

บทที่ 8

ขั้นตอนและวิธีการดำเนินการวิจัย

8.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างการทดลอง วิเคราะห์ และทดสอบ แสดง
ดังในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น
doctor blade equipment	Tsugawa Seiki Seisakujo	DP-150
desk-top stirring defoamer	Daiwa Seiki	KD-1
green sheet oven	Tsugawa Seiki Seisakujo	KP-200
balance	Sartorius	LP22005
	Mettler Toledo	AG 204
digital viscometer	Brookfield	model DV-II+
pH meter	Fisher Scientific	Accumet 1002
high temp furnace	Motoyama	SFA-20350
oven	Hotpack	-
BET surface area analyzer	Flowsorp	2300
particle size analysis	Sedigraph	5100
micrometer	Mitutoyo	-
XRD	Phillips	PW 3710
DTA	Netzsch	STA 409 C
SEM	JEOL	JSM-6301F

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

สารที่ใช้เป็นสารเคมีเกรดความบริสุทธิ์สูงรายชื่อดังในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า
ผงอลูมินา (alumina powder)	1. A-152 SG (Al_2O_3) 2. SCA-96 (Al_2O_3)	Alcoa Isekyu
สารช่วยการกระจายตัว (dispersant)	SN-5020	Isekyu
สารช่วยการยึดเกาะ (binder)	1. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinylalcohol, PVA) 1.1 PVA (m.w. 9000-10000) 1.2 PVA (m.w.11000-31000) 1.3 PVA (m.w.30000-70000) 1.4 PVA (m.w. 100000)	Aldrich J.T. Baker Sigma Fluka
สารเพิ่มความยืดหยุ่น (plasticizer)	2. DBR1-Cerander 1. โพลีเอทิลีนไกลคอล (Polyethyleneglycol, PEG) 1.1 PEG (m.w. 400) 1.2 PEG (m.w. 1000) 1.3 PEG (m.w. 2000)	Isekyu Fluka Aldrich Fluka
สารลดฟอง (defoamer)	2. กลีเซอรีน (glycerene (m.w. 92.10)) SN 247	Merck Isekyu
สารปรับปรุงสมบัติ (doped materials)	1. ดินขาวนิวซีแลนด์ (New Zeland Clay) 2. ทักคัม ($3MgO.4SiO_2.H_2O$)	Compound Clay Compound Clay
ตัวทำละลาย (solvent)	3. MgO น้ำกลั่น	Fluka

มีรายละเอียดของสารแต่ละชนิดดังนี้

3.2.1 อลูมินา (Al_2O_3)

ในการทดลองเลือกใช้อลูมินาสองชนิดเพื่อการเปรียบเทียบคือ A-152SG ของบริษัท Alcoa และ SCA-96 ของบริษัท Isekyu A-152 SG เป็นแคลไซน์อลูมินาชนิดรีแอกทีฟ (reactive alumina) มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดต่ำ และผ่านการบดละเอียดพิเศษ มีอลูมินา สูงถึง 99.97% มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว โดยทั่วไปจะไม่นำมาใช้เดี่ยวๆ แต่จะใช้ในระบบที่ต้องเติมสารปรับปรุงสมบัติ (doped materials) ซึ่งส่วนใหญ่จะใช้ดินขาวและทัลคัม นิยมใช้ในการทำแผ่นรองวงจรชนิดแผ่นหนาซึ่งต้องการให้เกิดลิวทิตเฟสในการซินเทอริง ดังรายละเอียดในหัวข้อ 2.4 มีสมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสมบัติทั่วไปของอลูมินา A-152 SG SCA-96 ดินขาวนิวซีแลนด์ และ ทัลคัม

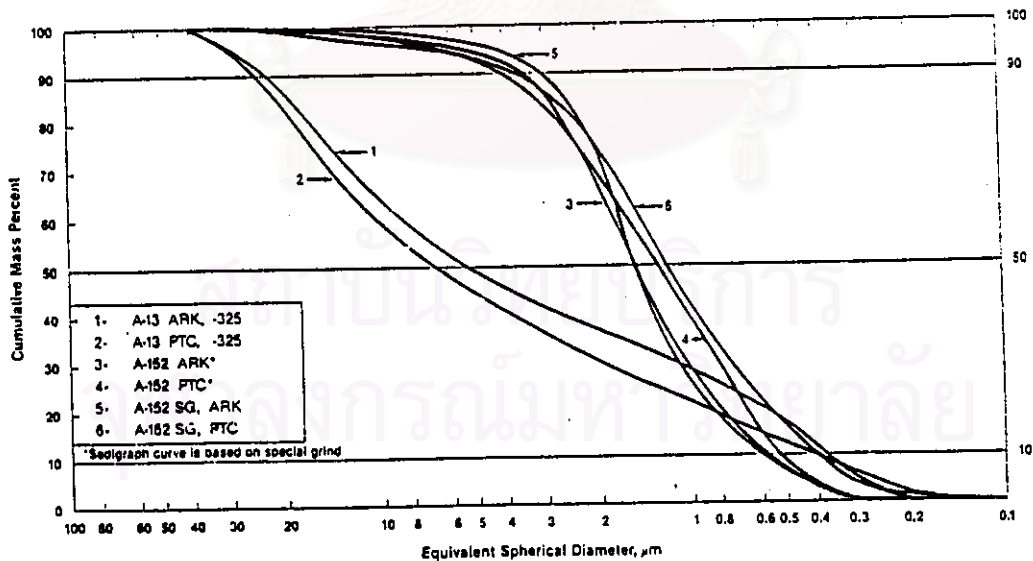
องค์ประกอบทางเคมี	A-152 SG (ARK)	SCA-96	ดินขาว นิวซีแลนด์	ทัลคัม
SiO_2	0.051	2.37	50.4	49.5
Al_2O_3	99.97	94.59	35.5	0.10
Fe_2O_3	0.049	0.01	0.25	0.30
MgO	-	0.61	-	34.3
CaO	0.030	0.88	-	0.79
Na_2O	0.06	0.26	-	0.08
K_2O	-	0.01	-	0.01
TiO_2	-	-	0.05	<0.01
P_2O_5	-	-	-	0.03
MnO	-	-	-	<0.01
Cr_2O_3	-	-	-	<0.01
B_2O_3	0.003	-	-	-
LOI	-	1.18	13.8	14.2
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (mm)	1.5 (sedigraph)	-	-	-
พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	3.3	-	20	-

ตารางที่ 3.3 (ต่อ)

สมบัติของวัสดุคืบ	A-152 SG (ARK)	SCA-96	ดินขาว นิวซีแลนด์	ที่ล้ก้ม
ความหนาแน่นก่อนเผา (g/cm^3)	2.27	-	-	-
ความหนาแน่นหลังเผา (g/cm^3)	3.82	-	-	-
อุณหภูมิซินเทอริง ($^{\circ}C$)	1620	-	-	-
เวลาในการซินเทอริง (h)	1	-	-	-
การหดตัว (%)	15.75	-	3.8 (อบที่ $110^{\circ}C$) 10.9 (เผาที่ $1300^{\circ}C$)	-
ความด่งจำเพาะ	-	-	2.55	-
ความเป็นกรดค้าง (20%wt. ในน้ำ)	-	-	4.0-5.0	-

ที่มา: ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

กราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของอลูมินา A-152 SG แสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคของอลูมินา A-152 SG

ที่มา : ข้อมูลจากบริษัท Alcoa

ส่วน SCA-96 เป็นผลิตภัณฑ์อะลูมินาผสมสารปรับปรุงสมบัติของบริษัท Isekyu ใช้สำหรับการขึ้นรูปด้วยกระบวนการตัดอกเตอร์เบลด (doctor blade process) และ กระบวนการฉีดขึ้นรูป (injection moulding process) จากข้อมูลของบริษัทให้รายละเอียดไว้ว่า SCA-96 มีส่วนผสมเป็นอะลูมินาเกรด A-21 ของบริษัท sumitomo ผสมกับ ดินเคโอลิน (kaolin) จากประเทศเกาหลีเหนือและประเทศนิวซีแลนด์ ทดกัมจากประเทศจีน และสารประกอบบางอย่างของแคลเซียม มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว มีสมบัติอื่นๆแสดงในตารางที่ 3.3

