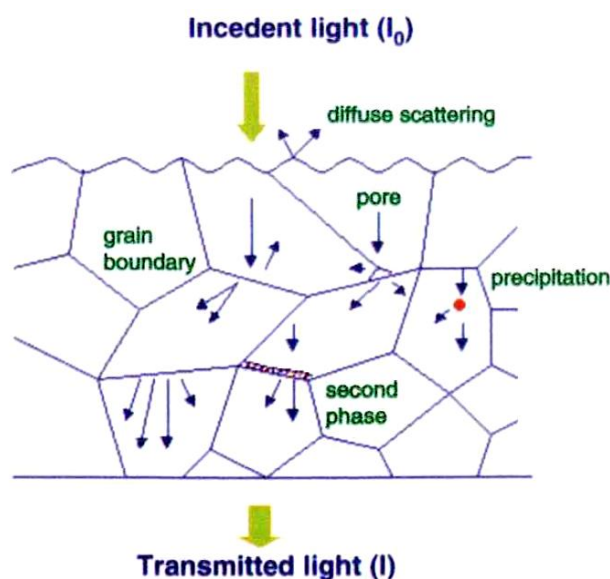
เมื่อพิจารณาในกรณีของแก้วและเซรามิก ค่า  $k \ll 1$ <sup>(7)</sup> ดังนั้นค่า  $R$  จึงแปรผันตามค่า  $n$  คือตัวกลางหรือวัสดุที่มีค่าดัชนีหักเหสูงก็จะมีค่าการสะท้อนสูงด้วย ซึ่งสำหรับการทำวัสดุโปร่งใสผิวของวัสดุจะต้องมีการสะท้อนอยู่ในระดับต่ำ



รูปที่ 2.2 การสะท้อนและการหักเหของแสงในวัสดุโปร่งใส

#### 4) การกระเจิงแสง (scattering)

แสงจะเกิดการกระเจิงเมื่อเดินทางไปกระทบส่วนที่ไม่ใช่เฟสที่ต่อเนื่องเป็นเนื้อเดียวกัน (matrix) ของวัสดุ ตัวอย่างเช่น รูพรุน เฟสเจือปนและขอบเกรนที่มีค่าดัชนีหักเหแตกต่างจากเนื้อวัสดุ ดังแสดงในรูปที่ 2.3<sup>(10)</sup> โดยหากแสงที่กระเจิงมีความถี่ (พลังงาน) เช่นเดียวกับโฟตอนที่ตกกระทบ เราเรียกการกระเจิงแบบนี้ว่า “Rayleigh scattering” หรือ “elastic scattering” แต่หากพลังงานโฟตอนตกกระทบบางส่วน ถูกใช้ไปในการกระตุ้นหรือเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน ทำให้แสงที่กระเจิงมีพลังงานต่ำกว่าพลังงานตกกระทบ เราจะเรียกการกระเจิงแบบหลังว่า “Raman scattering” หรือ “inelastic scattering”



รูปที่ 2.3 การกระเจิงของแสงรูปแบบต่างๆ ที่มักปรากฏในวัสดุเซรามิกชนิดพหุผลึก

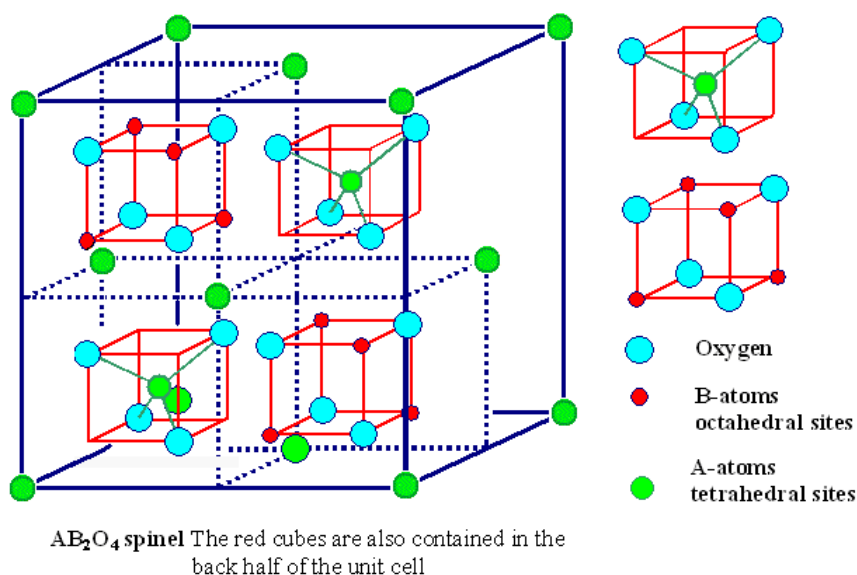
ตัวอย่างของวัสดุเซรามิกโปร่งใสที่นิยมใช้กันมาก ได้แก่ ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) อิตเทรียมออกไซด์ ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) อิตเทรียมอะลูมิเนียมแกเรต (YAG) อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{N}_3$ ) หรือ ALON อะลูมินาผลึกเดี่ยว (Sapphire -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ )<sup>(1, 2, 3, 8)</sup> แต่การใช้งานเซรามิกโปร่งใสที่ต้องการความแข็งแรงสูงๆ เช่น เกราะกันกระสุนแบบโปร่งใส นั้น กลุ่มวัสดุที่ได้รับความสนใจ ได้แก่ กลุ่มอะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ อะลูมินาผลึกเดี่ยวและแมกนีเซียมอะลูมิเนียม<sup>(2, 11)</sup> โดยแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเป็นตัวเลือกที่ได้เปรียบในเรื่องของกระบวนการผลิต ด้วยอุณหภูมิที่ต่ำกว่าและสามารถขึ้นรูปจากผงวัตถุดิบที่หาได้ทั่วไป ขณะที่การผลิต พัฒนาและจำหน่าย อะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์ยังติดปัญหาในเรื่องสิทธิบัตรของบริษัท Raytheon<sup>(2, 12)</sup> จึงทำให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมมีต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าอะลูมิเนียมออกไซด์ไนไตรด์และอะลูมินาผลึกเดี่ยว นอกจากนี้สมบัติทางแสงที่ดีกว่าของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิสูงซึ่งจะเกิดขึ้นขณะใช้งานตัววัสดุ<sup>(11)</sup> ก็ทำให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมได้รับความสนใจถูกนำมาศึกษาและพัฒนามากขึ้น

## 2.2 แมกนีเซียมอะลูมิเนียม

แมกนีเซียมอะลูมิเนียม ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) เป็นวัสดุเซรามิกที่นิยมถูกเรียกว่า “สปีเนล” ซึ่งใช้เรียกตามชื่อโครงสร้างผลึกแร่  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ในธรรมชาติ<sup>(7)</sup> โดยโครงสร้างดังกล่าวมีลักษณะลูกบาศก์ (cubic) แบบ face-centered cubic (FCC) มีไอออนของแมกนีเซียม (Mg) อยู่ที่ตำแหน่ง tetrahedral และไอออนของอะลูมิเนียม (Al) อยู่ในตำแหน่ง octahedral ไอออนทั้งสองชนิดจะเชื่อมต่อกับ

ไอออนของออกซิเจน (O) โดยใน 1 ยูนิตเซลล์ประกอบด้วยออกซิเจน 32 ไอออน อะลูมิเนียมในตำแหน่ง octahedral 16 ไอออน และแมกนีเซียมในตำแหน่ง tetrahedral 8 ไอออน ดังแสดงในรูปที่ 2.4<sup>(13)</sup>

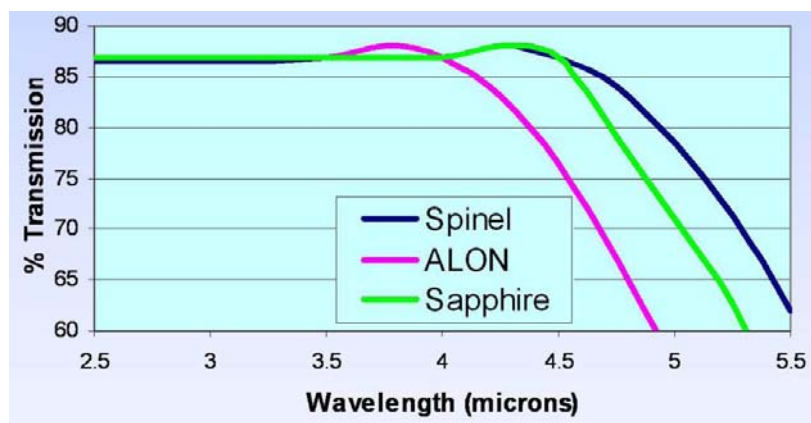
แมกนีเซียมอะลูมินเดมิตมีสมบัติเด่นหลายประการที่เป็นประโยชน์ทั้งในงานโครงสร้างและงานที่เกี่ยวข้องกับการส่องผ่านของแสง<sup>(14)</sup> โดยสมบัติทางกลได้แก่ มีความแข็งสูงทนต่อรอยขีดข่วน ทนอุณหภูมิสูง จุดหลอมเหลว 2135 องศาเซลเซียส<sup>(15)</sup> ทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างเฉียบพลัน (thermal shock resistance) หนี้อต่อปฏิกิริยาเคมีทั้งในกรดแก่และด่างแก่<sup>(15, 16)</sup> มีความแข็งแรงสูงจนสามารถใช้แผ่นแมกนีเซียมอะลูมินเดมิตแบบโปร่งใสที่มีความหนาเพียง ¼ นิ้ว ในการป้องกันกระสุนปืนระดับเดียวกับการใช้กระจกกันกระสุนความหนา 2.5 นิ้ว<sup>(17)</sup> ส่วนสมบัติทางแสงนั้น เนื่องจากโครงสร้างผลึกของแมกนีเซียมอะลูมินเดมิตเป็นลูกบาศก์ จึงทำให้มีสมบัติที่เท่ากันทุกทิศทาง (isotropic) การส่องผ่านของแสงไม่เกิดการหักเหสองแนว (birefringence) หรือไม่เกิดภาพซ้อนของวัตถุนั้นเอง โดยค่าการส่องผ่านของแสงในแมกนีเซียมอะลูมินเดมิตแบบโปร่งใสมีค่าสูงในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.2 ถึง 5.5 ไมครอน ถือว่ามีช่วงการส่องผ่านที่กว้างกว่าอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์และอะลูมินาผลึกเดี่ยว<sup>(5, 18)</sup> ดังรูปที่ 2.5<sup>(19)</sup>



รูปที่ 2.4 โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินเดมิต

แมกนีเซียมอะลูมินเดมิตสามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายตั้งแต่การใช้เป็นวัสดุทนไฟภายในเตาเผาซีเมนต์และเตาหลอมโลหะ ช่องมองสำหรับถังความดันหรืออุณหภูมิสูง<sup>(20)</sup> หน้าต่างสำหรับยานยนต์หุ้มเกราะ เกราะกันกระสุนแบบโปร่งใส ฝาครอบจิปานาวัชรความเร็วสูงและวัสดุครอบเซ็นเซอร์<sup>(5, 11, 15, 21)</sup> ซึ่งทำหน้าที่ป้องกันความเสียหายต่อตัวอุปกรณ์ภายในโดยไม่กีดขวาง

การรับส่งสัญญาณอินฟราเรดของอุปกรณ์ เครื่องประดับสวยงาม ไปจนถึงอุปกรณ์ป้องกัน ส่วนบุคคล จำพวกหน้ากากและแว่นตา<sup>(17)</sup> สำหรับทหารราบ นักผจญเพลิงและคนงานในโรงงาน เพื่อเพิ่มความปลอดภัยจากการกระแทกและความร้อนได้<sup>(8)</sup>



รูปที่ 2.5 เปรียบเทียบการส่องผ่านของวัสดุ

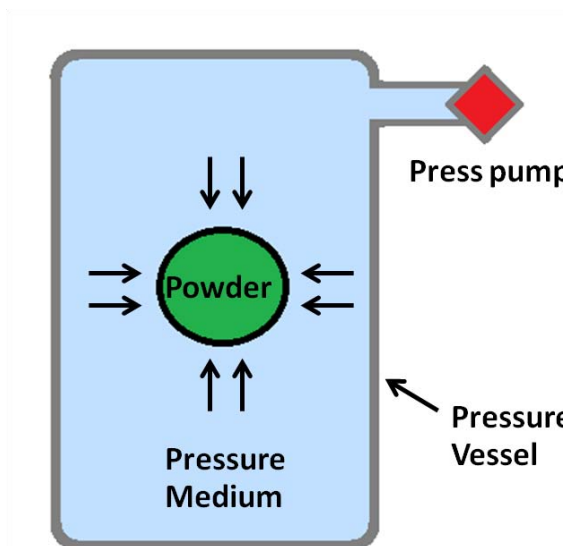
### 2.3 การผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์แบบโปร่งใส

สิ่งที่ทำให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ยังคงได้รับสนใจถูกนำมาศึกษาพัฒนากระบวนการผลิต เป็นเวลายาวนานกว่า 40 ปี<sup>(3)</sup> คือสมบัติทางกลและสมบัติทางแสงที่ดี รวมถึงข้อได้เปรียบ ทางการผลิตที่มีความซับซ้อนและต้นทุนน้อยกว่า เมื่อเทียบกับอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์และ อะลูมินาผลึกเดี่ยว ซึ่งมีสมบัติทางแสงที่ดีเช่นกัน อย่างไรก็ตาม การผลิตแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ออกไซด์แบบโปร่งใสนั้นต้องคำนึงถึงสารตั้งต้น วิธีการขึ้นรูปและการเผาผนึกชิ้นงาน ซึ่งส่วนมีผลต่อ โครงสร้างและสมบัติของชิ้นงาน

ลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทั้งขนาดอนุภาค สารเจือปนและ ปริมาณสารสัมพัทธ์ (stoichiometry) เป็นพื้นฐานสำคัญที่จะเอื้อประโยชน์ต่อการขึ้นรูปและ การเผาผนึกชิ้นงานให้มีประสิทธิภาพสูงสุด ขณะที่การขึ้นรูปชิ้นงานดิบที่มีประสิทธิภาพ จะทำให้ ชิ้นงานมีรูปร่างและขนาดตรงตามความต้องการ พร้อมด้วยความหนาแน่นชิ้นงานดิบที่สูง วิธีขึ้นรูป ที่ได้รับความนิยม ได้แก่ การอัดความดันทิศทางเดียว (uniaxial pressing) การอัดความดัน ทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง (Cold Isostatic Pressing, CIP) และการหล่อแบบเจล (Gel casting)

สำหรับการอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องหรือ CIP เป็นวิธีขึ้นรูปที่ใช้ อย่างกว้างขวาง สามารถใช้แรงดันสูงในการอัด ความหนาแน่นที่ได้สม่ำเสมอหรือใกล้เคียงกัน ทั่วทั้งชิ้นงานและยังเป็นวิธีที่ใช้เวลาสั้นในการผลิต โดยกลไกการอัดความดันทุกทิศทาง

ที่อุณหภูมิห้องนั้น ทำโดยการส่งแรงดันผ่านตัวกลาง เช่น น้ำมันไฮดรอลิก ซึ่งสามารถกระจายแรงดันไปกระทำต่อชิ้นงานที่ถูกผนึกสุญญากาศในถังกันน้ำได้เท่ากันทุกจุด (รูปที่ 2.6)



รูปที่ 2.6 การอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง

สำหรับการเผาผนึกให้ได้แมกนีเซียมอะลูมินเนตแบบโปร่งใส นั้น เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมินเนตเป็นวัสดุที่มีจุดหลอมเหลวสูงถึง 2135 องศาเซลเซียส<sup>(15)</sup> ดังนั้นในการเผาผนึกจึงต้องอาศัยเทคนิคแบบต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเผา วิธีเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินเนตที่ได้รับความนิยม ได้แก่ การอัดร้อน (Hot Pressing) การอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Pressing, HIP) การเผาผนึกด้วยสปาร์กพลาสมา (Spark Plasma Sintering, SPS) การเผาผนึกในบรรยากาศต่างๆ และการเติมสารช่วยเผาผนึก (sintering aids) เมื่อพิจารณาถึงความยืดหยุ่นในการเผาผนึกชิ้นงานที่มีความหลากหลายของขนาดและรูปทรงได้ จะพบว่า การเผาผนึกในบรรยากาศต่างๆ และการเติมสารช่วยเผาผนึกเป็นวิธีที่เหมาะสม เนื่องจากสามารถเปลี่ยนขนาดและรูปทรงชิ้นงานได้ง่ายกว่าวิธีอื่น บรรยากาศการเผาสามารถเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของวัสดุได้และสารช่วยเผาผนึกสามารถใช้ได้กับเทคโนโลยีเผาเดิมที่มีอยู่แล้ว ทั้งยังช่วยลดอุณหภูมิและเวลาการขึ้นไฟลงได้ ซึ่งทำให้ต้นทุนการผลิตลดต่ำลงนั่นเอง

#### 2.4 สารตัวเติมและผลของสารตัวเติมที่มีต่อการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินเนต

สารช่วยเผาผนึกหรือ sintering aids ที่ได้รับความนิยมในการใช้เพิ่มความหนาแน่นให้กับวัสดุเซรามิกมีอยู่หลายชนิด ได้แก่ โซเดียมฟลูออไรด์ (NaF) โซเดียมอะลูมิเนียมฟลูออไรด์ ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ )

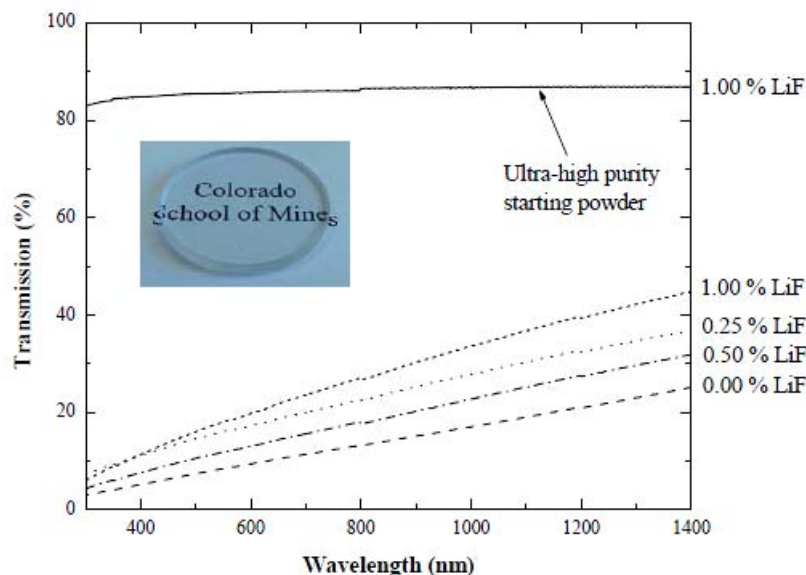
แคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) อะลูมิเนียมคลอไรด์ ( $\text{AlCl}_3$ ) แบเรียมฟลูออไรด์ ( $\text{BaF}_2$ ) เซอร์โคเนียมฟลูออไรด์ ( $\text{ZrF}_2$ ) อะลูมิเนียมฟลูออไรด์ ( $\text{AlF}_3$ ) และลิเทียมฟลูออไรด์ ( $\text{LiF}$ )<sup>(20, 22, 23)</sup> สารช่วยเผาผนึกเหล่านี้มีอิทธิพลต่อสมบัติของวัสดุค่อนข้างมากแม้จะใช้ในปริมาณเพียงเล็กน้อย อย่างไรก็ตาม ลิเทียมฟลูออไรด์เป็นสารช่วยเผาผนึกที่ได้รับความสนใจนำมาศึกษาวิจัยและใช้ผลิตแมกนีเซียมอะลูมินเนตแบบโปร่งใสได้ผลสำเร็จด้วยปริมาณลิเทียมฟลูออไรด์เพียงร้อยละ 0.5 ถึง 2 โดยน้ำหนัก<sup>(5, 8, 17, 20)</sup>

