

การขึ้นรูปและลักษณะสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล  
โดยการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

นายต่อพงศ์ ดาวประดับวงษ์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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 University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2557  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL  
BY PARTIAL REACTION SINTERING

Mr. Torpong Daupadubwong



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 2014

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การขึ้นรูปและลักษณะสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปี
	เนลโดยการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน
โดย	นายต่อพงศ์ ดาวประดับวงษ์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.สุจาริณี สิ้นไชย

---

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง  
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)

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

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม  
(อาจารย์ ดร.สุจาริณี สิ้นไชย)

.....กรรมการ  
(อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

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

ต่อพงศ์ ดาวประดับวงษ์ : การขึ้นรูปและลักษณะสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมินาเซปิตสปีเนลโดยการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน (FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL BY PARTIAL REACTION SINTERING) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: อ. ดร.สุจาริณี สิ้นไชย, 114 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของการขึ้นรูปต่อสมบัติต่างๆ และลักษณะเฉพาะของเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินาเซปิตสปีเนลหลังการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน โดยทดลองปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารประกอบตั้งต้นที่มีแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบต่อแมกนีเซียมอะลูมินาเซปิตสปีเนล ซึ่งสารตั้งต้นที่มีแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมอยู่ในองค์ประกอบแบ่งออกเป็น 4 กลุ่ม ได้แก่ 1) แมกนีเซียมและอะลูมินา 2) แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและอะลูมินา 3) แมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตไนอะไฮเดรต และ 4) แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและอะลูมิเนียมไนเตรตไนอะไฮเดรต โดยใช้อัตราส่วนของแมกนีเซียมต่ออะลูมินาในแต่ละกลุ่มเป็น 1 ต่อ 1 โดยโมล โดยนำผงที่ผ่านการผสมแล้วมาอัดขึ้นรูปแบบทิศทางเดียว ด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล เผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเซปิตสปีเนลที่ไม่มีการเติมสารผสม ชิ้นงานที่มีการเติมสารผสมแมกนีเซียมกับอะลูมินาปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และชิ้นงานที่มีการเติมสารผสมแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตกับอะลูมินาปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกมากกว่าร้อยละ 93 และมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ในช่วงระหว่าง 1.72-3.76 ไมครอน จากการอัดเย็นทุกทิศทาง โดยใช้ความดัน 250 และ 300 เมกะพาสคัล และเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกมีค่าใกล้เคียงกันในช่วงระหว่างร้อยละ 94.41-99.08 โดยชิ้นงานหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.22-7.42 ไมครอน ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับชิ้นงานหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.01-5.77 ไมครอน เปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่ผ่านการอัดแบบทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล และชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 200 เมกะพาสคัล เมื่อนำไปเผาผนึกแบบอัดร้อนในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้ความดันขณะเผา 40 เมกะพาสคัล พบว่าทุกชิ้นงานหลังเผาผนึกแบบอัดร้อนในสุญญากาศมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงร้อยละ 99.16-100 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี นอกจากนี้ทุกชิ้นงาน ที่ผ่านการเผาผนึกแบบอัดร้อนในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส มีขนาดเกรนเฉลี่ยในช่วง 9.05-12.11 ไมครอน โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาผนึกเป็น 1650 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่ขึ้นในช่วง 17.79-46.56 ไมครอน

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ปีการศึกษา 2557

ลายมือชื่อนิสิต .....

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม .....



# # 5372547523 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL / REACTION SINTERING / PARTIAL REACTION SINTERING

TORPONG DAUPADUBWONG: FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL BY PARTIAL REACTION SINTERING. ADVISOR: ASST. PROF. THANAKORN WASANAPIARNPONG, D.Eng., CO-ADVISOR: SUJARINEE SINCHAI, Ph.D., 114 pp.

This study focuses on the results of characterization and fabrication of magnesium aluminate spinel ceramic by partial reaction sintering. The experiment was adjusted the ratio of Magnesium and Aluminium in composition to magnesium aluminate spinel. Magnesium and Aluminium in composition were mixed in four groups of 1) MgO and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2) Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3) MgO and Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O and finally, 4) Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O and Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O. The mole ratio of MgO: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in each group was fixed to 1:1. All mixing powders were pressed under 50 MPa in uniaxial press and sintered in air at 1600 °C and 1650 °C for 2 h. Samples of 95 wt% of magnesium aluminate spinel with 5 wt% of MgO and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 95 wt% of magnesium aluminate spinel with 5 wt% of Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> had the relative density over 93% and average grain size in the range of 1.72 to 3.76 μm. Samples with cold isostatic pressing under 250 and 300 MPa and sintering at 1600 °C and 1650 °C for 2 h had the relative density after sintering in the range of 94.41 to 99.08%. The average grain size of sintering samples at 1650 °C was in the range of 3.22 to 7.42 μm. which was similar to sintering samples at 1600 °C that the average grain size was around 3.01-5.77 μm. Comparing between the samples uniaxial pressed with 50 MPa and cold isostatic pressed samples under 200 MPa when these samples were hot pressed in vacuum under 40 MPa at 1600 °C and 1650 °C for 2h, the result exhibited that all hot pressed samples in vacuum had relative density about 99.16 to 100% which were similar to theoretical density. The grain size of hot pressed samples in 1600 °C was in the range of 9.05 to 12.11 μm. When the sintering temperature was increased to 1650 °C, the grain size hot pressed samples increased to about 17.79 to 46.56 μm.

Department: Materials Science

Student's Signature .....

Field of Study: Ceramic Technology

Advisor's Signature .....

Academic Year: 2014

Co-Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลงได้ เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ การสนับสนุนให้ความช่วยเหลือ ทั้งด้านวิชาการ และการดำเนินงานวิจัยอย่างดีจากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่กรุณาให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัย และการใช้เครื่องมือต่างๆ ในภาควิชาวัสดุศาสตร์ ตลอดจนคำแนะนำในการแก้ไขรูปเล่มวิทยานิพนธ์ให้มีความถูกต้อง

อาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำและความช่วยเหลือตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยมาด้วยดี อีกทั้งคอยอบรมสั่งสอนในเรื่องคุณธรรมและจริยธรรมของการเป็นนักวิจัยที่ดี

อาจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์และคณะกรรมการสอบทุกท่านที่กรุณาให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัยและการใช้เครื่องมือต่างๆ ในภาควิชาวัสดุศาสตร์ ตลอดจนคำแนะนำในการแก้ไขรูปเล่มวิทยานิพนธ์ให้มีความถูกต้อง

ขอขอบพระคุณโครงการ การพัฒนาและผลิตเกราะใส คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่สนับสนุนด้านการศึกษางานวิจัย และการนำเสนอผลงาน โดยได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากกรมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีกลาโหม กระทรวงกลาโหม ผ่านศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ปีงบประมาณ 2555-2557

ทุนการศึกษาเพื่อผลิตบัณฑิตระดับบัณฑิตศึกษา ภายใต้โครงการแผนปฏิบัติการไทยเข้มแข็ง 2555 และ ทุนวิทยบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัย ที่คอยอบรมสั่งสอน ให้การสนับสนุนและคอยเป็นกำลังใจ อีกทั้งมอบโอกาส และประสบการณ์ที่มีคุณค่าให้โดยเสมอมา จนกระทั่งงานวิจัยนี้สำเร็จลงได้

## สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา .....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ปริทัศน์วรรณกรรม .....	3
2.1 เซรามิกโปร่งใส .....	3
2.2 เซรามิกโปร่งใสโครงสร้างลูกบาศก์.....	4
2.3 แมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนล.....	4
2.4 ความสำคัญของแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนล.....	5
2.5 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนลเปรียบเทียบกับเซรามิกโปร่งใสอื่นๆ .....	6
2.6 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนล .....	8
2.7 การผลิตแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนลแบบโปร่งใส .....	8
2.7.1 วิธีการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก.....	8
2.7.2 วิธีที่ใช้เผาผนึกชิ้นงาน .....	10
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	16

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย .....	19
3.1 สารเคมีวัตถุติดและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	19
3.2 การทดลองเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน .....	20
3.2.1 การเตรียมผงตัวอย่างสำหรับคัดเลือกสูตรผสมในการอัดและเผาผนึก.....	20
3.2.2 การขึ้นรูปชิ้นงาน.....	22
3.2.3 การเผาผนึกชิ้นงาน .....	24
3.3 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ .....	27
3.3.1 ทดสอบการหดตัวของชิ้นงาน .....	27
3.3.2 ทดลองการสูญเสียน้ำหนักหลังเผา .....	27
3.3.3 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน.....	27
3.3.4 ทดสอบการดูดซึมน้ำ.....	28
3.3.5 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....	28
3.3.6 วิเคราะห์ปริมาณธาตุ.....	29
3.3.7 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน.....	29
3.3.8 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค .....	29
3.3.9 วิเคราะห์พฤติกรรมการเผาผนึก .....	30
3.3.10 วิเคราะห์การส่องผ่านของแสง.....	30
3.4 แผนผังการทดลองเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนสำหรับ คัดเลือกสูตร .....	32
3.5 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติหลังเผาผนึกของสูตรที่ถูกคัดเลือก .....	33
3.6 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่ถูกคัดเลือกในสภาวะอัดเย็นทุกทิศทาง ที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึก.....	34
3.7 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่คัดเลือกในสภาวะเผาผนึกแบบอัดร้อน ..	35

3.8 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่คัดเลือกในสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึกแบบอัดร้อน .....	36
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล .....	37
4.1 การวิเคราะห์ผงวัตถุดิบ.....	37
4.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....	37
4.1.2 องค์ประกอบทางเคมี.....	38
4.1.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน.....	42
4.1.4 พื้นที่ผิวจำเพาะของวัตถุดิบ .....	48
4.1.5 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค .....	49
4.2 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ .....	51
4.2.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานสูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ .....	52
4.2.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....	53
4.2.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ .....	54
4.3 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบไนเตรดตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย .....	58
4.3.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานสูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	59
4.3.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....	59
4.3.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	60
4.3.4 พฤติกรรมการเผาผนึกของสูตรผสมต่างๆ.....	65
4.4 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	66

4.4.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดขึ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	67
4.4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส .....	68
4.4.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	69
4.5 ผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง .....	75
4.5.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดขึ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลก่อนเผาผนึก.....	75
4.5.2 สมบัติจากผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่ 1600 องศาเซลเซียส.....	76
4.5.3 สมบัติจากผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่ 1650 องศาเซลเซียส.....	83
4.6 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับการอัดร้อน .....	89
4.6.1 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับการอัดร้อนที่ 1600 องศาเซลเซียส .....	90
4.6.2 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับการอัดร้อนที่ 1650 องศาเซลเซียส .....	95
4.6.3 ความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนล .....	100
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ .....	102
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	102
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	103
รายการอ้างอิง .....	104
ภาคผนวก.....	110
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....	114

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 กลุ่มแร่ที่มีโครงสร้างสปีเนล .....	5
ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบสมบัติของเซรามิกชนิดโปร่งใส.....	6
ตารางที่ 2.3 ผล DTG ของ สารผสมระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรตและ แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต .....	12
ตารางที่ 2.4 ผล DTA ของ สารผสมระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรตและ แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต .....	13
ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้สำหรับการทำวิจัย .....	19
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล TSP-15 ผลวิเคราะห์ โดยบริษัทผู้ผลิต.....	38
ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล TSP-15 วิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF).....	39
ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล S30CR ผลวิเคราะห์ โดยบริษัทผู้ผลิต.....	39
ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล S30CR ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF).....	40
ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลไซต์อะลูมินา TM-DA ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต.....	40
ตารางที่ 4.6 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซีย MO-V20P ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต .....	41
ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซีย MO-V20P ผลวิเคราะห์ด้วย เครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF) .....	41
ตารางที่ 4.8 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต .....	41
ตารางที่ 4.9 องค์ประกอบทางเคมีของผงอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต.....	42
ตารางที่ 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะของผงวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิต.....	48

ตารางที่ 4.11 เส้นผ่านศูนย์กลางของผงวัตถุบดจากบริษัทผู้ผลิต.....	49
ตารางที่ 4.12 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัตถุบดจากภาพถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอน แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 20000 เท่า.....	50
ตารางที่ 4.13 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุบดที่เป็นสารประกอบออกไซด์และ แมกนีเซียมอะลูมิเนตสปิเนลทางการค้า.....	52
ตารางที่ 4.14 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุบดที่เป็นกลุ่มสารประกอบไนเตรดตั้งต้น และกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมกับสปิเนลทางการค้า TSP-15 .....	58
ตารางที่ 4.15 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุบดที่สปิเนลทางการค้า TSP-15 หรือ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน.....	66
ตารางที่ 4.16 สภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1 .....	67
ตารางที่ 4.17 สภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1 สำหรับเปรียบเทียบสภาวะการอัดชิ้นงานที่แตกต่างกัน.....	75
ตารางที่ 4.18 สภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1 สำหรับเปรียบเทียบสภาวะการเผาผนึกกับการอัดร้อน (Hot Pressing ; HP) .....	89



## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ความแตกต่างระหว่างวัสดุโปร่งใสกับวัสดุโปร่งแสง (a) วิธีทดสอบความโปร่งใสและ โปร่งแสงที่ถูกต้อง (b) วิธีทดสอบความโปร่งใสและโปร่งแสงที่ไม่ถูกต้อง.....	3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล .....	5
รูปที่ 2.3 เปรียบเทียบการส่องผ่านของวัสดุ .....	7
รูปที่ 2.4 การขึ้นรูปการอัดความดันทิศทางเดียว.....	9
รูปที่ 2.5 การอัดความดัน ทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง .....	9
รูปที่ 2.6 การรวมตัวของอนุภาคผงเซรามิกระหว่างการเผาผนึก .....	10
รูปที่ 2.7 DTA และ DTG ระหว่างการเผาสารผสมระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) และแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) .....	12
รูปที่ 2.8 แผนภาพเฟสไดอะแกรมระหว่าง $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	14
รูปที่ 2.9 การอัดร้อน .....	15
รูปที่ 2.10 การอัดร้อนทุกทิศทาง.....	16
รูปที่ 3.1 เครื่องอัดความดันทิศทางเดียว.....	23
รูปที่ 3.2 เครื่องอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง.....	23
รูปที่ 3.3 การจัดวางในภาชนะอะลูมิเนียมภายในเตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง .....	25
รูปที่ 3.4 เตาแบบอัดร้อน .....	25
รูปที่ 3.5 การเผาแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ความดัน 40 เมกะพาสคัล .....	26
รูปที่ 3.6 การเผาแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ความดัน 40 เมกะพาสคัล .....	26
รูปที่ 3.7 การทดลองชุดที่ 1 การอัดทิศทางเดียวและเผาผนึกสำหรับคัดเลือกสูตรผสมวัสดุดิบ .....	32
รูปที่ 3.8 การทดลองชุดที่ 2 สภาวะการอัดทิศทางเดียวและเผาผนึก.....	33
รูปที่ 3.9 การทดลองชุดที่ 3 สภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึก .....	34
รูปที่ 3.10 การทดลองชุดที่ 4 สภาวะเผาผนึกแบบอัดร้อน .....	35

รูปที่ 3.11 การทดลองชุดที่ 5 สภาวะเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึกแบบอัดร้อน.....	36
รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงวัตุดิบ .....	38
รูปที่ 4.2 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบ .....	42
รูปที่ 4.3 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า TSP-15 .....	43
รูปที่ 4.4 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR.....	44
รูปที่ 4.5 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบอะลูมินา TM-DA .....	44
รูปที่ 4.6 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบแมกนีเซีย MO-V20P.....	45
รูปที่ 4.7 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบแมกนีเซียโมโนเตรตเฮกซะไฮเดรต .....	46
รูปที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของผงวัตุดิบอะลูมิเนียมโมโนเตรตโนนะไฮเดรต .....	48
รูปที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคของผงวัตุดิบ a) ผงวัตุดิบอะลูมินา TM-DA b) ผงวัตุดิบ แมกนีเซีย MO-V20P c) ผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR d) ผงวัตุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า TSP-15.....	50
รูปที่ 4.10 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12 .....	53
รูปที่ 4.11 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเผาผนึกสูตร OT1 OT6 และ OT12 ตามลำดับ .....	54
รูปที่ 4.12 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12.....	55
รูปที่ 4.13 การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12.....	55
รูปที่ 4.14 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12.....	56
รูปที่ 4.15 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12.....	56
รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลหลัง เผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์.....	57
รูปที่ 4.17 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3..	59
รูปที่ 4.18 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร NT NT2 และ NT3 ตามลำดับ.....	60
รูปที่ 4.19 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3...	61
รูปที่ 4.20 การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3 .....	62

รูปที่ 4.21 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3 .....	62
รูปที่ 4.22 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3.....	63
รูปที่ 4.23 โครงสร้างจุลภาคขนาดเกรนของชิ้นงานแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบ ไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย สูตร NT1 ถึง NT3 .....	64
รูปที่ 4.24 พฤติกรรมการเผาผนึกของผงวัตถุดิบสุตร OT12 OT11 และ NT1.....	65
รูปที่ 4.25 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1.....	68
รูปที่ 4.26 องค์ประกอบทางเฟสในการทดลองที่ 1 และ 2 ชิ้นงานสุตร OT11 OB11 OB12 และ NB1 ตามลำดับ อัลดและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส.....	69
รูปที่ 4.27 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16).....	70
รูปที่ 4.28 การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16) .....	71
รูปที่ 4.29 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16).....	71
รูปที่ 4.30 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16).....	72
รูปที่ 4.31 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมหลัง เผาผนึก 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงในสภาวะที่ 1 และ 2 ตามลำดับ.....	74
รูปที่ 4.32 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกสำหรับเปรียบเทียบสภาวะการอัดชิ้นงานที่ แตกต่างกัน .....	76
รูปที่ 4.33 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17).....	77
รูปที่ 4.34 การหดตัวของชิ้นงานสุตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17) .....	78

รูปที่ 4.35 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17).....	78
รูปที่ 4.36 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17).....	79
รูปที่ 4.37 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17.....	80
รูปที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17.....	81
รูปที่ 4.39 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17.....	82
รูปที่ 4.40 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17).....	83
รูปที่ 4.41 การหดตัวของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17).....	84
รูปที่ 4.42 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17).....	85
รูปที่ 4.43 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17).....	85
รูปที่ 4.44 โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17.....	86

รูปที่ 4.45	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17.....	87
รูปที่ 4.46	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17.....	88
รูปที่ 4.47	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 ถึง 3 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส.....	90
รูปที่ 4.48	การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 3 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส.....	91
รูปที่ 4.49	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18.....	92
รูปที่ 4.50	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18.....	93
รูปที่ 4.51	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18.....	94
รูปที่ 4.52	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 4 ถึง 6 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส.....	95
รูปที่ 4.53	การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 4 ถึง 6 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส.....	96
รูปที่ 4.54	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18.....	97
รูปที่ 4.55	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18.....	98
รูปที่ 4.56	โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18.....	99

รูปที่ 4.57 ค่าการส่องผ่านของแสงของชิ้นงานทุกสูตรสภาวะที่ 2 3 5 และ 6  
 ตามตารางที่ 4.18..... 100

รูปที่ 4.58 ความโปร่งแสงของชิ้นงานสูตรต่างๆ สภาวะที่ 6 ตามตารางที่ 4.18 ..... 101



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เกราะกันกระสุนโปร่งใสเป็นวัสดุที่ออกแบบมาเพื่อให้ความโปร่งใสใช้ในยานยนต์หุ้มเกราะ ป้องกันการก่อการร้าย เกราะกันกระสุนโปร่งใสต้องมีการผิดรูปร่างน้อยที่สุดเมื่อถูกยิงด้วยกระสุน เกราะกันกระสุนโปร่งใสสามารถใช้ในยานยนต์ทางบกและทางอากาศ ในปัจจุบันเกราะกันกระสุนโปร่งใสยังต้องพัฒนาปัจจัยต่างๆ เนื่องจากมีน้ำหนักมาก และ ราคาสูง เมื่อเปรียบเทียบกับการทำงานของเกราะโปร่งใส โดยการผลิตเกราะกันกระสุนโปร่งใสในปัจจุบันนิยมใช้วัสดุที่มีน้ำหนักเบาและให้ประสิทธิภาพการใช้งานสูงขึ้น<sup>[1]</sup>

วัสดุเซรามิกโปร่งใสที่ได้รับความนิยมในปัจจุบัน ได้แก่ เซรามิกใสผลึกเดี่ยว แซฟไฟร์ซึ่งมีองค์ประกอบเป็นอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) เซรามิกใสผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $MgAl_2O_4$ ) และ อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ (ALON) วัสดุเหล่านี้เป็นวัสดุที่ใช้ทำเกราะกันกระสุนโปร่งใสในปัจจุบัน โดยเมื่อเปรียบเทียบกับทั้ง 3 วัสดุพบว่า แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์มีความได้เปรียบแซฟไฟร์และ อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ คือ มีการส่องผ่านเท่ากันทุกทิศทาง (optical isotropy) และเสถียรที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูง น้ำหนักเบาและมีสมบัติการส่องผ่านคลื่นแสงในช่วงกว้าง (broadband optical properties) ทำให้เป็นวัสดุสำหรับทำเกราะโปร่งใส<sup>[2]</sup>