3.2.2 ดินขาวนิวซีแลนด์

ดังกล่าวในบทที่ 2 ว่าในการทำแผ่นรองวงจรมิคโครอิเล็กทรอนิกส์แผ่นหนานิยมใช้ดินขาวผสมกับอะลูมินาด้วย เพื่อให้เกิดลิวทิลเฟสในขั้นตอนการซินเทอริง ในการทดลองครั้งนี้เลือกใช้ดินขาวนิวซีแลนด์ เกรด พรีเมียม เพราะเป็นดินที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีชื่อเสียงเป็นที่ทราบกันทั่วไปว่ามีเหล็กและไททาเนียต่ำ นอกจากนี้ยังมีความขาวเป็นพิเศษและไม่ทึบ (translucency) เมื่อใช้ในการทำผลิตภัณฑ์เทอร์ซเลน หรือ โบนาไรนา ดินขาวเกรดที่เลือกใช้ผ่านการบดด้วยเครื่องแฮมเมอร์มิลล์ มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว มีสมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.3

3.2.3 ทดกัม ($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

ทดกัมที่เลือกใช้เป็นทดกัมจากประเทศจีนมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว โดยทดกัมจะทำหน้าที่เป็นฟลักซ์ร่วมกับดินขาวช่วยลดอุณหภูมิซินเทอริง มีสมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.3

3.2.4 แมกนีเซียม (MgO)

ในการทดลองเลือกใช้แมกนีเซียมของบริษัท Fluka มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว มีข้อควรระวังคือ แมกนีเซียดูดความชื้นได้ง่าย ต้องระวังในขั้นตอนการชั่งน้ำหนักซึ่งต้องการความแม่นยำสูง เพราะปริมาณของแมกนีเซียมีผลต่อสมบัติของแผ่นที่เตรียมได้อย่างมาก

3.2.5 สารเติมแต่ง (additives)

เนื่องจากการขึ้นรูปแบบแผ่นต้องเตรียมเป็นสเลอรี่ที่มีความหนืดเหมาะสม และมีความเป็นเนื้อเดียวกัน จึงต้องมีการเติมสารที่ช่วยให้เกิดสมบัติดังกล่าวเพราะวัตถุดิบตั้งต้นคือ อลูมินา ดินขาวนิวซีแลนด์ และทัลคัม ล้วนไม่มีความเหนียวในตัวเอง สารที่เติมทำหน้าที่ต่างๆ กันไปคือ

3.2.5.1 สารช่วยการกระจายตัว (dispersant)

ใช้ SN 5020 มีชื่อทางเคมีคือ แอมโมเนียมโพลีคาร์บอริก แอซิด (ammonium poly carbonic acid) เป็นสารละลายโพลีอิเล็กโทรไลต์ชนิดหนึ่งที่นิยมใช้กันในการเตรียมสเลอรี่ความหนืดสูงเช่นที่ใช้ในกระบวนการค็อกเตอร์เบลด (Moreno, 1992) มีลักษณะเป็นของเหลวใสสีน้ำตาลอ่อนๆ ละลายน้ำได้ดี

3.2.5.2 สารช่วยการยึดเกาะ (binder)

สารช่วยการยึดเกาะเป็นตัวแปรที่สำคัญตัวหนึ่ง ได้ทดลองใช้สารโพลีเมอร์หลายชนิดเพื่อเลือกชนิดที่ใช้งานได้ดีที่สุด สารที่เลือกมาทำการทดลองคือ โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol, PVA) 4 ชนิดแตกต่างกันที่มวลโมเลกุล แสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.2 เหตุที่เลือกใช้ PVA เพราะใช้กับระบบที่ตัวทำละลายเป็นน้ำได้ดี PVA ทุกชนิดมีลักษณะเป็นผงหรือเกล็ดสีขาว ละลายน้ำยาก ต้องใช้ความร้อนช่วย สารช่วยการยึดเกาะอีกชนิดหนึ่งที่ใช้คือ ซีรานเดอร์ (cerander, DB-R1) ของบริษัท Isekyu ประเทศญี่ปุ่น จากข้อมูลของบริษัท ซีรานเดอร์ เป็นสารช่วยการยึดเกาะที่ใช้กับระบบน้ำเช่นกัน แต่ไม่ทราบองค์ประกอบที่แน่นอน มีลักษณะเป็นเกล็ดสีเหลืองอ่อน ละลายน้ำยาก ต้องใช้ความร้อนช่วยเช่นเดียวกับ PVA ในการใช้งานจะเตรียม PVA และ ซีรานเดอร์ในรูปสารละลายในน้ำ เพื่อให้สะดวกในการใช้งานและไม่เหลือเศษตกค้างหลังการอบ การให้ความร้อนในการเตรียมสารละลายต้องระวังไม่ให้อุณหภูมิสูงเกิน 100 องศาเซลเซียส เพราะน้ำจะระเหยไปทำให้ไม่สามารถควบคุมอัตราส่วนของ PVA ค่อน้ำได้ ในการทดลองครั้งนี้เตรียมสารละลายที่ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก PVA

3.2.5.3 สารเพิ่มความยืดหยุ่น (plasticizer)

เลือกใช้โพลีเอทิลีนไกลคอลที่มีมวลโมเลกุลต่างๆ เพราะเป็นสารที่สามารถใช้กับโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ได้ดี (Moreno, 1992) มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น ละลายน้ำได้ดี ส่วนชนิดที่มีมวลโมเลกุล 400 มีสภาพเป็นของเหลวอยู่แล้ว

3.2.5.4 สารลดฟอง (defoamer)

ใช้ SN 247 ของบริษัท Isckyu มีลักษณะเป็นของเหลวสีขาวใส มีความหนืดสูง ไม่ทราบองค์ประกอบที่แน่นอน

3.2.6 ตัวทำละลาย (solvent)

ใช้น้ำกลั่นและผ่านการขจัดอ็อกซิเจนเป็นตัวทำละลาย การเตรียมในระบบน้ำมีข้อดีคือทำได้ง่าย ไม่มีพิษต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพ นอกจากนี้ยังลดค่าใช้จ่ายลงได้เพราะมีราคาถูก