ลิเทียมฟลูออไรด์ ( $\text{LiF}$ ) มีโครงสร้างเป็นผลึกลูกบาศก์แบบ FCC เหมือนกับโครงสร้างของโซเดียมคลอไรด์ ( $\text{NaCl}$ ) จุดหลอมเหลว 845 องศาเซลเซียส ด้วยสมบัติความเป็นฟลักซ์ (flux) ในทางเซรามิก ทำให้ลิเทียมฟลูออไรด์สามารถลดอุณหภูมิการเผาผนึกของสารประกอบแบเรียมเซอร์โคเนต ลงได้ 200 ถึง 300 องศาเซลเซียสและใช้เวลายืนไฟ (soaking time) สั้นลง<sup>(4)</sup> ที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลว ลิเทียมฟลูออไรด์จะเปลี่ยนเป็นเฟสของเหลวช่วยเร่งการเคลื่อนที่ของมวลสารและขอบเกรน<sup>(20)</sup> มีการจัดเรียงอนุภาคใหม่ด้วยการละลายอนุภาคแล้วตกผลึกเป็นเกรนที่เริ่มขยายใหญ่ขึ้น<sup>(8)</sup> ซึ่งเป็นลักษณะการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลว (liquid phase sintering) ขณะเดียวกัน เกรนที่ขยายตัวจะมี oxygen vacancies ซึ่งช่วยเพิ่มอัตราการแพร่ของสารเป็นผลให้พลังงานการเผาผนึก (sintering energy) ลดลง โดย Rozenburg และ Reimanis<sup>(24)</sup> พบว่าลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักสามารถลดพลังงานการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินเนตจาก 550 กิโลจูลต่อโมล ลงมาที่ 300 กิโลจูลต่อโมล และยังระบุว่าลิเทียมฟลูออไรด์ที่เติมลงไปไม่เกินร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ช่วยปรับปรุงสมบัติการส่องผ่านของแสงได้อีกด้วย<sup>(5)</sup>

## 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Reimanis และคณะ<sup>(21)</sup> ได้ทำการศึกษาถึงบทบาทของสารเจือปนที่มีต่อความหนาแน่นและโครงสร้างจุลภาคของแมกนีเซียมอะลูมินเนต โดยใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกัน 2 แหล่งที่มีความบริสุทธิ์ต่างกัน ที่มวิจัยสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมินเนตความบริสุทธิ์สูงที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 24 ตารางเมตรต่อกรัมขึ้นมาจากเทคนิคไฮโดรไลซิส ก่อนจะนำไปทดสอบกับผลึกลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณร้อยละ 0.25 0.5 และ 1 โดยน้ำหนัก ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน โดยใช้ความดันเริ่มต้นที่ 3.5 เมกะพาสคัลและใช้ความดันสูงสุด 35 เมกะพาสคัลที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสในภาวะสุญญากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนักทำให้ชิ้นงานมีการส่องผ่านของแสง (transmission) ที่สูงขึ้น และทำให้แมกนีเซียมอะลูมินเนตชนิดความบริสุทธิ์ต่ำมีขนาดเกรนเล็กลง มีรอยแตกแบบผ่านเกรน (transgranular fracture) เกิดขึ้น แต่ในทางตรงกันข้ามการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ทำให้เกรนของแมกนีเซียมอะลูมินเนตชนิด

ความบริสุทธิ์สูงมีขนาดโต เกิดรอยแตกลักษณะตามขอบเกรน (intergranular fracture) และไม่พบรูพรุนที่เป็นแหล่งกระเจิงแสง (scattering source) ที่รอยต่อเกรน ทำให้ได้วัสดุที่มีการส่องผ่านของแสงเฉลี่ยสูงถึงร้อยละ 85<sup>(5)</sup> ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 ค่าการส่องผ่านของชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณต่างๆ

Villalobos และคณะ<sup>(25)</sup> ได้ศึกษาถึงผลของลิเทียมฟลูออไรด์ที่มีต่อสมบัติทางแสงของแมกนีเซียมอะลูมินา โดยการผสมผงแมกนีเซียมอะลูมินากับผงลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณร้อยละ 0.5 2 และ 10 โดยน้ำหนัก อัดขึ้นรูปด้วยความร้อนในภาวะสุญญากาศที่ความดัน 200 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว คงอุณหภูมิไว้ที่ 950 และ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ก่อนจะเพิ่มอุณหภูมิและความดันไปที่ 1600 องศาเซลเซียส และ 4000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การคงอุณหภูมิไว้ที่ 950 องศาเซลเซียส เพื่อให้ลิเทียมฟลูออไรด์หลอมตัว เข้าเป็นเนื้อเดียวกันกับแมกนีเซียมอะลูมินาได้ดี ส่วนการขึ้นไฟอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นการไล่ลิเทียมฟลูออไรด์ออกจากระบบก่อนจะเข้าสู่ขั้นตอนการเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสต่อไป พบว่าเมื่อเติมลิเทียมฟลูออไรด์ในปริมาณที่มากเกินไปจะส่งผลทำให้ชิ้นงานมีความทึบแสงมากขึ้น (รูปที่ 2.8) และหากชิ้นงานมีการกระจายตัวของลิเทียมฟลูออไรด์อย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงานจะสามารถใช้ปริมาณลิเทียมฟลูออไรด์ให้น้อยลงได้ ทำให้ใช้เวลาผนึกสั้นลงและมีสมบัติทางแสงที่ดียิ่งขึ้น



Attempts to modify the Czochralski growth procedure to minimize  $Ti^{3+} \cdot Ti^{4+}$  pair formation have been unsuccessful. Instead, annealing treatments following crystal growth have been developed to minimize the level of  $Ti^{3+} \cdot Ti^{4+}$  pair defects [11], [14]. The postgrowth treatment is high-temperature annealing of as-grown material under a hydrogen atmosphere of hydrogen gas to convert  $Ti^{3+} \cdot Ti^{4+}$ . The annealing process must be carefully controlled to avoid formation of additional scattering centers or precipitates in the

0.5%                      2%                      10%

รูปที่ 2.8 ชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ปริมาณร้อยละ 0.5 2 และ 10 โดยน้ำหนัก

Cook และคณะ<sup>(1)</sup> ได้ทำการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธี sol gel ก่อนจะนำไปบดผสมกับผงลิเทียมฟลูออไรด์ในอัตราส่วนร้อยละโดยน้ำหนักเท่ากับ 1.0 จากนั้นอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน ที่ความดัน 500 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ในภาวะสุญญากาศและคงอุณหภูมิที่ช่วง 950 ถึง องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 ถึง 120 นาที ก่อนจะเพิ่มอุณหภูมิและความดันเป็น 1550 องศาเซลเซียส และ 5000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว พบว่าการใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง ทำให้ได้ชิ้นงานที่มีความโปร่งใส แต่การที่สารตั้งต้นมีพื้นที่ผิวสูงกลับส่งผลให้ชิ้นงานเกิดการทึบแสง เนื่องจากจำนวนขอบเกรนที่เพิ่มขึ้นแสดงตัวเป็นแหล่งกระเจิงแสง

Frage และคณะ<sup>(26)</sup> ศึกษาถึงผลของลิเทียมฟลูออไรด์ที่เติมในแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่ผลิตขายในตลาด โดยเผาผนึกด้วยสปาร์กพลาสมาที่อุณหภูมิและความดันสูงสุด 1600 องศาเซลเซียสและ 20 กิโลนิวตัน ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานบริสุทธิ์และชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก พบว่า ชิ้นงานทั้งสองชนิดมีความหนาแน่นสูงสุดใกล้เคียงกัน แต่การเติมลิเทียมฟลูออไรด์ทำให้ชิ้นงานมีขนาดเกรนที่ใหญ่และการส่องผ่านของแสงมีค่าสูงถึงร้อยละ 75 ขณะที่ชิ้นงานบริสุทธิ์กลับมีค่าการส่องผ่านต่ำกว่าร้อยละ 50 และยังคงมีรูพรุนเหลืออยู่จำนวนมากในชิ้นงาน

Rozenburg และคณะ<sup>(23, 24)</sup> ศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเผาผนึกด้วยการอัดร้อนในแมกนีเซียมอะลูมิเนียม (Baikalox S30CR) ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ ซึ่งพบว่า การให้ความดันสูงสุด 33 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส จะได้ชิ้นงานที่มีความโปร่งใสที่สุด เพราะลิเทียมฟลูออไรด์สามารถทำปฏิกิริยาและระเหยออกจากชิ้นงานแล้วก่อนที่ความดันจะเข้ามาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผนึกต่อไป โดย Rozenburg ได้อธิบายว่า ที่จุดหลอมเหลว 845 องศาเซลเซียส ลิเทียมฟลูออไรด์ที่หลอมเหลวจะทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ในลักษณะการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลว ซึ่งช่วยลดพลังงานการเผาผนึก จัดเรียงและตกผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมใหม่จากนั้นเพื่อให้การเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมมีประสิทธิภาพถึงขั้นโปร่งใสได้ จำเป็นต้องไล่

ลิเทียมฟลูออไรด์ออกจากชิ้นงานก่อนเผาผนึกช่วงอุณหภูมิสูงเพื่อป้องกันลิเทียมฟลูออไรด์ทำปฏิกิริยาต่อจนได้เฟสที่มีความทนไฟสูงหรือเร่งการขยายตัวของเกรนแมกนีเซียมอะลูมินิตอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิสูง ซึ่งจะมีผลต่อทั้งสมบัติทางกลและทางแสงที่ลดลงได้

ตารางที่ 2.1 สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ผู้วิจัย	วัตถุดิบ	ขั้นตอนทดลอง	ชิ้นงานที่ได้
Reimanis และคณะ <sup>(21)</sup> (2005)	ผง $MgAl_2O_4$ สังกะระห์ + 0 - 1 wt% LiF	Hot Pressing 1550°C / 120 min., 35 MPa	ชิ้นงานที่ใช้ผงความบริสุทธิ์สูง + 1 wt% LiF มีค่าการส่องผ่านของแสง สูงถึง 85 %
Villalobos และ คณะ <sup>(25)</sup> (2005)	ผง $MgAl_2O_4$ (Ceralox) + 0.5, 2, 10 wt% LiF	Hot Pressing 950°C / 30 min., 1.4 MPa 1200°C / 30 min., 1.4 MPa 1600°C / 120 min., 28 MPa	ชิ้นงานที่เติม 0.5 wt% LiF มีความโปร่งใสมากที่สุด
Cook และคณะ <sup>(1)</sup> (2005)	ผง $MgAl_2O_4$ สังกะระห์ (พ.ท.ผิวจำเพาะ 77 และ 24 ตร.ม./กรัม) + 1 wt% LiF	Hot Pressing 950 - 1000°C / 15 - 120 min., 3.5 MPa 1550°C / 120 min., 35 MPa	ชิ้นงานที่ใช้ผงความบริสุทธิ์สูง ขนาด 24 ตร.ม./กรัม ยื่นไฟที่ 1000°C / 120 min. มีค่า การส่องผ่านของแสง สูงกว่า 80 %
Frage และคณะ <sup>(26)</sup> (2007)	ผง $MgAl_2O_4$ (Ceralox) + 0, 1 wt% LiF	Spark plasma sintering 1600°C / ~17 min.	ชิ้นงานที่เติม 1 wt% LiF มีค่าการส่องผ่านของแสง สูงถึง 75 %
Rozenburg และ คณะ <sup>(24)</sup> (2008)	ผง $MgAl_2O_4$ (Baikalox S30CR) + 0.5, 1 wt% LiF	Hot Pressing ให้ความดันสูงสุด 33 MPa ในช่วง 1100 - 1300°C 1550°C / 60 min., 33 MPa	ชิ้นงานที่เติม 1 wt% LiF และ ให้ความดันสูงสุด 33 MPa ที่ อุณหภูมิ 1200°C มีความโปร่งใสมากที่สุด

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงอิทธิพลจากปัจจัยต่าง ๆ ในกระบวนการที่มีผลต่อการเผาผลาญแมกนีเซียมอะลูมิเนียม โดยทำการปรับเปลี่ยนเปรียบเทียบอุณหภูมิ บรรยากาศที่ใช้ระหว่างการเผาผลาญ และเติมตัวช่วยเผาผลาญลิเทียมฟลูออไรด์ สำหรับเนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงวิธีการดำเนินงานวิจัยตั้งแต่สารเคมีวัตถุดิบและเครื่องมือที่ใช้ในกระบวนการ ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง การขึ้นรูปชิ้นงาน การเผาผลาญ การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค สมบัติเชิงกลและเชิงแสง รวมทั้งการเตรียมตัวอย่างสำหรับเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้

#### 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ( $MgAl_2O_4$ ) ซึ่งเป็นวัตถุดิบหลัก โดยเลือกใช้จาก 2 แหล่งเพื่อเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวัตถุดิบทั้งสองภายใต้กระบวนการผลิตในภาวะเดียวกัน ได้แก่ Baikalox S30CR ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 จาก Baikowski Chimie ประเทศฝรั่งเศส และ TSP-20 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 จาก Taimai Chemicals CO., LTD. ประเทศญี่ปุ่น

- สารช่วยเผาผลาญ ได้แก่ ลิเทียมฟลูออไรด์ ( $LiF$ ) ความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 99.98 จาก Sigma-Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา

- ตัวกลางในการผสมสาร ได้แก่ เอทานอล ( $C_2H_5OH$ ) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 จาก Lab-scan Analytical sciences ประเทศมาเลเซีย

#### 3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง

เตรียมส่วนผสมโดยใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและเติมผงลิเทียมฟลูออไรด์ลงในอัตราส่วนร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ขั้นตอนการผสมใช้วิธีบดเปียกในขวดพลาสติกพอลิเอทิลีน (PE) ทำการบดผสมด้วยลูกบดเซอร์โคเนีย ( $ZrO_2$ ) โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางช่วยให้ผงวัตถุดิบกระจายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากทำการบดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ส่วนผสมจะถูกกรองผ่านตะแกรงขนาดหยาบเพื่อแยกเอาลูกบดออกไป จากนั้นส่วนผสมจะถูกนำไปอบจนแห้งสนิทโดยทันทีที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเพื่อป้องกันการแยกชั้นระหว่างผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและลิเทียมฟลูออไรด์ ส่วนผสมที่แห้งสนิทถูกนำมาบดด้วยมือใน โกร่งอะลูมินาและทำการคัดขนาดอนุภาคโดยการผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 100 เมช ซึ่งมีความกว้างของรูเปิด 150 ไมครอน จากนั้นเก็บรักษาผสมที่ผ่านการร่อนไว้ในโถทำแห้ง (desiccators) เพื่อรอทำการขึ้นรูปชิ้นงานต่อไป ขณะที่ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์อีกส่วนไม่ทำการผสมผงลิเทียมฟลูออไรด์เพื่อใช้เป็น

ตัวอย่างเปรียบเทียบผลการทดลอง ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดังกล่าวจะผ่านการร่อนคัดขนาดอนุภาคด้วยตะแกรงร่อนเบอร์ 100 เมช และเก็บรักษาไว้ในโถทำแห้งรอการขึ้นรูปชิ้นงาน

### 3.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน

นำผงวัตถุดิบที่ผ่านการบดผสมมาอัดขึ้นรูปด้วยความดันต่ำให้มีรูปร่างแผ่นกลม (disk shape) โดยใช้ผงที่เตรียมจากกระบวนการในหัวข้อ 3.2 น้ำหนักประมาณ 1.6 กรัม และใช้แม่พิมพ์โลหะเหล็กทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.4 มิลลิเมตร จากนั้นขึ้นงานที่ได้จะถูกเพิ่มความหนาแน่นด้วยเครื่องอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง (Cold Isostatic Pressing, CIP) (Stansted Fluid Power CIP Machine) โดยใช้ความดันในการอัดขึ้นงานที่ความดันสูงสุด 250 เมกะพาสคัลและคงความดันสูงสุดไว้เป็นเวลา 3 นาที ชิ้นงานดิบที่ได้จากการอัดจะถูกนำมาทำการวัดขนาดและน้ำหนักเพื่อใช้คำนวณหาค่าความหนาแน่นและเก็บรักษาชิ้นงานไว้ในโถทำแห้งรอนำไปเผาผลาญในบรรยากาศต่างๆ สำหรับชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ใช้วิธีเตรียมชิ้นงานเช่นเดียวกันกับขั้นตอนที่ได้กล่าวมาข้างต้นแล้ว

สำหรับการเตรียมชิ้นงานเพื่อการวิเคราะห์การขยายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง Dilatometer (Computerize dilatometer 1600°C, Theta) จะเตรียมโดยการอัดขึ้นรูปผงวัตถุดิบด้วยความดันต่ำให้เป็นรูปร่างแท่ง (bar shape) ด้วยแม่พิมพ์โลหะเหล็กขนาดพื้นที่หน้าตัด 34x6 ตารางมิลลิเมตร โดยใช้ผงน้ำหนักประมาณ 1.5 กรัม จากนั้นเพิ่มความหนาแน่นขึ้นงานด้วยเครื่องอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง (CIP) โดยใช้ความดันสูงสุด 250 เมกะพาสคัลและรักษาความดันสูงสุดไว้เป็นเวลา 3 นาที ชิ้นงานที่ได้จะถูกตัดและขัดแต่งรอยตัดให้มีความยาว 10 มิลลิเมตรพร้อมทั้งได้ระนาบทั้งสองฝั่งของด้านยาวที่ขนานกัน เมื่อวัดขนาดและน้ำหนักเรียบร้อยแล้ว ชิ้นงานจะถูกวางลงในช่องเผาชิ้นงานภายในตัวเครื่อง โดยปลายชิ้นงานสัมผัสกับแท่งวัด (probe rod) ซึ่งทำหน้าที่ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงความยาวที่เกิดขึ้นตลอดช่วงอุณหภูมิที่ทำการเผา ส่วนเครื่องกำหนดโปรแกรมการเผาในอากาศไว้ที่อุณหภูมิสูงสุด 1600 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 10 นาที อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

### 3.4 การเผาผนึกในอากาศ

ชิ้นงานดิบถูกจัดวางในภาชนะอะลูมินาปิดฝา (alumina crucible) และจัดตำแหน่งวางภาชนะอะลูมินาไว้บริเวณกลางห้องเผาเพื่อให้ได้อุณหภูมิที่สม่ำเสมอเท่ากับทุกด้าน ดังแสดงในรูปที่ 3.1 กำหนดอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิไว้ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีสำหรับทุกรอบของการเผาผนึก ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนคบริสถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสด้วยการขึ้นไฟไว้ที่เวลา 30 60 และ 120 นาที ในเตาเผาอุณหภูมิสูง (muffle furnace: Lenton furnace UAF18/5 1800°C) สำหรับการเผาผนึกชิ้นงานที่ผสมลิเทียมฟลูออไรด์ ขั้นตอนการเผาประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือขั้นตอนที่ 1 ใช้อุณหภูมิ 700 750 800 850 และ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับจุดหลอมเหลวของลิเทียมฟลูออไรด์ (845 องศาเซลเซียส) ขึ้นไฟเป็นเวลา 30 นาที เพื่อช่วยให้การหลอมตัวของลิเทียมฟลูออไรด์เกิดได้สมบูรณ์ ขั้นตอนที่ 2 ใช้อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ขึ้นไฟเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ออกจากชิ้นงาน<sup>(20)</sup> ทั้งสองขั้นตอน ทำการเผาในเตาที่อะลูมินา (tube furnace: Carbolite 1500°C) โดยคาดว่าจะการไหลผ่านของอากาศในเตาที่จะช่วยพาลิเทียมฟลูออไรด์ระเหยออกจากชิ้นงานได้อย่างสมบูรณ์ ชิ้นงานที่ผ่านการเผาทั้งสองขั้นตอนจะถูกนำมาเผาผนึกขั้นตอนสุดท้ายในเตาเผาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส โดยขึ้นไฟไว้เป็นเวลา 60 นาที