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ผลึกใสสามารถเตรียมได้จากวัตถุดิบต่างกัน ได้แก่ ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า สารประกอบออกไซด์ เช่น แมกนีเซีย อะลูมินา เกลืออนินทรีย์ เช่น แมกนีเซียไนเตรตเฮกซะไฮเดรต อะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต แมกนีเซียมคลอไรด์ อะลูมิเนียมคลอไรด์ และสารประกอบอื่นๆ สำหรับสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ จากรายงานทางวิชาการพบว่าการเตรียมชิ้นงานเซรามิกสปีเนล 2 รูปแบบ คือ 1) ใช้วัตถุดิบเป็นผงสปีเนลที่ได้จากทางการค้าที่มีเกรนละเอียด หรือสังเคราะห์ผงสปีเนลโดยวิธีทางเคมีและ 2) เตรียมโดยผสมผงแมกนีเซียและอะลูมินาแล้วเผาผนึกแบบให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างเผา (reaction sintering) ได้เป็นชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ความหนาแน่นของวัตถุดิบหลังขึ้นรูป ความพรุนตัวหลังเผา เป็นปัจจัยสำคัญส่งผลต่อความโปร่งใส วัตถุดิบที่ผสมและผ่านตะแกรงคัดขนาดแล้วนิยมอัดขึ้นรูปอัดความดันทุกทิศทางและควบคุมความดัน อุณหภูมิเผา โดยจากรายงานมีเทคนิคการเผาหลายวิธี ในปัจจุบันเทคนิคที่นิยมใช้สำหรับการขึ้นรูปเผาชิ้นงาน ได้แก่ การอัดร้อน การอัดร้อนทุกทิศทางและการสปาร์กพลาสมา

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาผลของการผสมผงวัตถุบดตั้งต้นของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์กับการค้ากับแมกนีเซียมและอะลูมินาจากสารตั้งต้นในรูปของออกไซด์และไนเตรต โดยกระบวนการเผาแบ่งเป็น 2 แบบคือ 1) เเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาการเผาบางส่วน จนได้ความหนาแน่นสัมพัทธ์เบื้องต้นสูงกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของความหนาแน่นทางทฤษฎีจากนั้นทำการอัดเย็นทุกทิศทางสำหรับเผาแบบอัดร้อนเพื่อให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงขึ้นจนโปร่งใสโดยวิเคราะห์เปรียบเทียบชนิดผงวัตถุบด ความดัน และอุณหภูมิ ตรวจสอบสมบัติก่อนและหลังเผา ได้แก่ การหดตัว การสูญเสีย น้ำหนักหลังเผาผนึก ความหนาแน่น การดูดซึมน้ำ องค์ประกอบเฟส โครงสร้างจุลภาค และค่าการส่องผ่านของแสง

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาผลของการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์กับแมกนีเซียมและอะลูมินา ที่ใช้สารเคมีตั้งต้นในรูปของออกไซด์ และสารประกอบไนเตรต ในการเตรียมเซรามิกใสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. เตรียมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ผงผลึกใสโดยการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาการเผาบางส่วนและศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติต่างๆ ได้แก่ การหดตัว น้ำหนักที่หายไปหลังผ่านการเผา การดูดซึมน้ำและ ความหนาแน่น

2. ศึกษาภาวะการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เหมาะสมในสภาวะเผาผนึกในอากาศ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง สภาวะอัดเย็นทุกทิศทาง 250 และ 300 เมกะพาสคัลตามด้วยเผาผนึกในอากาศ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง สภาวะอัดร้อนในสุญญากาศ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงและสภาวะอัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลตามด้วยอัดร้อนในสุญญากาศ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส

3. ศึกษาอิทธิพลของการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์กับแมกนีเซียมและอะลูมินา ที่ใช้สารเคมีตั้งต้นในรูปของออกไซด์ และสารประกอบไนเตรต ที่มีต่อสมบัติและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ผงผลึกที่มีความโปร่งใสสูง



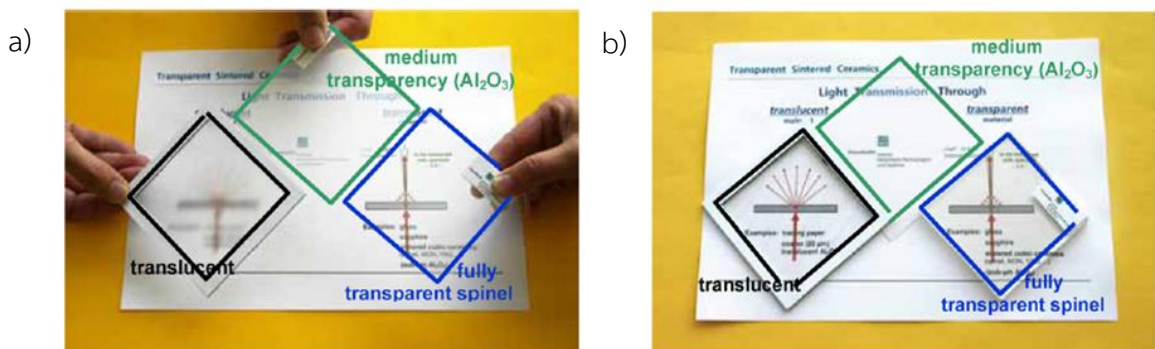
## บทที่ 2

### ปริทัศน์วรรณกรรม

#### 2.1 เซรามิกโปร่งใส

เซรามิกโปร่งใสเป็นส่วนประกอบของยุทธภัณฑ์ที่ทันสมัยหลายชนิด ได้แก่ โคมป้องกันเซ็นเซอร์และหน้าต่างมัลติสเปกตรัม (multi-spectrum windows) โดยแซฟไฟร์เป็นวัสดุเซรามิกโปร่งใสใช้อย่างแพร่หลาย แต่การผลิตแซฟไฟร์มีค่าใช้จ่ายสูงเนื่องจากกระบวนการผลิตใช้อุณหภูมิที่สูงและต้องบดในปริมาณมากสำหรับสังเคราะห์เป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) จึงมีการผลิตเซรามิกโปร่งใสซึ่งต้นทุนต่ำโดยพัฒนาผงวัตถุดิบและกระบวนการทางเทคนิค โดยใช้ผงวัตถุดิบที่คุณภาพสูงสำหรับผลิตเซรามิกโปร่งใสพหุผลึกที่มีคุณสมบัติทางการส่องผ่านของแสงสูงในช่วง UV-IR ซึ่งมีช่วงของการส่องผ่านกว้างกว่าแซฟไฟร์ โดยช่วงการส่องผ่านที่กว้างเป็นประโยชน์สำหรับใช้เป็นส่วนประกอบในโดมชีปนาวุธได้ นอกจากนี้เซรามิกโปร่งใสพหุผลึกยังมีคุณสมบัติอื่นๆ เช่น มีความต้านทานการขีดสีและความแข็งแรงสูงมาก<sup>[3]</sup> โดยเซรามิกโปร่งใสจะต้องมีความหนาแน่นสูงและความพรุนตัวต่ำกว่า 0.1% โดยขนาดของรูพรุนควรมีขนาดเล็กที่สุดเท่าที่เป็นไปได้ (<100 นาโนเมตร) ที่สำคัญเซรามิกโปร่งใสจะต้องเป็นวัสดุที่มีเฟสเดียว<sup>[4]</sup>

การตรวจสอบความโปร่งใสและความโปร่งแสง (transparent and translucent performance) ที่ถูกต้องคือทำการเว้นระยะระหว่างวัสดุที่ต้องการตรวจสอบกับภาพพื้นหลัง โดยหากวัสดุมีความโปร่งใสภาพพื้นหลังที่ปรากฏจะชัดเจน แต่วัสดุโปร่งแสงภาพพื้นหลังที่ปรากฏจะไม่ชัดเจนดังรูปที่ 2.1 (a) ขณะที่ รูปที่ 2.1 (b)<sup>[5]</sup> เป็นวิธีตรวจสอบซึ่งไม่ถูกต้องคือทำการวางวัสดุที่ต้องการตรวจสอบบนภาพพื้นหลัง โดยวัสดุโปร่งใสและวัสดุโปร่งแสงอาจมีภาพพื้นหลังที่ปรากฏชัดเจนเหมือนและบ่อยครั้งพบว่ามีการวิจัยและสิ่งพิมพ์ทั่วโลกทดสอบความโปร่งใสที่ผิดวิธี<sup>[6]</sup>



รูปที่ 2.1 ความแตกต่างระหว่างวัสดุโปร่งใสกับวัสดุโปร่งแสง (a) วิธีทดสอบความโปร่งใสและโปร่งแสงที่ถูกต้อง (b) วิธีทดสอบความโปร่งใสและโปร่งแสงที่ไม่ถูกต้อง

## 2.2 เซรามิกโปร่งใสโครงสร้างลูกบาศก์

เซรามิกใสโครงสร้างลูกบาศก์ (cubic) จะไม่เกิด birefringence เนื่องจาก lattices และไม่เกิดการสูญเสียจากการกระเจิงของแสง ที่ส่งผลต่อการส่องผ่านของแสงได้สูง วัสดุในกลุ่มลูกบาศก์ที่น่าสนใจสำหรับประยุกต์ใช้ ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ (ALON)<sup>[7]</sup> แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sup>[8]</sup> อิตเทรียมออกไซด์ (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sup>[9]</sup> การ์เน็ต Y-Al (“YAG”- 1.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2.5Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sup>[10]</sup> เซอร์โคเนีย (ZrO<sub>2</sub>)<sup>[11]</sup> นอกจากความโปร่งใสแล้ววัสดุเซรามิกโปร่งใสต้องมีความแข็งสูงเนื่องจากใช้สำหรับผลิตเกราะกันกระสุน ซึ่งสารในกลุ่มอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์และกลุ่มแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ได้รับความนิยมนอย่างมาก โดยสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สามารถหาซื้อได้ง่ายกว่าสารตั้งต้นอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์และการผลิตเซรามิกโปร่งใสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สามารถผลิตในสถานะเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำกว่าเซรามิกโปร่งใสอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ เนื่องจากกระบวนการผลิตและการจำหน่ายอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์มีปัญหาเกี่ยวกับสิทธิบัตรของบริษัท Raytheon<sup>[12]</sup> ทำให้อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์มีราคาแพงกว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ นอกจากนี้แสงสามารถส่องผ่านเซรามิกโปร่งใสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ในช่วงความยาวคลื่นแสงกว้างกว่าเซรามิกโปร่งใสอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ ทำให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เป็นวัสดุที่น่าสนใจมากกว่าอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์<sup>[13]</sup>

## 2.3 แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์

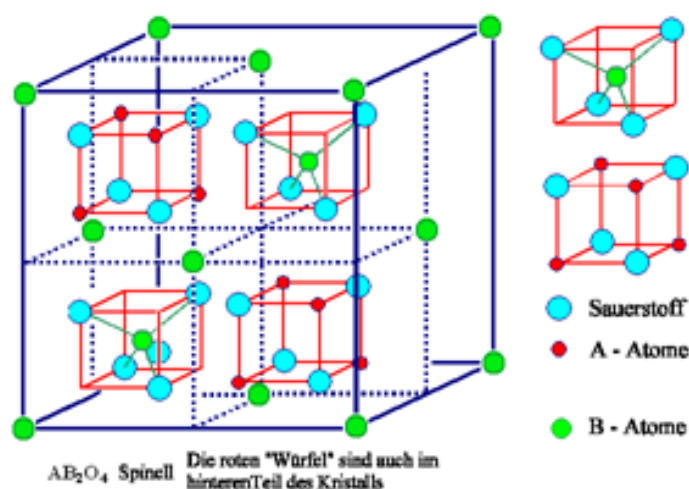
การเกิดสปีเนลตามธรรมชาติโดยปกติจะเกิดที่อุณหภูมิสูงในหินแปร (metamorphic rock) โดยเป็นแร่ซึ่งแทรกตัวอยู่กับโลหะแต่ไม่ใช่โลหะ สารกลุ่มนี้มีองค์ประกอบโดยทั่วไปคือ AB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> โดย A เป็นโลหะไดวาเลนต์มีเลขออกซิเดชัน +2 คือ Mg B เป็นโลหะไตรวาเลนต์เลขออกซิเดชัน +3 คือ Al<sup>[14]</sup> องค์ประกอบทางเคมีคือ MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>[8]</sup>

แร่สปีเนลมีสูตรทั่วไปคือ AB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ในสูตรนี้ A เป็นโลหะไอออนบวกให้ประจุ +2 และ B เป็นโลหะไอออนบวกให้ประจุ +3 กลุ่มโครงสร้างสปีเนลที่พบบ่อยดังตารางที่ 2.1<sup>[15]</sup>

โดยผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์จัดอยู่ในกลุ่มลูกบาศก์ออกซิเจนไอออนเกิดเป็นแบบ face-centered cubic (FCC) ไอออนของแมกนีเซียม (Mg) อยู่ในตำแหน่งของ tetrahedral และไอออนของอะลูมิเนียม (Al) อยู่ในตำแหน่งของ octahedral และมีไอออนของออกซิเจน 32 ไอออน อะลูมิเนียมในตำแหน่ง octahedral 16 ไอออน และแมกนีเซียมในตำแหน่ง tetrahedral 8 ไอออน ใน 1 ยูนิตเซลล์<sup>[16]</sup> ดังรูปที่ 2.2

ตารางที่ 2.1 กลุ่มแร่ที่มีโครงสร้างสปิเนล

Mineral	Formula	A	B
Spinel	$MgAl_2O_4$	Mg	Al
Magnetite	$Fe^{2+}O \cdot Fe^{3+}_2O_3 = Fe_3O_4$	$Fe^{2+}$	$Fe^{3+}$
Choursomite	$FeCr_2O_4$	$Fe^{2+}$	$Cr^{3+}$



รูปที่ 2.2 โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

## 2.4 ความสำคัญของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

เซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลใช้ทำวัสดุทนไฟสำหรับใช้งานที่อุณหภูมิสูงเนื่องจากจุดหลอมเหลวสูง มีความแข็งแรงเชิงกลที่ดีและต้านทานต่อสารเคมี โดยแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลสามารถเข้ากันได้กับอะลูมินา เซอร์โคเนียและมุลไลต์ ดังนั้นเฟสสปิเนลจึงเหมาะสำหรับเป็นเซรามิกคอมโพสิตเมทริกซ์สปิเนลซึ่งมีการประยุกต์ใช้สำหรับทำวัสดุทนไฟโซลเผาของเตาเผาซีเมนต์แบบหมุน ทำผนังพื้นล่างและใช้ตรวจสอบการทำงานของเครื่องกำเนิดไฟฟ้าในเตาหลอมแก้วซึ่งทนทานต่อการกัดกร่อนโดยตะกั่ว เมทริกซ์จะมีแมกนีเซียม (Magnesia rich) หรืออะลูมินามาก (Alumina rich) นั้นขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและสิ่งแวดล้อมในการเผา ซึ่งปริมาณ Mg และ Al มากเป็นสิ่งที่จำเป็นมากสำหรับนำไปใช้งานเป็นวัสดุทนไฟ ใช้ในอุปกรณ์ไฟฟ้าและแบตเตอรี่เป็นแหล่งพลังงานสำหรับอุปกรณ์พกพาทางโทรคมนาคม<sup>[15]</sup> ใช้ในอุปกรณ์เซรามิกคอนดักเตอร์สำหรับในเซลล์แสงอาทิตย์และยังใช้ในงานทางชีวภาพ

แมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลโปร่งใสใช้ทำเกราะใสสำหรับยานยนต์ โคมไฟป้องกันระบบชิปนาฬิกาเนื่องจากความแข็งแรงและแสงส่องผ่านโคมไฟในช่วงอินฟราเรดซึ่งมีความจำเป็นสำหรับใช้

เล็งชีพนาวุธ โดยวัสดุใส่อื่นๆ เช่น ผลึกซิลิคอนไม่แข็งแรงแลลแสงไม่สามารถส่องผ่านในช่วอินฟารเรดได้ ขณะที่แซฟไฟร์มีข้อจำกัดด้านการส่องผ่านของแสง ที่ความยาวคลื่นแสงไม่เกิน 5 ไมครอน ขณะที่สปีเนลมีการส่องผ่านของแสงถึงความยาวคลื่น 6 ไมครอนและไม่ได้เกิดการสูญเสียสมบัติเชิงกล แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลใส่ยังสมารถใช้ทำเสาอากาศโฟโตโตนิกในเรือดำน้ำแทนวัสดุที่ทำจากแก้วและผลึกเจอร์มาเนียม โดยแสงสามารถส่องผ่านในช่วแสงปกติ (visible) และช่วกลางของอินฟารเรด (midinfrared) วัสดุพหุผลึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลโพร่งใส่สมารถลดค่าใช้จ่ายในการซ่อมบำรุงเพิ่มอายุการใช้งาน นอกจากนี้สมารถใช้เลนส์สำหรับผลิตเลเซอร์พลังงานสูงซึ่งถูกพัฒนาขึ้นเพื่อใช้ในระบอบอาวุธ เนื่องจากมีความทนทาน ความแข็งแรงแลลสมารถลดความหนาและน้ำหนักในการใช้งาน <sup>[17]</sup>

## 2.5 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเปรียบเทียบกับเซรามิกโพร่งใส่อื่นๆ

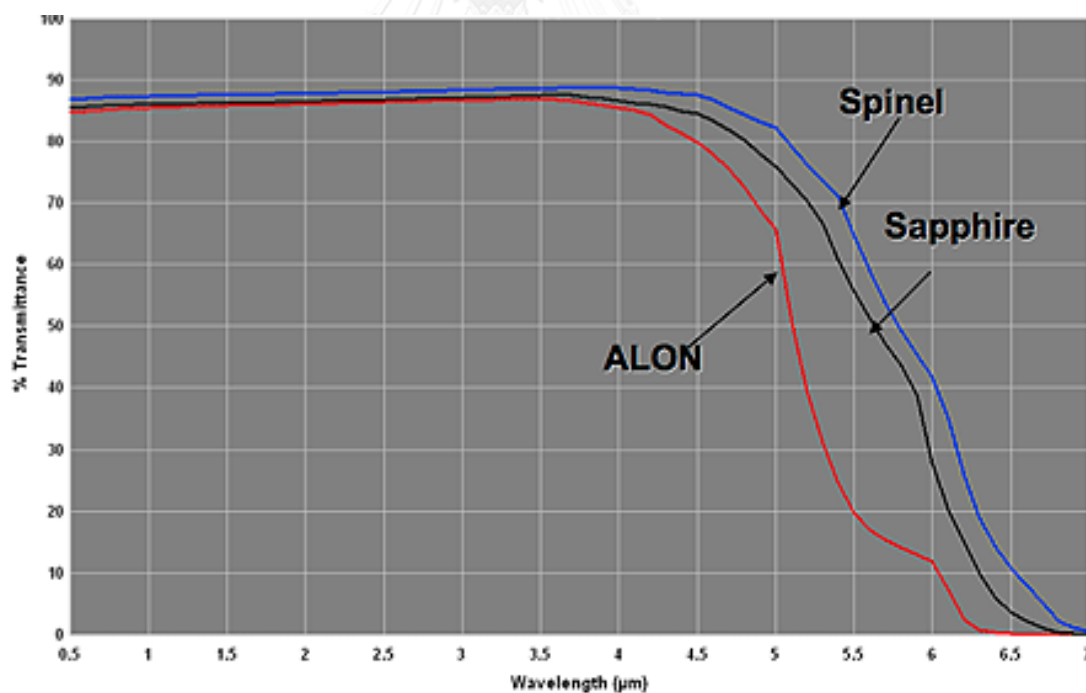
เซรามิกโพร่งใส่มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เป็นส่วนประกอบของยุทธภัณฑ์ หรือเป็นส่วนหนึ่งของหน้าต่างใส่และโดมใส่ วัสดุที่สามารถประดิษฐ์เซรามิกโพร่งใส่ได้ เช่น แซฟไฟร์ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล แมกนีเซียมฟลูออไรด์ อะลูมิเนียมออกซิไนไตรต์ อะลูมิเนียมไนโอเบต และ อะลูมินาอนุภาคระดับนาโนเมตร <sup>[18]</sup> โดยแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเป็นวัสดุโพร่งใส่ที่มีลักษณะเด่นคือสังเคราะห์ง่ายมีสมบัติเชิงกลดีและความโพร่งใส่ในความยาวคลื่นแสงช่ว 0.2-6 ไมครอนดังตารางที่ 2.2 <sup>[19]</sup>

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบสมบัติของเซรามิกชนิดโพร่งใส่

Property	Sapphire	AlON	Spinel
Density (g/cm <sup>3</sup> )	3.985	3.71	3.57
Hardness, HV	1600-1800	1550-1760	1300-1400
Young's modulus (GPa)	410	334	277
T <sub>m</sub> , °C	2050	2165	2135
Transparency	0.2-5µm		0.2-6µm
Electrical band gap (eV)	10	6	-
Tensile strength (MPa)	250-400	300	280

ข้อดีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลที่เหนือกว่า อะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ และแซฟไฟร์ คือสามารถหาซื้อผงวัตถุดิบได้ง่ายกว่าเพราะมีการผลิตและจำหน่ายในเชิงพาณิชย์อย่างเสรีและแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลมีสมบัติการส่องผ่านแสงที่ดีเยี่ยมในช่วงความยาวคลื่นแสงที่ตามองเห็นและกึ่งกลางของช่วงแสงอินฟราเรด (4.8 ไมครอน) ซึ่งเหนือกว่าแซฟไฟร์และอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่ไม่สามารถส่องผ่านความยาวคลื่นแสงช่วงอินฟราเรดได้ ขณะที่แซฟไฟร์มีสมบัติด้านความแข็งดีที่สุด แต่การขึ้นรูปยากเนื่องจากเป็นผลึกเดี่ยวใช้เวลาในกระบวนการผลิตมากที่สุดและใช้ต้นทุนการผลิตที่สูง<sup>[1]</sup>