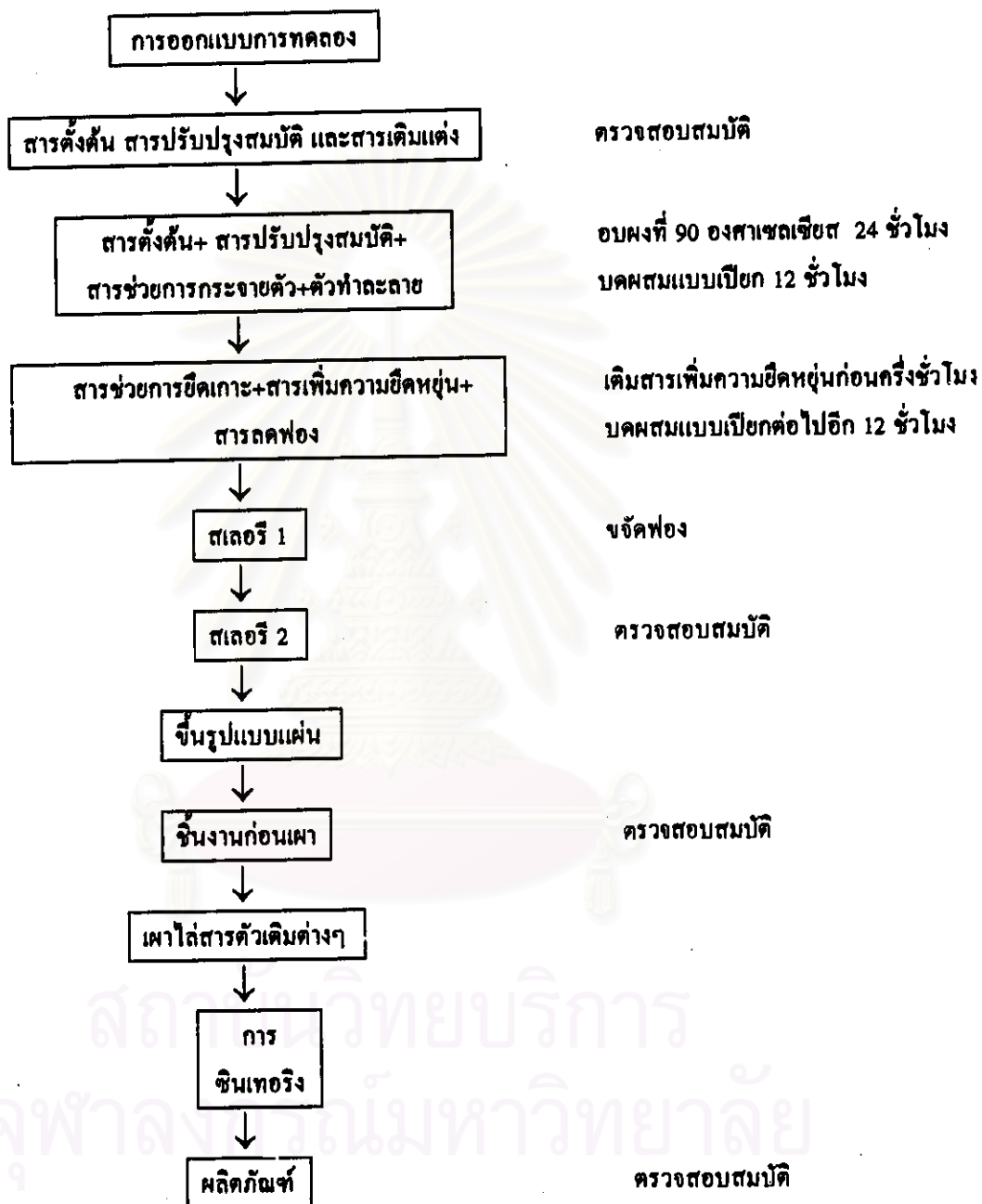
8.8 หม้ออบและลูกบด

หม้ออบที่ใช้เป็นขวดพลาสติกขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เนื้อโพลีเอทิลีนความหนาแน่นสูง (high density polyethylene, HDPE) และทนงานหนัก (heavy duty) ของบริษัท Nalgene และใช้ลูกบดเนื้ออลูมินา รูปร่างทรงกลม ใช้สองขนาดคือเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร และ 1 เซนติเมตร ตามลำดับ เพื่อให้การบดมีประสิทธิภาพมากขึ้น

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

8.4 วิธีดำเนินการทดลอง

ขั้นตอนโดยสรุปแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

รายละเอียดของขั้นตอนและวิธีการทดลองมีดังนี้

3.4.1 การออกแบบการทดลอง

3.4.1.1 การหาปริมาณสารช่วยการกระจายตัวที่เหมาะสม

โดยทั่วไปหาปริมาณสารช่วยการกระจายตัวที่เหมาะสมของระบบที่เตรียมสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปสเลอรีจะใช้ “การทดลองการตกตะกอน (sedimentation experiment)” (Ushifusa และ Cima, 1991; Mistler, 1995; Anderson, Marra และ Mistler, 1997) โดยเตรียมสารละลายของอลูมินา 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักในน้ำ โตะในหลอดทดลองขนาด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แต่ละหลอดใส่สารช่วยกระจายตัวในปริมาณต่างกันในช่วง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของอลูมินา จากนั้นเขย่าผสมให้เข้ากันก่อนจะใช้เครื่องอุลตราโซนิคช่วยให้อนุภาคกระจายตัวดีขึ้น ใช้เวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นวางทิ้งไว้ประมาณ 2 อาทิตย์ ก่อนจะตรวจวัดความหนาของส่วนที่ตกตะกอน ซึ่งควรจะแตกต่างกันในแต่ละเปอร์เซ็นต์ หลอดที่มีปริมาณของสารช่วยการกระจายตัวเหมาะสมที่สุดคือหลอดที่มีส่วนที่ตกตะกอนลงมาบางที่สุด เพราะแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีการผลึกตัวกันดีจึงกระจายตัวอยู่ได้ไม่รวมตัวกันตกตะกอนลงมา

จากการทดลองพบว่าที่ 2 เปอร์เซ็นต์ ของสารช่วยกระจายตัวมีชั้นของตะกอนบางที่สุด จึงเลือกใช้ค่านี้ในการเตรียมสเลอรีต่อไป

3.4.1.2 การหาปริมาณสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่นที่เหมาะสม

การเลือกชนิดของสารช่วยการยึดเกาะ และสารเพิ่มความยืดหยุ่นต้องพิจารณาปัจจัยหลายอย่างประกอบกัน นอกจากประการสำคัญอันดับหนึ่งคือต้องเป็นชนิดที่ใช้ได้ดีกับระบบที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายแล้วยังต้องคำนึงถึงความสามารถในการละลายซึ่งกันและกันของสารทั้งสองประเภทด้วย สารทั้งสองชนิดเป็นโพลีเมอร์โมเลกุลสายยาว การเลือกชนิด ปริมาณ และอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างสารทั้งสองจะพิจารณาจากสมบัติของสเลอรี (slurry) และแผ่นที่ขึ้นรูปได้ คือต้องได้สเลอรีที่มีสมบัติการไหลตัวเหมาะกับการขึ้นรูปด้วยกระบวนการ คือเอกเทอร์เบลด

แผ่นก่อนเผาที่ผ่านการอบแห้งควรมีลักษณะผิวเรียบ ไม่แตกหรืองอ และควรวางติดอยู่กับแผ่นรองรับพลาสติกถ้าแผ่นลอกตัวออกมาเองอาจเกิดปัญหาแผ่นบิดงอ แผ่นควรถูกลอกออกจากแผ่นพลาสติกโดยสมบูรณ์ไม่เหลือผิวบางส่วนติดอยู่กับแผ่นรอง ในขั้นตอนแรกต้องทำการทดลองเพื่อตรวจสอบความเข้ากันได้ระหว่างสารทั้งสองชนิดโดยการนำมาผสมกันที่อัตราส่วนต่างๆ ถ้าเป็นคู่ที่ไม่เข้ากันก็จะเกิดการแยกชั้นกันหรือมีตะกอนเกิดขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ขั้นตอนต่อมาจะนำสารผสมของสารเดิมแต่งทั้งสองมาทดลองขึ้นรูปแผ่นด้วยกระบวนการฉีดเทอร์เบลดเพื่อตรวจสอบสมบัติในขั้นต้นของแผ่น หลังจากแห้งแล้วจะได้แผ่นใสเพราะยังไม่ได้ผสมผงอลูมินา ทำให้สามารถสังเกตได้ง่ายถ้ามีเศษของตะกอนเกิดขึ้น ตรวจสอบความยืดหยุ่น ความแข็งแรง สภาพผิว และการยึดเกาะอยู่กับแผ่นรองรับพลาสติก เปรียบเทียบกันในแต่ละอัตราส่วน

ขั้นตอนนี้สำคัญและจำเป็นมากเพราะหากสารที่เลือกใช้ไม่ละลายในกันและกันแล้วจะส่งผลเสียต่อสมบัติของแผ่นที่ขึ้นรูปได้ เนื่องจากเมื่อนำแผ่นที่มีสารที่แยกชั้นกันอยู่ไปเผาผนึก แผ่นจะแตก หรือมีผิวโป่งพองไม่เรียบ ข้อควรสังเกตอีกอย่างคือนอกจากสารทั้งคู่จะให้ผลต่างกันที่อัตราส่วนต่างกันแล้วสารชนิดเดียวกันอาจให้ผลแตกต่างกันอย่างสิ้นเชิงเมื่อมีมวลโมเลกุลต่างกันอีกด้วย

ในการทดลองครั้งนี้เลือกใช้โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ โพลีเอทิลีนไกลคอลและกลีเซอรินที่น้ำหนักโมเลกุลต่างๆมาตรวจสอบหาคู่ที่เหมาะสมที่สุด และหาอัตราส่วนที่ดีที่สุด การออกแบบการทดลองแบ่งเป็นสองขั้นตอนคือ

- การทดลอง 1 เพื่อตรวจสอบความเข้ากันได้ของสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่น
- การทดลอง 2 เพื่อหาอัตราส่วนและปริมาณของสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่นที่เหมาะสมกับปริมาณผงเซรามิก

การทดลองที่ 1 เป็นไปดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 การออกแบบการทดลองตรวจสอบความเข้ากันได้ระหว่างสารช่วยการยึดเกาะ และสารเพิ่มความยืดหยุ่น

สารช่วยการยึดเกาะ	สารเพิ่มความยืดหยุ่น	อัตราส่วน
B1	P1	1:2 , 1:1 , 2:1
B1	P2	1:2 , 1:1 , 2:1
B1	P3	1:2 , 1:1 , 2:1
B1	P4	1:2 , 1:1 , 2:1
B2	P1	1:2 , 1:1 , 2:1
B2	P2	1:2 , 1:1 , 2:1
B2	P3	1:2 , 1:1 , 2:1
B2	P4	1:2 , 1:1 , 2:1
B3	P1	1:2 , 1:1 , 2:1
B3	P2	1:2 , 1:1 , 2:1
B3	P3	1:2 , 1:1 , 2:1
B3	P4	1:2 , 1:1 , 2:1
B4	P1	1:2 , 1:1 , 2:1
B4	P2	1:2 , 1:1 , 2:1
B4	P3	1:2 , 1:1 , 2:1
B4	P4	1:2 , 1:1 , 2:1
B5	P1	1:2 , 1:1 , 2:1
B5	P2	1:2 , 1:1 , 2:1
B5	P3	1:2 , 1:1 , 2:1
B5	P4	1:2 , 1:1 , 2:1