นอกจากนี้ยังได้ทำการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนคบริสที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียส โดยขึ้นไฟไว้เป็นเวลา 60 นาทีในเตาที่อะลูมินา (tube furnace: Lenton furnace 1500°C) เพื่อใช้สำหรับเปรียบเทียบผลกับการเผาผนึกในไฮโดรเจน



รูปที่ 3.1 การจัดวางชิ้นงานในภาชนะอะลูมินาบริเวณกลางห้องเผา

### 3.5 การเผาผลาญในบรรยากาศต่างๆ

#### 3.5.1 การเผาผลาญในไฮโดรเจน

การทดลองเผาผลาญในไฮโดรเจน กระทำในเตาท่ออะลูมินา (tube furnace: Lenton furnace 1500°C) ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยจัดวางชิ้นงานดิบแบบเปลือยบนแท่นอะลูมินา และวางไว้ในตำแหน่งกลางท่อเพื่อให้ได้อุณหภูมิสม่ำเสมอใกล้เคียงค่าที่อ่านได้จากเทอร์โมคัปเปิลของเตาเผา ปลายท่ออะลูมินาทั้งสองข้างถูกปิดสนิทด้วยฟาสแตนเลสที่มีท่อนำก๊าซเชื่อมต่อ กำหนดอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที บรรยากาศตลอดการเผาผลาญเป็นก๊าซผสม (mixed gas) ซึ่งมีอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างก๊าซไฮโดรเจนต่อก๊าซไนโตรเจนเท่ากับ 5 ต่อ 95 อัตราการไหลของก๊าซผ่านห้องเผาถูกกำหนดให้มีค่า 10 มิลลิลิตรต่อนาที ใช้อุณหภูมิสูงสุด 1430 องศาเซลเซียส โดยขึ้นไฟที่อุณหภูมิสูงสุดไว้เป็นเวลา 60 นาที สำหรับชิ้นงานที่ผสมลิเทียมฟลูออไรด์ได้เพิ่มขึ้นตอนย่อยอีก 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 เป็นการขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 750 850 และ 950 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยขั้นตอนที่ 2 เป็นการขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 1280 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ซึ่งเป็นช่วงใกล้เคียงกับอุณหภูมิที่การทดลองของ Rozenburg และคณะ รายงานว่ามีอัตราการสูญเสยลิเทียมฟลูออไรด์สูงสุด<sup>(23)</sup> แล้วจึงเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียส ขึ้นไฟเป็นเวลา 60 นาที



รูปที่ 3.2 เตาท่ออะลูมินา (tube furnace: Lenton furnace 1500°C)

### 3.5.2 การเผาผนึกในสุญญากาศ

การทดลองในส่วนนี้กระทำในเตาเผาควบคุมบรรยากาศที่บุผนังภายในห้องเผาด้วยวัสดุกราไฟต์ (pressure vacuum sintering furnace with rapid cooling apparatus (vertical type) model : PVSGgr 20/20, Shimadzu furnace) โดยการเผาผนึกในสุญญากาศได้ทำการทดลองเฉพาะกับชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียม S30CR บริสุทธิ์ ชิ้นงานดิบถูกจัดวางในภาชนะปิดที่ทำจากอะลูมินา จากนั้นนำภาชนะอะลูมินาดังกล่าวจัดวางในภาชนะปิดที่ทำจากกราไฟต์ (graphite crucible) อีกชั้นหนึ่ง โรยผงอะลูมินาหยาบขนาดประมาณ 3 ไมครอนให้เต็มภาชนะดังแสดงในรูปที่ 3.3 เพื่อให้ผงอะลูมินาทำหน้าที่ระเหยแทนที่อุณหภูมิสูงและช่วยจับกับคาร์บอนแทนแมกนีเซียมอะลูมิเนียม นำภาชนะปิดกราไฟต์เข้าเผาผนึกในเตาที่กล่าวมาข้างต้น กำหนดอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิให้มีค่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตลอดช่วงการเผาผนึกและรักษาความดันความดัน  $7 \times 10^{-2}$  พาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส โดยทำการขึ้นไฟที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 60 นาที



รูปที่ 3.3 การจัดวางชิ้นงานในภาชนะอะลูมินาและภาชนะกราไฟต์

### 3.5.3 การเผาผนึกในไนโตรเจน

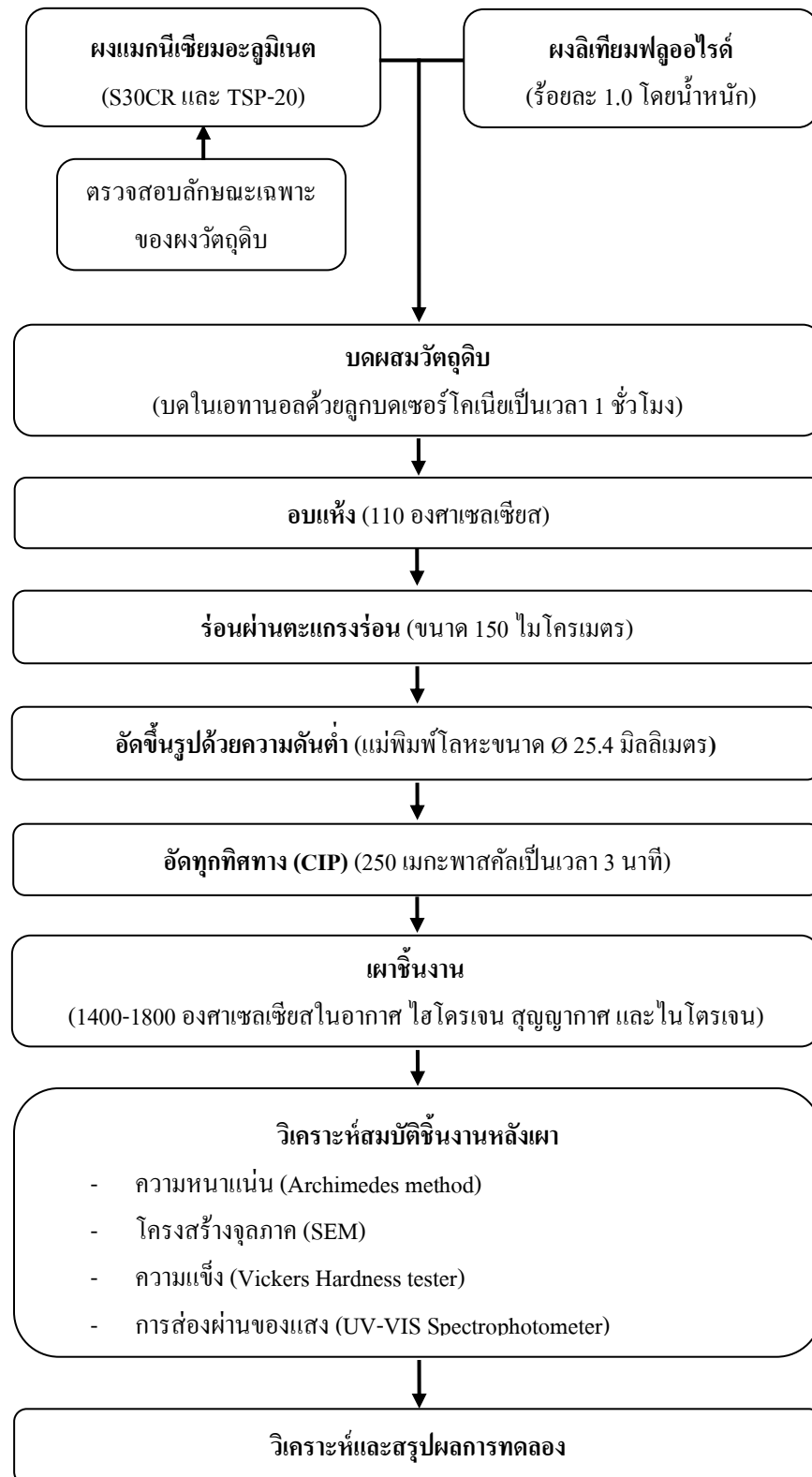
การเผาผนึกในไนโตรเจนได้ทำการทดลองในเตาเผาควบคุมบรรยากาศที่บุผนังภายในห้องเผาด้วยวัสดุกราไฟต์ (Hi-Multi 5000, FV PHP-R-5, FRET-25) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ชิ้นงานดิบถูกจัดวางในภาชนะปิดทำจากโบรอนไนไตรด์ (boron nitride crucible) จากนั้นนำภาชนะโบรอนไนไตรด์จัดวางในภาชนะปิดกราฟไฟต์อีกชั้นหนึ่ง กำหนดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที และอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนผ่านห้องเผาเท่ากับ 2 ลิตรต่อนาที ตลอดการเผาผนึก ขั้นตอนการเผาประกอบด้วย 3 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนที่ 1 ยืนไฟที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ขั้นตอนที่ 2 ยืนไฟที่อุณหภูมิเป็น 1280 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส โดยยืนไฟเป็นเวลา 60 นาที



รูปที่ 3.4 เตาเผาควบคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000, FV PHP-R-5, FRET-25)



วิธีดำเนินการวิจัยสามารถสรุปเป็นแผนผังดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แผนผังการวิจัย

### 3.6 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของชิ้นงาน

#### 3.6.1 ความหนาแน่น

ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาสามารถหาได้โดยวิธีแทนที่น้ำ Archimedes Method ตามวิธีมาตรฐาน ASTM C373 – 88 (Reapproved 1999) ด้วยการอบชิ้นงานจนแห้งและปล่อยให้เย็นลงในโถทำแห้ง นำมาชั่งหาน้ำหนักแห้งแล้วนำไปต้มในน้ำกลั่นจนเดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นแช่ชิ้นงานทิ้งไว้ที่น้ำที่ท่วมชิ้นงานอีก 24 ชั่วโมง นำชิ้นงานมาชั่งหาน้ำหนักในน้ำแล้วซับด้วยผ้าเปียก เพื่อเป็นการเอาน้ำที่เกาะบนผิวชิ้นงานออกแล้วนำไปชั่งหาน้ำหนักชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำอีกครั้งหนึ่ง คำนวณค่าความหนาแน่นและความพรุนตัวได้ตามสมการข้างล่างนี้

$$\text{Bulk Density} = \frac{W_{\text{dry}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \quad (3.1)$$

$$\% \text{Apparent Porosity} = \frac{W_{\text{sat}} - W_{\text{dry}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \times 100 \quad (3.2)$$

กำหนดให้

**Bulk Density** = ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

**%Apparent Porosity** = ความพรุนตัวของชิ้นงาน (เปอร์เซ็นต์)

**$W_{\text{dry}}$**  = น้ำหนักของชิ้นงานแห้งในอากาศ (กรัม)

**$W_{\text{sat}}$**  = น้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำและซับน้ำที่ผิวออกไป (กรัม)

**$W_{\text{sus}}$**  = น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อชั่งแบบแขวนในน้ำ (กรัม)

#### 3.6.2 โครงสร้างจุลภาค

วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) (JSM-6480LV, JEOL) เพื่อศึกษา ลักษณะรูปร่างและขนาดของเกรน รวมไปถึงขนาดรูพรุนในชิ้นงานที่ผ่านการเผาเรียบร้อยแล้ว การเตรียมผิวชิ้นงานสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาค ทำโดยการขัดผิวชิ้นงานให้เรียบด้วยแผ่นขัดซิลิโคนคาร์ไบด์ เรียงจากเบอร์ 120 240 600 และ 1200 ตามลำดับ จากนั้นขัดละเอียดผิวชิ้นงานด้วยผงขัดเพชร (diamond polishing) เรียงจากขนาดอนุภาค 9 6 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ และกัดผิวด้วยความร้อน (thermal etching) ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเผาเผือก 100 ถึง 200 องศาเซลเซียส โดยทำการยื่นไฟเป็นเวลา 15 ถึง 30 นาที

### 3.6.3 การวัดขนาดเกรน

ขนาดเกรนหาโดยใช้วิธี Linear intercept method<sup>(27)</sup> ซึ่งอาศัยการนำภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) มาลากเส้นตรงผ่านให้ได้ความยาว 75 มิลลิเมตรและมีเกรนในแนวเส้นตรงไม่เกิน 20 เกรน โดยเลือกตำแหน่งลากเส้นตรงบนภาพอย่างน้อย 5 เส้น จากนั้นคำนวณขนาดเกรนจากสมการต่อไปนี้

$$\bar{D} = \frac{(l_t - l_p)}{n_i m} \times 10^3 \times 1.56 \quad (3.3)$$

โดย  $l_t$  = ความยาวรวมของเส้นตรงทั้งหมด (มิลลิเมตร)  
 $l_p$  = ความยาวเส้นที่ลากผ่านรูพรุนขนาดใหญ่ (มิลลิเมตร)  
 $n_i$  = จำนวนจุดตัดที่เส้นตรงลากผ่านขอบเกรน และนับ 1.5 เมื่อลากผ่าน triple point  
 $m$  = กำลังขยายของภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค

### 3.6.4 ความแข็ง

ชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกแล้ว จะถูกนำมาตรวจวัดหาความแข็งด้วยเครื่อง Vickers Hardness Tester (HV-50A, Laizhou Huayin) โดยเครื่องดังกล่าวทดสอบความแข็งในแบบวิกเกอร์ หัวกดเพชรออกแบบเป็นรูปปิระมิดฐานสี่เหลี่ยม ในการทดลองหาความแข็งครั้งนี้ใช้แรงกด 10 กิโลกรัม และทำการกดค้างเป็นเวลา 15 วินาที บนผิวชิ้นงานที่ผ่านการขัดผิวด้วยแผ่นขัดซิลิคอนคาร์ไบด์เบอร์ 120 240 600 และ 1200 ตามลำดับ และขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาดอนุภาค 9 6 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จากนั้นวัดความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด แล้วนำมาคำนวณค่าความแข็งตาม ASTM : C 1327-03 ได้ดังสมการข้างล่าง

$$\text{Hardness (H}_v) = 1.8544 \times (P/d^2) \quad (3.4)$$

$H_v$  = ค่าความแข็งที่ได้จาก Vickers Indenter (กิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร)  
 $P$  = น้ำหนักที่หัวกด (กิโลกรัม)  
 $d$  = ค่าเฉลี่ยเส้นทแยงมุมของรอยกด (มิลลิเมตร)

### 3.6.5 การส่องผ่านของแสง

วัดการส่องผ่านของแสงบนชิ้นงานด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer (Analytica Specord 100 spectrometer) เพื่อศึกษาความสามารถในการส่องผ่านของแสง โดยทำการทดสอบในช่วงความยาวคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตั้งแต่ 200 จนถึง 900 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงตั้งแต่อุลตราไวโอเล็ต แสงขาว ไปจนถึงอินฟราเรด ชิ้นงานที่ใช้ทดสอบต้องถูกขัดผิวทั้งสองด้านด้วยแผ่นขัดซิลิคอนคาร์ไบด์เบอร์ 120 240 600 และ 1200 ตามลำดับ แล้วใช้ขัดผงเพชรขนาดอนุภาค 9 6 3 และ 1 ไมครอน ขัดละเอียดผิวชิ้นงานทั้งสองด้านให้เรียบและได้ระนาบตามลำดับ ซึ่งจะทำได้ค่าการส่องผ่านถูกต้องที่สุด

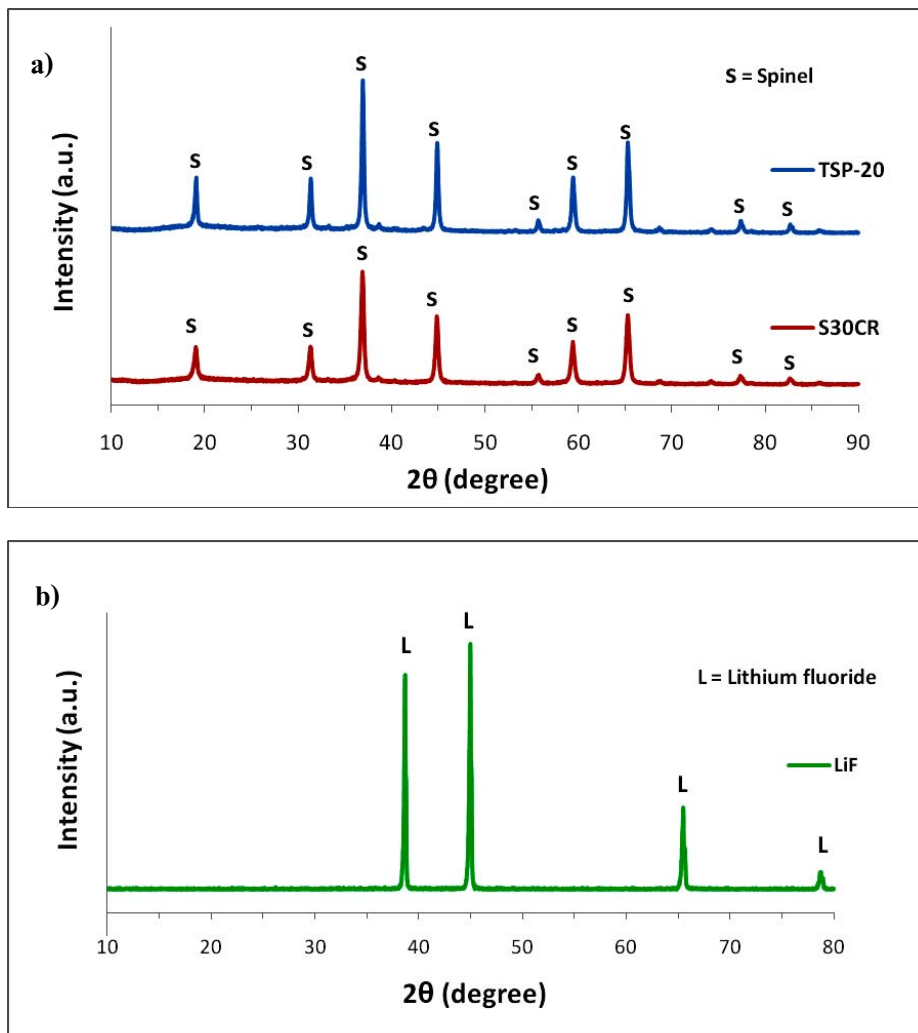
## บทที่ 4

### ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

#### 4.1 ลักษณะเฉพาะของผงวัตุดิบ

##### 4.1.1 องค์ประกอบทางเฟส

ผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมินต์ทั้งสองชนิด ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ดังแสดงในภาพ 4.1 a) ยืนยันได้ถึงความเป็นผลึกของแมกนีเซียมอะลูมินต์อย่างชัดเจน ทุกพีคที่ปรากฏในภาพ 4.1 a) เป็นไปตาม JCPDS#00-021-1152  $MgAl_2O_4$  ไม่มีพีคของเฟสอื่นปะปนอยู่ในผงตัวอย่าง สำหรับรูปที่ 4.1 b) แสดงองค์ประกอบเฟส



รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของผงวัตุดิบ a) ผงแมกนีเซียมอะลูมินต์ทั้งสองชนิด คือ S30CR กับ TSP-20 b) ลิเทียมฟลูออไรด์