จากรูปที่ 2.3 แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลใสเป็นวัสดุที่แสงส่องผ่านในช่วงกลางความยาวคลื่นอินฟราเรด (IR)<sup>[20]</sup> มีความโปร่งใสควบคู่กับความแข็งสูงและมีความต้านทานการกัดกร่อนสูงทำให้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลเป็นวัสดุที่ดีเยี่ยมสำหรับใช้ในหน้าต่างเพื่อป้องกันเซ็นเซอร์ ใช้ในอากาศยาน เช่น หัวขีปนาวุธ หน้าต่างสำหรับรถถัง รถเกราะ แวนตา หน้าต่างป้องกันเรดาร์ อุปกรณ์สื่อสาร และประยุกต์ใช้ในรูปแบบอื่นๆ และใช้งานในเชิงพาณิชย์ต้องมีค่าดัชนีหักเหมีค่า 1.71 และดัชนีหักเหมีค่า 1.64 สปิเนลมีการส่องผ่านของแสงที่ดีกว่าอะลูมิเนียมออกไซด์ในไตรด์ แซฟไฟร์<sup>[21]</sup>



รูปที่ 2.3 เปรียบเทียบการส่องผ่านของวัสดุ

## 2.6 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

เทคนิคในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เป็นที่นิยมกันทั่วไปมักเริ่มจากวัตถุดิบ 3 กลุ่มดังต่อไปนี้

1. ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลสำเร็จรูปทางการค้า (Commercial Magnesium Aluminate spinel powders) คือผงสปิเนลที่ผลิตจากบริษัทผู้ผลิต การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลในระดับอุตสาหกรรมนิยมใช้สารผสม แมกนีเซียและอะลูมินา ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีโซลเจล (sol-gel method) วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) วิธีการผสมเกลือหลอมเหลว (molten salt synthesis method) โดยวิธีที่นิยมสำหรับสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลคือการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid-state reaction)<sup>[22]</sup>

2. สังเคราะห์ผงสปิเนลโดยวิธีทางเคมีขึ้นเองในห้องปฏิบัติการแล้วจึงนำไปขึ้นรูปโดยนำมาขึ้นรูปและเผาผนึก

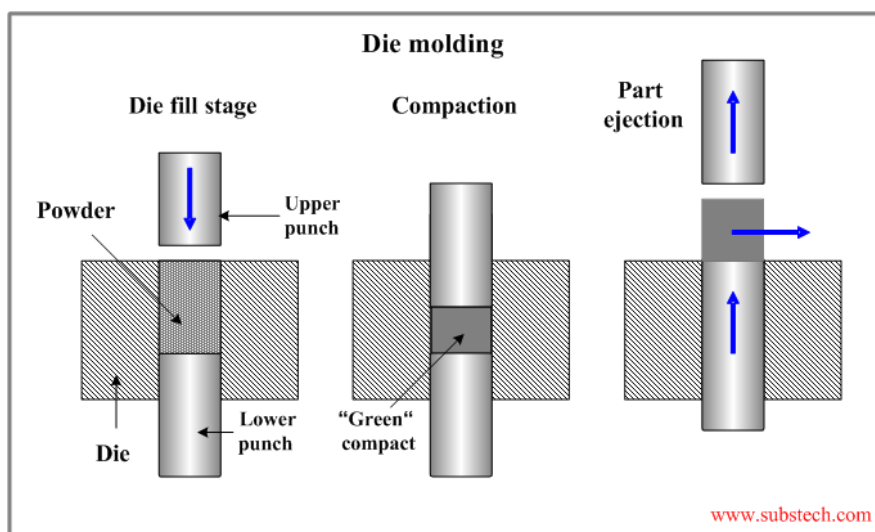
3. ผงวัตถุดิบสำหรับเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา (reaction sintering) คือ การใช้สารตั้งต้นที่ เช่น แมกนีเซียมและอะลูมิเนียมในรูปสารประกอบกลุ่ม ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ ไนเตรต คาร์บอนेट เป็นต้น สำหรับขึ้นและเผาผนึกให้ได้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่มีความหนาแน่นสูง

## 2.7 การผลิตแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลแบบโปร่งใส

### 2.7.1 วิธีการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก

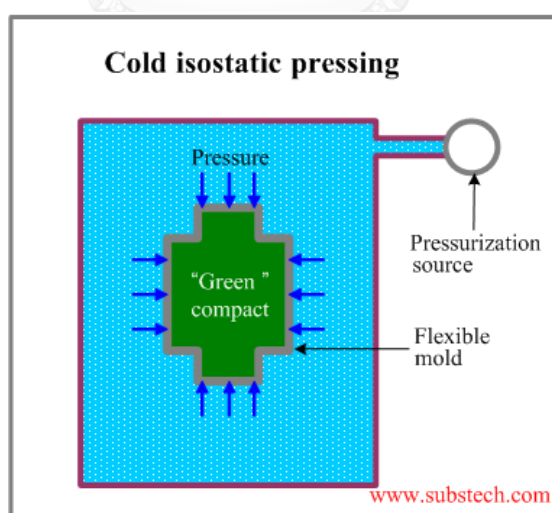
การขึ้นรูปมีความสำคัญต่อสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล การขึ้นรูปชิ้นงานดิบที่มีประสิทธิภาพจะทำให้ชิ้นงานมีรูปร่างและขนาดตรงตามความต้องการ พร้อมกับความหนาแน่นของชิ้นงานดิบที่สูง<sup>[13]</sup> ปัจจุบันการขึ้นรูปที่นิยม ได้แก่ การอัดความดันทิศทางเดียว (uniaxial pressing) การอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง (Cold Isostatic Pressing, CIP) และการหล่อแบบเจล (Gel casting)<sup>[23]</sup> โดยการอัดความดันทิศทางเดียว การอัดความดันทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องเป็นวิธีที่ใช้อย่างกว้างขวางเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายและสามารถใช้แรงดันในการอัดสูง

การอัดความดันทิศทางเดียว<sup>[24]</sup> แบ่งเป็น 3 ขั้นตอนคือ บรรจุผงลงแบบ อัดผงขึ้นงาน นำชิ้นงานออกจากแบบดังรูปที่ 2.4 โดยชิ้นงานจะได้รับแรงดันในแนวตั้ง ซึ่งความสม่ำเสมอของแรงอัดบนชิ้นงานขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ความสม่ำเสมอขนาดผงวัตถุดิบ ความทั่วถึงของการสารผสม และความชื้น ความที่ถึงและการกระจายตัวของผงวัตถุดิบภายในแท่นอัด เป็นต้น



รูปที่ 2.4 การขึ้นรูปการอัดความดันทิศทางเดียว

สำหรับการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง<sup>[24]</sup> หรือ CIP จะดำเนินการที่อุณหภูมิห้อง โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการอัดทิศทางเดียวบรรจุในถุงพอลิเอทิลีน โดยอัดแรงดันผ่านตัวกลางที่เป็นของเหลว ซึ่งอาจเป็นน้ำหรือน้ำมันไฮดรอลิก โดยชิ้นงานจะได้รับแรงดันเท่ากันทุกจุดดังรูปที่ 2.5 และมีความหนาแน่นสม่ำเสมอและใกล้เคียงกันทั่วทั้งชิ้นงาน การอัดเย็นทุกทิศทาง 1 ครั้งสามารถทำได้หลายชิ้นงานและใช้เวลาขึ้นรูปน้อย



รูปที่ 2.5 การอัดความดัน ทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง

หลังจากทำการอัดขึ้นรูปชิ้นงานต้องนำชิ้นงานที่อัดแล้วทำการเผาผนึก แต่แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเป็นวัสดุที่มีจุดหลอมเหลวสูงถึง 2135 องศาเซลเซียส<sup>[25]</sup> เพื่อให้แมกนีเซียม

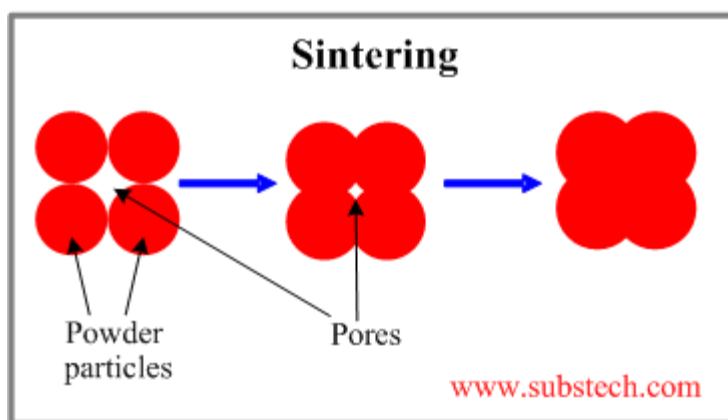
อะลูมิเนียมสปีเนลเกิดความโปร่งใส พงวัตถุติบที่ใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง และควรจะมีขนาดเกรนหลังเผาที่เล็ก ดังนั้นเราจึงควรใช้ผงที่มีขนาดระดับนาโนเมตรเพื่อช่วยให้เผาที่อุณหภูมิต่ำลงและเพื่อที่จะจำกัดการโตของเกรน แต่ผงที่มีขนาดระดับนาโนเมตรจะมีการ agglomerate ที่สูง<sup>[26]</sup> นอกจากนี้เรายังสามารถควบคุมขนาดเกรนหลังเผาได้โดยการใช้เทคนิคพิเศษในการเผา เช่น การอัดร้อน (Hot Pressing ; HP) อัดร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Pressing ; HIP) และสปาร์กพลาสมา (Spark Plasma Sintering ; SPS)<sup>[4]</sup> ได้แสดงในหัวข้อ 2.7.2

### 2.7.2 วิธีที่ใช้เผาผนึกชิ้นงาน

การเผาผนึก (Sintering) เป็นวิธีการที่เกี่ยวข้องกับการรวมตัวของอนุภาคของผงเซรามิกด้วยความร้อนทำให้อนุภาคอัดแน่นที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลว เมื่ออนุภาคที่แยกกันเกิดการแพร่ (กระบวนการส่งผ่านอะตอมของสารที่แตกต่างกันส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมี) ไปยังอนุภาคผงข้างเคียงดังรูปที่ 2.6

แรงผลักดันของกระบวนการเผาผนึกคือการลดพลังงานจากพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากความดันไอระหว่างของแข็ง (vapour-solid interfaces) การกระจายรูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงานอัดลดลงจากก่อนเผา (green compact) หรือแม้กระทั่งการปิดของรูพรุนทำให้เกิดการบีบอัดเป็นส่วนหนึ่งของการปรับปรุงสมบัติเชิงกล

การลดรูพรุนที่เกิดจากกระบวนการเผาจะถูกกำหนดโดยระดับของรูพรุนเริ่มต้นชิ้นงานอัดก่อนเผาผนึก อุณหภูมิการเผาผนึกและเวลา หากต้องการองค์ประกอบของเหลวจากการเผา (liquid phase sintering) จะต้องเพิ่มอุณหภูมิเผาผนึก โดยการเผาเซรามิกออกไซด์บริสุทธิ์ต้องใช้เวลาค่อนข้างนานและอุณหภูมิสูงเพราะจะเกิดการแพร่ในสถานะของแข็งได้ทั่วถึง<sup>[27]</sup>



รูปที่ 2.6 การรวมตัวของอนุภาคผงเซรามิกระหว่างการเผาผนึก



จากการศึกษาพบว่าวิธีการเผาผนึกสารตั้งต้นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบ่งสารตั้งต้นเป็น 3 กลุ่ม

2.7.2.1 การเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลบริสุทธิ์ คือ การนำชิ้นงานทำการเผาผนึกเพื่อเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวสูงขึ้น ทำให้และเกิดการ densification ช่วยลดรูพรุนภายในชิ้นงาน โดยในการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลใช้นิยามใช้

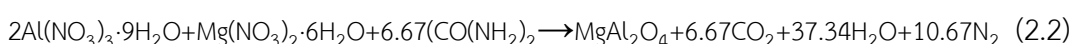
จากงานวิจัยของ ปรเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์<sup>[13]</sup> แสดงผลการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR และ TSP-20 ชิ้นงานในอากาศที่อุณหภูมิ 1430 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงถึง 1650 องศาเซลเซียส 120 นาที พบว่าที่ 1600 องศาเซลเซียส 120 นาทีถึง 1650 องศาเซลเซียส 30 60 และ 120 นาทีตามลำดับ มีความหนาแน่นสูงที่สุดและมีค่าใกล้เคียงกันที่มากกว่า 99.4 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี แสดงให้เห็นชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลสามารถเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ความหนาแน่นหลังเผาผนึกสูงใกล้เคียงค่าทางทฤษฎี

2.7.2.2 การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา คือ แมกนีเซียมและอะลูมิเนียมในรูปสารประกอบกลุ่ม ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ ไนเตรต คาร์บอเนต เป็นต้น โดยทำการผสมและทำการเผาผนึก ซึ่งได้ชิ้นงานเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลและมีความหนาแน่นสูง<sup>[18]</sup> ตัวอย่างการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลโดยการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยามีดังนี้

การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาส่วนใหญ่ใช้สารตั้งต้น อะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และแมกนีเซีย ( $MgO$ ) ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล สำหรับเผาผนึกให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีความหนาแน่นสูง ดังสมการที่ 2.1<sup>[28]</sup>



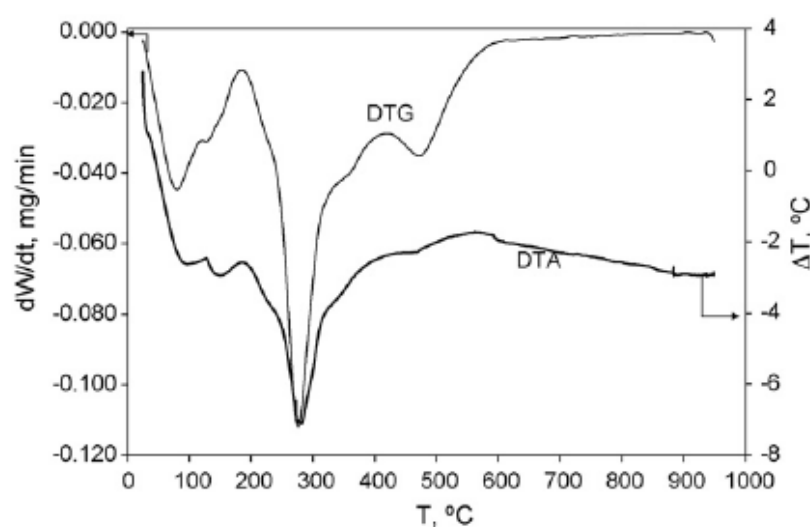
นอกจากนี้มีการใช้สารตั้งต้นชนิดอื่นในกลุ่มอะลูมินาและกลุ่มแมกนีเซียในองค์ประกอบ คือ อะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต ( $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ) ต่อแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ( $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ) โดยผสมในอัตราส่วนเป็น 2:1 โดยโมล ใช้ยูเรีย ( $CO(NH_2)_2$ ) เป็นตัวทำละลายสำหรับเผาผนึกให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีความหนาแน่นสูง ดังสมการที่ 2.2<sup>[29]</sup>



โดยมีการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยวิธี Differential Thermal Analysis (DTA) เพื่อวิเคราะห์ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างให้ความร้อน อุณหภูมิของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงในลักษณะ

การดูด (Endothermic) หรือการคายความร้อน (Exothermic) นอกจากนี้มีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (DTG) คือ อัตราการสูญเสียมวลที่อุณหภูมิต่างๆ ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรตและแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต<sup>[30]</sup> ดังรูปที่ 2.7

ผล DTG และ DTA จากการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรตและแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตระหว่างอุณหภูมิ 0 ถึง 1000 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.7 ทำการอธิบายผลดังตารางที่ 2.3 และ 2.4



รูปที่ 2.7 DTA และ DTG ระหว่างการเผาผลาญระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) และแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

ตารางที่ 2.3 ผล DTG ของ สารผสมระหว่างอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรตและแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต

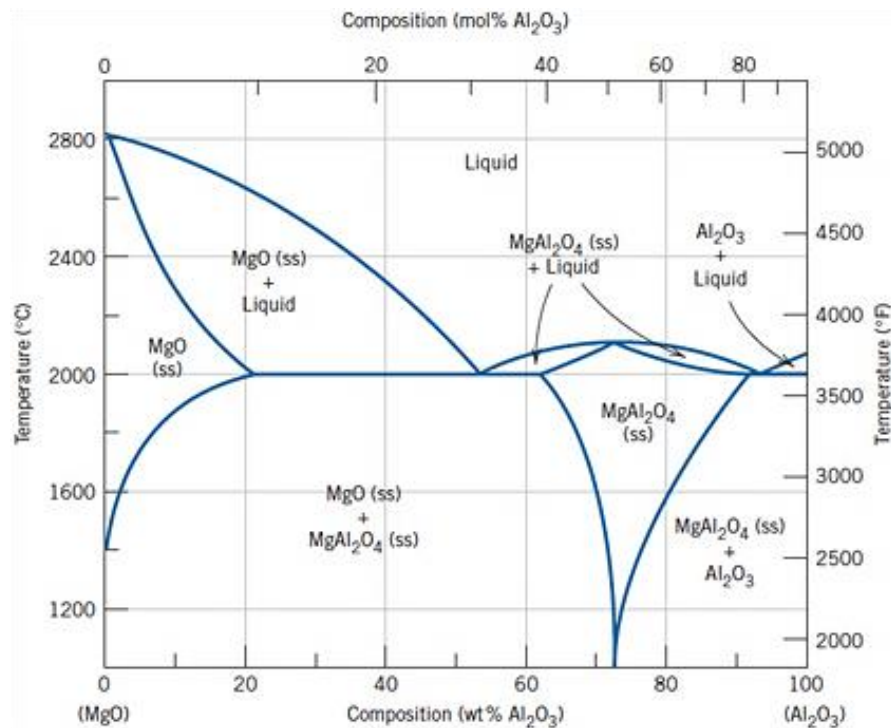
อุณหภูมิ (°C)	ปฏิกิริยา	ผลของปฏิกิริยา
83-133	ดูดความร้อน	การระเหยของน้ำอิสระ
187-230	คายความร้อน	มีการระเหยน้ำผลึกของ meixnerite ( $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{18} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) และเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก bayerite ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) เป็น bohemite ( $\text{AlO}(\text{OH})$ ) <sup>[31]</sup>
280	ดูดความร้อน	เกิดการ decomposition ของ $\text{MgAl}_2(\text{OH})_8$
350-380	คายความร้อน	เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก bohemite ( $\text{AlO}(\text{OH})$ ) เป็น $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
476	ดูดความร้อน	เกิดปฏิกิริยาการกำจัดหมู่ -OH (dehydroxylation) ของ meixnerite ( $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{18} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )

จากตารางที่ 2.4 พบว่ากราฟ DTA รูปที่ 2.4 เริ่มเกิดการก่อดัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 884 องศาเซลเซียส ขณะที่งานวิจัยของ Li, J.G. และคณะแสดงว่าเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 835 องศาเซลเซียส<sup>[32]</sup> ซึ่งมีอุณหภูมิใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่าการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาจะส่งผลต่อการเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากสารตั้งต้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป

ตารางที่ 2.4 ผล DTA ของ สารผสมระหว่างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

อุณหภูมิ (°C)	ปฏิกิริยา	ผลของปฏิกิริยา
25-150	ดูดความร้อน	การระเหยของน้ำอิสระ
190-236	คายความร้อน	มีการระเหยน้ำผลึกของ meixnerite ( $Mg_6Al_2(OH)_{18} \cdot 4H_2O$ ) และเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก bayerite ( $Al(OH)_3$ ) เป็น bohemite ( $AlO(OH)$ ) <sup>[31]</sup>
280	ดูดความร้อน	เกิดการ decomposition ของ $MgAl_2(OH)_8$
330-436	คายความร้อน	เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก bohemite ( $AlO(OH)$ ) เป็น $\gamma-Al_2O_3$
475	ดูดความร้อน	เกิดปฏิกิริยาการกำจัดหมู่ -OH (dehydroxylation) ของ meixnerite ( $Mg_6Al_2(OH)_{18} \cdot 4H_2O$ )
884	คายความร้อน	เริ่มเกิดการก่อดัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

แผนภาพเฟสไดอะแกรมระหว่าง  $MgO-Al_2O_3$ <sup>[33]</sup> ดังรูปที่ 2.8 พบว่าเมื่อผสมอะลูมินาต่อแมกนีเซียในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล (หรือ 0.395:1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) พบว่าจะเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิประมาณ 1000 ถึง 2100 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง โดยความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นเป็นอีกปัจจัยที่สำคัญในการผลิตผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ปัจจุบันการผลิตผงสปีเนลทางการค้าที่มีความบริสุทธิ์สูงนิยมใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียและอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูงเป็นสารตั้งต้น<sup>[19]</sup>



รูปที่ 2.8 แผนภาพเฟสไดอะแกรมระหว่าง MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

จากงานวิจัยของ Ganesh, I และคณะ<sup>[34]</sup> ได้ทำการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา โดยใช้สารตั้งต้นผสมอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ แมกนีเซียมและอะลูมิเนียมคลอไรด์ อัตราทิศทางเดียว 196 เมกะพาสคัลเผาผนึกเปรียบเทียบกันที่อุณหภูมิ 1500 1550 และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลและมีความหนาแน่นสูงกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิอื่นๆมาก ซึ่งความหนาแน่นใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี โดยมีความพรุนปรากฏ (apparent porosity) ต่ำที่สุด