เมื่อ B1 คือ PVA (m.w.9000-10000)

B2 คือ PVA (m.w.11000-31000)

B3 คือ PVA (m.w.30000-70000)

B4 คือ PVA (m.w.100000)

B5 คือ Cerander DB-R1

P1 คือ PEG (m.w.380-400)

P2 คือ PEG (m.w.1000)

P3 คือ PEG (m.w.2000)

P4 คือ glycerene (m.w.92.10)

ในการทดลองจะนำสารผสมตามอัตราส่วนดังกล่าวมาหล่อแผ่นบนแผ่นรองรับพลาสติกด้วยวิธีการเหมือนการหล่อแผ่นจริงทุกประการ ผลจากการสังเกตการทดลองตามตารางที่ 3.4 จะสามารถเลือกคู่ของสารช่วยการยึดเกาะ และสารเพิ่มความยืดหยุ่นที่อัตราส่วนบางค่าที่ให้แผ่นที่มีสมบัติ คือได้แผ่นใสมีฟองอากาศน้อย มีความแข็งแรง และ ความยืดหยุ่นสูง และเกาะติดแผ่นรองรับพลาสติก สิ่งเหล่านี้แสดงถึงแนวโน้มว่าจะให้ผลการทดลองที่ดีเมื่อนำไปใช้ในการเตรียมสเลอริจริง ๆ ในขั้นตอนต่อมา

การทดลองที่ 2 เมื่อได้อัตราส่วนของสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่นที่เข้ากันได้ดีจากการทดลองที่ 1 ก็จะทดลองหาปริมาณที่เหมาะสมกับปริมาณอลูมินาที่ใช้ ยกตัวอย่างเช่น ที่อัตราส่วน B4 ต่อ P1 เป็น 2 ต่อ 1 ได้แผ่นใสที่มีสมบัติ ก็จะเตรียมสเลอริอันประกอบด้วย อลูมินา ใช้ SN 5020 เป็นสารช่วยการกระจายตัว ใช้ SN 247 เป็นสารลดฟอง ตัวทำละลายเป็นน้ำ และใช้ B4 ต่อ P1 ที่อัตราส่วน 2 ต่อ 1 อาจจะเริ่มทดลองที่ B4 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ P1 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ถ้าได้แผ่นที่มีสมบัติไม่ดี เช่นแผ่นยังคงแตกราน มีความยืดหยุ่นต่ำ ก็ทดลองเพิ่มปริมาณมากขึ้นแต่ใช้อัตราส่วนเดิม เช่นใช้ B4 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ P1 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งยังคงมีอัตราส่วนระหว่าง B4 กับ P1 เป็น 2 ต่อ 1 สำหรับคู่ของสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่นอื่น ๆ ก็ดำเนินการแบบเดียวกัน เกณฑ์การเลือกชนิดของสารช่วยการยึดเกาะและสารเพิ่มความยืดหยุ่นและอัตราส่วนที่ดีที่สุดจะดูจากสมบัติของแผ่นที่ขึ้นรูปได้ นั่นคือควรใช้สารเติมแต่งทั้งสองในปริมาณที่น้อยที่สุดเพื่อจะได้ขจัดออกได้ง่าย แต่ในขณะเดียวกันก็ได้แผ่นเรียบไม่แตก เกาะติดแผ่นรองรับพลาสติก มีความแข็งแรงและความยืดหยุ่นสูง จากการทดลองทั้งสองทำให้สามารถเตรียมสเลอริของผงอลูมินาสำหรับขึ้นรูปด้วยกระบวนการค็อกเตอร์เบลคได้ โดยมีอัตราส่วนระหว่างสารเติมแต่งที่เหมาะสม

จากการทดลองพบว่าได้แผ่นก่อนเผาดีที่สุดเมื่อใช้ PVA มวลโมเลกุล 100000 ร่วมกับ PEG มวลโมเลกุล 400 ที่อัตราส่วน 2:1 และใช้ในปริมาณ 9.0 และ 4.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงอลูมินาตามลำดับ

3.4.1.3 ปริมาณสารลดฟองที่เหมาะสม

ปริมาณสารลดฟองที่ใช้จะดูจากประสิทธิภาพการลดฟองเมื่อเติมในสเลอริที่เตรียมขึ้นโดยจะพิจารณาประกอบกับรายงานที่มีผู้ได้ศึกษามา ในรายงานส่วนมากจะใช้สารลดฟองในช่วง 0.05 - 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซรามิก (Kerker, 1994) ในการทดลองครั้งนี้

จะใช้สารช่วยลดฟอง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารช่วยกระจายตัว และเป็น 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิก ซึ่งพบว่าสามารถลดฟองของสเลอรีได้ในระดับที่น่าพอใจ

3.4.1.4 ปริมาณน้ำกลั่นที่เหมาะสม

ปริมาณน้ำกลั่นมีผลต่อความหนืดของสเลอรี หลักการสำคัญคือต้องพยายามใช้น้ำให้น้อยที่สุดที่ยังสามารถอำนวยความสะดวกให้เกิดการบดได้ดี เพื่อให้ในระบบมีปริมาณผงเซรามิกอยู่ในสัดส่วนที่มากที่สุดที่จะเป็นไปได้ ซึ่งจะทำได้แผ่นที่มีค่าความหนาแน่นสูงทั้งก่อนเผาและหลังเผา ช่วยลดปัญหาการแตกในขั้นตอนการอบแห้ง พบว่าใช้น้ำ 75 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิกจะทำให้ได้สเลอรีที่มีความหนืดอยู่ในช่วงที่ต้องการคือ ประมาณ 9000 - 15000 เซนติพอยต์ ซึ่งสามารถขึ้นรูปแผ่นชนิดแผ่นหนาได้ดี

ในตารางที่ 3.5 ได้สรุปหลักเกณฑ์และวิธีการที่ใช้หาปริมาณสารเติมแต่งต่างๆ

ตารางที่ 3.5 วิธีการและหลักเกณฑ์ที่ใช้เลือกชนิดและปริมาณขององค์ประกอบในสเลอรี

องค์ประกอบ	วิธีการและหลักเกณฑ์
สารช่วยการกระจายตัว สารช่วยการยึดเกาะ	การทดลองการตกตะกอน (sedimentation experiment) ความเข้ากันได้กับสารเพิ่มความยืดหยุ่น สมบัติของแผ่นที่ขึ้นรูปได้ เช่น การลอกจากแผ่นรองรับพลาสติก การแตกรานของแผ่นก่อนเผา ความแข็งแรงของแผ่นก่อนเผา
สารเพิ่มความยืดหยุ่น	ความเข้ากันได้กับสารช่วยการยึดเกาะ สมบัติของแผ่นที่ขึ้นรูปได้ เช่น การลอกจากแผ่นรองรับพลาสติก ความยืดหยุ่นของแผ่นก่อนเผา ความแข็งแรงของแผ่นก่อนเผา
สารลดฟอง น้ำ	ความสามารถในการลดฟอง ความสามารถในการบด และ ความหนืด

3.4.1.5 อัตราส่วนของดินขาวและทลคัม

เลือกทำการทดลองที่อัตราส่วนระหว่างผงอลูมินากับสารปรับปรุงสมบัติ เป็น 90:10 และ 93:7 และใช้อัตราส่วนระหว่างสารปรับปรุงสมบัติสองตัวซึ่งคือดินขาวนิวซีแลนด์ กับทลคัมเป็น 1:2 และ 1:1 แสดงในตารางที่ 3.6

สาเหตุที่เลือกอัตราส่วนนี้เนื่องจากมีรายงานที่อ้างอิงถึงการทดลองใช้อลูมินา ความบริสุทธิ์สูง และใช้ดินขาวกับทลคัมเป็นสารปรับปรุงสมบัติ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างผง อลูมินากับสารปรับปรุงสมบัติเป็น 93:7 และใช้อัตราส่วนระหว่างสารปรับปรุงสมบัติสองตัวซึ่งคือ ดินขาวกับทลคัมเป็น 2.5:4.5 (Anderson, Marra และ Mistler, 1997)

ตารางที่ 3.6 อัตราส่วนของดินขาวนิวซีแลนด์และทลคัม

องค์ประกอบ	อัตราส่วนอลูมินาต่อสารปรับปรุงสมบัติ			
	90 : 10		93 : 7	
	อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม		อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม	
	1:2	1:1	1:2	1:1
ผงอลูมินา	90	90	93	93
ดินขาวนิวซีแลนด์	3.33	5	2.33	3.5
ทลคัม	6.67	5	4.67	3.5