ของลิเทียมฟลูออไรด์ ผลจากการตรวจสอบบ่งบอกถึงความเป็นผลึกของลิเทียมฟลูออไรด์ได้ชัดเจนเช่นกัน พีคที่ปรากฏทั้งหมดแสดงเฟสหลักของลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF, JCPDS#00-004-0857) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์และไม่ปรากฏพีคของเฟสอื่นปะปน

#### 4.1.2 องค์ประกอบทางเคมี

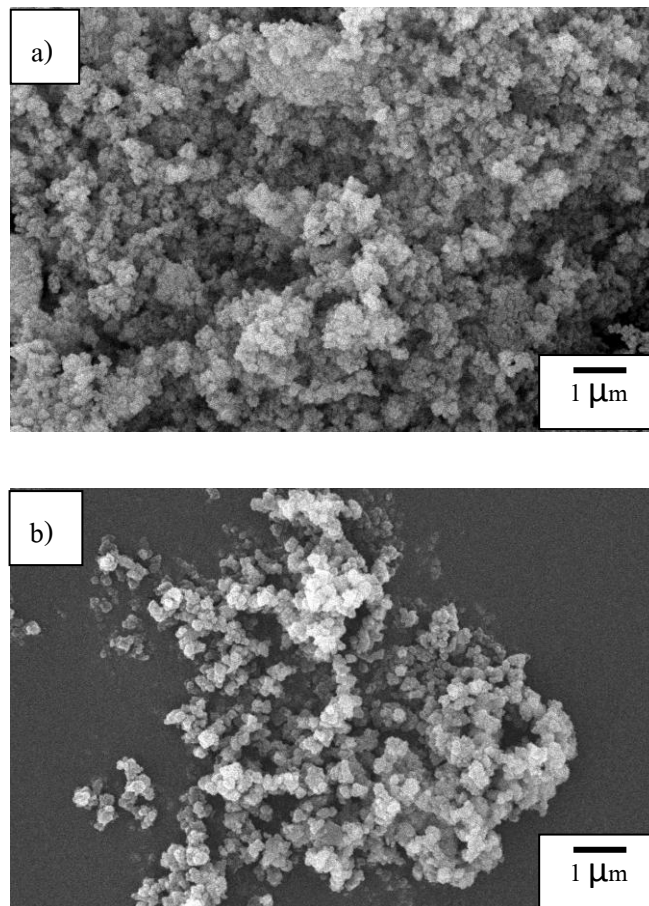
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิดได้แก่ S30CR และ TSP-20 มีปริมาณของสารเจือปนชนิดต่างๆ น้อยกว่าร้อยละ 0.15 โดยน้ำหนัก ซึ่งนับว่าเป็นปริมาณที่ต่ำและคาดว่าจะไม่ส่งผลกระทบต่อความโปร่งใสของผลิตภัณฑ์หลังเผา แต่เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความแตกต่างของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิด พบว่าผง S30CR มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO : Al_2O_3$  เป็น 0.402 : 1 และผง TSP-20 มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO : Al_2O_3$  เป็น 0.387 : 1 ในขณะที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO : Al_2O_3$  ตามสูตรเคมีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม (stoichiometric weight ratio) เป็น 0.395 : 1 แสดงว่าผง S30CR มีปริมาณ  $MgO$  มากกว่าปริมาณที่คำนวณได้จากสูตรเคมี อาจกล่าวได้ว่ามี  $MgO$  เหลืออยู่ในระบบร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก แต่ผง TSP-20 กลับมีปริมาณ  $Al_2O_3$  มากกว่าปริมาณที่คำนวณได้จากสูตรเคมี คือมี  $Al_2O_3$  เหลืออยู่ในระบบร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก การเหลืออยู่ในระบบของ  $MgO$  กับ  $Al_2O_3$  อาจส่งผลกระทบต่อสมบัติหลังเผาและพฤติกรรมทางความร้อนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิด นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ยังแสดงว่า ผง S30CR มีส่วนที่สลายตัวที่อุณหภูมิสูง หรือ Loss on Ignition (LOI) ซึ่งเป็นสารอินทรีย์หรือสารเติมแต่งต่างๆ ที่ทางผู้ผลิตได้เติมเข้าไปมากกว่าที่มีในผง TSP-20 ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการขึ้นรูปและสมบัติบางประการของชิ้นงานดิบอีกด้วย

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)							
	$Al_2O_3$	$MgO$	$P_2O_5$	$SO_3$	$ZrO_2$	$BaO$	$PbO$	LOI
<b>S30CR</b>	70.102	28.189	0.004	0.135	0	0.008	0	1.863
<b>TSP-20</b>	71.620	27.705	0	0	0.011	0.001	0.001	0.981
<b>Stoichiometric <math>MgAl_2O_4</math></b>	71.672	28.328	-	-	-	-	-	-

#### 4.1.3 โครงสร้างจุลภาค

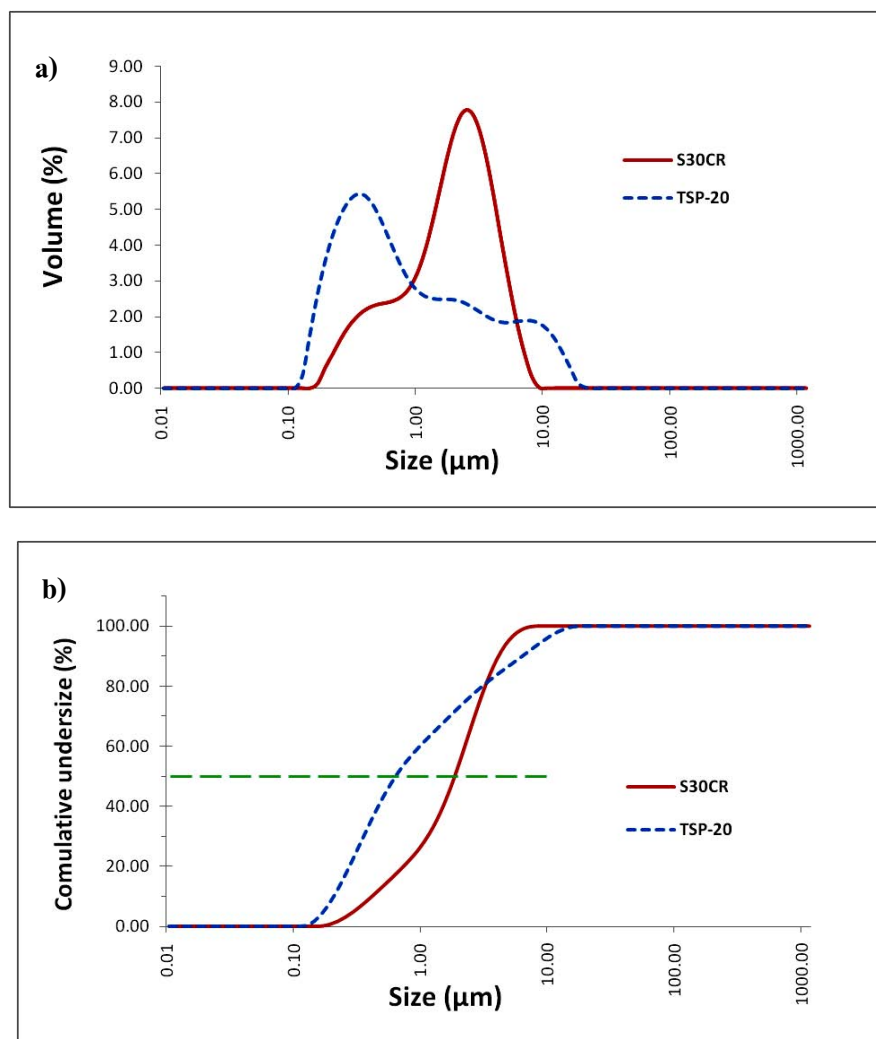
รูปที่ 4.2 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิดที่ กำลังขยาย 10000 เท่า โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะสังเกตเห็นว่า primary particle ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิดมีลักษณะค่อนข้างกลมและสมมาตร โดยอนุภาคของผง S30CR มีขนาดเล็กกว่าผง TSP-20 เล็กน้อย ซึ่งเป็นไปตามข้อมูลขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ทางบริษัทผู้ผลิตทั้งสองได้แจ้งไว้ (S30CR ~ 0.19 ไมครอน และ TSP-20 ~ 0.20 – 0.30 ไมครอน) นอกจากนี้ ยังพบว่าผง S30CR มีการเกาะกลุ่มของอนุภาค (agglomerate) ขนาดใหญ่กว่า TSP-20 โดยทั้งคู่มีขนาดและการกระจายตัวของกลุ่มอนุภาคอย่างสม่ำเสมอ



รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม a) S30CR และ b) TSP-20

#### 4.1.4 การกระจายขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ

การกระจายขนาดอนุภาคของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทั้งสองชนิด ถูกตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการกระเจิงแสง (Dynamic light scattering) ซึ่งใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง (รูปที่ 4.3 a) ผลการตรวจสอบพบว่า การกระจายขนาดอนุภาคของผง TSP-20 มีช่วงที่กว้างกว่า ผง S30CR คือ 0.13 ถึง 21.5 ไมครอน ขณะที่ผง S30CR มีการกระจายขนาดในช่วง 0.2 ถึง 9.4 ไมครอน และเมื่อพิจารณาค่าการกระจายขนาดอนุภาคสะสมที่ร้อยละ 50 ( $d_{50}$ ) (รูปที่ 4.3 b) พบว่าผง TSP-20 มีการกระจายขนาดอนุภาคสะสมที่ร้อยละ 50 เท่ากับ 0.69 ไมครอน ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำกว่าผง S30CR



รูปที่ 4.3 a) การกระจายขนาดอนุภาคและ b) การกระจายขนาดอนุภาคสะสมของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทั้งสองชนิดในเอทานอล



ที่มีขนาด 2.01 ไมครอน เราอาจประมาณค่าขนาดอนุภาคสะสม  $d_{50}$  นี้ว่าเป็นค่าขนาดโดยเฉลี่ยของ agglomerates ซึ่งหมายความว่า agglomerates ของ S30CR มีขนาดโดยเฉลี่ยใหญ่กว่า TSP-20

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

สาร	ค่า surface area (m <sup>2</sup> /g)
S30CR	29.9*
TSP-20	13-20*
S30CR + 1 wt% LiF	31.1
TSP-20 + 1 wt% LiF	18.4

\* ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากบริษัทผู้ผลิต

ในส่วนของ การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิคการดูดซับของก๊าซ ไนโตรเจนบนผิวอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียม (ตารางที่ 4.2) พบว่าอนุภาคของผง S30CR มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าผง TSP-20 ซึ่งสอดคล้องกับค่าขนาดอนุภาคที่ทางบริษัทผู้ผลิตได้แจ้งไว้และเมื่อเปรียบเทียบกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิดที่ทำการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ลงไปร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่ได้ใกล้เคียงกับค่าของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ทั้งสองชนิด

Jena และคณะ<sup>(28)</sup> ได้ทำการคำนวณขนาดโดยเฉลี่ยของอนุภาคจากค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและความหนาแน่น โดยสมมติว่าทุกอนุภาคมีลักษณะทรงกลมเหมือนกัน ดังสมการต่อไปนี้

$$D = 6 / (S_{sp} \rho_a) \quad (4.1)$$

โดย  $D$  = ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมครอน)

$S_{sp}$  = พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตรต่อกรัม)

$\rho_a$  = ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

จากสมการที่ 4.1 พบว่าถ้าใช้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของ S30CR และ TSP-20 เป็น 29.9 และ 20 ตารางเมตรต่อกรัมตามลำดับ ขนาดโดยเฉลี่ยของอนุภาคจะมีค่าเท่ากับ 0.06 และ 0.08 ไมครอนตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการวัดพื้นที่ผิวจำเพาะช่วยยืนยันเรื่องขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าของ S30CR ซึ่งไม่สอดคล้องกับการวัดการกระจายขนาดของอนุภาค S30CR ที่มีค่าการกระจายขนาดสะสมที่ร้อยละ 50 สูงกว่า TSP-20 ทั้งนี้เมื่อพิจารณาร่วมกับองค์ประกอบทางเคมีของ S30CR

จึงพบข้อสังเกตว่า ปริมาณสารอินทรีย์และสารเติมแต่งที่สูงกว่าใน S30CR อาจส่งผลต่อการเกิด agglomerates และการแตกตัวขณะวัดการกระจายขนาดของอนุภาค S30CR

#### 4.1.5 การขยายตัวทางความร้อนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินิต

การขยายตัวทางความร้อนของแมกนีเซียมอะลูมินิตบริสุทธิ์ทั้งสองชนิด ถูกทดสอบโดยใช้เครื่อง dilatometer วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความยาวตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600 องศาเซลเซียสในอากาศ (รูปที่ 4.4 a) พบว่า ชิ้นงานบริสุทธิ์ S30CR และ TSP-20 จะเริ่มหดตัว หลังผ่านอุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส โดยชิ้นงาน S30CR จะมีอัตราการหดที่สูงกว่า TSP-20 คือ ร้อยละ 0.05 และร้อยละ 0.02 ต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และหดตัว ดังกล่าวดำเนินไปอย่างต่อเนื่องจนถึงร้อยละ 19.1 สำหรับชิ้นงาน S30CR ขณะที่ชิ้นงาน TSP-20 หดตัวได้ร้อยละ 13.8 ที่อุณหภูมิสูงสุด การหดตัวที่เร็วกว่าของชิ้นงาน S30CR เกิดมาจากอนุภาค ขนาดเล็ก พื้นที่ผิวที่มากกว่าและจากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินิต ที่มีปริมาณ MgO เกินมาในส่วนผสม จะมีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นที่สูงและให้ความหนาแน่น หลังเผาที่ดีกว่า<sup>(29, 30)</sup>

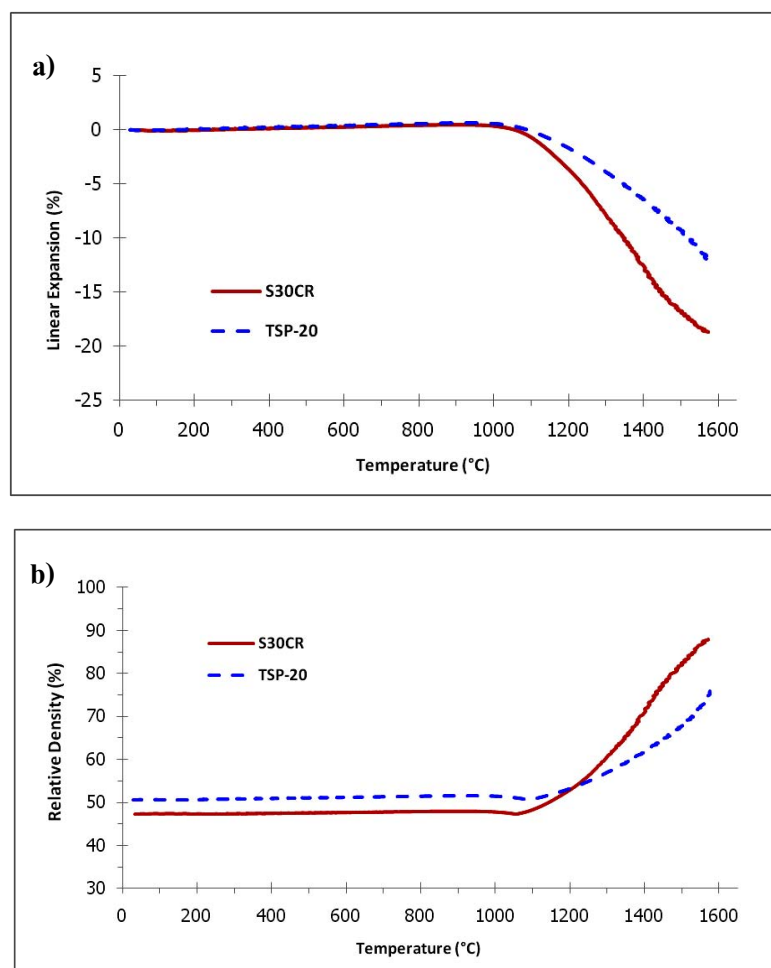
Li และคณะ<sup>(31)</sup> ทำการคำนวณหาความหนาแน่น ณ อุณหภูมิต่างๆ ของ แมกนีเซียมอะลูมินิตจากค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลงและความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ ดังสมการ ต่อไปนี้

$$\rho = \frac{\rho_0}{(1 - \Delta L / L_0)^3} \quad (4.2)$$

โดย  $\rho$  = ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)  
 $\rho_0$  = ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)  
 $L_0$  = ความยาวเริ่มต้น (มิลลิเมตร)  
 $\Delta L$  = ความยาวที่เปลี่ยนไป (มิลลิเมตร)

จากสมการที่ 4.2 ความหนาแน่นที่คำนวณได้สามารถสร้างเป็นกราฟความสัมพันธ์ ระหว่างอุณหภูมิต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.4 b) จะพบว่า การเผาผนึกที่เป็นสถานะ ของแข็ง (solid state sintering)<sup>(7)</sup> S30CR และ TSP-20 จะเข้าสู่ช่วง initial state พร้อมกันที่ 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่จุดสัมผัสของแต่ละอนุภาคหนาขึ้น (neck formation) ความหนาแน่น จะเพิ่มจนถึงร้อยละ 60 ถึง 65 ของค่าทางทฤษฎี (3.6 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) หลังจากนั้น การเผาผนึกจะเข้าสู่ช่วง intermediate state ซึ่งเป็นช่วงที่รูพรุนจะเชื่อมต่อเป็นร่างแหไป

ตามขอบเกรน (interconnected pores) ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นได้อย่างรวดเร็วจนถึงร้อยละ 90 ของค่าทางทฤษฎี โดย S30CR สามารถเข้าสู่ช่วงนี้ได้เร็วกว่าและมีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสูงกว่า TSP-20 สำหรับช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิใกล้เคียง 1600 องศาเซลเซียส S30CR มีแนวโน้มจะเข้าสู่ช่วง final state ซึ่งเป็นช่วงที่รูพรุนแยกจากกันเป็นรูเดี่ยวๆ ตามขอบเกรนหรือมุม (isolate pores) ขณะที่ TSP-20 ยังคงอยู่ในช่วงท้ายของ intermediate state โดยมีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสูงขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1500 องศาเซลเซียสและมีแนวโน้มเข้าสู่ช่วง final state ได้ช้ากว่า S30CR ซึ่งช่วยยืนยันว่าปริมาณ MgO ที่เกินมา จะทำให้อัตราการเพิ่มความหนาแน่นสูงและให้ความหนาแน่นหลังเผาที่ดีกว่าแมกนีเซียมอะลูมินेटที่ไม่มี MgO เกิน<sup>(29, 30)</sup>



รูปที่ 4.4 a) การขยายตัวทางความร้อนและ b) ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมินेटที่อุณหภูมิต่างๆ

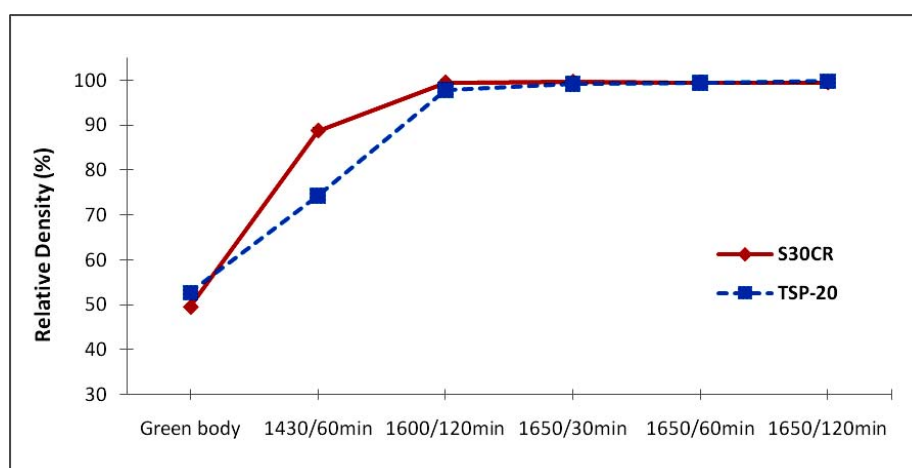
#### 4.2 ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