จากการทดลองของ Sarkar, R. และคณะได้ทำการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา โดยใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียมและอะลูมินาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ทำการอัตราทิศทางเดียวที่ความดัน 100 เมกะพาสคัลและเปรียบเทียบอุณหภูมิเผาผนึกชิ้นงานที่ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าความหนาแน่นหลังเผาผนึกจะเพิ่มตามอุณหภูมิเผาผนึกที่เพิ่มขึ้น จากความหนาแน่นประมาณ 3 ถึง 3.3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร<sup>[35]</sup>

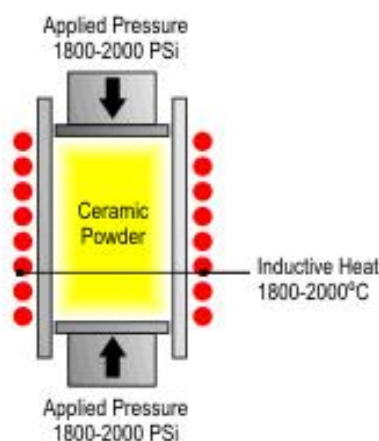
จากงานวิจัยของ Ganesh, I. และคณะ และงานวิจัยของ Sarkar, R. และคณะ พบว่าการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 1600 ถึง 1650 องศาเซลเซียส ไม่ต่ำกว่า 2 ชั่วโมง จะได้ชิ้นงานเป็นเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลความหนาแน่นสูงใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี ซึ่งน่าสนใจสำหรับประยุกต์ใช้สำหรับทดลอง

2.7.2.3 การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน (partial reaction sintering) คือ การใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตผสมกับสารตั้งต้นที่ใช้สำหรับการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา เช่น สารประกอบกลุ่ม ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ ไนเตรตและคาร์บอเนตของอะลูมิเนียมและแมกนีเซียม ทำการเผาผนึก ซึ่งได้ชิ้นงานเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลบริสุทธิ์และมีความหนาแน่นสูง

จากการศึกษาพบเพียงงานวิจัยของ Rooi Ping, L และคณะ<sup>[36]</sup> ได้กล่าวถึง เทคนิคการเกิดปฏิกิริยาบางส่วน ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ใช้แมกนีเซียมเป็นสารผสม เพื่อปรับปรุงความหนาแน่นและควบคุมขนาดเกรนในชิ้นงาน โดยได้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ 95 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี

ในงานวิจัยนี้สนใจใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลผสมกับสารตั้งต้นแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมในรูปสารประกอบกลุ่มออกไซด์และไนเตรต สำหรับการเผาผนึกและการเผาผนึกแบบอัดร้อน โดยการเผาผนึกแบบอัดร้อนทุกทิศทางเป็นวิธีที่น่าสนใจสำหรับทดลองในอนาคต

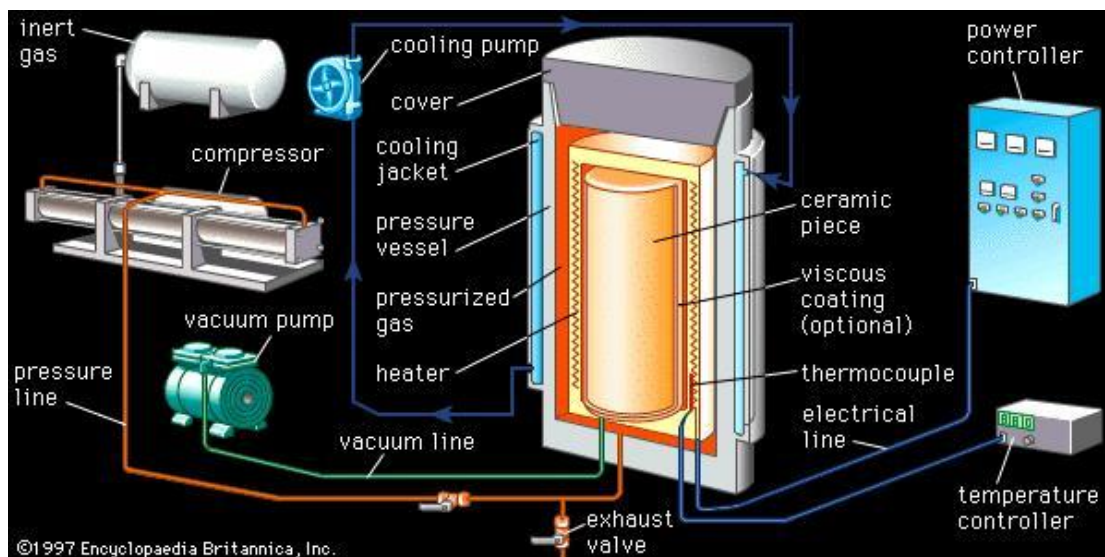
การอัดร้อน (Hot Pressing ; HP) เป็นวิธีการประยุกต์การเพิ่มความดันพร้อมการเพิ่มอุณหภูมิเพื่อเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงาน โดยการใส่ผงในแม่พิมพ์แกรไฟต์หรืออัดชิ้นงานก่อน และใช้การอัดความดันทิศทางเดียวในขณะที่ระบบกำลังเพิ่มอุณหภูมิ เช่น อัดความดันทิศทางเดียว ให้ SiC ที่อุณหภูมิสูง 2000 ° C วิธีนี้ใช้เผาผนึกเพื่อขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูปทรงไม่ซับซ้อน<sup>[37]</sup> ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 การอัดร้อน

การอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Pressing ; HIP) เป็นวิธีสำหรับขึ้นส่วนเซรามิกขั้นสูง โดยชิ้นงานเซรามิกถูกบรรจุภายในเครื่องปรับความดันซึ่งจะดูดอากาศออกโดยเครื่องปั๊มให้เป็นสุญญากาศ<sup>[38]</sup> และอัดความดันสูงด้วยก๊าซเฉื่อย (อาร์กอนหรือไนโตรเจน) ภายในภาชนะรับความดัน เพื่อให้ชิ้นงานรับแรงดันทุกทิศทาง นอกจากนี้ก๊าซเฉื่อยยังช่วยลดผลกระทบในการออกซิเดชัน<sup>[39]</sup>

โดยมีการอัดความดันทุกทิศทางพร้อมกับการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงโดยวัดอุณหภูมิด้วย thermocouple ซึ่งอยู่ระหว่างชิ้นงานและลวดความร้อน ซึ่งควบคุมโดยอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 2.10 การอัดร้อนทุกทิศทางช่วยเพิ่มความหนาแน่นและความแข็งแรงของวัสดุ



รูปที่ 2.10 การอัดร้อนทุกทิศทาง

## 2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Meir, S. และคณะ (2009)<sup>[40]</sup> ได้ใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียมและอะลูมินาโดยวิธีการสปาร์กพลาสมา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที 1600 องศาเซลเซียส 30 นาที ความดัน 64 เมกะพาสคัลโดยใช้ตัวเติมคือลิเทียมฟลูออไรด์ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ได้ชิ้นงานที่มีค่าการส่องผ่านของแสง 68% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ชิ้นงานหนา 2.1 มิลลิเมตร มีขนาดเกรนประมาณ 10 ไมครอน โดยการทดลองนี้ถือเป็นตัวอย่างของการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา

Bonnefont, G. และคณะ (2012)<sup>[4]</sup> ได้เผาผนึกชิ้นงานโดยใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนลทางการค้า (Baikowski, La Balme de Sillingy, France) ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรโดยวิธีการสปาร์กพลาสมา (Spark Plasma Sintering) ใช้อัตราการให้ความร้อนต่ำกว่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิไม่เกิน 1300 องศาเซลเซียส ได้พหุผลึกสปิเนลโปร่งใส มีค่าการส่องผ่านของแสง 74% และ 84% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร

Frage, N. และคณะ (2007)<sup>[41]</sup> ได้ศึกษาการใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนลทางการค้า (CERALOX) ขนาดอนุภาคระหว่าง 0.78 ไมครอน ใช้ตัวเติมลิเทียมฟลูออไรด์ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเผาด้วยเทคนิคสปาร์กพลาสมา 8 องศาเซลเซียสต่อนาที 1600 องศาเซลเซียส 30 นาที

อัดความดัน 64 เมกะพาสคัล ได้ค่าการส่องผ่านของแสงของชิ้นงาน 65% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ชิ้นงานหนา 2.7 มิลลิเมตร มีขนาดเกรนประมาณ 20 ไมครอน

Goldstein, A. และคณะ (2009)<sup>[42]</sup> ศึกษาผงสปีเนลในทางการค้า โดยทำการอัดและเผาผืนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1280 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง จากนั้นทำการเผาแบบอัดร้อนทุกทิศทางที่อุณหภูมิ 1320 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง อัดความดัน 200 เมกะพาสคัล พบว่าค่าการส่องผ่านของแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร มีค่า 75% ชิ้นงานหนา 2 มิลลิเมตร และมีขนาดเกรนเฉลี่ย 0.45 ไมครอน

Krell, A. และคณะ (2009)<sup>[5]</sup> (2010)<sup>[26]</sup> ศึกษาผงสปีเนลในทางการค้า ระดับนาโนเมตร เผาผืนึกเบื้องต้นแบบไม่ใช้ความดันที่อุณหภูมิ 1240-1260 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการเผาแบบอัดร้อนทุกทิศทางในอาร์กอนเป็นเวลา 15 ชั่วโมง อัดความดัน 200 เมกะพาสคัล ขนาดเกรนประมาณ 50 นาโนเมตรที่อุณหภูมิประมาณประมาณ 1260 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการส่องผ่านของแสงที่ความยาวคลื่น 640 นาโนเมตร มีค่า 84% ชิ้นงานหนา 3.9 มิลลิเมตร และมีขนาดเกรนเฉลี่ย 0.3 ไมครอน

Tsukuma, K. (2006)<sup>[43]</sup> ใช้ผงสปีเนลทางการค้า (Taimei Chemical Industry) ที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 150 นาโนเมตร และใช้ตัวเติมโบรอนออกไซด์ 0.15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักผลิตชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลโปร่งใสโดยการ เผาแบบอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1300 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง 150 เมกะพาสคัล ค่าการส่องผ่านของแสงประมาณ 81% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ชิ้นงานหนา 1 มิลลิเมตร และมีขนาดเกรน 1-2 ไมครอน

Gilde, G. และคณะ (2005)<sup>[44]</sup> ใช้ผงสปีเนลทางการค้าผสมตัวเติมลิเทียมฟลูออไรด์ 0.75 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำการเผาแบบอัดร้อนที่ 1650 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง 20 เมกะพาสคัล ค่าการส่องผ่านของแสงประมาณ 40% ที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร ชิ้นงานหนา 6 มิลลิเมตร และมีขนาดเกรนใหญ่กว่า 100 ไมครอน นอกจากนี้ได้มีการนำชิ้นงานสปีเนลจากการอัดร้อนในช่วงแรกมาทำการอัดร้อนทุกทิศทางที่ 1900 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง ความดัน 200 เมกะพาสคัล ค่าการส่องผ่านของแสง 82.5% ที่ความยาวคลื่น 632 นาโนเมตร ชิ้นงานมีขนาดเกรน 200-300 ไมครอน

Hamano, K. และ S. Kanzaki<sup>[45]</sup> ได้ใช้สารตั้งต้นแมกนีเซียมและอะลูมินาโดยวิธีการอัดร้อน 1400 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ความดัน 75 เมกะพาสคัล ได้ชิ้นงานที่มีค่าการส่องผ่านของแสง 50% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ชิ้นงานหนา 1.2 มิลลิเมตร มีขนาดเกรนประมาณ 1-2 ไมครอน

Esposito, L. และคณะ (2013)<sup>[46]</sup> ได้เผาผืนึกชิ้นงานโดยใช้ผงแมกนีเซียม M30CR (Baikowski) ผสมกับอะลูมินา TM-DAR (Taimei) อัตราส่วน 1:1 โดยโมลและเติมลิเทียมฟลูออไรด์

1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัตราอุณหภูมิในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1260-1600 องศาเซลเซียส อัตราความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิสูงที่สุด 3 ชั่วโมง พบว่าค่าการส่องผ่านของแสงที่ความยาวคลื่น 1100 นาโนเมตร มีค่า 78.5% ชั้นงานหนา 4 มิลลิเมตร และชั้นงานมีขนาดเกรนเฉลี่ย 50-300 ไมครอน

จากการค้นคว้าพบว่างานวิจัยส่วนใหญ่ใช้สารตั้งต้น ได้แก่ ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ สารประกอบคาร์บอน และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารประกอบของแมกนีเซียม และสารประกอบอะลูมิเนียม ยังไม่พบว่ามีการใช้ผงสปีเนลทางการค้าผสมกับสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์สปีเนลเพื่อขึ้นรูปและเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา การวิจัยในครั้งนี้ผู้วิจัยสนใจศึกษาการขึ้นรูปผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีผสมผงสปีเนลทางการค้ากับสารตั้งต้นสำหรับเผาผนึกสังเคราะห์สปีเนลซึ่งในที่นี้เรียกว่า การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาการเผาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เพื่อศึกษาองค์ประกอบของเฟสและโครงสร้างทางจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไป





### บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาสมบัติต่างๆ ลักษณะเฉพาะและค่าการส่องผ่านของแสงจากการวัดจริง (real in-line transmission) ในสภาวะการขึ้นรูปและการเผาพูนิกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนล ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึง สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง การเตรียมผงตัวอย่าง สภาวะการขึ้นรูปสภาวะการเผาพูนิกแบบต่างๆ ทดสอบสมบัติและการเตรียมตัวอย่างสำหรับเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้แบ่งออกเป็นหัวข้อต่างๆ ดังนี้

#### 3.1 สารเคมีวัตถุดิบและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

รายละเอียดของสารเคมี ความบริสุทธิ์และรายชื่อบริษัทผู้ขายสารเคมีที่ใช้สำหรับการทำวิจัย ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้สำหรับการทำวิจัย

ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ขาย
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder, TSP-15	99.97 %	Taimei Chemical Co., Ltd., Japan
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder Baikowski, S30CR	99.98%	Baikowski Chimie., France
MgO powder, MO-V20P	99.98%	UBE MATERIAL Industries., Ltd., Japan
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> powder, TM-DA	99.99%	Taimei Chemical Co., Ltd., Japan
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O powder	≥99%	UNILAB., Australia
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O powder	≥98%	Quality Reagent Chemical, New Zealand
Distilled water	≥99%	-
Ethanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	≥99.9	RCI Labscan Limited., Thailand

โดยทำการวิเคราะห์ผงวัตถุดิบดังนี้

วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วย X-ray Diffractometer

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย Thermogravimetric Analyzer

วิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วย X-ray fluorescence

วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopoe

### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- โกร่งอะลูมินา
- ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 100 เมช
- เครื่องปั่นแมกเนติก
- เครื่องชั่งดิจิตอล 2 ตำแหน่งและ 4 ตำแหน่ง
- เครื่องอัดความดันทิศทางเดียว
- เตาเผาฟีนิกเซรามิกอุณหภูมิสูง
- เเวอร์เนีย
- ตู้อบ
- เครื่องวัดความหนาแน่นชิ้นงาน
- เครื่องอัดความดัน ทิศทางที่อุณหภูมิห้อง (Cold Isostatic Press, CIP)
- เครื่องอัดร้อน (Hot Press ; HP)
- เครื่องอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Press ; HIP)
- Thermogravimetric Analyzer (TGA)
- X-ray Diffractometer (XRD) Cu-K $\alpha$  ที่ 40 kV 40 mA
- Scanning Electron Microscopoe (SEM)

## 3.2 การทดลองเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

### 3.2.1 การเตรียมผงตัวอย่างสำหรับคัดเลือกสูตรผสมในการอัดและเผาผนึก

ทำการผสมวัตถุดิบเพื่อเตรียมผงตัวอย่างสำหรับใช้ในสภาวะการขึ้นรูปและการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนล แบ่งการผสมเป็น 5 กลุ่มดังนี้

- การผสมกลุ่มที่ 1 ผสมผงอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ต่อผงแมกนีเซีย ( $MgO$ ) ด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมลและนำผงที่ได้ผสมแล้วข้างต้นผสมกับผงแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนลทางการค้า TSP-15 (Taimei Chemical) ในอัตราส่วน 100:0 90:10 80:20 70:30 60:40 50:50 40:60 30:70 20:80 10:90 5:95 0:100 โดยน้ำหนัก ในที่นี้เรียกว่าสูตร OT1 ถึง OT12 (OT หมายถึงกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นและสปิเนลทางการค้า TSP-15) ตามลำดับ โดยใช้ละลายเอทานอลเป็นตัวกลาง ปั่นผสมแบบให้ความร้อน (Stir dried) จนสารผสมระเหยเกือบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ได้ส่วนผสมมีความชื้นสูงมีลักษณะเป็นโคลนและอบแห้งในเตาอบที่ 100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง

จากสารผสมกลุ่มที่ 1 นำสูตร OT1 ถึง OT12 บดด้วยโกร่งอะลูมินาและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช ทำการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล ได้ชิ้นงานสำหรับเผาผนึกในอากาศที่

อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (ดังแสดงในแผนผังการทดลองข้อ 3.4 รูปที่ 3.7) นำชิ้นงานหลังเผาผนึกวิเคราะห์สมบัติได้แก่ องค์ประกอบเฟส การหดตัวของชิ้นงาน (Shrinkage) การสูญเสียน้ำหนักหลังเผา (Loss on Ignition) ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative Density) (ความหนาแน่นเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์) การดูดซึมน้ำ (Water Absorption) และโครงสร้างจุลภาค คัดเลือกสูตรชิ้นงานที่ได้เฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์และมีความหนาแน่นมากกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี พบว่าสารผสมระหว่างอะลูมินาต่อแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก กับสปีเนลทางการค้า TSP-15 95 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คือสูตร OT11 และสูตรสปีเนลทางการค้าบริสุทธิ์ TSP-15 คือสูตร OT12 เท่านั้นที่มีความหนาแน่นมากกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ดังนั้นจึงเลือกสารผสมสูตร OT11 และ OT12 ใช้สำหรับศึกษาสมบัติชิ้นงานในสภาวะอัดและสภาวะเผาผนึกอื่นๆ ต่อไป

จากการทดลองพบว่าคัดเลือกสูตรจากสารผสมกลุ่มที่ 1 กำหนดสูตรแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนใช้อัตราส่วนผสมเช่นเดียวกับสูตร OT11 คือ สารผสมแบบเกิดปฏิกิริยาต่อสปีเนลทางการค้า TSP-15 ในอัตราส่วน 5:95 โดยน้ำหนัก

- การผสมกลุ่มที่ 2 ผสมผงแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตต่อผงอะลูมินาอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยคำนวณเป็นอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล สำหรับผสมกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า TSP-15 ในอัตราส่วน 5:95 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คือสูตร NT1 (NT หมายถึงกลุ่มสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและสปีเนลทางการค้า TSP-15 โดยอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย)

- การผสมกลุ่มที่ 3 ผงแมกนีเซียมต่อผงอะลูมิเนียมไนเตรตโนนเฮกซะไฮเดรต อัตราส่วน 1:2 โดยโมล โดยคำนวณเป็นอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล สำหรับผสมกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า TSP-15 ในอัตราส่วน 5:95 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คือสูตร NT2

- การผสมกลุ่มที่ 4 ผงแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตต่อผงอะลูมิเนียมไนเตรตโนนเฮกซะไฮเดรตผสมกันด้วยอัตราส่วน 1:2 โดยโมล โดยคำนวณเป็นอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล สำหรับผสมกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า TSP-15 ในอัตราส่วน 5:95 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คือสูตร NT3

นำสารผสมแต่ละสูตร NT1 NT2 และ NT3 ที่ได้จากการผสมกลุ่มที่ 2 3 และ 4 ตามลำดับทำการผสมต่อด้วยวิธีเดียวกันคือเติมลงในน้ำกลั่น ทำการปั่นผสมแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง อบแห้งในเตาอบที่ 100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง บดด้วยโกร่งอะลูมินาและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช ทำการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล ได้ชิ้นงานสำหรับ

เผาผนึกในอากาศอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงและเพิ่มอุณหภูมิสูงสุดถึง 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (ดังแสดงในแผนผังการทดลองรูปที่ 3.7) นำชิ้นงานหลังเผาผนึกทำการวิเคราะห์สมบัติและวิเคราะห์เครื่องมือ ได้แก่ องค์ประกอบเฟสด้วย XRD การหัตถ์ของชิ้นงาน การสูญเสียน้ำหนักหลังเผา ความหนาแน่นสัมพัทธ์ การดูดซึมน้ำและ โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โดยทำการคัดเลือกสูตรผสมที่มีองค์ประกอบเฟสเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลบริสุทธิ์และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูงกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎีพบว่า ชิ้นงานสูตร NT1 เท่านั้นที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกสูงกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ดังนั้นเลือกสูตร NT1 ใช้สำหรับศึกษาสมบัติชิ้นงานในสภาวะอัดและสภาวะเผาผนึกอื่นๆ เพิ่มเติม

ผลการทดลองผสมกลุ่มที่ 1 ถึง 4 พบว่าชิ้นงานสูตรที่เผาผนึก 1600 องศาเซลเซียสและมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎีประกอบด้วยสูตร OT11 OT12 และ NT1 โดยทำการเลือก 3 สูตรนี้สำหรับปรับสูตรต่อไป

- คัดเลือกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 และสูตรได้จากการปรับสูตร OT11 OT12 และ NT1 เป็น OB11 OB12 และ NB1 ตามลำดับ โดยทำการเปลี่ยนส่วนผสมของสารตั้งต้นเฉพาะผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า TSP-15 เป็นผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR , (Baikowski Chimie) เพื่อศึกษาสมบัติจากการขึ้นรูปและเผาผนึกในสภาวะที่ต่างกัน