3.4.1.6 การออกแบบการทดลองเพื่อผลของดินขาวและทลคัม

ในการเตรียมสเลอริจจะใช้อัตราส่วนของสารเติมแต่งต่างๆที่ได้ทำการทดลองหาปริมาณที่เหมาะสมไว้ในหัวข้อ 3.4.1.1 3.4.1.2 3.4.1.3 และ 3.4.1.4 นั่นคือใช้ปริมาณ สารช่วยการกระจายตัว 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิก สารช่วยการยึดเกาะ และสารเพิ่มความยืดหยุ่น ที่ 9 และ 4.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิกตามลำดับ ใช้สารลดฟอง 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิก และใช้น้ำกลั่น 75 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงเซรามิก และทดลองเติมสารปรับปรุงสมบัติคือดินขาวและทลคัมตามอัตราส่วนต่างๆดังตารางที่ 3.6

ในการออกแบบการทดลองจะแบ่งเป็นการเปรียบเทียบระหว่างการขึ้นรูปแผ่นเมือชนิดและปริมาณของสารเติมแต่งเหมือนกันทุกประการ แต่ใช้อลูมินา และ สารปรับปรุงสมบัติต่างชนิดกันดังนี้

1. อลูมินา A-152 SG เพียงอย่างเดียว
2. อลูมินา A-152 SG และใช้สารปรับปรุงสมบัติเป็นดินขาวและทัลคัม
3. อลูมินา A-152 SG และใช้สารปรับปรุงสมบัติเป็นแมกนีเซียม
4. SCA-96 ซึ่งเป็นอลูมินาผสมสารปรับปรุงสมบัติสำหรับขึ้นรูปด้วยกระบวนการค็อกเตอร์เบตจากบริษัท Isekyu

องค์ประกอบและอัตราส่วนของสารต่างๆในการเตรียมสเลอรีเมื่อใช้อลูมินา A-152 SG เพียงอย่างเดียว และเมื่อใช้สารปรับปรุงสมบัติเป็นแมกนีเซียมแสดงในตารางที่ 3.7 เป็นการทดลองที่ 1 และ 2 ตามลำดับ ส่วนการทดลอง 3 ใช้อลูมินา SCA-96 ของบริษัท Isekyu

ตารางที่ 3.7 แสดงองค์ประกอบและอัตราส่วนของสารต่างๆในการเตรียมสเลอรี

องค์ประกอบ	การทดลอง 1		การทดลอง 2		การทดลอง 3	
	A-152 SG		A-152 SG		SCA-96	
	% wt.ของ ผงเซรามิก	% wt. ของทั้งหมด	% wt.ของ ผงเซรามิก	% wt. ของทั้งหมด	% wt.ของ ผงเซรามิก	% wt. ของทั้งหมด
ผงอะลูมินา	100.00	52.43	100.00	52.30	100.00	52.43
PVA (m.w.100000)	9.00	4.72	9.00	4.71	9.00	4.72
PEG (m.w.400)	4.50	2.36	4.50	2.35	4.50	2.36
SN 5020	2.00	1.05	2.00	1.05	2.00	1.05
MgO	-	-	0.50	0.26	-	-
SN 247	0.20	0.10	0.20	0.10	0.20	0.10
น้ำกลั่น	75.00	39.33	75.00	39.23	75.00	39.33

ในการทดลองเพื่อคุณภาพของดินขาวนิวซีแลนด์กับทัลคัม ได้เตรียมสเลอรีมีองค์ประกอบและอัตราส่วนของสารต่างๆแสดงดังตารางที่ 3.8 และ 3.9

ตารางที่ 3.8 แสดงองค์ประกอบและอัตราส่วนของสารต่างๆในการเตรียมสเลอรีเมื่อ
อัตราส่วนระหว่างผงเซรามิกกับสารปรับปรุงสมบัติเป็น 90 ต่อ 10

องค์ประกอบ	การทดลอง 4		การทดลอง 5	
	อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม		อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม	
	1:2	1:1	1:2	1:1
	% wt. ของ ผงเซรามิก	% wt. ของ ของทั้งหมด	% wt. ของ ผงเซรามิก	% wt. ของ ของทั้งหมด
ผงอะลูมินา	90.00	47.19	90.00	47.19
PVA (m.w.100000)	9.00	4.72	9.00	4.72
PEG (m.w.400)	4.50	2.36	4.50	2.36
SN 5020	2.00	1.05	2.00	1.05
ดินขาวนิวซีแลนด์	3.33	1.75	5.00	2.62
ทลคัม	6.67	2.50	5.00	2.62
SN 247	0.20	0.14	0.20	0.14
น้ำกลั่น	75.00	39.33	75.00	39.33

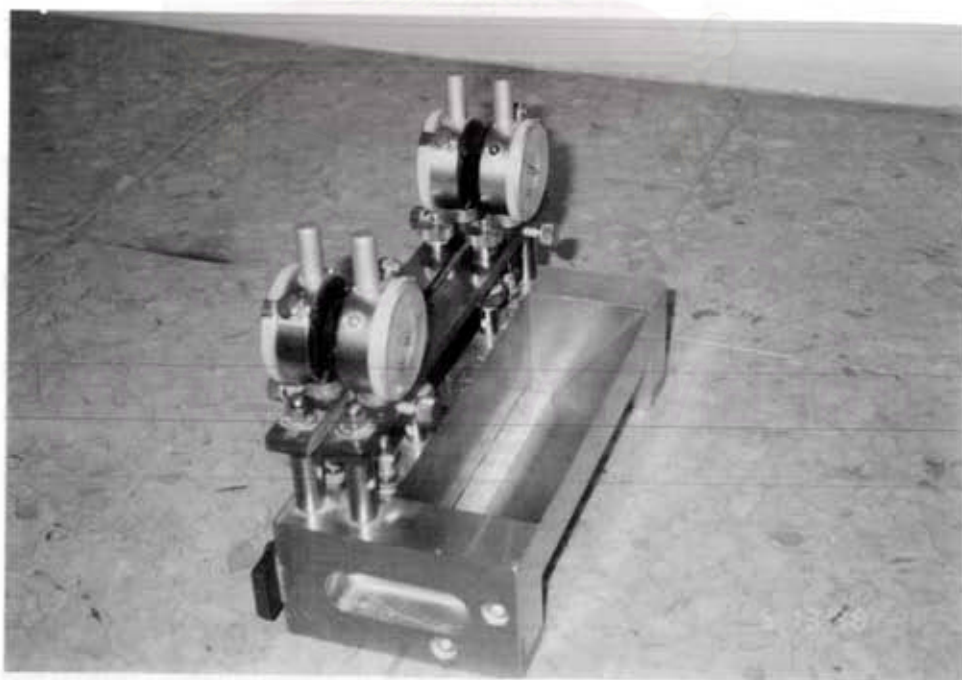
ตารางที่ 3.9 แสดงองค์ประกอบและอัตราส่วนของสารต่างๆในการเตรียมสเลอรีเมื่อ
อัตราส่วนระหว่างผงเซรามิกกับสารปรับปรุงสมบัติเป็น 93 ต่อ 7

องค์ประกอบ	การทดลอง 6		การทดลอง 7	
	อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม		อัตราส่วนดินขาวต่อทลคัม	
	1:2	1:1	1:2	1:1
	% wt. ของ ผงเซรามิก	% wt. ของ ของทั้งหมด	% wt. ของ ผงเซรามิก	% wt. ของ ของทั้งหมด
ผงอะลูมินา	93.00	48.77	93.00	48.77
PVA (m.w.100000)	9.00	4.72	9.00	4.72
PEG (m.w.400)	4.50	2.36	4.50	2.36
SN 5020	2.00	1.05	2.00	1.05
ดินขาวนิวซีแลนด์	2.33	1.22	3.50	1.83
ทลคัม	4.67	2.45	3.50	1.83
SN 247	0.20	0.10	0.20	0.10
น้ำกลั่น	75.00	39.33	75.00	39.33