ชิ้นงานดิบ S30CR กับ TSP-20 ที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยมือในแม่พิมพ์โลหะทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.4 มิลลิเมตร ให้มีรูปร่างเป็นแผ่นกลมแล้วอัดความดันทุกทิศทางที่ 250 เมกะพาสคัลและคงความดันสูงสุดไว้ 3 นาที เพื่อเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงาน ชิ้นงานดิบ S30CR และ TSP-20 ที่ได้จากการอัดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 20.4 กับ 22.6 มิลลิเมตรตามลำดับ และมีความหนาเฉลี่ย 2.8 กับ 2.1 มิลลิเมตรตามลำดับ จากการตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงานดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิด โดยวิธีคำนวณค่าน้ำหนักต่อปริมาตรชิ้นงาน พบว่า ชิ้นงาน TSP-20 มีความหนาแน่นเฉลี่ยสูงกว่าเล็กน้อย คือ ร้อยละ 52.7 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี (3.6 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) คาดว่าเกิดจาก TSP-20 มีการกระจายขนาดอนุภาคว้างกว่า ขณะที่ ชิ้นงาน S30CR มีความหนาแน่นเฉลี่ยเท่ากับร้อยละ 49.6 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี การเติมลิเทียมฟลูออไรด์ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ไม่มีผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมแต่อย่างใด

### 4.3 การเผาผนึกในอากาศ

#### 4.3.1 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตบริสุทซ์

ความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตบริสุทซ์ทั้งสองชนิด ซึ่งผ่านการเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิต่างๆ ถูกตรวจสอบด้วยวิธีการแทนที่ในน้ำ ซึ่งผลการตรวจสอบพบว่า ความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตบริสุทซ์ทั้งสองชนิดเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาผนึกที่เพิ่ม (รูปที่ 4.5) โดยที่ชิ้นงาน S30CR มีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสูงกว่า TSP-20 สอดคล้องกับการหดตัวจากการวัดด้วย dilatometer ซึ่ง S30CR มีการหดตัวมากกว่า ทั้งนี้เนื่องมาจากขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า พื้นที่ผิวที่มากกว่าซึ่งทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้เร็วกว่าและปริมาณ MgO ใน S30CR ที่มีผลต่ออัตราการเพิ่มความหนาแน่น<sup>(29, 30)</sup> เมื่อเราทำการขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสให้นานขึ้น พบว่าชิ้นงานทั้งสองชนิดมีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นต่ำ ซึ่งนับเป็นพฤติกรรมที่ปกติสำหรับการเผาผนึกในสถานะของแข็ง (solid state sintering) เมื่อระบบเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก (final stage sintering) การได้รูพรุนออกจากชิ้นงานในช่วงนี้ จะทำได้ยาก ความหนาแน่นจึงมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมากแม้จะใช้เวลาขึ้นไฟนานถึง 120 นาทีก็ตาม เส้นกราฟในรูปที่ 4.5 แสดงให้เห็นว่า ความหนาแน่นของชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 เมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ขึ้นไฟนาน 120 นาที มีค่าร้อยละ 99.4 และ 99.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี



รูปที่ 4.5 ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตบริสุทซ์เผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิต่างๆ

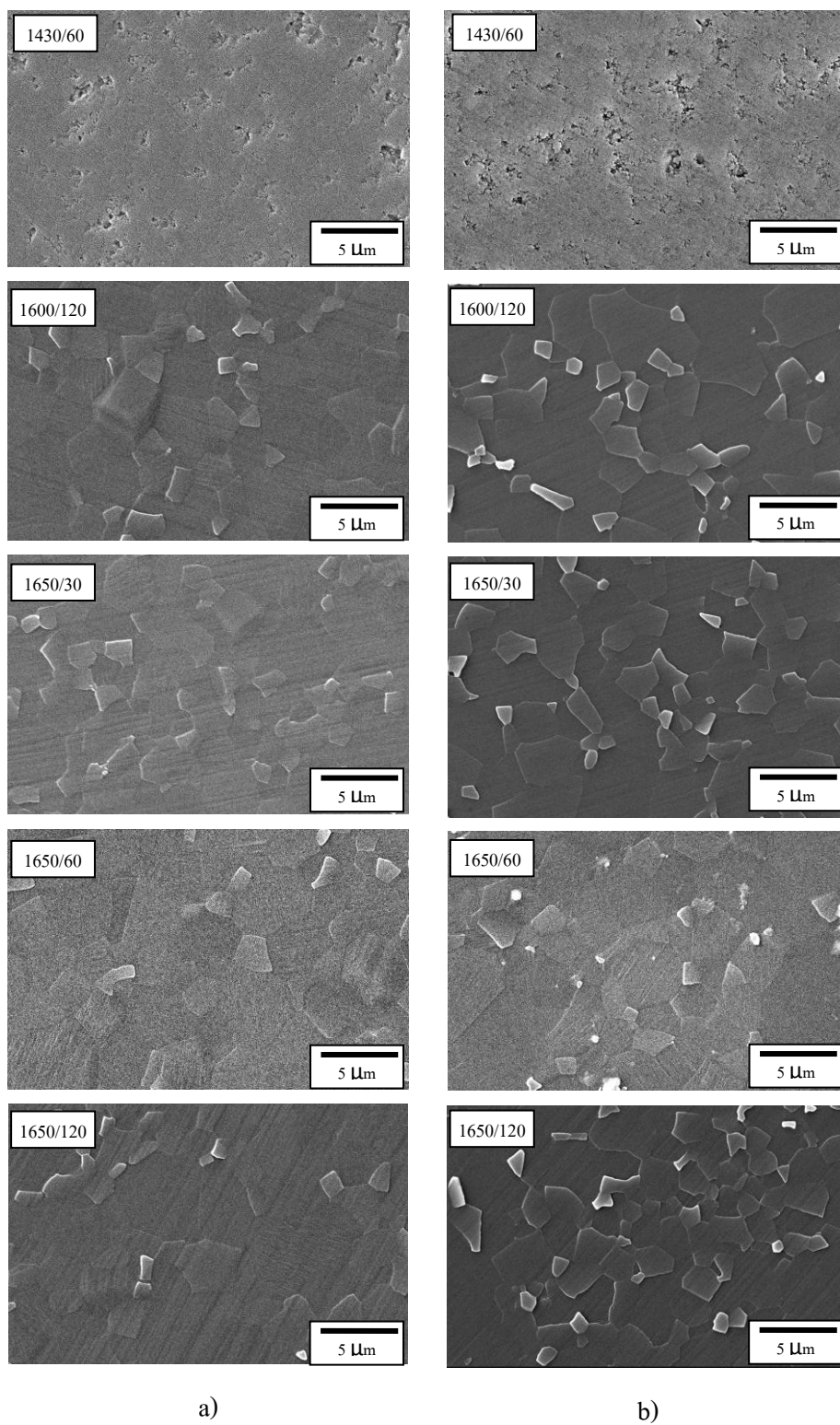
เมื่อพิจารณาการหดตัวหลังเผา จะพบว่า S30CR มีการหดตัวสูงกว่าร้อยละ 42 โดยปริมาตร ตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียส ขณะที่ TSP-20 จะมีการหดตัวสูงกว่าร้อยละ 42 โดยปริมาตร หลังผ่านอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสไปแล้ว โดยหลังช่วงอุณหภูมิดังกล่าว S30CR จะมีการหดตัวสูงกว่า TSP-20 ประมาณร้อยละ 6 ถึง 7 โดยปริมาตร ทั้งนี้เนื่องจาก TSP-20 มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า S30CR ส่วนน้ำหนักที่หายไปของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาผืนิกในช่วงแรกและค่อนข้างคงที่หลังผ่านอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสไปแล้ว (ตารางที่ 4.3)

ตารางที่ 4.3 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิและเวลายืนไฟต่างๆ

อุณหภูมิและเวลายืนไฟ	% การหดตัวโดยปริมาตร		% น้ำหนักที่หายไป		% ความพรุนตัว	
	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20
1430°C 60นาที	43.2 ±0.2	24.6 ±2.6	2.8 ±0.1	1.1 ±0.1	10.6 ±0.2	25.0 ±0.2
1600°C 120นาที	49.7 ±0.9	42.3 ±0.2	3.6 ±0.1	1.5 ±0.1	0.7 ±0.2	0.2 ±0.1
1650°C 30นาที	49.1 ±0.4	42.4 ±0.3	3.9 ±0.1	1.6 ±0.1	0.4 ±0.1	0.4 ±0.2
1650°C 60นาที	50.5 ±1.8	43.5 ±1.1	3.2 ±0.1	1.5 ±0.1	0.2 ±0.1	0.2 ±0.1
1650°C 120นาที	48.4 ±0.6	42.6 ±0.9	3.6 ±0.1	1.4 ±0.1	0.4 ±0.1	0.2 ±0.1

ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิด โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 4.6) พบว่าที่อุณหภูมิเผาผืนิก 1430 องศาเซลเซียส ชิ้นงานทั้งสองชนิดมีลักษณะการเชื่อมติดกันของเกรนบางส่วน มีรูพรุนกระจายอยู่บนชิ้นงานจำนวนมาก เนื่องจากความหนาแน่นและการหดตัวที่ยังคงต่ำ ณ อุณหภูมินี้

สำหรับชิ้นงานทั้งสองชนิดที่อุณหภูมิเผาผืนิกสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียส พบว่าผิวชิ้นงานทั้งสองชนิดมีลักษณะใกล้เคียงกัน ไม่พบความแตกต่างจากการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการเผาผืนิก ขนาดโดยเฉลี่ยของเกรน S30CR ในช่วงดังกล่าว มีค่าประมาณ 2.3 ถึง 2.5 ไมครอน ขณะที่ TSP-20 มีค่าประมาณ 2.0 ถึง 2.3 ไมครอน เห็นขอบเกรนของชิ้นงานทั้งสองชัดเจนขึ้น เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและพบเกรนขนาดเล็กปะปนอยู่ด้วย สังเกตได้ว่าลักษณะเกรนทั้งสองชนิดเข้าสู่ช่วง final state ของการเผาผืนิกแล้ว จึงไม่พบรูพรุนที่เชื่อมต่อกันอย่างช่วง intermediate state อีกต่อไป

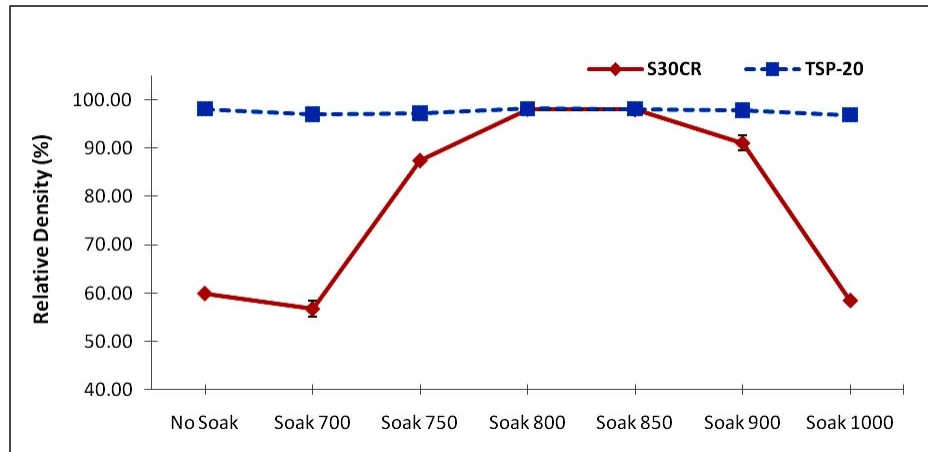


รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินต a) S30CR และ b) TSP-20 เผาผืนี้กในอากาศที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ

#### 4.3.2 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งสองชนิดได้มีการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และเผาที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที โดยไม่ขึ้นไฟที่อุณหภูมิอื่นๆ นั้น มีความหนาแน่นและโครงสร้างทางจุลภาคที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ในกรณีของ TSP-20 ความหนาแน่นหลังเผามีค่าร้อยละ 98.1 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งน้อยกว่าความหนาแน่นหลังเผาของ TSP-20 บริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 1 ขณะที่ความหนาแน่นของ S30CR ซึ่งมีการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ที่เผาชนิดรูปแบบเดียวกัน มีความหนาแน่นหลังเผาร้อยละ 59.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี เป็นค่าที่น้อยกว่าความหนาแน่นหลังเผาของชิ้นงาน S30CR บริสุทธิ์ถึงเกือบร้อยละ 40 ชิ้นงาน S30CR ซึ่งมีการเติมลิเทียมฟลูออไรด์เกิดการเผาที่น้อยมาก คือมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจากความหนาแน่นชิ้นงานดิบเพียงร้อยละ 10 เท่านั้น จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าชิ้นงาน S30CR นั้นมีการเชื่อมต่อของเกรนน้อยมาก ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ย 2.3 ไมครอน พบรูพรุนขนาดใหญ่กระจายทั่วชิ้นงาน (รูป 4.8 a) เห็นได้ชัดเจนว่ามีประสิทธิภาพในการเผาที่ต่ำ ตรงข้ามกับลักษณะของชิ้นงาน TSP-20 (รูป 4.8 b) ซึ่งมีการเติบโตของเกรนในปริมาณมาก ขนาดเกรนโดยเฉลี่ย 83.2 ไมครอน มีรูพรุนกระจายอยู่ภายในเกรนเป็นจำนวนมาก (intragranular pores) แสดงถึงการเคลื่อนที่ของขอบเกรนซึ่งเร็วกว่าการเคลื่อนที่ของรูพรุน เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่า รูพรุนที่อยู่ภายในเกรนจะถูกกำจัดได้ยากกว่ารูพรุนตามขอบเกรน (intergranular pores) เนื่องจากการกำจัดรูพรุนดังกล่าวต้องอาศัยการแพร่ออกตามเนื้อเกรนไปจนถึงขอบเกรน ก่อนจะแพร่ไปตามขอบเกรนจึงจะแพร่ถึงผิวชิ้นงานได้ สำหรับการเคลื่อนที่ได้เร็วกว่าของขอบเกรนนั้น Reimanis และคณะ<sup>(20)</sup> ได้อธิบายไว้ว่าเป็นการละลายของลิเทียมฟลูออไรด์ในแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ซึ่งทำให้เกิด oxygen vacancies ที่เร่งการโตของเกรน ผลดังกล่าวเป็นที่สอดคล้องผลการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ที่เติมลงใน TSP-20





รูปที่ 4.7 ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมลิเทียมฟลูออไรด์เผาผนึกในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส โดยยี่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความหนาแน่นระหว่างชิ้นงานที่ไม่ทำยี่นไฟและยี่นไฟที่อุณหภูมิ 700 750 800 850 900 และ 1000 องศาเซลเซียสด้วยเวลายี่นไฟเดียวกันคือ 30 นาที (รูปที่ 4.7) จะพบว่า ความหนาแน่นของชิ้นงาน TSP-20 มีแนวโน้มคงที่ แม้จะยี่นไฟด้วยอุณหภูมิที่แตกต่างกันก็ตาม อาจกล่าวได้ว่าการยี่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ ไม่ส่งผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน TSP-20 ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ และการยี่นไฟที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสมีค่าความหนาแน่นสูงสุดร้อยละ 98.2 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งเป็นค่าใกล้เคียงกับ TSP-20 ที่ไม่ได้ทำการยี่นไฟ (ร้อยละ 98.1) และ TSP-20 บริสุทธิ์ (ร้อยละ 99.4)

ชิ้นงาน S30CR ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์มีพฤติกรรมการเผาผนึกต่างจากชิ้นงาน TSP-20 โดยสิ้นเชิง ชิ้นงาน S30CR มีค่าความหนาแน่นเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิการยี่นไฟ โดยความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิยี่นไฟ 850 องศาเซลเซียสเท่ากับร้อยละ 98.1 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งมากกว่า S30CR ที่ไม่ทำการยี่นไฟ (ร้อยละ 59.8) แสดงให้เห็นว่า การยี่นไฟของ S30CR ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์แม้มีปริมาณเพียงร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ก็ส่งผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน S30CR อย่างชัดเจน จากการเปรียบเทียบ S30CR บริสุทธิ์กับที่ผ่านการยี่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า S30CR บริสุทธิ์ยังคงมีความหนาแน่นสูงใกล้เคียงค่าทางทฤษฎีที่สุด (ร้อยละ 99.4)

สำหรับ โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ได้ผ่านการยี่นไฟด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อหลอมลิเทียมฟลูออไรด์ แล้วเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 1000 องศาเซลเซียส ยี่นไฟอีกครั้งเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ออก และเผาผนึกในช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส 60 นาทีนั้น พบว่าชิ้นงานทั้งสองชนิดประกอบด้วยรูพรุนหลายขนาดกระจายอยู่ตามมุมและขอบเกรน ขนาดของเกรน S30CR และ TSP-20 โดยเฉลี่ย

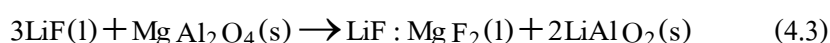
เท่ากับ 2.5 และ 4.2 ไมครอนตามลำดับ ซึ่งกรณีของ S30CR ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยจะไม่แตกต่างจาก ชิ้นงานบริสุทธิ์ที่มีค่า 2.5 ไมครอนเช่นกัน แต่สำหรับ TSP-20 จะมีขนาดเกรนใหญ่ขึ้นจากชิ้นงาน บริสุทธิ์ที่มีค่าเพียง 2.3 ไมครอน นอกจากนี้ยังพบรูพรุนขนาดเล็กภายในเกรนของ TSP-20

เมื่อพิจารณาที่สมบัติการหดตัวหลังเผา พบว่า TSP-20 มีค่าหดตัวสูงกว่าร้อยละ 40 โดยปริมาตรทุกช่วงการขึ้นไฟ ขณะที่ S30CR มีค่าการหดตัวแปรผันตามค่าความหนาแน่นของ ชิ้นงานและมีค่าสูงสุดที่ช่วงการขึ้นไฟ 800 ถึง 850 องศาเซลเซียส โดย S30CR มีการหดตัวที่ ช่วงอุณหภูมิดังกล่าวสูงกว่า TSP-20 ประมาณร้อยละ 2 ถึง 4 โดยปริมาตร (ตารางที่ 4.4)

ตารางที่ 4.4 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตผสมลิเทียมฟลูออไรด์ขึ้นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ

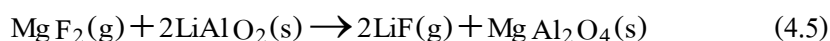
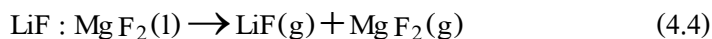
อุณหภูมิขึ้นไฟ	% การหดตัวโดย ปริมาตร		% น้ำหนักที่หายไป		% ความพรุนตัว	
	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20
ไม่ขึ้นไฟ	17.5 ±1.8	44.0 ±1.1	3.9 ±0.1	2.4 ±0.1	40.2 ±0.1	0.2 ±0.1
700°C	17.7 ±0.3	41.9 ±0.8	3.5 ±0.1	2.5 ±0.1	40.2 ±2.5	0.3 ±0.1
750°C	49.2 ±0.7	44.2 ±0.6	3.8 ±0.1	2.3 ±0.1	0.6 ±0.2	0.3 ±0.3
800°C	50.0 ±0.5	48.2 ±1.6	4.0 ±0.1	2.1 ±0.1	0.1 ±0.1	0.2 ±0.1
850°C	50.4 ±0.5	46.5 ±0.8	4.0 ±0.1	2.1 ±0.1	0.1 ±0.1	0.1 ±0.1
900°C	45.2 ±0.4	44.7 ±0.6	2.9 ±0.1	2.4 ±0.1	3.9 ±0.3	0.2 ±0.1
1000°C	17.3 ±2.7	39.6 ±2.5	3.5 ±0.1	2.7 ±0.1	41.2 ±0.4	0.2 ±0.1

การเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ในรูปแบบที่ทำการขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 700 750 800 850 900 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาทีนั้น กระทำเพื่อหวังเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผนึกให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเต โดยเลือกอุณหภูมิ ใกล้เคียงจุดหลอมเหลวของลิเทียมฟลูออไรด์เป็นจุดขึ้นไฟ ทำให้ลิเทียมฟลูออไรด์ทำปฏิกิริยากับ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตได้เต็มที่ ดังที่ Reimanis และคณะ<sup>(20, 23)</sup> ได้ทำการศึกษาและอธิบายไว้ว่า ลิเทียมฟลูออไรด์หลอมเหลวกับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตจะก่อตัวเป็นสารใหม่ตามสมการ 4.3



ซึ่ง  $\text{MgF}_2$  หลอมเหลวที่เกิดขึ้นจะช่วยเพิ่มอัตราการแพร่ของอะตอมและการเคลื่อนที่ถ่ายเทมวลสารในระบบ (mass transport) จากนั้นความดันไอของ  $\text{MgF}_2$  ที่เพิ่มขึ้น

จะทำปฏิกิริยากับ  $\text{LiAlO}_2$  ก่อตัวใหม่ (reformation) เป็นเกรนขนาดใหญ่ขึ้นของแมกนีเซียมอะลูมินา โดยมีลิเทียมฟลูออไรด์เป็นแรงขับเคลื่อนการเกิดปฏิกิริยา (driving force) ตามสมการ 4.4 และ 4.5



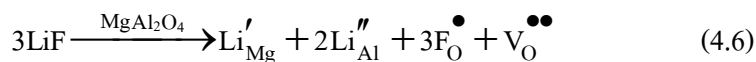
สมการข้างต้นแสดงให้เห็นถึงประโยชน์ของลิเทียมฟลูออไรด์ที่ไม่เพียงช่วยให้เกิดเฟสของเหลว (liquid phase) ที่ลดพลังงานกระตุ้น (activation energy)<sup>(24)</sup> หรือก็คือพลังงานที่ใช้ในการเผาผลาญ แต่ยังช่วยการก่อตัวใหม่ของแมกนีเซียมอะลูมินาในบริเวณที่ต้องใช้พลังงานการเผาผลาญสูง เช่น รูพรุนขนาดเล็ก เป็นต้น<sup>(23)</sup> รวมถึงการจัดเรียงตัวของเกรน (rearrangement of grain)<sup>(20)</sup> อีกด้วย

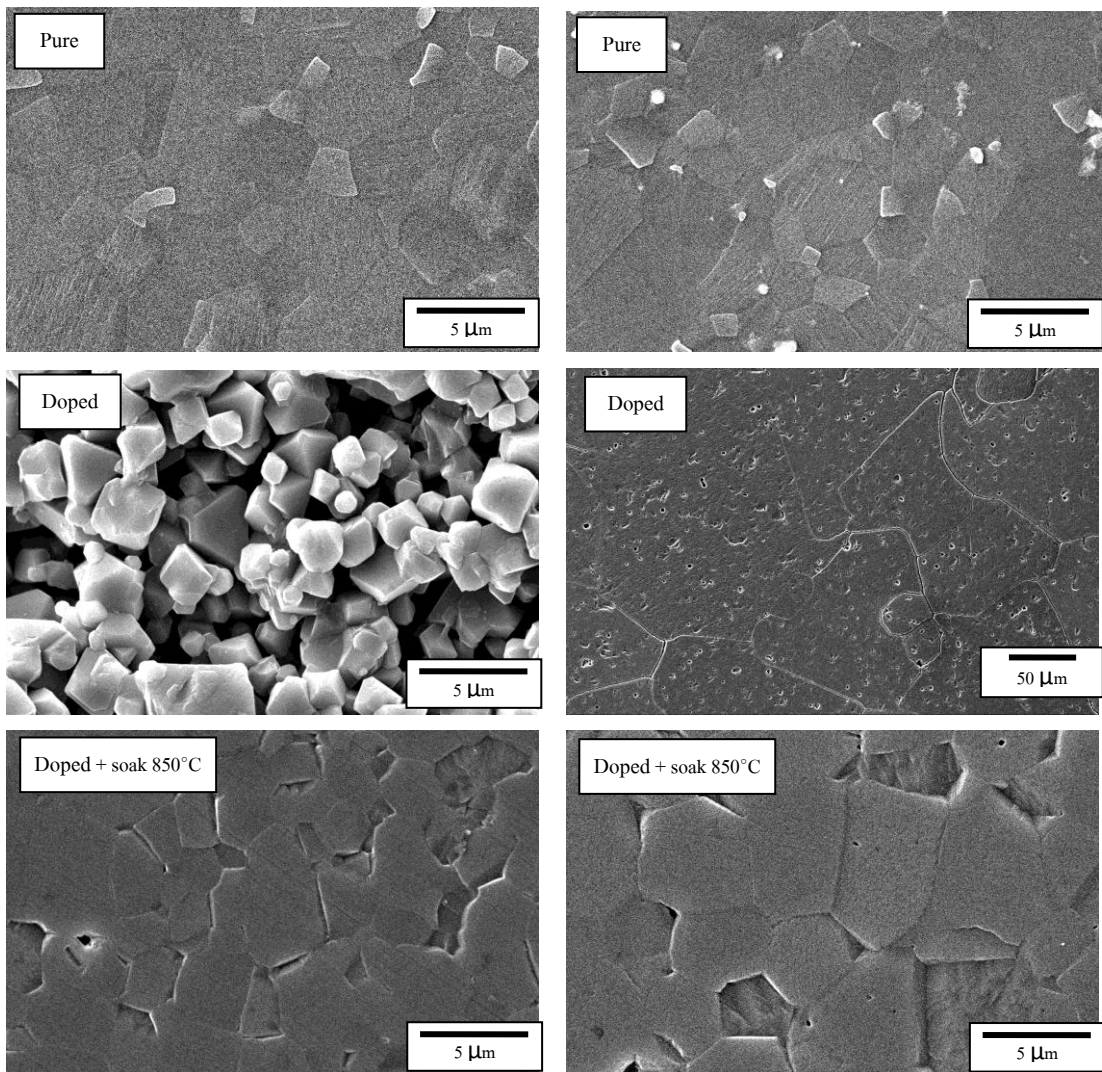
หลังจากที่ลิเทียมฟลูออไรด์หลอมตัวและทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียมอะลูมินา ลิเทียมฟลูออไรด์ต้องถูกกำจัดออกจากชิ้นงานก่อนเผาผลาญในขั้นตอนสุดท้าย<sup>(1, 20, 24, 25)</sup> เพื่อป้องกันลิเทียมฟลูออไรด์ที่เหลือแทรกอยู่ตามขอบเกรน เกิดเป็นบริเวณที่มีลิเทียมฟลูออไรด์เข้มข้น ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียมอะลูมินาที่อุณหภูมิสูงจนเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กของ  $\text{MgO}$  ซึ่งจัดเป็นวัสดุทนไฟมีจุดหลอมเหลวสูงยากแก่การเผาผลาญ อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ในระหว่างกระบวนการเผาผลาญจะส่งผลให้ความดันไอของลิเทียมฟลูออไรด์สะสมเพิ่มขึ้น ตั้งแต่จุดหลอมเหลว (845 องศาเซลเซียส) จนมีมากพอที่จะระเหยออกไปที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส<sup>(24)</sup>

สำหรับชิ้นงาน S30CR ที่เผาผลาญโดยไม่ขึ้นไฟหรือขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 700 หรือ 1000 องศาเซลเซียส พบว่าลักษณะของชิ้นงานหลังเผาผลาญมีความคล้ายคลึงกัน คือ มีความหนาแน่นหลังเผาอยู่ในระดับต่ำ โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานที่ไม่ขึ้นไฟ (รูปที่ 4.8 a) มีลักษณะใกล้เคียงกับผลการทดลองของ Villalobos และคณะ<sup>(25)</sup> ซึ่งได้อธิบายไว้ว่า เกรนขนาดเล็กที่เกิดขึ้นนั้นประกอบด้วย  $\text{MgO}$  ที่มีความทนไฟสูงกว่าไม่สามารถเผาผลาญได้ที่อุณหภูมิการเผาผลาญแมกนีเซียมอะลูมินา โดย  $\text{MgO}$  ดังกล่าวนั้น มาจากลิเทียมฟลูออไรด์ที่กระจายตัวไม่สม่ำเสมอในทุกส่วนของชิ้นงาน ทำให้การกำจัดออกทำได้ไม่หมดในบริเวณความเข้มข้นสูงๆ เมื่อวิเคราะห์เปรียบเทียบกับผลการเผาผลาญของ S30CR แล้ว จึงเป็นข้อสันนิษฐานที่ว่า การบดผสม S30CR กับลิเทียมฟลูออไรด์ อาจยังไม่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน พอทำการเผาผลาญโดยไม่ขึ้นไฟ เฟสของเหลวลิเทียมฟลูออไรด์จึงกระจายได้ไม่ทั่วชิ้นงาน อีกทั้งในการขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 700 หรือ 1000

องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นจุดยืนไฟที่ห่างจากจุดหลอมเหลวของลิเทียมฟลูออไรด์ ทำให้ไม่สามารถเกิดเฟสของเหลวที่เข้าทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียมอะลูมินต์ได้สมบูรณ์ ดังนั้นชิ้นงาน S30CR ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ ต้องใช้การยืนไฟช่วงอุณหภูมิใกล้เคียงจุดหลอมเหลวของตัวเติม (800 ถึง 850 องศาเซลเซียส) ในขั้นตอนการเผา เพื่อให้เกิดการกระจายตัวของเฟสของเหลว การจัดเรียงตัวของเกรนและปฏิกิริยาตามสมการ 4.3 ถึง 4.5 ที่มีผลต่อประสิทธิภาพการเผาพูนิก S30CR แต่อย่างไรก็ดีความหนาแน่นของ S30CR ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์และยืนไฟยังคงต่ำกว่า S30CR บริสุทธิ์ เนื่องจากรูพรุนที่เหลืออยู่ในชิ้นงาน ซึ่งคาดว่าเป็นผลจากขั้นตอนการกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ที่จะออกมาในรูปของความดันไอก๊าซ จนเป็นช่องว่างรูพรุนในชิ้นงาน

ส่วนชิ้นงาน TSP-20 ที่ไม่ทำการยืนไฟในช่วงอุณหภูมิต่างๆ นั้น เกรนที่มีขนาดโดยเฉลี่ยใหญ่ถึง 83.2 ไมครอน เป็นอิทธิพลจากการละลายของลิเทียมฟลูออไรด์เข้าไปทำปฏิกิริยากับ  $Al_2O_3$  ที่อยู่ในเกรนของ TSP-20 ซึ่ง Reimanis และคณะ<sup>(20)</sup> ได้อธิบายไว้ว่า ลิเทียมฟลูออไรด์จะทำปฏิกิริยากับ  $Al_2O_3$  ทำให้เกรนของแมกนีเซียมอะลูมินต์เกิด oxygen vacancies พร้อมกับมีการแทนที่ของฟลูออรีนตามสมการ 4.6 ส่งผลให้อัตราการเพิ่มความหนาแน่นและอัตราเคลื่อนที่ขอบเกรน (grain-boundary mobility) เพิ่มขึ้น ซึ่งจะทำให้เกรนขยายขนาดใหญ่ขึ้น เราอาจสันนิษฐานได้ว่าการไม่ยืนไฟทำให้ลิเทียมฟลูออไรด์เหลือค้างสะสมอยู่ระหว่างเกรนก่อนจะเข้าทำปฏิกิริยากับ TSP-20 ที่อุณหภูมิสูงทำให้เกรนเกิดการขยายตัวอย่างรวดเร็ว<sup>(24)</sup> ขณะที่การยืนไฟด้วยอุณหภูมิต่างๆ ในช่วง 700 ถึง 1000 องศาเซลเซียส ส่งผลต่อการเผาพูนิก TSP-20 น้อยและไม่เกิดการขยายตัวของเกรนในปริมาณมากดังที่เกิดกับกรณีไม่ยืนไฟ เชื่อว่าเป็นเพราะปริมาณ  $Al_2O_3$  ที่มีเกิน ทำปฏิกิริยากับลิเทียมฟลูออไรด์ได้เป็น  $LiAlO_2$  โดยไม่ก่อให้เกิดปฏิกิริยากับแมกนีเซียมอะลูมินต์จนเป็น MgO ซึ่งยากต่อการเผาพูนิก สำหรับการยืนไฟที่ 850 องศาเซลเซียสนั้น คาดว่าขั้นตอนการกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ช่วยหยุดปฏิกิริยาและการเคลื่อนที่ของขอบเกรน ดังแสดงในรูปที่ 4.8 b) ซึ่งขนาดของเกรนมีค่าโดยเฉลี่ย 4.2 ไมครอน





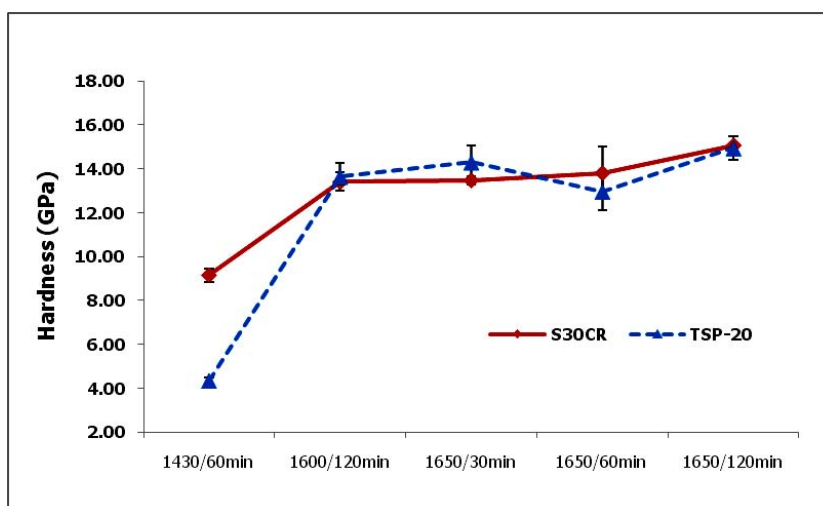
a)

b)

รูปที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคของชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเติมลิเทียมฟลูออไรด์ เพาพีนิกในอากาศ ที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที a) S30CR และ b) TSP-20

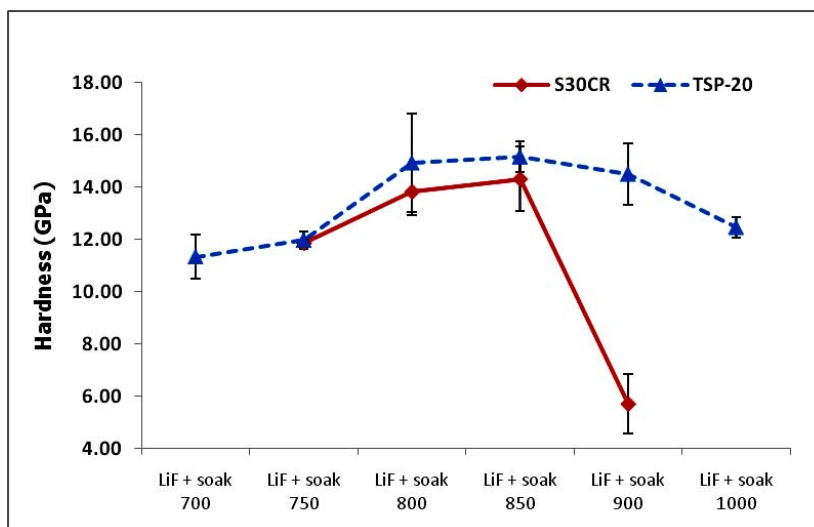
### 4.3.3 ความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

ความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์หลังเผาที่วัดจากรอยกดบนผิวชิ้นงานทั้งสองชนิดจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาและมีความโน้มสอดคล้องไปในแนวทางเดียวกับค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (รูปที่ 4.9) ความแข็งของชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 เมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ขึ้นไฟเป็นเวลา 120 นาที มีค่า 15.1 และ 15.0 กิกะพาสคัล ตามลำดับ ซึ่งเป็นค่าความแข็งปกติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่อยู่ในช่วง 14 ถึง 18 กิกะพาสคัล อย่างไรก็ตาม ค่าความแข็งที่ได้ยังคงมีค่าต่ำกว่าอะลูมิเนียมที่มีค่าความแข็งในช่วง 19 ถึง 21 กิกะพาสคัล<sup>(7)</sup>



รูปที่ 4.9 ความแข็งของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

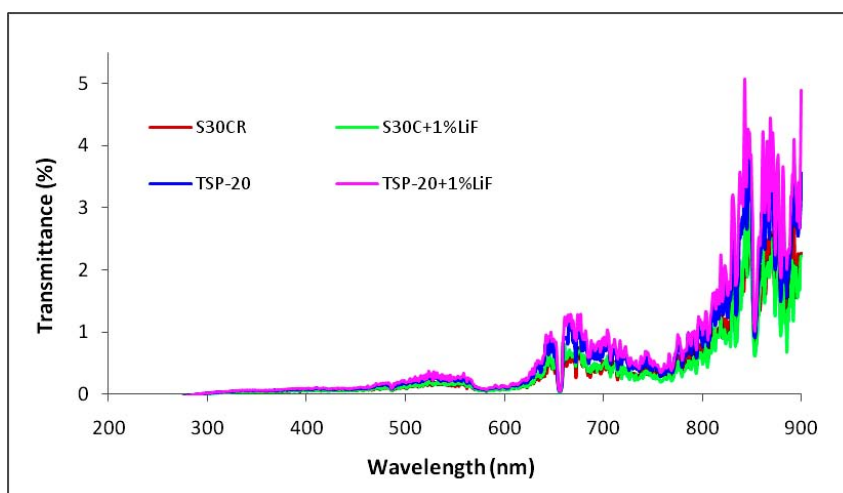
เมื่อพิจารณาความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์พบว่าชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 มีความแข็งเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิขึ้นไฟจนถึงอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส ก่อนจะลดต่ำลง (รูปที่ 4.10) สำหรับกรณีชิ้นงาน S30CR เราไม่สามารถวัดชิ้นงานที่ขึ้นไฟขึ้นแรกที่อุณหภูมิ 700 และ 1000 องศาเซลเซียสได้ เนื่องจากมีค่าความหนาแน่นต่ำเกินไป ชิ้นงานจึงแตกหักจากการใช้แรงกดวัดความแข็ง ความแข็งสูงสุดของชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ ซึ่งวัดได้จากการเผาที่อุณหภูมิการขึ้นไฟ 850 องศาเซลเซียส มีค่า 14.3 และ 15.2 กิกะพาสคัล ตามลำดับ