### 3.2.2 การขึ้นรูปชิ้นงาน

1) การอัดทิศทางเดียว คือการนำผงวัตถุดิบสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (การผสมในกลุ่มที่ 5) ที่ผสมแล้วบดด้วยโกร่งอะลูมินาและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช (150 ไมครอน) นำผงที่ผ่านตะแกรงแล้วชั่งน้ำหนักประมาณ 1 กรัมและอัดขึ้นรูป ด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียว (NT-100H, NPa, Japan) ดังรูปที่ 3.1 โดยใช้แม่พิมพ์โลหะเหล็กทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ภายใต้สภาวะอัดทิศทางเดียวความดัน 50 เม-กะพาสคัล หนาประมาณ 1-1.2 มิลลิเมตร นำชิ้นงานที่ได้จากการอัดอบในเตาอบอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง สำหรับทดสอบในสภาวะเผาผนึกและสภาวะอัดร้อน



รูปที่ 3.1 เครื่องอัดความดันทิศทางเดียว

2) อัดความดันเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิต่ำ (Dr. CIP, Kobelco, Japan) คือการนำชิ้นงานทุกสูตรจากการผสมในกลุ่มที่ 5 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล บรรจุในพอลิยูรีเทนและดูดอากาศออก อัดความดันผ่านตัวกลางที่เป็นน้ำผสมน้ำมันไฮดรอลิกเล็กน้อยซึ่งจะได้รับแรงดันเท่ากันทุกทิศทาง ในงานวิจัยนี้ชิ้นรูปชิ้นงานภายใต้สภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 เมกะพาสคัล 5 นาที และสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 300 เมกะพาสคัล 5 นาทีสำหรับทดสอบในสภาวะเผาผนึกดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิต่ำ

อัดผงสูตร OT11 OT12 NB1 OB11 OB12 และ NB1 ด้วยเครื่องอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล บรรจุในถุงพอลิเอทิลีนและขึ้นรูปในสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที (CIP-80-220, Riken Seiki, Japan) ผ่านตัวกลางน้ำสำหรับทดสอบในสภาวะเผาผนึกแบบอัดร้อน จากนั้นวัดค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลหลังอัด

### 3.2.3 การเผาผนึกชิ้นงาน

นำชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NB1 OB11 OB12 และ NB1 ซึ่งผ่านการขึ้นรูปทำการเผาผนึกในสภาวะดังต่อไปนี้

1) เผาผนึกในอากาศ โดยนำชิ้นงานสูตร OT11 OT12 OB11 และ OB12 ซึ่งเป็นกลุ่มสารตั้งต้นออกไซด์ที่ขึ้นรูปภายใต้สภาวะอัดทิศทางเดียวความดัน 50 เมกะพาสคัล สภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 เมกะพาสคัล 5 นาทีและสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 300 เมกะพาสคัล 5 นาที จัดวางในภาชนะอะลูมินา ดังรูปที่ 3.3 เผาผนึก โดยใช้อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยใช้เตาไฟฟ้า (Vecstar furnaces, Labquip, England) อุณหภูมิสูงสุด 2 สภาวะ คือ สภาวะที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสขึ้นอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมงและสภาวะที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสขึ้นอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

นำส่วนผสมชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่มีสารประกอบไนเตรตที่ขึ้นรูปภายใต้สภาวะอัดทิศทางเดียวความดัน 50 เมกะพาสคัล สภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 เมกะพาสคัล 5 นาทีและสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 300 เมกะพาสคัล 5 นาที จัดวางในภาชนะอะลูมินาเปิดฝาเล็กน้อยนำเข้าเตาเผา อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีโดยเผาผนึกในเตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิที่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นอุณหภูมิเป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อเผาไล่สารกลุ่มไนเตรตออกจากระบบและเผาผนึกต่อที่สภาวะอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ขึ้นอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมงและสภาวะที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ขึ้นอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.3 การจัดวางในภาชนะอะลูมิเนียมภายในเตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง

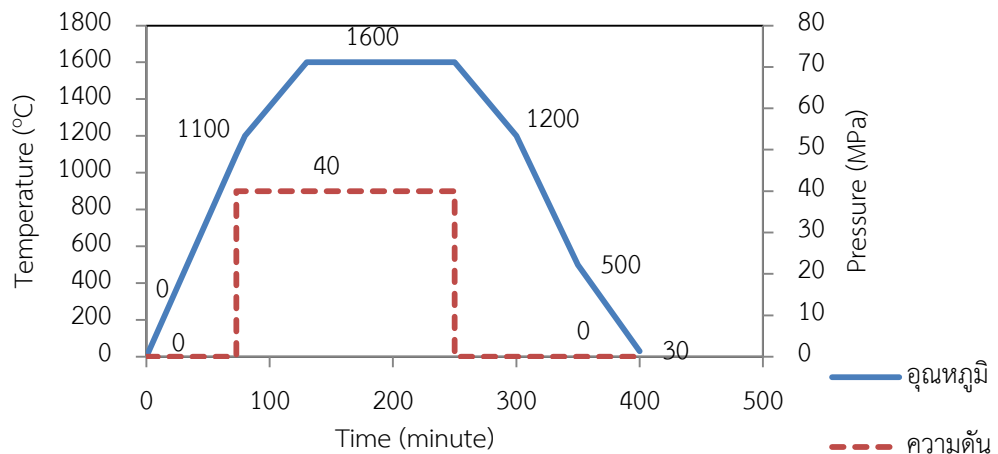
ทำการวิเคราะห์สมบัติชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาผนึกในอากาศ ได้แก่ การหดตัวของชิ้นงาน การสูญเสียน้ำหนักหลังเผา ความหนาแน่นสัมพัทธ์ การดูดซึมน้ำและโครงสร้างจุลภาค

2) การอัดร้อน โดยนำชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NB1 OB11 OB12 และ NB1 ขึ้นรูปภายใต้สภาวะอัดทิศทางเดียวความดัน 50 เมกะพาสคัลและสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 200 เมกะพาสคัล 5 นาที บรรจุลงในแม่พิมพ์แกรไฟต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตรสำหรับเผาผนึกแบบอัดร้อนในเตาเผาแบบอัดร้อน (Hi-Multi 5000, FV PHP-R-5, FRET-25, Japan) ดังรูปที่ 3.4

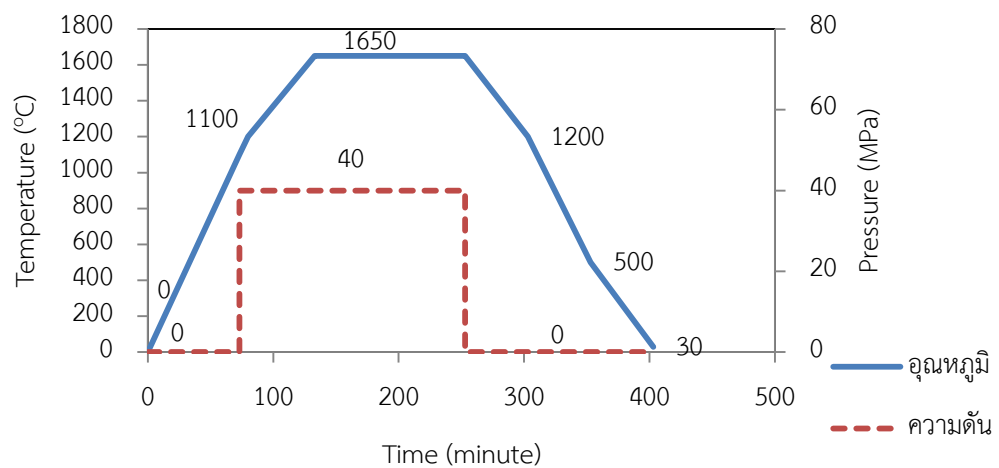


รูปที่ 3.4 เตาแบบอัดร้อน

แผนผังชิ้นงานแบบอัดร้อน (HP) ภายใต้สภาวะอากาศแบ่งเป็น 2 สภาวะ ได้แก่ สภาวะที่ 1 คือ การเผาผนึกแบบอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส อัตราความดัน 40 เมกะพาสคัล 2 ชั่วโมงและ สภาวะที่ 2 คือการเผาผนึกแบบอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส อัตราความดัน 40 เมกะพาสคัล 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.5 และรูปที่ 3.6 ตามลำดับ



รูปที่ 3.5 การเผาแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ความดัน 40 เมกะพาสคัล



รูปที่ 3.6 การเผาแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ความดัน 40 เมกะพาสคัล

ทำการวิเคราะห์สมบัติชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผาแบบการอัดร้อน ได้แก่ วัดความหนาแน่น สัมพัทธ์การดูดซึมน้ำ โครงสร้างจุลภาคและการส่องผ่านของแสง



### 3.3 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ

#### 3.3.1 ทดสอบการหดตัวของชิ้นงาน

การหดตัวหลังเผาผนึกเป็นการวัดการหดตัว ของผลิตภัณฑ์ที่แห้งสนิทหลังอบถึงหลังเผาผนึก (Dry to Fire) มีวิธีการทดลองดังนี้ อัดผงวัตถุดิบและอบให้แห้ง ทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของ ชิ้นงานหลังอบและวัดเส้นผ่านศูนย์กลางหลังผนึกของเผาชิ้นงาน คำนวณค่าร้อยละของการหดหลังเผาผนึกตามสูตรที่ 3.1<sup>[47]</sup>

$$\% \text{Shrinkage} = (L_{\text{dry}} - L_{\text{fire}}) \times 100 / L_{\text{dry}} \quad (3.1)$$

กำหนดให้

$L_{\text{dry}}$  = เส้นผ่านศูนย์กลางหลังอบชิ้นงาน (มิลลิเมตร)

$L_{\text{fire}}$  = เส้นผ่านศูนย์กลางหลังเผาชิ้นงาน (มิลลิเมตร)

#### 3.3.2 ทดลองการสูญเสียน้ำหนักหลังเผา

การทดสอบหาการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของวัตถุดิบ เกิดจากการสลายตัวไปของน้ำใน โครงสร้างหรือสารเคมีในวัตถุดิบเอง โดยชั่งน้ำหนัก รายงานค่าเป็นร้อยละของสารที่หายไปหลังการ เผา แต่ไม่สามารถระบุได้ชัดเจนว่ามีสารชนิดใด จำนวนเท่าใดที่เป็นตัวเลขที่ชัดเจน โดยสารนี้จะไม่ รวมปริมาณของน้ำที่เป็นความชื้น ซึ่งวิธีการทดสอบหาร้อยละของสารที่หายไปหลังการเผา ทำได้ดังนี้ อบวัตถุดิบที่ต้องการทดสอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักหลังอบ เผา ผนึกที่ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส และชั่งน้ำหนักหลังเผาผนึก

จากนั้นคำนวณตามสูตร

$$\% \text{ LOI} = [(W_{\text{dry}} - W_{\text{fire}}) / W_{\text{dry}}] \times 100 \quad (3.2)$$

กำหนดให้

$W_{\text{dry}}$  = น้ำหนักหลังอบ (กรัม)

$W_{\text{fire}}$  = น้ำหนักหลังเผา (กรัม)

#### 3.3.3 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน

วัสดุของแข็ง ไม่ละลายน้ำที่ผ่านการเผาแล้ว โดยวิธีแทนที่น้ำ Archimedes method ตามวิธี มาตรฐาน ASTM C373-88(2006) นำชิ้นงานที่อบแล้วชั่งน้ำหนักแห้งและใส่หม้อสุญญากาศ ดูด อากาศออกประมาณ 30 นาที เทน้ำให้ท่วมชิ้นงานประมาณ 5 นาที และชั่งน้ำหนักของชิ้นงานเมื่อ แขนงในน้ำ ชั่งชิ้นงานด้วยผ้าและชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัตด้วยน้ำสำหรับคำนวณดังสมการที่ 3.3

$$\text{Bulk Density} = W_{\text{dry}} / (W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}) \quad (3.3)$$

กำหนดให้

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

$W_{\text{sat}}$  = น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำและซับน้ำที่ผิวออกไป (กรัม)

$W_{\text{sus}}$  = น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อแขวนในน้ำ (กรัม)

หาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) โดยนำ Bulk Density ที่ได้จากการคำนวณดังสมการที่ 3.3 ใช้สำหรับคำนวณเป็นค่าร้อยละเทียบกับค่าทางทฤษฎี ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ซึ่งมีค่าทางทฤษฎีเป็น 3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

### 3.3.4 ทดสอบการดูดซึมน้ำ

วัสดุมีรูพรุนเปิด ซึ่งน้ำสามารถแทนที่ในรูพรุน โดยวิธีทดสอบการดูดซึมน้ำด้วยวิธีแทนที่น้ำ Archimedes method ทำการทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน โดยวัดค่าต่างๆ สำหรับคำนวณดังสมการที่ 3.4

$$\text{ร้อยละของการดูดซึมน้ำ (Water Absorption)} = [(W_{\text{sat}} - W_{\text{dry}}) / W_{\text{dry}}] \times 100 \quad (3.4)$$

กำหนดให้

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

$W_{\text{sat}}$  = น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำ (กรัม)

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

### 3.3.5 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงวัสดุด้วย X-ray Diffractometer (XRD) อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆ กันโดยมี Detector เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากองศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นกับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้น ของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย เครื่อง X-ray Diffractometer (D8 Advanced, Bruker, Germany) โดยใช้ Cu-K $\alpha$  radiation ด้วย Scanning speed 0.02 องศาต่อนาที ช่วง  $2\theta$  เท่ากับ 5-80 องศา

งานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงวัตถุบิทุกสารและชิ้นงานในการทดลองที่สภาวะอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล เผาผนึกอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง สูตร OT1 OT6 OT11 OT12 NT1 NT2 NT3 OB11 OB12 และ NB1 ตามลำดับ

### 3.3.6 วิเคราะห์ปริมาณธาตุ

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Spectrometer (Model, S4 Pioneer Wavelength dispersive, Bruker AXS, Germany) ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดรังสี (X-ray Tube) และเครื่องตรวจวัดรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นเมื่อ X-ray Tube เร่งอิเล็กตรอนให้มีศักย์สูงพุ่งเข้าชนกับเป้าโลหะแล้วให้รังสีเอ็กซ์ที่มีความเข้มสูงผ่านคอลลิเมเตอร์ (collimator) ในรูปลำรังสีขนานไปยังผลึกวิเคราะห์ (analyzing crystal) ซึ่งจะทำหน้าที่กระจายหรือแยกรังสีเอ็กซ์ออกไปให้มีความยาวคลื่นต่างๆ กัน และจะถูกวัดความเข้มหรือกำลัง (power) ด้วยการสแกนของตัวรับสัญญาณ (detector) โดยมีคอมพิวเตอร์เป็นหน่วยประมวลผล

วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงวัตถุบิ ได้แก่ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 และ S30CR ผงแมกนีเซีย MO-V20P

### 3.3.7 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย Thermogravimetric Analyzer หรือ TGA เป็นเทคนิคเชิงความร้อนที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยอาศัยการสลายตัวทางความร้อนของวัตถุบิ ซึ่งวัสดุแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่แตกต่างกัน หลักการพื้นฐานของ TGA คือการวัดน้ำหนักที่สูญเสียของวัตถุบิตามอุณหภูมิที่สูงขึ้นด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่คงที่ (DSC822 Module, Mettler Toledo Stare System, Thailand)

งานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์วัตถุบิทุกสารโดยใช้อุณหภูมิในการวิเคราะห์ที่ 1000 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศ ซึ่งค่าที่ได้คิดเป็นร้อยละของน้ำหนักวัตถุบิเริ่มต้นเทียบกับอุณหภูมิ<sup>[48]</sup>

### 3.3.8 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคสามารถทำได้ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopoe (JEOL:JSM-6480 LV, Evisa, CAE, United States of America) หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับ

ให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงาน จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และ ถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์<sup>[49]</sup>

งานวิจัยนี้ทำการทดสอบผงวัสดุได้แก่ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล TSP-15 และ S30CR ผงแมกนีเซีย MO-V20P อะลูมินา TM-DA โดยใช้คาร์บอนเทปติดกับวัตถุและเกลี่ยผงวัตถุให้ทั่ว เพื่อวิเคราะห์ในเครื่อง SEM โดยใช้พลังงานไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ เพื่อศึกษาเกี่ยวกับขนาด รูปร่างของอนุภาควัตถุ

ทำการวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของเกรนบนผิวชิ้นงานหลังเผาผนึกทุกสภาวะการอัดและเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 OT6 OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 โดย ชิ้นงานที่ใช้ทดสอบจะถูกขัดผิวด้วยแผ่นขัดซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ความละเอียด เบอร์ 120 240 600 และ 1200 2500 ตามลำดับ และขัดชิ้นผิวหน้าชิ้นงานทั้งสองด้านด้วยผงเพชร ขนาดอนุภาค 6 3 และ 1 ไมครอน และเผาเพื่อเพิ่มความชัดให้ขอบเกรนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

### 3.3.9 วิเคราะห์พฤติกรรมการเผาผนึก

การวิเคราะห์พฤติกรรมการเผาผนึกด้วยเครื่อง Dilatometer (Netzsch DIL402C, Netzsch, Germany) เป็นเครื่องมือสำหรับศึกษาการขยายตัวหรือหดตัวของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน โดยจะทำการวัดขนาดของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงไป งานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์ผงสารผสมสูตร OT11 OT12 และ NT1 เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเผาผนึกของสูตรผสมต่างๆ

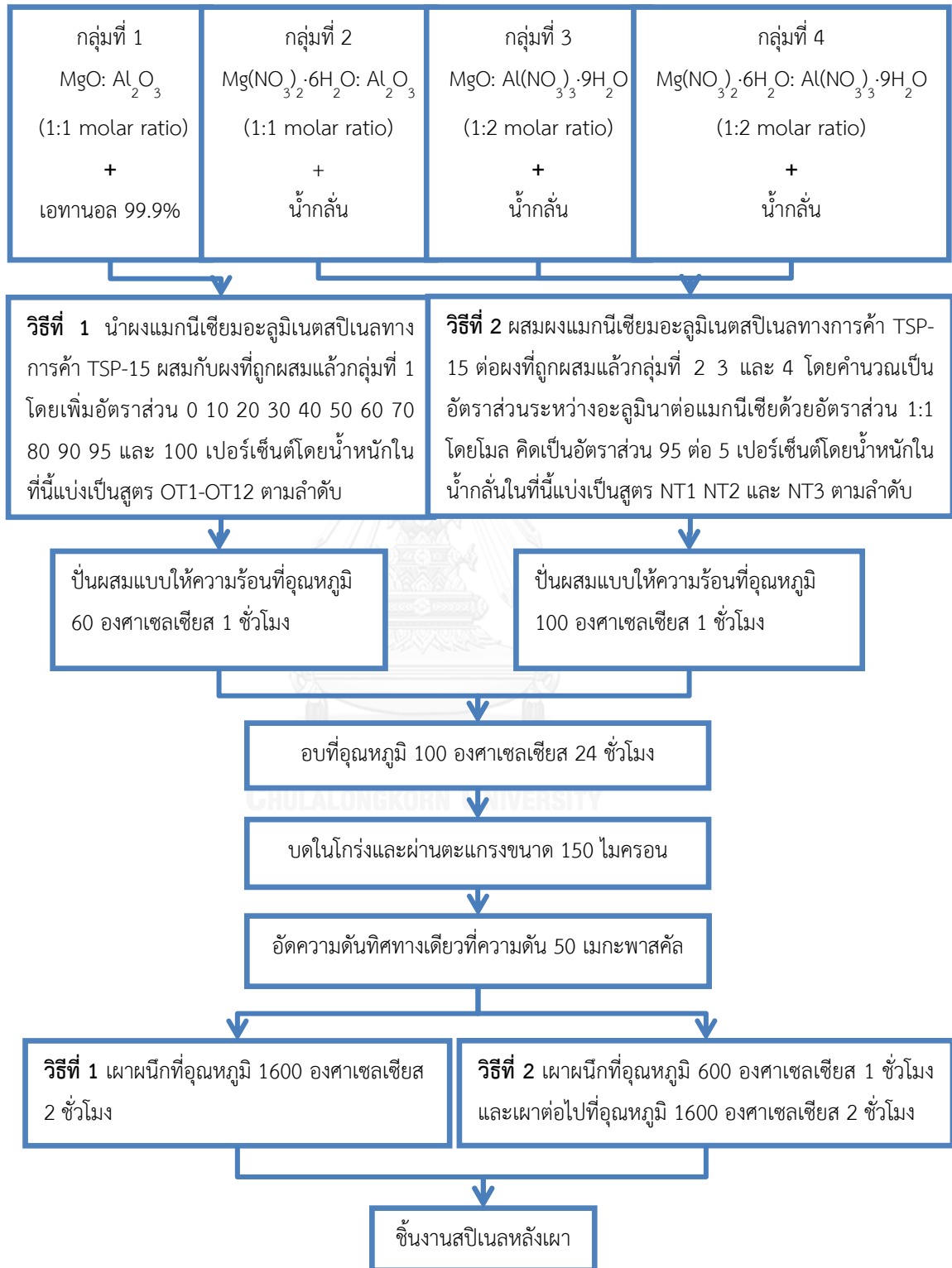
### 3.3.10 วิเคราะห์การส่องผ่านของแสง

วัดการส่องผ่านของแสงบนชิ้นงานด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer (Analytica Specord 100 spectrometer, analytikjena, Germany) เพื่อศึกษาความสามารถในการส่องผ่านของแสง โดย ทำการทดสอบในช่วงความยาวคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตั้งแต่ 250 จนถึง 1000 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงตั้งแต่อัลตราไวโอเล็ต แสงขาว จนถึงอินฟราเรด ชิ้นงานที่ใช้ทดสอบจะถูกขัดผิวทั้งสองด้านด้วยแผ่นขัดซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ความละเอียด เบอร์ 120 240 600 และ 1200 2500 ตามลำดับ และขัดชิ้นผิวหน้าชิ้นงานทั้งสองด้านด้วยผงเพชร ขนาดอนุภาค 6 3 และ 1 ไมครอน ซึ่งจะทำให้ได้ค่าการส่องผ่านถูกต้องที่สุด