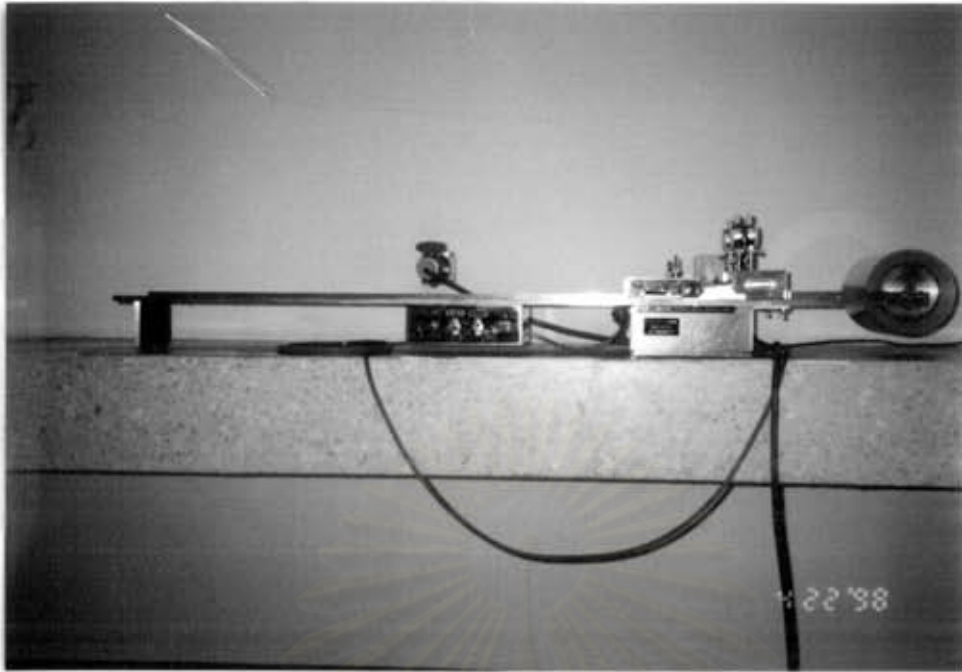
หลังจากวัดค่า pH และค่าความหนืดของสเลอรีในแต่ละสูตรแล้วก็จะเข้าสู่ขั้นตอนการขึ้นรูปแผ่นด้วยกระบวนการค็อกเตอร์เบลต รายละเอียดแสดงในหัวข้อ 3.4.2 ส่วนค่า pH และค่าความหนืดของสเลอรีในแต่ละสูตร แสดงในตารางที่ 4.12 ในบทถัดไป

3.4.2 การขึ้นรูปแผ่นด้วยกระบวนการค็อกเตอร์เบลต

เครื่องมือของกระบวนการค็อกเตอร์เบลตประกอบด้วยส่วนสำคัญคืออุปกรณ์ควบคุมความหนา และแผ่นรองรับพลาสติก (carrier film) ที่วางบนอุปกรณ์ที่ทำให้แผ่นเคลื่อนที่ได้ แสดงในรูปที่ 3.3 และ 3.4 ในส่วนของอุปกรณ์ควบคุมความหนาซึ่งประกอบด้วยแผ่นควบคุมความหนา (blade) ซึ่งมีอยู่สองแผ่นและช่องเทสเลอรี จะตั้งความหนาของแผ่นควบคุมความหนาแผ่นที่สองซึ่งอยู่ติดกับช่องเทสเลอรีให้สูงกว่าแผ่นแรกที่อยู่ถัดมา 1.5 เท่า เพื่อควบคุมความหนาของสเลอรีที่เทในช่องเทสเลอรีให้คงที่ในระดับหนึ่งก่อนจะไหลผ่านแผ่นควบคุมความหนาแผ่นแรกที่ตั้งความหนาที่ต้องการไว้ ทั้งหมดนี้วางอยู่บนแผ่นรองรับพลาสติก เมื่อแผ่นรองรับพลาสติกเคลื่อนที่ ก็จะพาสเลอรีไหลผ่านแผ่นควบคุมความหนาได้เป็นแผ่นที่มีความหนาตามต้องการ การขึ้นรูปแผ่นจะใช้ความเร็ว 30 เซนติเมตรต่อนาที ส่วนแผ่นรองรับพลาสติกจะนำมาเช็ดผิวด้วยอะซิโตนก่อนเป็นการทำความสะอาด และ เพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับแผ่นรองรับพลาสติกได้ดีขึ้น



รูปที่ 3.3 เครื่องมือของกระบวนการค็อกเตอร์เบลตส่วนควบคุมความหนา



รูปที่ 3.4 เครื่องมือของกระบวนการค็อกเตอร์เบลคส่วนขึ้นรูปแผ่น

3.4.3 ภาวะในการทดลอง

3.4.3.1 การเตรียมสเลอรี (slurry preparation)

การทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH กับค่าความหนืด (pH & viscosity experiment) ของสเลอรี จะทำให้สามารถเลือกช่วง pH ที่สเลอรีมีการกระจายตัวดีที่สุดได้ ซึ่งจะเกิดที่จุดที่มีค่าความหนืดต่ำสุด พบว่าเมื่อวัดค่าความหนืดโดยใช้เข็มเบอร์ 31 ชนิดที่ใช้วัดสารปริมาณน้อย ของเครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield รุ่น DV-II+ ควรได้สเลอรีที่มีค่าความหนืดช่วง 9000-15000 มิลลิปาสกาลวินาที (mPa.s) และมีค่า pH อยู่ในช่วง 7.5-8.5 จะสามารถขึ้นรูปแผ่นหนาประมาณ 0.70 - 1.00 มิลลิเมตรได้ดี

3.4.3.2 การบด (ball milling)

แบ่งเป็นสามขั้นตอนคือ

1. บด ผงสารตั้งต้น ตัวทำละลาย และ สารช่วยการกระจายตัว 12 ชั่วโมง
2. เติมสารเพิ่มความยืดหยุ่นบดต่อไป ครึ่งชั่วโมง
3. เติมสารช่วยการยึดเกาะบดต่อไปจนครบ 24 ชั่วโมง

การเติมสารเติมแต่งตามลำดับขั้นที่ถูกต้องมีความสำคัญมากดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 2.6.3

3.4.3.3 การอบแห้ง (drying)

อบแผ่นที่ 50 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 100 เปอร์เซ็นต์ 2 วัน เพื่อลดปัญหาการแห้งตัวไม่เท่ากันซึ่งจะทำให้เกิดรอยแตกเป็นทางยาว จากประวัติการวิจัยและพัฒนากระบวนการด็อกเตอร์เบลคในหัวข้อที่ 2.6.1 มีสิทธิบัตรของสหรัฐอเมริกาหมายเลข 3953703 ศึกษาการอบแห้งในภาวะที่มีไอเกือบบ่มตัวของตัวทำละลาย และสรุปว่าสามารถแก้ปัญหการแตกได้ดี

3.4.3.4 การเผาชิ้นงาน

แบ่งเป็นสองขั้นตอนคือ

1. การเผาขจัดสารอินทรีย์ (burn out of organic additives)

การเผาไล่สารเติมแต่งทำที่อุณหภูมิห้องจนถึง 1000 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการขึ้นอุณหภูมิต่ำ คือ 1 องศาต่อนาที แช่วุณหภูมิที่ 350 และ 573 องศาเซลเซียส อย่างละ 1 ชั่วโมง การเลือกใช้อุณหภูมิเผาและอัตราการขึ้นอุณหภูมิจากผลการวิเคราะห์ทางความร้อน (DTA, TG, DSC) ในภาคผนวก ข สารเติมแต่งต่างๆถูกขจัดออกหมดที่อุณหภูมิประมาณ 600 องศาเซลเซียส แต่เผาสูงถึง 1000 องศาเซลเซียสเพื่อให้อนุภาคเริ่มมีการเกาะตัวกันดี และมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น จะได้ลดปัญหาการแตกในขั้นตอนการเคลื่อนย้าย

2. การซินเทอริง (sintering)

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาไล่สารเติมแต่งแล้วมาเผาที่อุณหภูมิต่างกันสี่ระดับ โดยใช้เตาเผาเร็วจากอุณหภูมิห้องจนถึง 1500 1550 และ 1620 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิซินเทอริงของ A-152 SG ตามข้อมูลของบริษัท) ใช้อัตราการขึ้นอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แช่วุณหภูมิ 1 ชั่วโมง (เวลาในการซินเทอริงของ A-152 SG ตามข้อมูลของบริษัท) ก่อนจะลดอุณหภูมิลงมาถึงอุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อเปรียบเทียบกับสมบัติของแผ่นจากการซินเทอริงที่อุณหภูมิทั้งสามระดับ ก็จะหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดกับแผ่นรองวงจรเน็ออกมินาแต่ละสูตรได้

3.4.3.5 การเผาปรับสภาพแผ่น (annealing)