รูปที่ 4.10 ความแข็งของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุกเติมฟลูออไรด์ขึ้นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ และเผาในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

#### 4.3.4 ความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

การวัดค่าการส่องผ่านของแสงในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมทั้งบริสุทธิ์และเติมลิเทียมฟลูออไรด์ โดยเลือกวัดในชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงสุดของแต่ละชนิด ได้แก่ชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 บริสุทธิ์ที่เผาขึ้นด้วยอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 120 นาที กับชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 เติมลิเทียมฟลูออไรด์แล้วทำการยืนไฟที่ 850 องศาเซลเซียส และมีการเผาขึ้นขั้นตอนสุดท้ายที่ 1650 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 60 นาที พบว่ารูปแบบของกราฟการส่องผ่านมีลักษณะเช่นเดียวกัน จากการสังเกตด้วยสายตาในชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ยืนไฟนาน 120 นาที ซึ่งเป็นภาวะที่ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุด พบว่ามีความโปร่งแสงเล็กน้อย สามารถเห็นเงาที่ตกกระทบผิวชิ้นงานด้านตรงข้ามได้บ้าง เมื่อวัดค่าการส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 900 นาโนเมตร บนชิ้นงานหนา 1.4 มิลลิเมตร พบว่า ค่าการส่องผ่านของแสงอยู่ในระดับต่ำมาก โดยการส่องผ่านของแสงมีค่าเพิ่มขึ้นประมาณร้อยละ 3 ถึง 5 หลังจากความยาวคลื่นที่ 800 นาโนเมตรไปแล้วดังแสดงในรูปที่ 4.11 การที่การส่องผ่านของแสงมีค่าต่ำ แม้ว่าความหนาแน่นหลังเผาของชิ้นงานจะสูงกว่าร้อยละ 99 ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีนั้น แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของรูพรุนปริมาณเพียงเล็กน้อยที่ส่งผลกระทบเป็นอย่างมากต่อสมบัติทางแสงของชิ้นงาน



รูปที่ 4.11 ค่าการส่องผ่านของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเผาขึ้นในอากาศที่ 1650 องศาเซลเซียส

สำหรับชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเติมลิเทียมฟลูออไรด์ที่ยืนไฟด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสและเผาขึ้นขั้นตอนสุดท้ายด้วยอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที จากการสังเกตด้วยสายตา พบว่ามีความโปร่งแสงเล็กน้อย สามารถเห็นเงาที่ตกกระทบผิวชิ้นงาน



ด้านตรงข้ามได้เล็กน้อยเช่นเดียวกับชิ้นงานบริสุทธิ์ ค่าการส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 900 นาโนเมตร ที่วัดจากชิ้นงานหนา 1.4 มิลลิเมตร มีการผ่านของแสงได้น้อยมาก

จากกราฟการส่องผ่านของแมกนีเซียมอะลูมินาที่เผาผนึกในอากาศ (รูปที่ 4.11) จะสังเกตเห็นว่า ค่าการส่องผ่านที่วัดได้จะลดลงเมื่อใช้ความยาวคลื่นสั้นลง ทั้งนี้ส่วนหนึ่งมาจากอิทธิพลของขนาดรูพรุนที่มีต่อการกระเจิงแสง โดยแสงจะกระเจิงได้มากที่สุดในวัสดุที่มีขนาดเกรนหรือรูพรุนเท่ากับความยาวคลื่นแสงที่ส่องผ่าน<sup>(7)</sup> ซึ่งความยาวของคลื่นแสง (visible light) มีค่าอยู่ระหว่าง 0.4 ถึง 0.7 ไมครอน ทำให้เกรนหรือรูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอนนั้น มีผลต่อการกระเจิงของแสงอย่างมาก จากกราฟรูปที่ 4.11 ชิ้นงานทั้ง 4 ชิ้นงานมีการลดลงของค่าการส่องผ่านอย่างชัดเจนเมื่อความยาวคลื่นสั้นลง บ่งชี้ให้เห็นว่าภายในชิ้นงานทั้งสี่ยังมีรูพรุนขนาดใกล้เคียงกับความยาวคลื่นแสงคอยเป็นแหล่งกระเจิงแสง (scattering source) อยู่

#### 4.4 การเผาผลาญในบรรยากาศต่างๆ

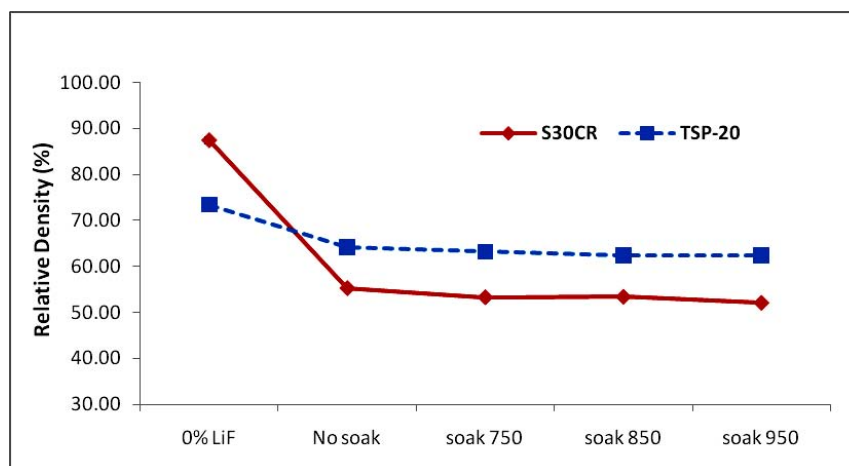
##### 4.4.1 ผลของการเผาผลาญในไฮโดรเจนต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และที่มีการเติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ซึ่งยื่นไฟที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดการหลอมของลิเทียมฟลูออไรด์ จากนั้นยื่นไฟขึ้นที่สองที่อุณหภูมิ 1280 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ออกจากระบบ ตามข้อมูลจากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา ระบุว่าอุณหภูมิช่วงดังกล่าวมีอัตราการระเหยออกไปของลิเทียมฟลูออไรด์สูงสุด<sup>(23)</sup> ก่อนเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียสอันเป็นช่วงอุณหภูมิสูงสุดเท่าที่เตายังคงทำงานได้อย่างมีความเสถียร เวลายื่นไฟ 60 นาที โดยใช้บรรยากาศเป็นก๊าซผสมที่มีอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างไฮโดรเจนต่อไนโตรเจนเท่ากับ 5 ต่อ 95 ตลอดจนกระบวนการเผาผลาญ สาเหตุที่เลือกใช้อัตราส่วนก๊าซไฮโดรเจนเพียงร้อยละ 5 โดยปริมาตรผสมในก๊าซไนโตรเจน เพื่อลดความเสี่ยงต่อการระเบิดของก๊าซไฮโดรเจนในอากาศ<sup>(32)</sup> จากการตรวจสอบความหนาแน่นชิ้นงานด้วยวิธีแทนที่ในน้ำ พบว่า ความหนาแน่นของชิ้นงานทั้ง S30CR และ TSP-20 มีค่าร้อยละ 87.4 และ 73.4 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับความหนาแน่นของชิ้นงานที่เผาผลาญในอากาศ ณ อุณหภูมิเดียวกัน (ร้อยละ 88.8 และ 74.2 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ตามลำดับ) ขณะที่ชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ มีค่าความหนาแน่นดีที่สุดในชิ้นงานที่ไม่ยื่นไฟ ร้อยละ 55.25 และ 64.24 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ตามลำดับ สังเกตว่าชิ้นงาน S30CR มีค่าสูงกว่าความหนาแน่นของชิ้นงานดิบเพียงร้อยละ 3 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีเท่านั้น (รูปที่ 4.12) ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียสในบรรยากาศรีดักชัน โดยใช้ก๊าซผสมไฮโดรเจนร้อยละ 5 กับ ไนโตรเจนร้อยละ 95 ส่งผลทางลบต่อการเผาผลาญแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์เมื่อเทียบกับการเผาผลาญในอากาศด้วยอุณหภูมิเดียวกัน ซึ่งไม่เป็นไปตามสมมุติฐานที่ตั้งไว้ว่าก๊าซไฮโดรเจนที่มีโมเลกุลขนาดเล็กและสามารถเกิดปฏิกิริยาได้รุนแรง จะช่วยเร่งการแพร่ของช่องว่างในผลึกของออกซิเจนและก๊าซออกจากรูพรุนของชิ้นงานได้ดียิ่งขึ้น ทั้งนี้ คาดว่าเป็นเพราะรูพรุนที่เต็มไปด้วยก๊าซไนโตรเจน (ร้อยละ 95 โดยปริมาตร) ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่กว่าและมีความสามารถในการแพร่ต่ำกว่าก๊าซออกซิเจน<sup>(33)</sup> ก๊าซไนโตรเจนจึงไม่สามารถแพร่ออกจากรูพรุนได้นั่นเอง

สำหรับการหดตัวหลังเผา ชิ้นงาน TSP-20 จะเกิดการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละ 10 ถึง 20 ทุกภาวะการเผาผลาญ ยกเว้นชิ้นงาน S30CR บริสุทธิ์หดตัวสูงถึงร้อยละ 40 ขณะที่น้ำหนักที่หายไปและความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมผสมลิเทียมฟลูออไรด์จะมีค่าคงที่ทุกช่วงการยื่นไฟ ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตาเผาในไฮโดรเจน 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

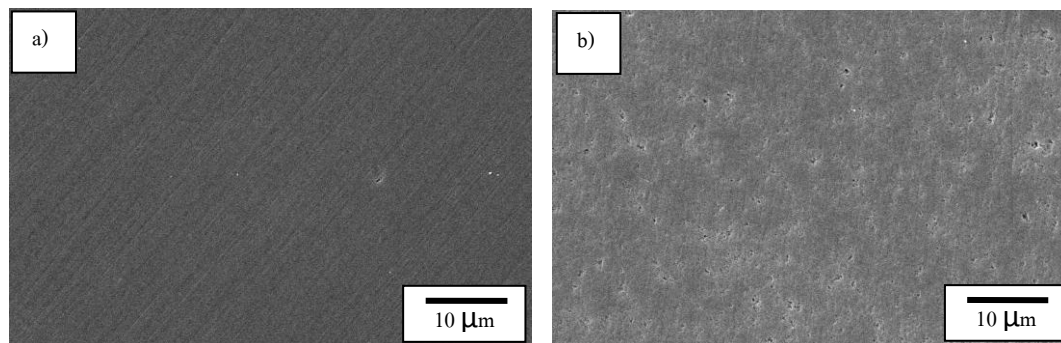
อุณหภูมิขึ้นไฟ	% การหดตัวโดยปริมาตร		% น้ำหนักที่หายไป		% ความพรุนตัว	
	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20
สารบริสุทธิ์	40.6 ±2.0	23.9 ±0.4	2.8 ±0.1	1.1 ±0.1	10.7 ±1.8	25.5 ±0.4
ไม่ขึ้นไฟ	10.2 ±0.1	15.9 ±2.4	3.3 ±0.1	2.1 ±0.1	44.0 ±0.4	35.0 ±1.0
750°C	4.0 ±0.3	20.1 ±0.2	3.3 ±0.1	2.0 ±0.1	46.1 ±0.4	35.9 ±0.1
850°C	4.5 ±0.1	13.5 ±0.1	3.3 ±0.1	2.1 ±0.1	46.0 ±0.2	36.7 ±0.3
950°C	2.8 ±0.1	16.9 ±4.8	3.3 ±0.1	2.1 ±0.1	47.5 ±0.2	36.7 ±0.7



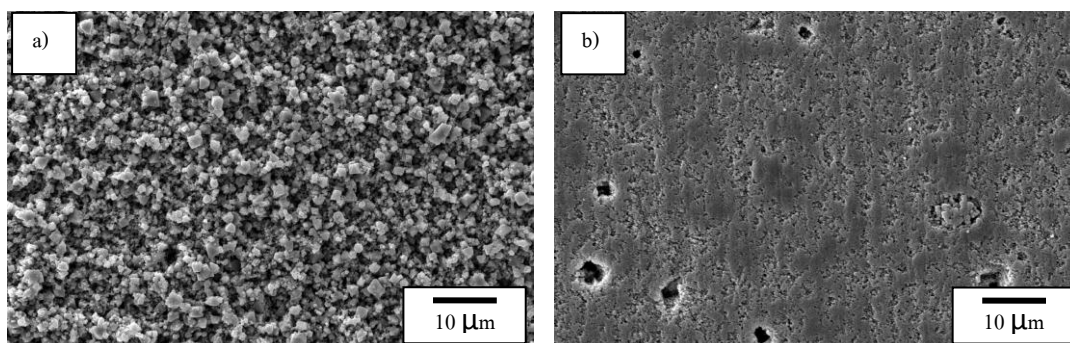
รูปที่ 4.12 ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตาเผาที่ขึ้นไฟ ณ อุณหภูมิต่างๆ และเผาในไฮโดรเจน 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ทั้งสองชนิดที่เผาในไฮโดรเจนที่ 1430 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 60 นาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 4.13) พบรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วชิ้นงาน จากการตรวจสอบชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก พบว่า ชิ้นงาน S30CR ที่มีการขึ้นไฟด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส มีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นต่ำ เกรนมีขนาดเล็ก โครงสร้างโปร่ง ประกอบไปด้วยรูพรุนจำนวนมากกระจายทั่วชิ้นงาน (รูปที่ 4.14 a) ส่วนชิ้นงาน TSP-20 มีผิวเกรนที่เชื่อมติดกันมากกว่า มีรูพรุนน้อยกว่า แต่พบรูพรุนขนาดใหญ่ ลักษณะคล้ายการเคลื่อนตัวของก๊าซที่มี

ความดันสูง คาดว่าเกิดจากการระเหยออกของลิเทียมฟลูออไรด์ในระหว่างการเผาผนึกในไฮโดรเจน (รูปที่ 4.14 b)



รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ a) S30CR และ b) TSP-20 เผาผนึกในไฮโดรเจนที่ 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที



รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก a) S30CR และ b) TSP-20 ขึ้นไฟที่ 850 องศาเซลเซียสและเผาผนึกในไฮโดรเจนที่ 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

สำหรับความแข็งของชิ้นงานที่เผาผนึกในไฮโดรเจนนั้น สามารถวัดได้เพียงชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ทั้ง S30CR และ TSP-20 ที่เผาผนึกในไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที เนื่องจากมีความแข็งแรงมากพอสำหรับการสร้างรอยกดบนผิวชิ้นงาน โดยค่าความแข็งของชิ้นงาน S30CR และ TSP-20 บริสุทธิ์มีค่าเท่ากับ 8.9 และ 4.3 กิกะพาสคัล ตามลำดับ ซึ่งถือว่าใกล้เคียงกับค่าความแข็งของชิ้นงานบริสุทธิ์ S30CR และ TSP-20 ที่เผาผนึกในอากาศ ณ อุณหภูมิเดียวกัน (9.2 และ 4.3 กิกะพาสคัล ตามลำดับ) ค่าความแข็งช่วยยืนยันว่าการเผาผนึกในบรรยากาศรีดักชันที่มีก๊าซผสมในอัตราส่วนโดยปริมาตรของ

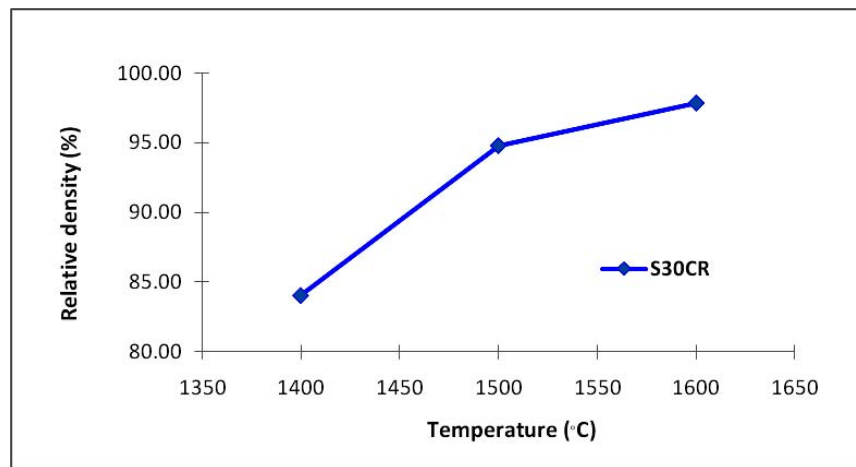
ไฮโดรเจนร้อยละ 5 ต่อไนโตรเจนร้อยละ 95 นั้น ไม่ได้ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผลาญของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียสแต่อย่างใด

#### 4.4.2 ผลของการเผาผลาญในสุญญากาศต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

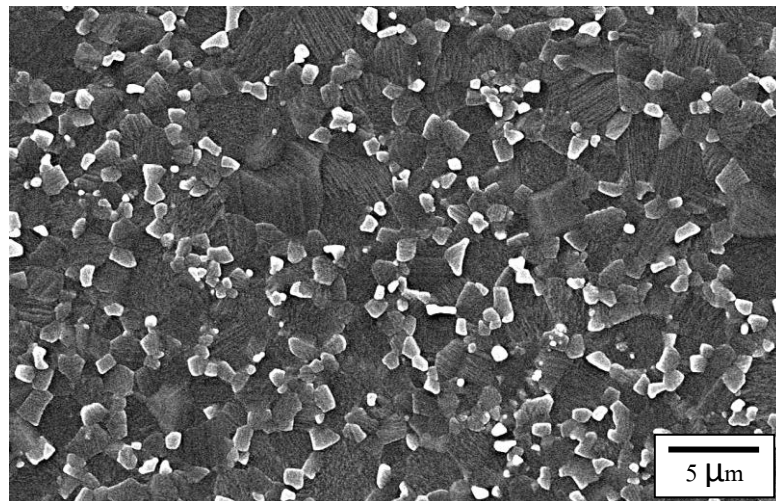
ความหนาแน่นของชิ้นงาน S30CR บริสุทธิ์ ซึ่งเผาผลาญในสุญญากาศ (ความดัน  $7 \times 10^{-2}$  พาสคัล) ที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส และยื่นไฟ 60 นาทีทุกการเผา มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาผลาญที่เพิ่ม (รูปที่ 4.15) การหดตัวที่เพิ่มขึ้นและความพรุนตัวที่ลดลงนั้น (ตารางที่ 4.7) เป็นการเปลี่ยนแปลงตามความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ยื่นไฟ 60 นาที ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับร้อยละ 97.8 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งต่ำกว่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่เผาผลาญในอากาศที่อุณหภูมิเดียวกัน (ร้อยละ 99.4 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี) จะเห็นได้ว่าการเผาผลาญในสุญญากาศตามการทดลองนี้ ยังไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผลาญได้ ทั้งที่ในทางทฤษฎีการเผาผลาญในสุญญากาศจะเร่งให้ก๊าซถูกดูดออกไปจากชิ้นงานอย่างรวดเร็วและช่วยการกำจัดรูพรุนในชิ้นงานก็ตาม<sup>(33)</sup> ชิ้นงานหลังเผามีสีเทาเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า ขณะที่โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน มีเกรนขนาดใหญ่และเกรนขนาดเล็กอยู่ปะปนกัน ขนาดเกรนโดยเฉลี่ย 2.6 ไมครอน ลักษณะเกรนมีความคล้ายคลึงกับเกรนของ S30CR บริสุทธิ์ที่เผาผลาญในอากาศ ส่วนค่าน้ำหนักที่หายไปซึ่งเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมินั้น คาดว่าเป็นการสูญเสีย MgO บางส่วนที่ผิวชิ้นงานในระหว่างการเผาผลาญในสุญญากาศ<sup>(20, 30)</sup> และจากการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุจากพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น (Energy Dispersive Spectrometry: EDS) พบคาร์บอนบนผิวชิ้นงานในปริมาณร้อยละ 12.6 โดยน้ำหนัก คาดว่าเป็นการปนเปื้อนจากวัสดุกราไฟต์ที่บุผนังภายในเตาเผาควบคุมบรรยากาศนั่นเอง