งานวิจัยนี้วัดการส่องผ่านชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 ในทุกสภาวะที่เผาผนึกแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ความดัน 40 เมกะพาสคัลและทุกสภาวะที่เผาผนึกแบบอัดร้อนอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ความดัน 40 เมกะพาสคัล

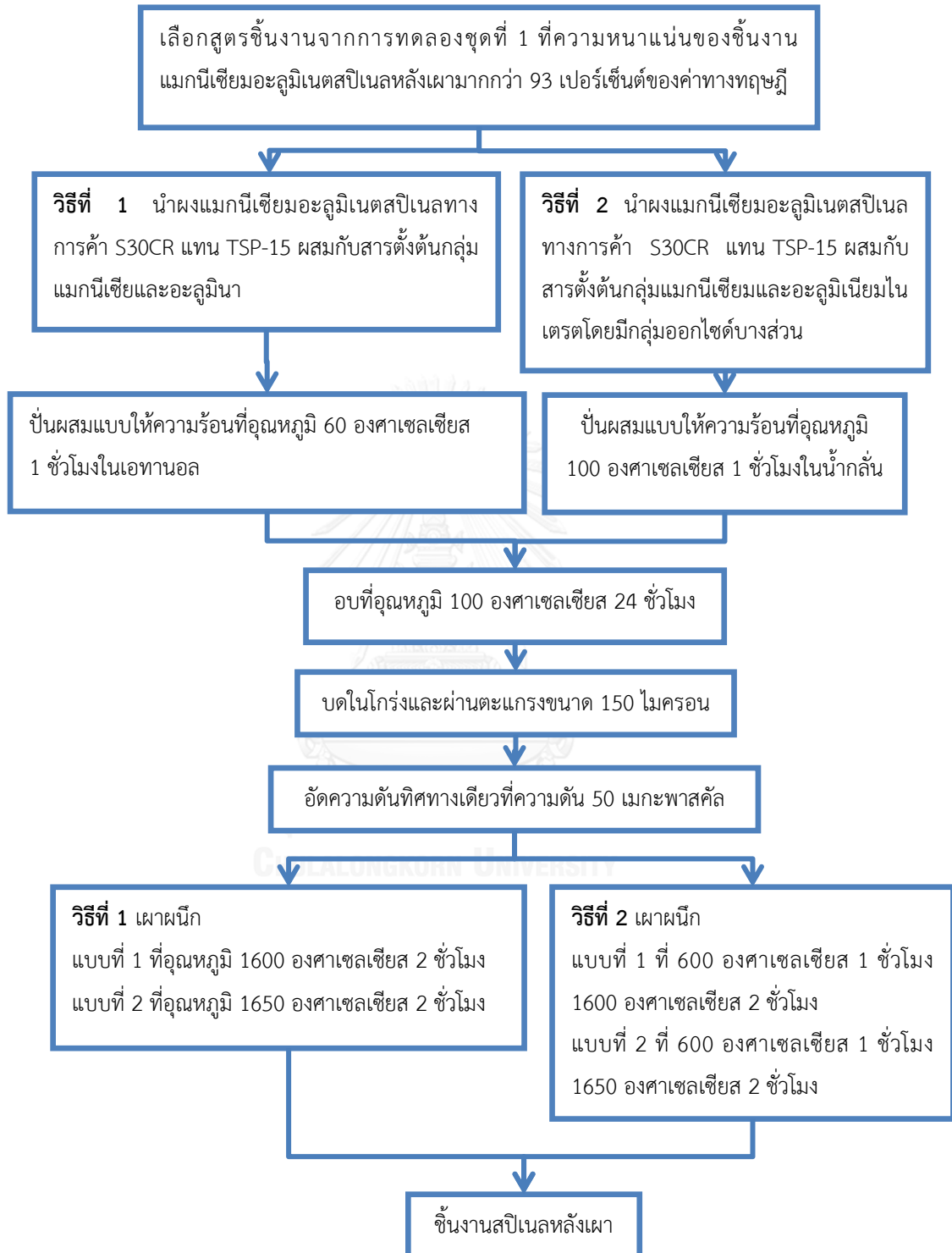


### 3.4 แผนผังการทดลองเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนสำหรับคัดเลือกสูตร



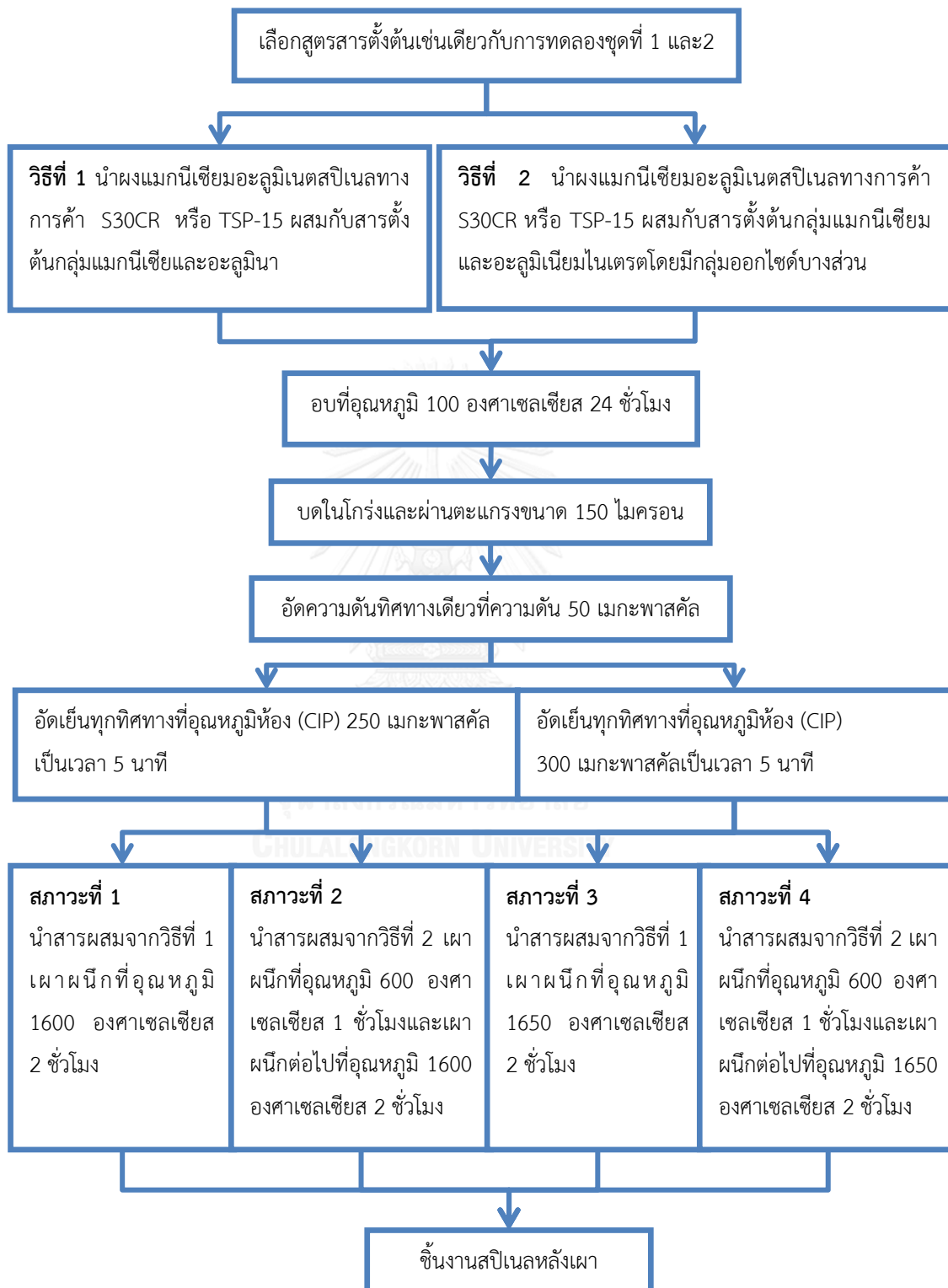
รูปที่ 3.7 การทดลองชุดที่ 1 การอัดทิศทางเดียวและเผาผนึกสำหรับคัดเลือกสูตรผสมวัตถุดิบ

### 3.5 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติหลังเผาผนึกของสูตรที่ถูกคัดเลือก



รูปที่ 3.8 การทดลองชุดที่ 2 สภาวะการอัดทิศทางเดียวและเผาผนึก

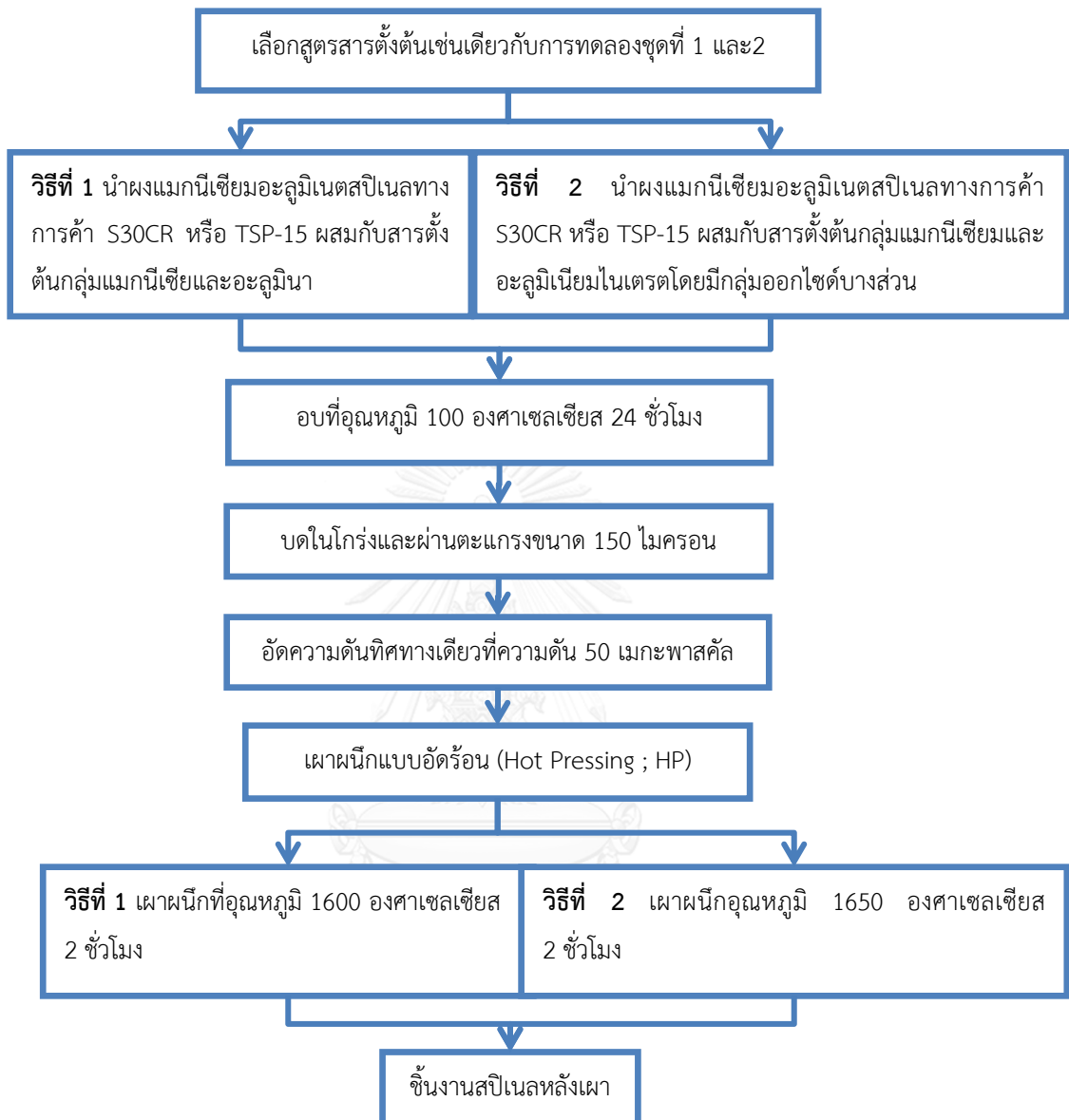
### 3.6 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่ถูกคัดเลือกในสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึก



รูปที่ 3.9 การทดลองชุดที่ 3 สภาวะอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึก

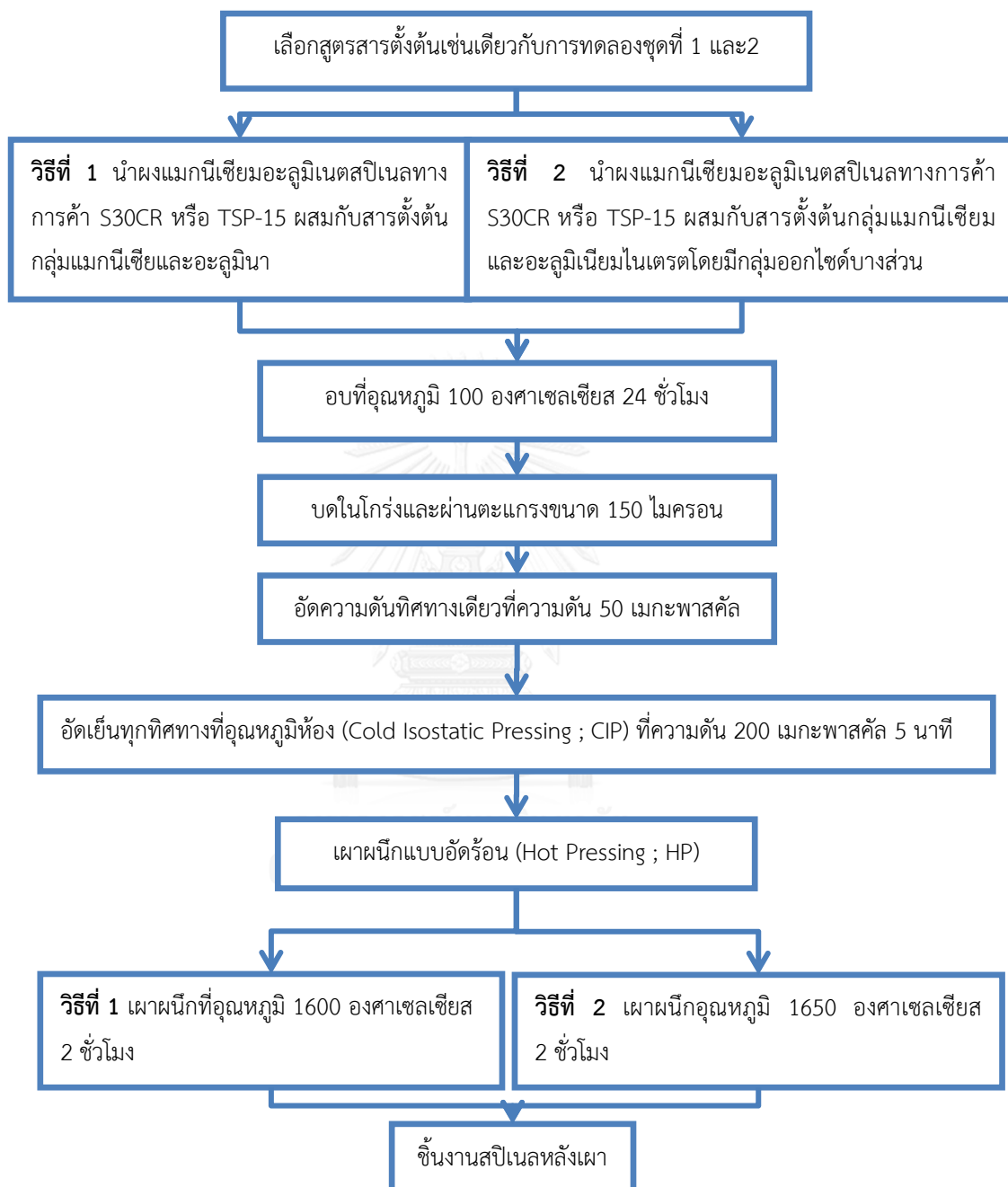


### 3.7 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่คัดเลือกในสภาวะเผาพริกแบบอัดร้อน



รูปที่ 3.10 การทดลองชุดที่ 4 สภาวะเผาพริกแบบอัดร้อน

### 3.8 แผนผังการทดลองเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่คัดเลือกในสถานะอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึกแบบอัตร้อน



รูปที่ 3.11 การทดลองชุดที่ 5 สถานะเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องและเผาผนึกแบบอัตร้อน

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

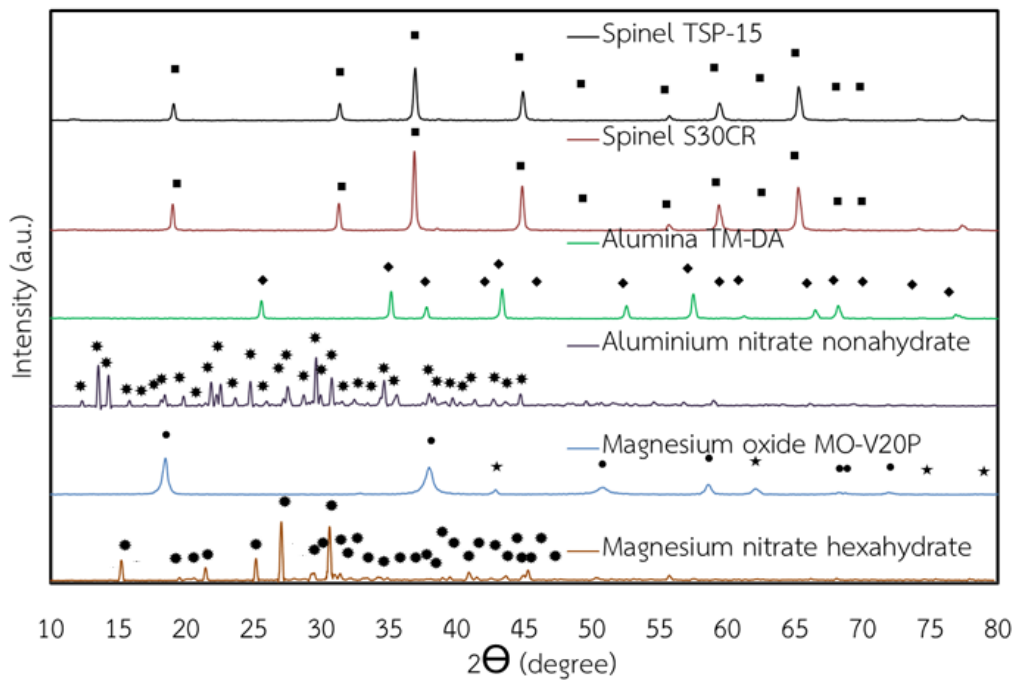
#### 4.1 การวิเคราะห์ผงวัตถุ

วิเคราะห์ผงวัตถุที่ใช้ในการขึ้นรูปและเกิดปฏิกิริยาเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ผงวัตถุนำมาวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย (Thermogravimetric Analyzer) วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วย (X-ray Diffractometer) วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง (Scanning Electron Microscopoe)

##### 4.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของสารตั้งต้นเพื่อตรวจสอบองค์ประกอบของเฟสที่มีในผงวัตถุโดย XRD เครื่องมือตรวจสอบสารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยเครื่องจะทำการวิเคราะห์ผลเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่าง<sup>[50]</sup> การตรวจวัดใช้มาตรฐานองค์กร JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ซึ่งเปรียบเทียบโครงสร้างผลึกของสารประกอบชนิดต่างๆ โดยเปรียบเทียบกับรูปแบบ และระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมของสารประกอบที่ต่างกัน ซึ่งจะขึ้นอยู่กับประจุและขนาดของอะตอมแต่ละชนิดของสารประกอบ จะมีรูปแบบ XRD pattern ที่แตกต่างกัน<sup>[51]</sup> จากการวิเคราะห์ได้ผลดังรูปที่ 4.1

ผลการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของสารตั้งต้นในวัตถุโดยเครื่อง XRD พบว่าผงวัตถุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า TSP-15 (Taimei Chemical) และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า S30CR (Baikowski) มีเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เหมือนกัน ผงวัตถุอะลูมิเนียม TM-DA (Taimei) พบว่ามีองค์ประกอบเฟสของอะลูมิเนียมเพียง 1 เฟส ผงวัตถุแมกนีเซียม MO-V20P (UBE) พบว่ามีองค์ประกอบเฟสของแมกนีเซียมและเฟสของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ผสมกัน ผงแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (UNILAB) พบว่ามีองค์ประกอบเฟสของแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต เพียง 1 เฟส และผงอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต (Quality Reagent Chemical) พบว่ามีองค์ประกอบเฟสอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรตเพียง 1 เฟส



- = Spinel –  $MgAl_2O_4$  JCPDS NO. 21-1152<sup>[32]</sup>
- ◆ =  $Al_2O_3$  JCPDS NO. 10-0173
- =  $Mg(OH)_2$  JCPDS NO. 00-044-1482
- \* =  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
- ★ =  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$
- ★ =  $MgO$  JCPDS NO. 45-946<sup>[32]</sup>

รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงวัตถุดิบ

#### 4.1.2 องค์ประกอบทางเคมี

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปิเนล TSP-15 ได้ผลดังตารางที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.399:1 (อัตราส่วนโดยโมลของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 1.010:1) แสดงให้เห็นว่าเป็นสปิเนลชนิด Magnesium rich เล็กน้อย