นำแผ่นที่ได้ผ่านการซินเทอริงจากหัวข้อที่ 3.4.3.4 มาวางซ้อนกัน จากนั้นใช้แผ่นอลูมินาที่หนากว้างประกบหัวท้ายเพื่อให้ได้แผ่นที่เรียบหลังจากนำไปเผาปรับสภาพแผ่นที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส แช่วุณหภูมิ 1 ชั่วโมง ก่อนจะลดอุณหภูมิตลงมาจนถึงอุณหภูมิห้อง ด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าที่อุณหภูมิมากกว่า 1600 องศาเซลเซียส แผ่นจะติดกันแน่น จากการทดลองจำนวนแผ่นที่เหมาะสมคือประมาณ 10-15 แผ่น เมื่อมีความหนาประมาณ 0.50-1.00 มิลลิเมตร

3.4.4 การตรวจสอบสมบัติของสารตั้งต้น สเตอริ ผลึกภัณฑ์ก่อนเผาและหลังเผา

3.4.4.1 การตรวจสอบสมบัติสารตั้งต้น

1. ตรวจสอบวิเคราะห์เฟส (phase analysis)

เครื่องมือ เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) PW 3710 ของบริษัท Philips

วิธีการทดสอบ

- 1.1 เตรียมตัวอย่างเป็นผงละเอียด
- 1.2 โรยบนกระจกสไลด์ให้ได้ผิวเรียบสม่ำเสมอ
- 1.3 ตรวจสอบที่สภาวะของเครื่องดังนี้

Generator Tension	45.0 กิโลโวลท์	Generator Current	30.0 มิลลิแอมป์
Start Angle	10 องศา	End Angle	80 องศา

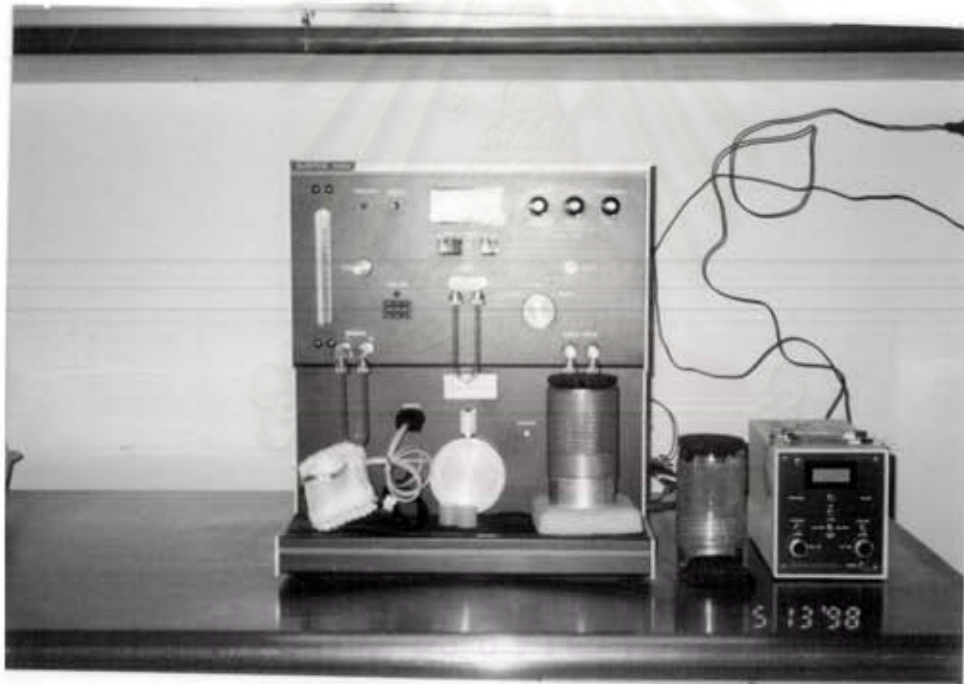
2. ตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค (specific surface area)

เครื่องมือ ใช้เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว Flowsorp 2300

วิธีการทดสอบ

2.1 เตรียมตัวอย่างเป็นผงละเอียด อนุภาค 200 องศาเซลเซียส

2.2 ตรวจสอบด้วยวิธีของ Brunauer Emmett Teller, BET



รูปที่ 8.5 เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว Flowsorp 2300

3. ตรวจสอบขนาดและการกระจายของอนุภาค (particle size and particle size distribution)

เครื่องมือ เครื่องวิเคราะห์หาขนาดอนุภาค Sedigraph 5100

วิธีการทดสอบ

3.1 เตรียมตัวอย่างเป็นสารละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมกับสารแต่ละชนิด

3.2 ตรวจสอบโดยอาศัยหลักการตกตะกอน



รูปที่ 3.6 เครื่องวิเคราะห์หาขนาดและการกระจายของอนุภาค Sedigraph 5100

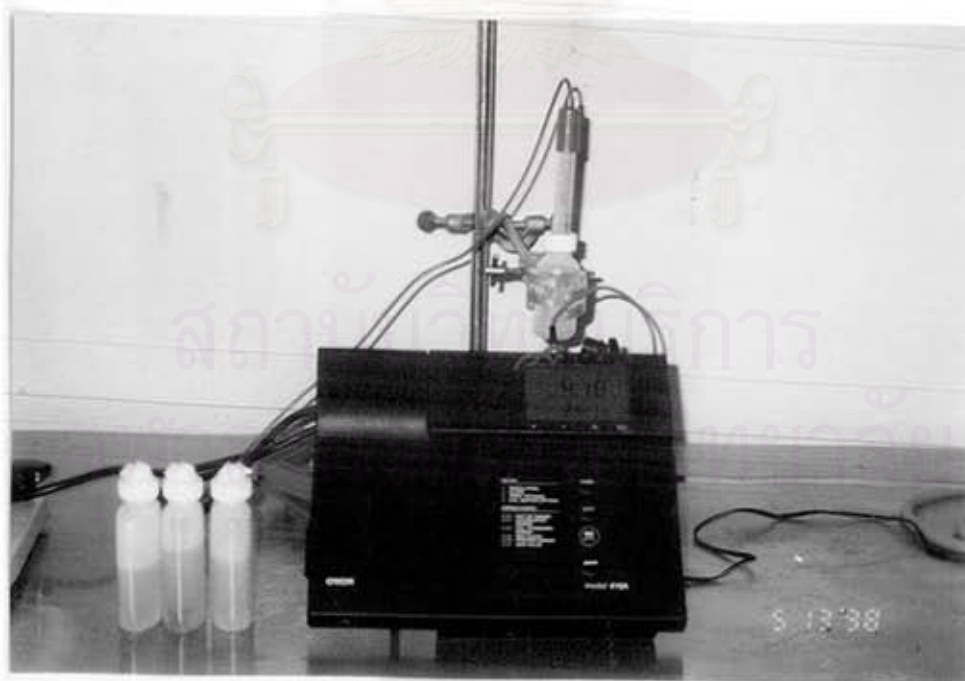
3.4.4.2 การตรวจสอบสมบัติสเลอรี

1. การทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH กับค่าความหนืด

เครื่องมือ pH meter และ เครื่องวัดความหนืดของ Brookfield รุ่น DV-II+

วิธีการทดสอบ

- 1.1 ใช้เข็มเบอร์ 31 และชุดวัดความหนืดเมื่อมีสารปริมาณน้อย
- 1.2 จะวัดค่าความหนืดที่ pH ต่างๆ โดยใช้สเลอรีครึ่งละประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 1.3 ใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์ กับสารละลายกรดไนตริก 5 โมลาร์ เป็นตัวปรับค่า pH (pH adjusting) เพื่อหาค่าที่เหมาะสมในการเตรียมสเลอรีแต่ละสูตร
- 1.4 ทำกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดกับค่า pH
- 1.5 ค่า pH ที่เหมาะสมในการเตรียมสเลอรีคือจุดที่มีค่าความหนืดต่ำสุดอันแสดงว่าอนุภาคมีการผลัดกันและกระจายตัวได้ดี



รูปที่ 3.7 pH meter



รูปที่ 3.8 เครื่องวัดความหนืด

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.4.3 การตรวจสอบสมบัติผลิตภัณฑ์ก่อนเผา

1. ตรวจสอบลักษณะแผ่นก่อนเผา

ตรวจสอบการแตกราน การลอกตัวจากแผ่นรองรับพลาสติก
ความยืดหยุ่น ความแข็งแรงและตำหนิต่างๆของแผ่น

2. หาความหนาแน่นก่อนเผา (green density, g/cm^3)