ตารางที่ 4.6 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเผาผลาญในสุญญากาศ

อุณหภูมิยื่นไฟ	% การหดตัวโดยปริมาตร	% น้ำหนักที่หายไป	% ความพรุนตัว
1400°C	40.3 ±0.1	3.1 ±0.1	13.7 ±0.1
1500°C	48.2 ±0.1	3.2 ±0.1	1.8 ±0.9
1600°C	47.2 ±0.1	3.8 ±0.1	0.7 ±0.1



รูปที่ 4.15 ความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตาเผาเหล็กในสุญญากาศที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน S30CR เตาเผาเหล็กในสุญญากาศที่ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

#### 4.4.3 ผลของการเผาผลาญในไนโตรเจนต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

ความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 4.8 ชิ้นงานขึ้นไฟที่อุณหภูมิ 850 และ 1280 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยการเผาผลาญในก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที พบว่า ลิเทียมฟลูออไรด์ส่งผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน TSP-20 และ S30CR น้อยมาก ความหนาแน่นของชิ้นงาน S30CR ที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์สูงกว่าความหนาแน่นของชิ้นงาน S30CR บริสุทธิ์เพียงร้อยละ 1 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและเมื่อพิจารณาความหนาแน่นของชิ้นงานบริสุทธิ์ทั้งสองชนิดที่เผาผลาญในก๊าซไนโตรเจนเปรียบเทียบกับเผาผลาญในอากาศทุกเวลานั้นไฟจะพบว่า การเผาผลาญในก๊าซไนโตรเจนแม้จะใช้อุณหภูมิสูงสุดถึง 1800 องศาเซลเซียส ก็ไม่สามารถเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานได้เท่ากับการเผาผลาญในอากาศ ที่เป็นเช่นนี้เพราะก๊าซไนโตรเจนมีโมเลกุลขนาดใหญ่กว่าและมีความสามารถในการแพร่ต่ำกว่าก๊าซออกซิเจน<sup>(33)</sup> เมื่อชิ้นงานเผาผลาญในก๊าซไนโตรเจน รูพรุนก็จะถูกบรรจุด้วยก๊าซไนโตรเจน การกำจัดรูพรุนจึงทำได้ยากกว่าการเผาผลาญในอากาศ สำหรับพฤติกรรมการหดตัวและความพรุนตัวของชิ้นงานทั้งสองชนิดที่เผาในก๊าซไนโตรเจน มีแนวโน้มสอดคล้องกับความหนาแน่นของชิ้นงาน ส่วนน้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้นจากการเติมลิเทียมฟลูออไรด์นั่นเอง (ตารางที่ 4.8)

ตารางที่ 4.7 สมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเผาผลาญในไนโตรเจน

ปริมาณ ลิเทียม ฟลูออไรด์	ความหนาแน่นเฉลี่ย (%th)		% การหดตัวโดย ปริมาตร		% น้ำหนักที่หายไป		% ความพรุนตัว	
	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20	S30CR	TSP-20
0 wt% LiF	92.3 ±0.3	94.7 ±0.2	45.5 ±0.5	43.3 ±0.6	3.5 ±0.1	2.2 ±0.1	3.8 ±0.4	1.5 ±0.4
1 wt% LiF	93.6 ±0.8	94.4 ±0.4	49.0 ±0.5	46.1 ±4.4	4.3 ±0.1	3.3 ±0.1	2.1 ±0.7	1.3 ±0.3

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาอิทธิพลของภาวะการเผาผลาญและสารช่วยเผาผลาญกึ่งเคมีฟลูออไรด์ ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค คุณสมบัติและสมบัติหลังเผาของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ ทั้งยังเปรียบเทียบสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์จาก 2 แหล่งผลิต เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้ประกอบแผ่นเกราะใสกันกระสุนต่อไป ข้อมูลจากการศึกษาวิจัยสามารถนำมาสรุปผลได้ดังนี้

1) ชิ้นงาน S30CR บริสุทธิ์มีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นและการหดตัวสูงกว่า TSP-20 ตลอดช่วงการทดสอบด้วยเครื่อง Dilatometer จนถึงอุณหภูมิสูงสุด 1600 องศาเซลเซียส คาดว่าเนื่องจากผง S30CR มีปริมาณ MgO เกินกว่าปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ของ  $MgAl_2O_4$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาที่ ยืนยันว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ที่มี MgO เกินจะมีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสูง

2) การเผาผลาญในอากาศที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ยืนไฟเป็นเวลา 120 นาทีสามารถทำให้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ทั้งสองชนิด มีความหนาแน่นสูงกว่าร้อยละ 99 ของค่าทางทฤษฎีและมีค่าความแข็งสูงถึง 15 กิกะปาสคัล การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคพบว่า มีขนาดเกรนโดยเฉลี่ยของ S30CR และ TSP-20 มีค่าเท่ากับ 2.5 และ 2.3 ไมครอน ตามลำดับ

3) การเติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักส่งผลต่อการเผาผลาญในอากาศของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ทั้งสองชนิดในรูปแบบที่แตกต่างกัน ในกรณี S30CR พบว่าการยืนไฟที่อุณหภูมิมากกว่าหรือน้อยกว่าช่วง 800 ถึง 850 องศาเซลเซียสหรือไม่ยืนไฟจะทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นต่ำและเกรนขนาดเล็ก ส่วนกรณี TSP-20 การยืนไฟไม่แสดงอิทธิพลที่ชัดเจนต่อความหนาแน่น แต่พบว่าเมื่อไม่ทำการยืนไฟเพื่อกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เกรนของ TSP-20 จะขยายขนาดใหญ่ขึ้นถึง 83.2 ไมครอน ซึ่งเป็นเพราะลิเทียมฟลูออไรด์ที่เหลืออยู่เร่งการขยายขนาดเกรนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ได้อย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิสูง

4) ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์ S30CR และ TSP-20 ที่เผาผลาญในอากาศด้วยอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ทั้งชนิดบริสุทธิ์และเติมลิเทียมฟลูออไรด์ มีค่าการส่องผ่านของแสงต่ำมากในช่วงแสงที่มองเห็น (visible light) คาดว่าเป็นผลจากการกระเจิงแสงของรูพรุนในชิ้นงานที่มีขนาดอยู่ในช่วงความยาวคลื่นของแสงนี้

5) จากการศึกษาทดลองในงานวิจัยนี้ การเผาผลาญในบรรยากาศต่างๆ ทั้งไฮโดรเจน สูญญากาศและไนโตรเจนไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเผาผลาญและความหนาแน่นของชิ้นงาน



แมกนีเซียมอะลูมิเนียมให้สูงกว่าการเผาผลาญในอากาศที่อุณหภูมิเดียวกันได้ นอกจากนี้ การเผาผลาญชิ้นงานที่เติมลิเทียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักในไฮโดรเจนยังส่งผลทางลบต่อสมบัติหลังเผา

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1) ขั้นตอนการผสมลิเทียมฟลูออไรด์ การขึ้นไฟและการกำจัดลิเทียมฟลูออไรด์ออกจากชิ้นงาน เป็นกระบวนการและกลไกที่ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมที่มีสมบัติเหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้ประกอบแผ่นเกราะใสกันกระสุน

2) ควรทำการศึกษาตรวจสอบเฟสใหม่ที่เกิดขึ้นในระบบทั้งระหว่างขั้นตอนการหลอมตัวของลิเทียมฟลูออไรด์และในชิ้นงานที่ได้ภายหลังการเผาผลาญ เพื่อเป็นการยืนยันการวิเคราะห์และอธิบายกลไกต่างๆ ของระบบนี้

3) ในการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับกระบวนการเผาผลาญแมกนีเซียมอะลูมิเนียม ควรจะต้องศึกษาการใช้ความดันร่วมด้วยในระหว่างขั้นตอนการเผาผลาญ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและขีดจำกัดการเผาผลาญให้สูงขึ้น

## รายการอ้างอิง

- (1) Cook, R., Kochis, M., Reimanis, I. and Kleebe, H.-J. A new powder production route for transparent spinel windows: powder synthesis and window properties. Proceedings of SPIE 5786 (2005): 41.
- (2) Patel, P. J. and Gilde, G. A. Transparent armor materials: needs and requirements. Progress in Ceramic Armor (2004): 237-250.
- (3) Patterson, M. C. L., DiGiovanni, A. A., Gilde, G. and Roy, D. W. Spinel armor - clearly the way to go. Progress in Ceramic Armor (2004): 367-374.
- (4) Tsai, C. L., Kopczyk, M., Smith, R. J. and Schmidt, V. H. Low temperature sintering of  $Ba(Zr_{0.8-x}Ce_xY_{0.2})O_{3-\delta}$  using lithium fluoride additive. Solid State Ionics 181 (2010): 1083-1090.
- (5) Reimanis, I. E., Kleebe, H.-J., Cook, R. L. and DiGiovanni, A. Transparent spinel fabricated from novel powder: synthesis, microstructure and optical properties [Online]. 2004. Available from: <http://www.dtic.mil/cgi-bin/GetTRDoc?AD=ADA460575&Location=U2&doc=GetTRDoc.pdf> [2011, 22 Aug ]
- (6) อ้างอิง [Online]. 2008. Available from: <http://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B9%81%E0%B8%AA%E0%B8%87> [2011, 2 Aug]
- (7) Barsoum, M. W. Fundamentals of ceramics. Taylor & Francis Group, 2003.
- (8) Dev V., V. Transparent ceramics: magnesium aluminate. master's thesis, Sree Chithirathirunal College of Engineering, University of Kerla, 2008.
- (9) Shackelford, J. Introduction to materials science for engineers (6th edition). Prentice Hall, 2004.
- (10) Cheng, J., Agrawal, D., Zhang, Y., Drawl, B. and Roy, R. Fabricating transparent ceramics by Microwave sintering. American Ceramic Society Bulletin 79 (2000): 71-74.
- (11) LaRoche, A., Kutsch, J., Rozenberg, K. and Fehrenbacher, L. Manufacturing issues for polycrystalline transparent spinel domes. Proceedings of SPIE 7302 (2009): 73020D.
- (12) Sainz, M. A., Mazzoni, A. D., Aglietti, E. F. and Caballero, A. Thermochemical stability of spinel ( $MgO \cdot Al_2O_3$ ) under strong reducing conditions. Materials Chemistry and Physics 86 (2004): 399-408.

- (13) Spinel structure[Online]. 2011. Available from: [http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/def\\_en/kap\\_2/basics/b2\\_1\\_6.html](http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/def_en/kap_2/basics/b2_1_6.html) [2011, 4 Aug]
- (14) Chiang, Y.-m., Birnie, D. P. and Kingery, W. D. Physical ceramics. John Wiley & Sons, Inc., 1997.
- (15) Ganesh, I., Olhero, S. M., Torres, P. M. C. and Ferreira, J. M. F. Gelcasting of magnesium aluminate spinel powder. Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 350-357.
- (16) Dericioglu, A. F. and Kagawa, Y. Effect of grain boundary microcracking on the light transmittance of sintered transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ . Journal of the European Ceramic Society 23 (2003): 951-959.
- (17) Villalobos, G. R., Sanghera, J. S. and Aggarwal, I. D. Transparent ceramics: magnesium aluminate spinel. Materials Science and Technology (2005): 171-172.
- (18) Morita, K., Kim, B.-N., Hiraga, K. and Yoshida, H. Fabrication of transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel polycrystal by spark plasma sintering processing. Scripta Materialia 58 (2008): 1114-1117.
- (19) Transparent spinel ceramics[Online]. 2009. Available from: <http://www.techassess.com/tech/spinel/index.htm> [2010, 25 Aug]
- (20) Reimanis, I. and Kleebe, H.-J. A review on the sintering and microstructure development of transparent spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ). Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 1472-1480.
- (21) Reimanis, I. E., Rozenburg, K., Kleebe, H.-J. and Cook, R. L. Fabrication of transparent spinel: the role of impurities. Proceedings of SPIE 5786 (2005): 48-55.
- (22) Ganesh, I., Bhattacharjee, S., Saha, B. P., Johnson, R. and Mahajan, Y. R. A new sintering aid for magnesium aluminate spinel. Ceramics International 27 (2001): 773-779.
- (23) Rozenburg, K. and Reimanis, I. E. Chemical interaction between LiF and  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel during sintering. Journal of the American Ceramic Society 90 (2007): 2038-2042.
- (24) Rozenburg, K. and Reimanis, I. E. Sintering kinetics of a  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel doped with LiF. Journal of the American Ceramic Society 91 (2008): 444-450.

- (25) Villalobos, G. R., Sanghera, J. S. and Aggarwal, I. D. Degradation of magnesium aluminum spinel by lithium fluoride sintering aid. Journal of the American Ceramic Society 88 (2005): 1321-1322.
- (26) Frage, N., Cohen, S., Meir, S., Kalabukhov, S. and Dariel, M. Spark plasma sintering (SPS) of transparent magnesium-aluminate spinel. Journal of Materials Science 42 (2007): 3273-3275.
- (27) Mendelson, M. I. Average grain size in polycrystalline ceramics. Journal of the American Ceramic Society 52 (1969): 443-446
- (28) Jena, A. and Gupta, K. Average particle diameter calculated[Online]. 2004. Available from: [http://www.pmiapp.com/publications/docs/A\\_Novel\\_technique\\_for\\_surface\\_area.pdf](http://www.pmiapp.com/publications/docs/A_Novel_technique_for_surface_area.pdf) [2011, 17 Aug]
- (29) Ting, C.-J. and Lu, H.-Y. Defect reactions and the controlling mechanism in the sintering of magnesium aluminate spinel. Journal of the American Ceramic Society 82 (1999): 841-848.
- (30) Ting, C.-J. and Lu, H.-Y. Deterioration in the final-stage sintering of magnesium aluminate spinel. Journal of the American Ceramic Society 83 (2000): 1592-1598.
- (31) Li, J.-G., Ikegami, T. and Mori, T. Fabrication of transparent  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  ceramics with powders thermally pyrolyzed from sulfate. Journal of Materials Research 18 (2003): 1816-1822.
- (32) Hydrogen[Online]. 2011. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen> [2011, 25 Aug]
- (33) Huang, Y., Jiang, D., Zhang, J., Lin, Q. and Huang, Z. Sintering of transparent yttria ceramics in oxygen atmosphere. Journal of the American Ceramic Society 93 (2010): 2964-2967.

ภาคผนวก

## องค์ประกอบทางเฟสของผงวัสดุดิบ

## ตารางที่ 1 องค์ประกอบทางเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินเนต

Pattern : 00-021-1152		Radiation = 1.540598		Quality : High		
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
Magnesium Aluminum Oxide Spinel, syn		19.029	35	1	1	1
		31.272	40	2	2	0
		36.853	100	3	1	1
		38.525	4	2	2	2
		44.833	65	4	0	0
		55.660	10	4	2	2
		59.371	45	5	1	1
		65.243	55	4	4	0
		68.642	4	5	3	1
		74.132	4	6	2	0
		77.326	8	5	3	3
		78.405	2	6	2	2
		82.645	6	4	4	4
		85.762	2	5	5	1
		90.977	6	6	4	2
		94.099	12	7	3	1
		99.347	8	8	0	0
		107.908	2	6	6	0
		111.230	8	7	5	1
		112.321	2	6	6	2
		116.923	6	8	4	0
		120.509	2	9	1	1
		121.702	2	8	4	2
		126.769	2	6	6	4
		130.739	8	9	3	1
		138.073	18	8	4	4
		142.989	2	7	7	1
		152.693	2	10	2	0
		160.661	12	9	5	1
<b>Lattice</b> : Face-centered cubic		<b>Mol. weight</b> = 142.27				
<b>S.G.</b> : Fd-3m (227)		<b>Volume [CDJ]</b> = 528.12				
<b>a</b> = 8.08310		<b>Dx</b> = 3.579				
	<b>Z</b> = 8	<b>I/cor</b> = 1.70				
<p><b>Color</b>: Colorless  <b>Sample source or locality</b>: The sample was furnished by H.R. Shell, Bureau of Mines, College Park, Maryland, USA.  <b>Sample preparation</b>: Shell used a carbon electrode furnace and removed an excess of MgO with hot HCl after crushing.  <b>Temperature of data collection</b>: Pattern taken at 25 C.  <b>Optical data</b>: B=1.718  <b>Data collection flag</b>: Ambient.</p>						
<p>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 9, page 25 (1971)  CAS Number: 1302-67-6</p>						
<b>Radiation</b> : CuKα1		<b>Filter</b> : Monochromator crystal				
<b>Lambda</b> : 1.54050		<b>d-sp</b> : Not given				
<b>SS/FOM</b> : F29= 58(0.0151,33)		<b>Internal standard</b> : Ag				

ตารางที่ 2 องค์ประกอบทางเฟสของลิเทียมฟลูออไรด์

Pattern : 00-004-0857		Radiation = 1.540598		Quality : High		
LiF		2 $\theta$	<i>i</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
		38.697	95	1	1	1
		44.997	100	2	0	0
		65.495	48	2	2	0
Lithium Fluoride		78.768	10	3	1	1
Griceite, syn		83.000	11	2	2	2
		99.831	3	4	0	0
		112.971	4	3	3	1
		117.611	14	4	2	0
		139.141	13	4	2	2
<b>Lattice :</b> Face-centered cubic <b>S.G. :</b> Fm-3m (225)		<b>Mol. weight =</b> 25.94 <b>Volume [CD] =</b> 65.30				
<b>a =</b> 4.02700		<b>Dx =</b> 2.638				
<b>Z =</b> 4		<b>I/cor =</b> 1.30				
<b>Optical data:</b> B=1.3915 <b>General comments:</b> A Harshaw Chemical Company sample. <b>Analysis:</b> Spectroscopic analysis (%): Sr 0.01-0.1, Pb, Si 0.001-0.01, Al, Ba, Ca, Cu, Fe, Mg, Sn <0.001. <b>Temperature of data collection:</b> Pattern taken at 26 C. <b>Color:</b> Colorless <b>Additional pattern:</b> See ICSD 62361 (PDF 78-1217). <b>Data collection flag:</b> Ambient.						
Swanson, Tatge., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume I, page 61 (1953) CAS Number: 7789-24-4						
<b>Radiation :</b> CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda :</b> 1.54056 <b>SS/FOM :</b> F9=140(0.0072,9)		<b>Filter :</b> Beta <b>d-sp :</b> Not given				

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายปรเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์ เกิดวันที่ 8 ตุลาคม พ.ศ. 2529 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2552 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาเทคโนโลยีเซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยและสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษาปี 2554

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Oral presentation เรื่อง “Preparation of Zirconia from Zircon” ในการประชุมทางวิชาการ The 5<sup>th</sup> Mathematics and Physical Sciences Graduate Congress (MPSGC) ระหว่างวันที่ 7-9 ธันวาคม พ.ศ. 2552 จัดโดย คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “Effects of Sintering parameters on Microstructures of Magnesium aluminate ceramics” ในการประชุมทางวิชาการ The 2<sup>nd</sup> Research Symposium on Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials วันที่ 26 เมษายน พ.ศ. 2554 จัดโดย วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ณ ศูนย์การประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ กรุงเทพมหานคร และได้รับการตีพิมพ์ผลงานในรูปแบบ Proceeding