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปิเนล TSP-15 ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต

สาร	$MgO/Al_2O_3$ weight ratio	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)				
		$SiO_2$	$Fe_2O_3$	$Na_2O$	$K_2O$	$CaO$
TSP 15	0.399	0.003	0.005	0.010	<0.001	0.007

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF) ได้แสดงผลในตารางที่ 4.2 พบว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.382:1 (อัตราส่วนโดยโมลของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.966:1) แสดงให้เห็นว่าเป็น Alumina rich จากผลการทดสอบพบว่าต่างจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีจากบริษัทผู้ผลิตที่เป็น Magnesium rich จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าผู้ผลิตสามารถผลิตผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 อยู่ในช่วง Magnesium rich และ Alumina rich ต่างๆ ใกล้เคียงอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.395:1 (อัตราส่วนโดยโมลของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 1:1) ดังอัตราส่วนโดยน้ำหนักในปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometric weight ratio)

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 วิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF)

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)				
	$Al_2O_3$	MgO	Cl	Ca	LOI
TSP 15	70.70	27.05	0.04	0.01	2.20

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR ได้ผลดังตารางที่ 4.3 ทางบริษัทผู้ผลิตไม่แสดงค่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO:Al_2O_3$

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต

สาร	$MgO/Al_2O_3$ weight ratio	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)			
		Si	Fe	Na	Ca
S30CR	-	0.002	0.001	0.001	0.0005

จากตารางที่ 4.4 พบว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.361:1 (อัตราส่วนโดยโมลของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 0.913:1) โดยแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักในขณะที่ปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometric weight ratio) มีอัตราส่วนของ  $MgO : Al_2O_3$  เป็น 0.395 : 1 (อัตราส่วนโดยโมลของ  $MgO:Al_2O_3$  เป็น 1:1)

แสดงให้เห็นว่าสปีเนล S30CR เป็นชนิด Alumina rich มีอะลูมินาเกินอัตราส่วนโดยน้ำหนักตามปริมาณสารสัมพันธ์ 9.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมินาเอนทสปีเนลหลังเผาผนึก นอกจากนี้ผลวิเคราะห์สปีเนล S30CR ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) พบว่ามีกำมะถันในส่วนผสม 0.17 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในขณะที่สปีเนล TSP-15 และ S30CR มีค่าการสูญเสียหลังเผาผนึกที่ 1000 องศาเซลเซียส (Loss on ignition) 2.2 และ 2.62 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักตามลำดับ โดยคาดว่าประกอบด้วยความชื้นและน้ำในโครงสร้างผลึกเป็นหลัก

ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเอนทสปีเนล S30CR ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF)

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)			
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	S	LOI
S30CR	71.43	25.78	0.17	2.62

หมายเหตุ ค่าน้ำหนักโมเลกุลของ MgO และ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> คือ 40.30 และ 101.96 กรัม ตาม JCPDS NO. 45-946 และ JCPDS NO. 10-0173 ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงแคลไซต์อะลูมินา TM-DA เป็นแอลฟาอะลูมินาความบริสุทธิ์สูงมากกว่า 99.99% โดยมีสารเจือปนทั้งหมดน้อยกว่า 0.01% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่ต่ำมากคาดว่าเป็นความชื้นซึ่งไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของชิ้นงานหลังเผา ดังตารางที่ 4.5 คือแอลฟาอะลูมินาโดยในงานวิจัยนี้ใช้เป็นสารตั้งต้น

ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลไซต์อะลูมินา TM-DA ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)					
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si	Fe	Na	K	Ca
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	>99.99	0.001	0.0008	0.0008	0.0003	0.0003
	Mg	Cu	Cr	Mn	U	Th
	0.0002	0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.000004	<0.000005

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงแมกนีเซียม MO-V20P คือมากกว่า 99.98% โดยมีสารเจือปนทั้งหมดน้อยกว่า 0.02% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่ต่ำมาก คาดว่าไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของชิ้นงานหลังเผา ดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียม MO-V20P ผลวิเคราะห์โดยบริษัทผู้ผลิต

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)							
MgO	MgO	Si	Al	Fe	Ca	Cr	Ni	Mn
	>99.98	<0.001	<0.0006	0.0001	<0.0001	<0.0007	<0.0001	<0.0004

จากตารางที่ 4.7 พบว่าค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ X-ray fluorescence (XRF) พบว่าผงแมกนีเซียม MO-V20P ประกอบด้วยแมกนีเซียมมากที่สุดและมีองค์ประกอบทางเคมีอื่นๆ ผสมอยู่น้อยมาก แต่พบว่าค่า Loss on ignition (%) หลังเผาหนักที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส มีค่าสูงมาก ผิดปกติ โดยคาดว่าเกิดจาก ค่าความชื้นในอากาศและน้ำในโครงสร้างผลึก โดยจะทำการทดสอบและวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย Thermogravimetric Analyzer เพื่อทำการตรวจสอบต่อไป

ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียม MO-V20P ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ X-ray fluorescence (XRF)

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)			
	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	LOI
MgO	68.17	0.48	0.13	31.22

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงแมกนีเซียมไนเตรต เฮกซะไฮเดรตเป็นผงทางการค้าสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการมีความบริสุทธิ์สูงมากกว่า 99% โดยมีสารเจือปนทั้งหมดน้อยกว่า 0.109% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่ต่ำมาก คาดว่าไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของชิ้นงานหลังเผา ดังตารางที่ 4.8 โดยในงานวิจัยนี้ใช้เป็นสารตั้งต้น

ตารางที่ 4.8 องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)					
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	Cl	SO <sub>4</sub>	Ca	Pb	Fe
	>99	<0.005	<0.001	<0.1	<0.001	<0.002

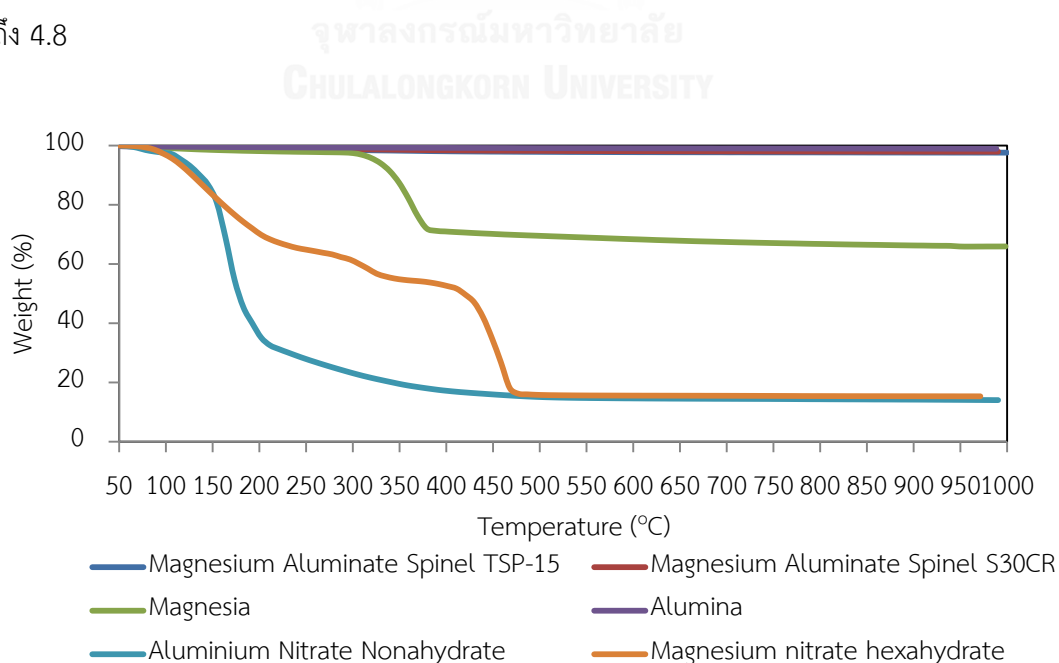
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิตผงอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นผงทางการค้าสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการมีความบริสุทธิ์สูงมากกว่า 98% โดยมีสารเจือปนทั้งหมดน้อยกว่า 0.066% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่ต่ำมาก คาดว่าไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของชิ้นงานหลังเผา ดังตารางที่ 4.9 โดยในงานวิจัยนี้ใช้เป็นสารตั้งต้น

ตารางที่ 4.9 องค์ประกอบทางเคมีของผงอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)			
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O	Cl	SO <sub>4</sub>	Pb
	>98	<0.001	<0.005	<0.001
	Fe	K	Na	NH <sub>4</sub>
	<0.002	<0.002	<0.005	<0.05

#### 4.1.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

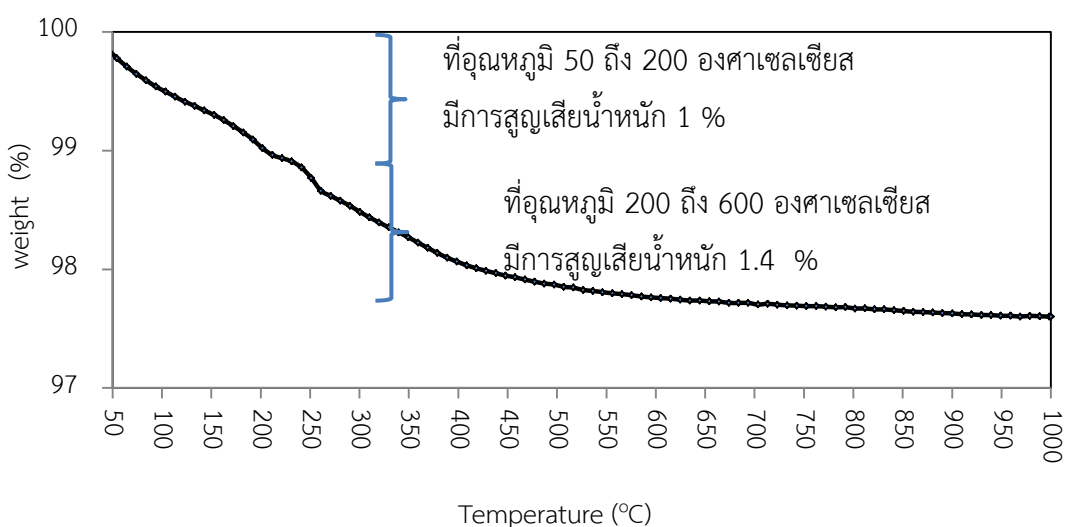
เป็นเทคนิคเชิงความร้อนที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยอาศัยการสลายตัวของความร้อนของวัตถุดิบ ซึ่งวัสดุแต่ละชนิด จากรูปที่ 4.2 ผลวิเคราะห์ ผงวัตถุดิบทุกตัวทำการวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ภายใต้สภาวะที่อุณหภูมิ 50 ถึง 1000 องศาเซลเซียส ภายในบรรยากาศ แต่เนื่องจากวัตถุดิบแต่ละชนิดมีค่าร้อยละของการสูญเสียน้ำหนักต่างกันมากจึงแสดงผลการวิเคราะห์ TGA ของวัตถุดิบแต่ละชนิดเพื่อความสะดวกในการวิเคราะห์ร้อยละของการสูญเสียดังรูปที่ 4.3 ถึง 4.8



รูปที่ 4.2 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุดิบ



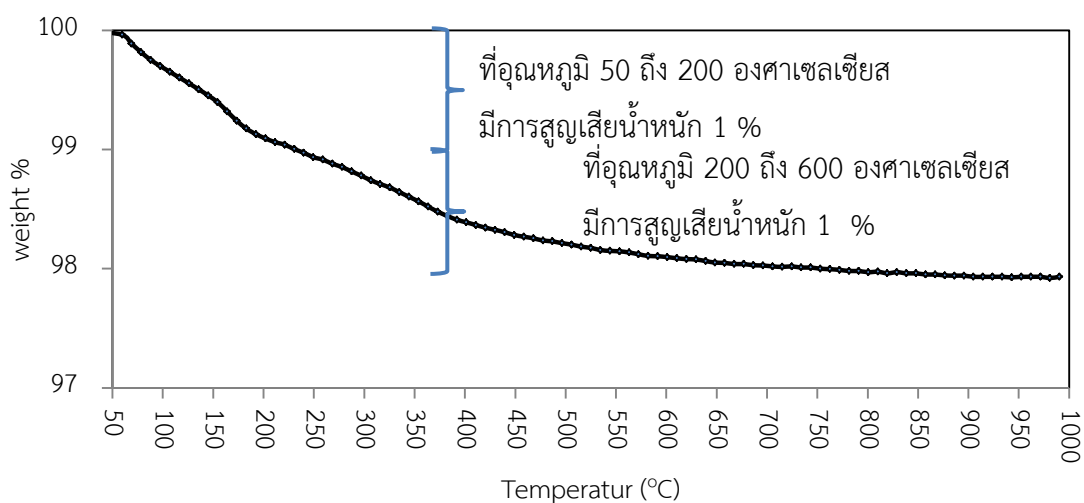
จากรูปที่ 4.3 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัตถุบดแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า TSP-15 จากผลการวิเคราะห์พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ ได้แก่ ช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 200 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้นเนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัตถุบดเอง ช่วงอุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนักจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนล 1.4 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากเกิดน้ำในโครงสร้างผลึกวัตถุบดเอง โดยจากผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส รูปที่ 4.1 พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลในผงวัตถุบด จากงานวิจัยของ Bocanegra, S. A. และคณะแสดงให้เห็นว่าการสูญเสียน้ำหนักของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลซึ่งสังเคราะห์โดยวิธี coprecipitation เกิดในช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 150 องศาเซลเซียส<sup>[30]</sup> เนื่องจากความชื้นที่ผิว และจากงานวิจัยของ Li, J.-G. และคณะแสดงให้เห็นว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่มีการสูญเสียน้ำหนักในโครงสร้างผลึกและ periclase (MgO) ที่ช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 500 องศาเซลเซียส<sup>[32]</sup> ซึ่งอยู่ภายในช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) คือช่วงอุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.3 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุบดแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า TSP-15

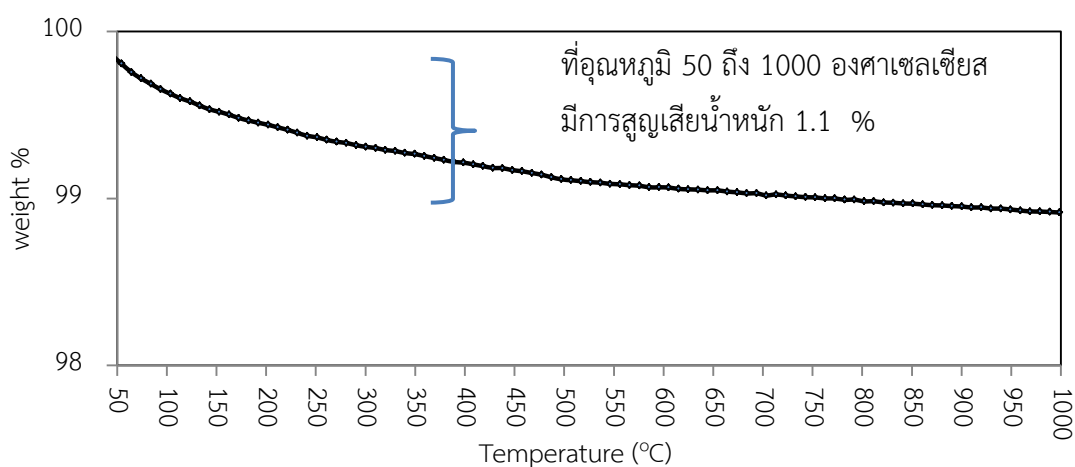
จากรูปที่ 4.4 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัตถุบดแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า S30CR เช่นเดียวกับผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า พบว่าช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 200 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัตถุบดเอง ช่วงอุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 1 เปอร์เซ็นต์ของ

น้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากเกิดน้ำในโครงสร้างผลึกวัตถุตัวเอง โดยจากผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR มีค่าการสูญเสียโดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิเดียวกับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 สันนิษฐานว่าเป็นการสูญเสียจากสารชนิดเดียวกัน



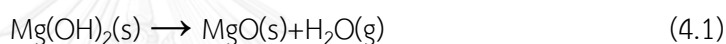
รูปที่ 4.4 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR

จากรูปที่ 4.5 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัตถุอะลูมินา TM-DA จากผลการวิเคราะห์พบว่าการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อนเพียง 1 ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50 ถึง 1000 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 1.1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัตถุตัวเอง โดยจากรูปที่ 4.1 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสพบอะลูมินาเพียงชนิดเดียว

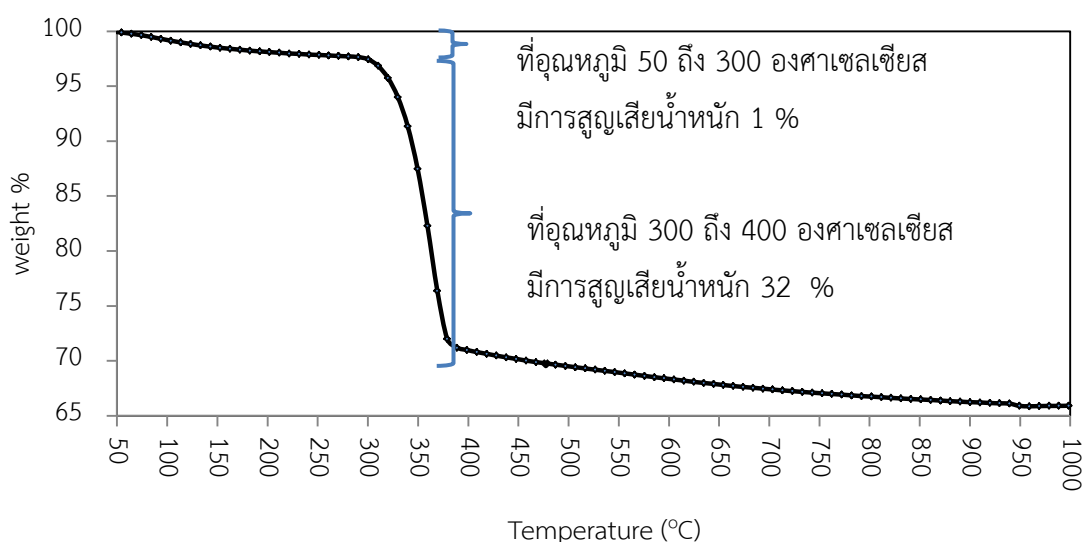


รูปที่ 4.5 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุอะลูมินา TM-DA

จากรูปที่ 4.6 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัสดุบดแมกนีเซียม MO-V20P จากผลการวิเคราะห์พบว่าการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50 ถึง 300 องศาเซลเซียส เกิดการสูญเสียน้ำหนัก 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัสดุบดเองช่วงอุณหภูมิ 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนักจากผงวัสดุบดแมกนีเซียม 32 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากเกิดน้ำในโครงสร้างผลึกวัสดุบดเอง โดยจากรูปที่ 4.1 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสพบเฟสแมกนีเซียม (MgO) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Mg(OH)<sub>2</sub>) จากงานวิจัยของ Almerindo, G. I. และคณะได้ทำการวิเคราะห์ TG-DTA ของแมกนีเซียมพบว่าการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส คือการสูญเสียน้ำหนักที่ผิวของแมกนีเซียม<sup>[52]</sup> เปรียบเทียบกับการทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 50 ถึง 300 องศาเซลเซียส และจากงานวิจัยของ Genovese, A. และ Shanks, R. A. แสดงให้เห็นปฏิกิริยาการคายน้ำ (dehydration reaction) ของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ดังนี้

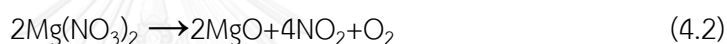


พบว่าเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 270 ถึง 380 องศาเซลเซียส<sup>[53]</sup> เปรียบเทียบกับการทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส

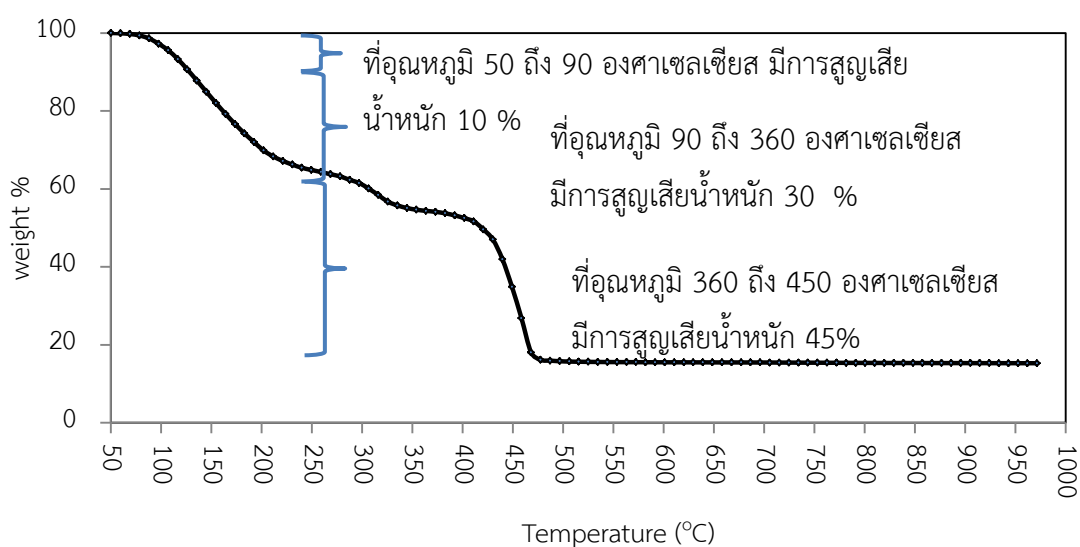


รูปที่ 4.6 สมบัติทางความร้อนของผงวัสดุบดแมกนีเซียม MO-V20P

จากรูปที่ 4.7 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (UNILAB) จากผลการวิเคราะห์พบว่าการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน 3 ช่วง อุณหภูมิระหว่าง 50 ถึง 90 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 10 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัตถุดิบเอง ช่วงอุณหภูมิ 90 ถึง 360 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนักจากผงวัตถุดิบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 30 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากเกิดน้ำในโครงสร้างผลึกวัตถุดิบเอง และช่วงอุณหภูมิระหว่าง 360 ถึง 450 องศาเซลเซียสเป็นการสูญเสียน้ำหนัก 45 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น จากงานวิจัยของ De Falco, G. และคณะ พบว่าน้ำในโครงสร้างระเหยหมดเหลือแต่แมกนีเซียมไนเตรต ( $Mg(NO_3)_2$ ) เริ่มที่อุณหภูมิ 88.9 ถึง 330 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับการทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 90 ถึง 360 องศาเซลเซียส และเกิดแมกนีเซีย ( $MgO$ ) เนื่องจากปฏิกิริยาการแตกตัวของแมกนีเซียมไนเตรต ( $Mg(NO_3)_2$ ) ที่อุณหภูมิ 410 องศาเซลเซียส<sup>[54]</sup> โดยเกิดปฏิกิริยาดังสมการ