เครื่องมือ เครื่องชั่งน้ำหนักสี่ตำแหน่ง เวอร์เนีย และไมโครมิเตอร์

วิธีการทดสอบ

- 2.1 เตรียมตัวอย่างเป็นชิ้นสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 1.5×3.0 เซนติเมตร และจะใช้ตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างต่อหนึ่งอุณหภูมิเผาเพื่อหาค่าเฉลี่ย
- 2.2 วัดขนาดในสามทิศทาง คือ ความกว้าง ความยาว และ ความหนาด้วยเวอร์เนีย และไมโครมิเตอร์ หาค่าเฉลี่ยแต่ละด้านจากการวัด 5 จุด
- 2.3 ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนักสี่ตำแหน่ง
- 2.4 หาความหนาแน่นก่อนเผาจากความสัมพันธ์

$$\text{ความหนาแน่นก่อนเผา (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{มวล (g)}}{\text{ปริมาตร (cm}^3\text{)}} \dots\dots\dots (3.1)$$

$$\text{เมื่อ ปริมาตร (cm}^3\text{)} = \text{ความกว้าง (cm)} \times \text{ความยาว (cm)} \times \text{ความหนา (cm)} \dots\dots\dots (3.2)$$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.4.4 การตรวจสอบสมบัติผลิตภัณฑ์หลังเผา

1. ตรวจสอบการหดตัว (shrinkage, %)

เครื่องมือ เวอร์เนีย และไมโครมิเตอร์

วิธีการทดสอบ

วัดขนาดทั้งด้านกว้าง ด้านยาว และด้านหนาของแผ่นหลังเผาด้วยเวอร์เนียและไมโครมิเตอร์ เปรียบเทียบกับแผ่นเดียวกันก่อนเผาที่วัดขนาดไว้แล้วในหัวข้อ 3.4.4.3 คิดเป็นเปอร์เซ็นต์การหดตัวจากความสัมพัทธ์

$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัว (\%)} = \left[\frac{\text{ขนาดก่อนเผา} - \text{ขนาดหลังเผา}}{\text{ขนาดก่อนเผา}} \right] \times 100 \dots\dots\dots (3.3)$$

และหาค่าเฉลี่ยจากตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างต่ออุณหภูมิเผาหนึ่งระดับ

2. ตรวจสอบความหนาแน่นรวม (bulk density, g/cm³)

เครื่องมือ เครื่องชั่งน้ำหนักสี่ตำแหน่ง ชุดอุปกรณ์หาค่าความหนาแน่น

วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM C 373

- 2.1 ใช้หลักการอาร์คิมิดีส (Archimedes' s method)
- 2.2 ชั่งน้ำหนักในอากาศของตัวอย่าง (D) จากนั้นต้มในน้ำเป็นเวลาห้าชั่วโมงก่อนทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง ให้อิ่มตัวด้วยน้ำ ชั่งน้ำหนักแทนที่น้ำ (S) ชั่งน้ำหนักอีกครั้งเป็นน้ำหนักอิ่มน้ำ (M) โดยเช็ดชิ้นงานกับฟองน้ำหมาดๆก่อนเพื่อซับน้ำส่วนเกินออก
- 2.3 หาคความหนาแน่นรวมจากความสัมพัทธ์

$$\text{ความหนาแน่นรวม (g/cm}^3\text{)} = \frac{D}{M - S} \dots\dots\dots (3.4)$$

และหาค่าเฉลี่ยจากตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างต่ออุณหภูมิเผาหนึ่งค่า

3. ตรวจสอบการดูดซึมน้ำ (water absorption, %)

เครื่องมือ เครื่องชั่งน้ำหนักสี่ตำแหน่ง

วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM C 373

หาค่าการดูดซึมน้ำ จากความสัมพัทธ์

$$\text{เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ (\%)} = [(M-D) / D] \times 100 \dots\dots\dots (3.5)$$

เมื่อ M คือ น้ำหนักแผ่นอิมน้ำ (กรัม)
D คือ น้ำหนักแผ่นแห้ง (กรัม)

และหาค่าเฉลี่ยจากตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างต่ออุณหภูมิเดาหนึ่งค่า

4. ตรวจสอบความพรุนปรากฏ (apparent porosity, %)

เครื่องมือ เครื่องชั่งน้ำหนักสี่ตำแหน่ง

วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM C 373

หาค่าความพรุนปรากฏ จากความสัมพัทธ์

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความพรุนปรากฏ (\%)} = \left[\frac{(M-D)}{(M-S)} \right] \times 100 \dots\dots\dots (3.6)$$

และหาค่าเฉลี่ยจากตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างต่ออุณหภูมิเดาหนึ่งค่า

5. ตรวจสอบเฟส (phase analysis)

เครื่องมือ เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) PW3710 ของบริษัท Philips

วิธีการทดสอบ

5.1 เลือกชิ้นงานหลังเผาขึ้นที่เรียบที่สุดในแต่ละชุด

5.2 ตรวจสอบที่สภาวะของเครื่องดังนี้

Generator Tension	45.0 กิโลโวลท์
Generator Current	30.0 มิลลิแอมป์
Start Angle	10 องศา
End Angle	80 องศา

เครื่อง XRD แสดงในรูปที่ 3.5

6. ตรวจสอบลักษณะ ขนาด และรูปร่างของอนุภาค

เครื่องมือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

วิธีการทดสอบ

6.1 จัดชิ้นงานด้วยกระดาษทราย SiC เบอร์ 400 800 1200 2400 จัดต่อไปด้วยผงเพชร

(diamond paste) ขนาด 6 3 และ 1 ไมโครเมตร ตามลำดับ

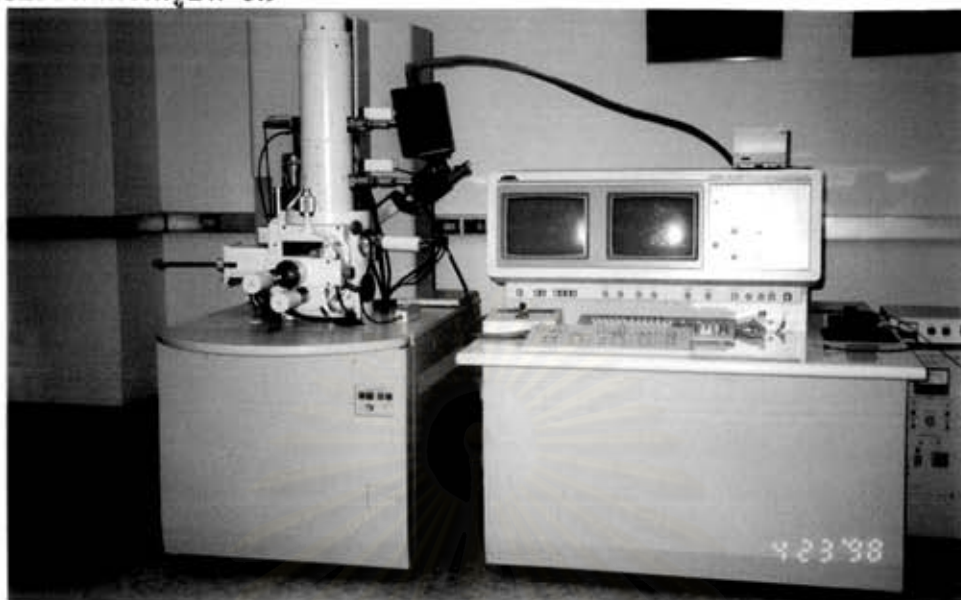
6.2 ทำ thermal etching ที่ 1350 องศาเซลเซียส แช่อุณหภูมิไว้ 15 นาที

(จากข้อมูลการดูแลโครงสร้างของอลูมินา)

6.3 เคลือบทอง

6.4 ดูโครงสร้าง และ ขนาดอนุภาคด้วย SEM

เครื่อง SEM แสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 เครื่อง SEM

7. ตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

เครื่องมือ ใช้เครื่อง Impedance Gain / Phase Analyzer

วิธีการทดสอบ

1. เตรียมตัวอย่างเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4 เซนติเมตร ทาอิเล็กโทรดเป็นวงกลมขนาดแน่นอนเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร แผ่นต้องมีผิวเรียบมากเพราะพื้นที่ผิวและความหนามีผลต่อค่าคงตัวไดอิเล็กทริก (dielectric constnsnt) ตามความสัมพันธ์ดังนี้

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \quad (3.7)$$

เมื่อ	C	คือ	ค่าการนำไฟฟ้า (F)
	ϵ_r	คือ	ค่าคงตัวไดอิเล็กทริก
	ϵ_0	คือ	ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของอากาศ ($F \cdot m^{-1}$), $8.85 \times 10^{-12} F/m$
	A	คือ	พื้นที่หน้าตัด (m^2)
	d	คือ	ความหนา (m)