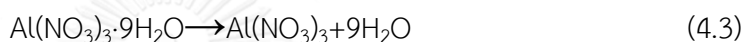


เปรียบเทียบกับ การทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 360 ถึง 450 องศาเซลเซียส โดยจากผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสพบเฟสแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตเพียง 1 เฟส แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงเฟสผงวัตถุดิบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตเป็นแมกนีเซียทั้งหมดเมื่อเผาสูงกว่าอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ขึ้นไป



รูปที่ 4.7 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต

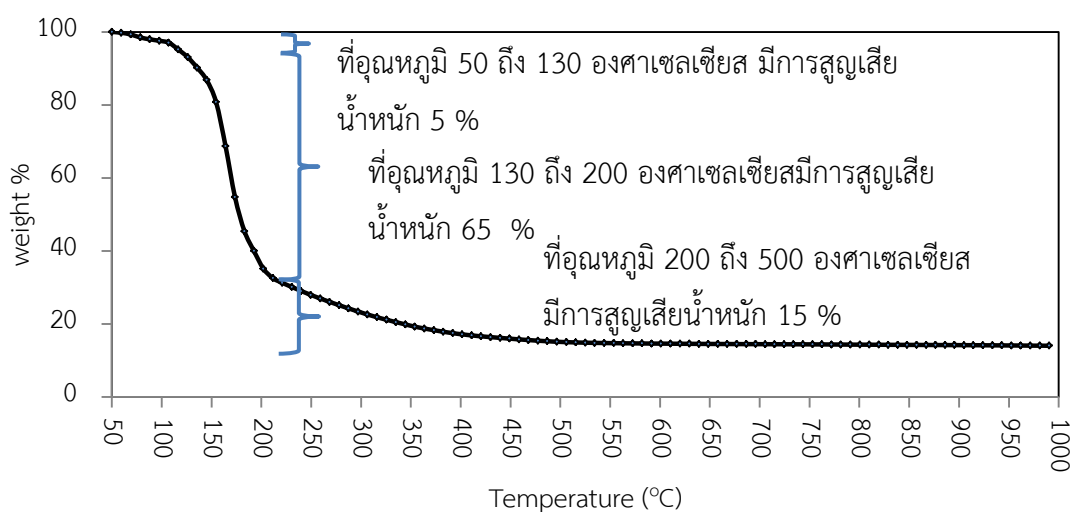
จากรูปที่ 4.8 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ของผงวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต (Quality Reagent Chemical) จากผลการวิเคราะห์พบว่าการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน 3 ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50 ถึง 130 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 5 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากความชื้นที่ผิวในผงวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตเอง ช่วงอุณหภูมิ 130 ถึง 200 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหนักจากผงวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต 65 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น เนื่องจากเกิดน้ำในโครงสร้างผลึกวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตเอง และช่วงอุณหภูมิระหว่าง 200 ถึง 500 องศาเซลเซียสเป็นการสูญเสียน้ำหนัก 15 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเริ่มต้น จากงานวิจัยของ El-Shereafy, E. และคณะแสดงให้เห็นกลไกการแตกตัวของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต<sup>[55]</sup> ซึ่งสัมพันธ์กับอุณหภูมิดังสมการที่ 4.3



จากงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาจากสมการที่ 4.3 เป็นการสลายน้ำผลึกเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียสเปรียบเทียบกับทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 130 ถึง 200 องศาเซลเซียส นอกจากนี้งานวิจัยได้แสดงสมการการแตกตัวของอะลูมิเนียมไนเตรต<sup>[55]</sup> ดังนี้



จากงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาจากสมการที่ 4.4 เริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเปรียบเทียบกับทดลองจะอยู่ในช่วงระหว่าง 200 ถึง 500 องศาเซลเซียส วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตเพียง 1 เฟส แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงเฟสผงวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตเป็นอะลูมินาทั้งหมดเมื่อเผาสูงกว่าอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสขึ้นไป



รูปที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของผงวัตถุดิบอะลูมิเนียมไนเตรดโนนไฮเดรต

#### 4.1.4 พื้นที่ผิวจำเพาะของวัตถุดิบ

จากการตารางที่ 4.10 พบว่าผงวัตถุดิบแมกนีเซีย MO-V20P และผงวัตถุดิบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมเนตสปิเนลทางการค้า S30CR มีพื้นที่ผิวจำเพาะใกล้เคียงกันซึ่งมากกว่าผงวัตถุดิบอะลูมินา TM-DA และ ผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลทางการค้า TSP-15, ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะใกล้เคียงกันเช่นกัน แสดงให้เห็นว่าขนาดความละเอียดของอนุภาคเริ่มต้นของแมกนีเซีย MO-V20P และผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลทางการค้า S30CR มีความละเอียดมากกว่าผงวัตถุดิบอะลูมินา TM-DA และผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลทางการค้า TSP-15

ตารางที่ 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะของผงวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิต

ชนิดผงวัตถุดิบ	ค่า surface area (m <sup>2</sup> /g)
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder TSP-15	12
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder S30CR	30
MgO powder, MO-V20P	31.7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> powder, TM-DA	13.5

จากงานวิจัยของ Jena, A. และ Gupta, K. <sup>[56]</sup> แสดงวิธีคำนวณเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยจากพื้นที่ผิวจำเพาะโดยสมมติให้รูปร่างอนุภาคทั้งหมดเป็นทรงกลมสมมาตรดังสมการ

$$D = 6 / (S_{sp} \rho_a) \quad (4.5)$$

โดย  $D$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค (ไมครอน)

$S_{sp}$  คือ พื้นที่จำเพาะผิวของอนุภาค (ตารางเมตรต่อกรัม)

$\rho_a$  คือ ความหนาแน่นของอนุภาค (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

จากสมการที่ 4.5 พบว่าสามารถคำนวณขนาดอนุภาคของผงวัตถุดิบจากพื้นที่ผิวจำเพาะได้ดังตารางที่ 4.11 ขนาดอนุภาคที่ได้จากการคำนวณใช้ความหนาแน่นทางทฤษฎี คือ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า TSP-15 และ แมกนีเซียมและอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร<sup>[32]</sup> แมกนีเซีย MO-V20P มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 3.59 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร อะลูมินา TM-DA มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 3.99 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรตาม JCPDS NO. 21-1152 NO. 45-946 และ NO. 10-0173 ตามลำดับ โดยค่าดังกล่าวเป็นค่าที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎี

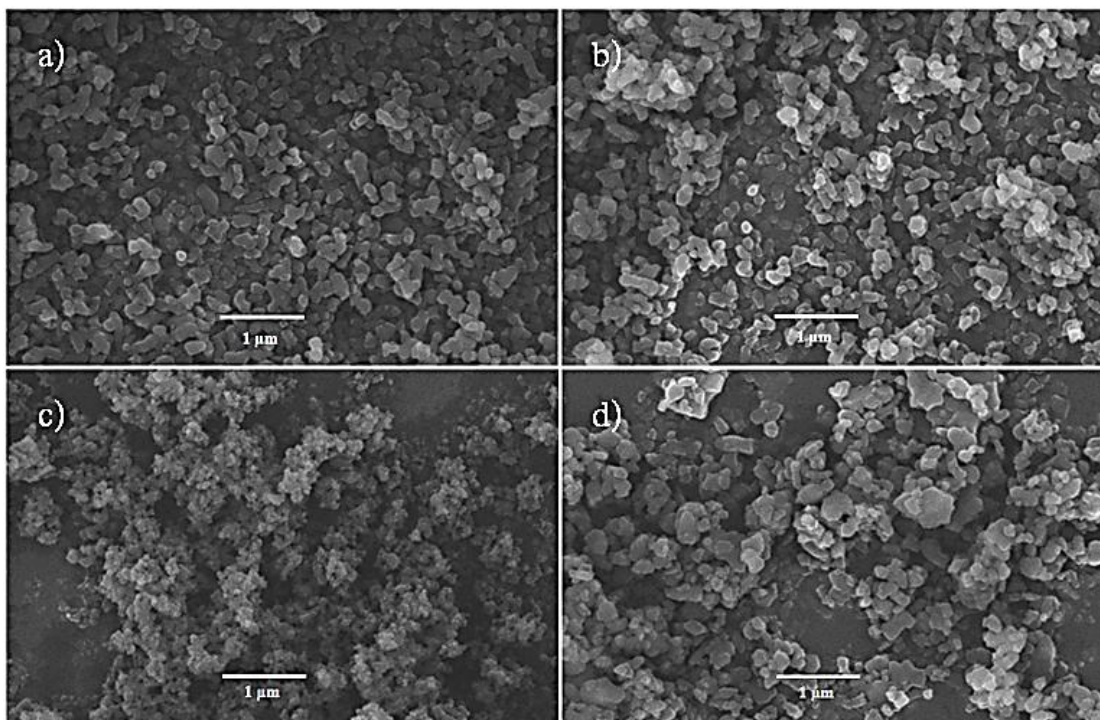
ตารางที่ 4.11 เส้นผ่านศูนย์กลางของผงวัตถุดิบจากบริษัทผู้ผลิต

ชนิดผงวัตถุดิบ	ค่าขนาดของอนุภาค (ไมครอน)
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder TSP-15	0.139
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder S30CR	0.056
MgO powder, MO-V20P	0.053
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> powder, TM-DA	0.111

#### 4.1.5 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

ทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงวัตถุดิบประเภทสารประกอบออกไซด์ซึ่งไม่ละลายในน้ำกลั่นและเอทิลแอลกอฮอล์ทั้งหมด 4 ชนิด ดังรูปที่ 4.9

ผงวัตถุดิบได้แก่ ผงวัตถุดิบอะลูมินา TM-DA ผงวัตถุดิบแมกนีเซีย MO-V20P ผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า S30CR และ ผงวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า TSP-15 โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 20000 เท่าได้ผลดังรูปที่ 4.9



**รูปที่ 4.9** โครงสร้างจุลภาคของผงวัสดุ a) ผงวัสดุอะลูมินา TM-DA b) ผงวัสดุแมกนีเซียม MO-V2O<sub>5</sub> c) ผงวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลทางการค้า S30CR d) ผงวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลทางการค้า TSP-15

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าผงวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลทางการค้า S30CR มีขนาดอนุภาคระหว่าง 0.033 ถึง 0.130 ไมครอน ผงวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลทางการค้า TSP-15 มีขนาดอนุภาคระหว่าง 0.076 ถึง 0.217 ไมครอน ผงวัสดุแมกนีเซียม MO-V2O<sub>5</sub> และผงวัสดุอะลูมินา TM-DA มีขนาดอนุภาคระหว่าง 0.108 ถึง 0.326 ไมครอน และ 1.196 ถึง 0.326 ไมครอน ตามลำดับ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยดังตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุจากภาพถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 20000 เท่า

ชนิดผงวัสดุ	ค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ย (ไมครอน)
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder, TSP-15	0.140
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel powder S30CR	0.060
MgO powder, MO-V2O <sub>5</sub>	0.181
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> powder, TM-DA	0.184



พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแมกนีเซียม MO-V20P และ อะลูมินา TM-DA ที่ได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค มีขนาดใหญ่กว่าผลคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค สันนิษฐานว่าเกิดจากการเกาะกลุ่มของอนุภาค (agglomerate) ของอนุภาคแมกนีเซียมและอะลูมินา

#### 4.2 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์

จากงานวิจัยของ Krell, A. และคณะ<sup>[18]</sup> แสดงผลการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนระหว่างการค้าด้วยวิธีการอัดร้อนทุกทิศทางที่อุณหภูมิ 1440 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับการเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียมที่อุณหภูมิ 1540 องศาเซลเซียส พบว่าได้แมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาที่มีค่าการส่องผ่าน (real in-line transmission) ที่ 81 และ 80 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกันแสดงถึงกระบวนการที่ทำให้เกิดความหนาแน่น (densification) ที่สูงใกล้เคียง 100 เปอร์เซ็นต์ของความหนาแน่นทางทฤษฎี

จากการทดลองของ Krell, A. และคณะ<sup>[18]</sup> จึงมีความน่าสนใจศึกษาสมบัติก่อนและหลังการเผาผนึกของสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนระหว่างการค้า การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินากับแมกนีเซียมและ การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนของแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนระหว่างการค้า อะลูมินาและแมกนีเซียมดังตารางที่ 4.13 โดยการอัดทิศทางเดียวและเผาผนึกขึ้นงานเพื่อเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกขึ้นงานแต่ละสูตรโดยจะเลือกสูตรขึ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกสูงที่สุดสำหรับทดลองขั้นต่อไป

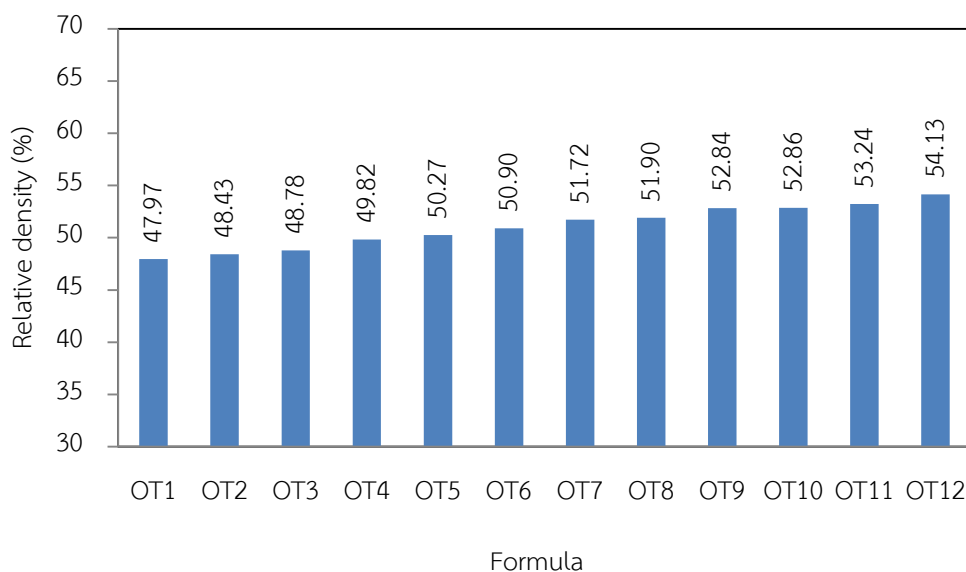
ทำการผสมแมกนีเซียมอะลูมินาแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ปั่นผสมแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง กระทั่งส่วนผสมมีความชื้นสูงและอบแห้งในเตาอบ ที่ 100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง จากนั้นบดด้วยโกร่งอะลูมินาและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอน ได้ผงวัตถุดิบ

ตารางที่ 4.13 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุดิบที่เป็นสารประกอบออกไซด์และแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้า

สูตร	เปอร์เซ็นต์โดยมวลของวัตถุดิบ	
	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :MgO อัตราส่วนโมล 1:1
OT1	0	100
OT2	10	90
OT3	20	80
OT4	30	70
OT5	40	60
OT6	50	50
OT7	60	40
OT8	70	30
OT9	80	20
OT10	90	10
OT11	95	5
OT12	100	0

#### 4.2.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดขึ้นงานสูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์

นำผงที่ผ่านการผสมทุกสูตรในตารางที่ 4.13 ทำการอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัลและอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ได้ชิ้นงานหลังอบทำการทดสอบหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังอบได้ผลดังรูปที่ 4.10

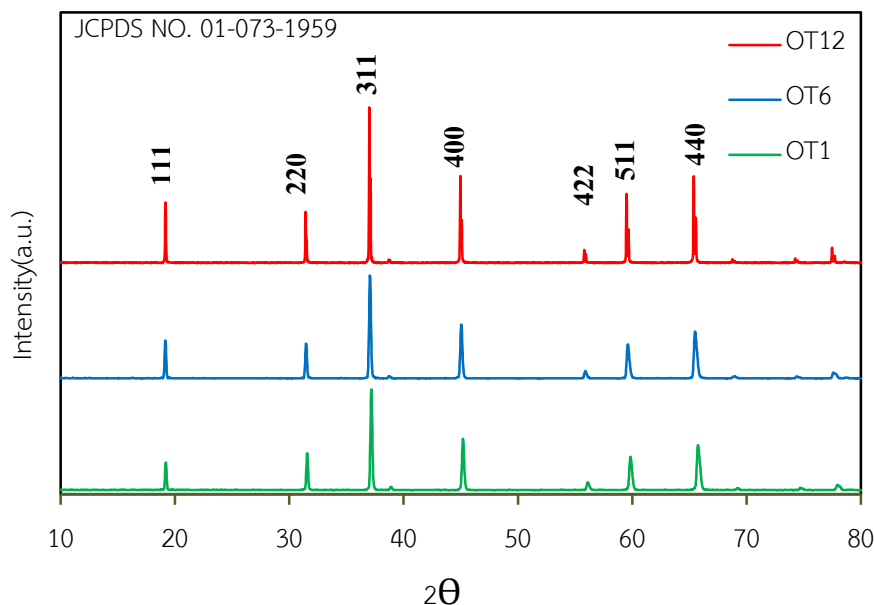


รูปที่ 4.10 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12

สูตร OT1 ผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียม 100 เปอร์เซ็นต์ ปรับเพิ่มแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนล TSP-15 ขึ้นทุกสูตรจนเป็นสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนล 100 เปอร์เซ็นต์ที่สูตร OT12 ดังตารางที่ 4.13 จากกราฟจะพบว่า ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จาก 47.97 ถึง 54.13 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี (ใช้ค่าความหนาแน่นของแมกนีเซียมอะลูมินาเนตสปิเนลเท่ากับ 3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

#### 4.2.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

จากงานวิจัยดังกล่าวทำการคัดเลือกสูตรผสมชิ้นงาน โดยอัดทิศทางเดียวทำการเผาผนึกในเตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง (muffle furnace: Vecstar furnaces) ที่ 1600 องศาเซลเซียส ยืนอุณหภูมิ 2 ชั่วโมง เลือกชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 OT6 และ OT12 ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

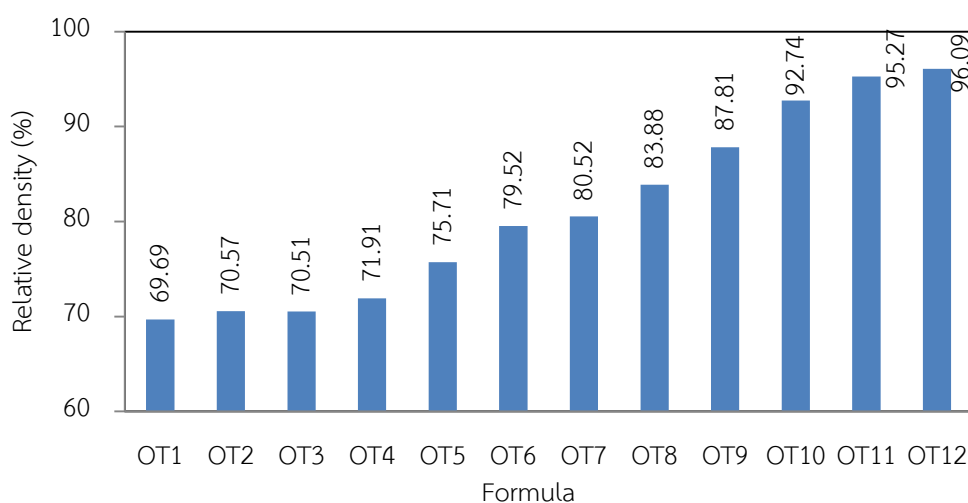


**รูปที่ 4.11** องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเผาผนึกสูตร OT1 OT6 และ OT12 ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.11 ประกอบด้วยองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเผาผนึกสูตร OT1 OT6 และ OT12 ยืนยันถึงเฟสหลังการเผาผนึกคือ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเป็นไปตาม JCPDS NO. 01-073-1959 โดยจากงานวิจัยของ Krell, A. และคณะกล่าวถึงปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกของแมกนีเซียมและอะลูมินาผสมกันในอัตราส่วนโมล 1:1 โดยเผาผนึกจนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะเกิดสารแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล 100 เปอร์เซ็นต์<sup>[57]</sup> ดังนั้นกล่าวได้ว่า ชิ้นงานหลังเผาผนึกทุกสูตรคือ OT1 ถึง OT12 เกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทุกสูตร

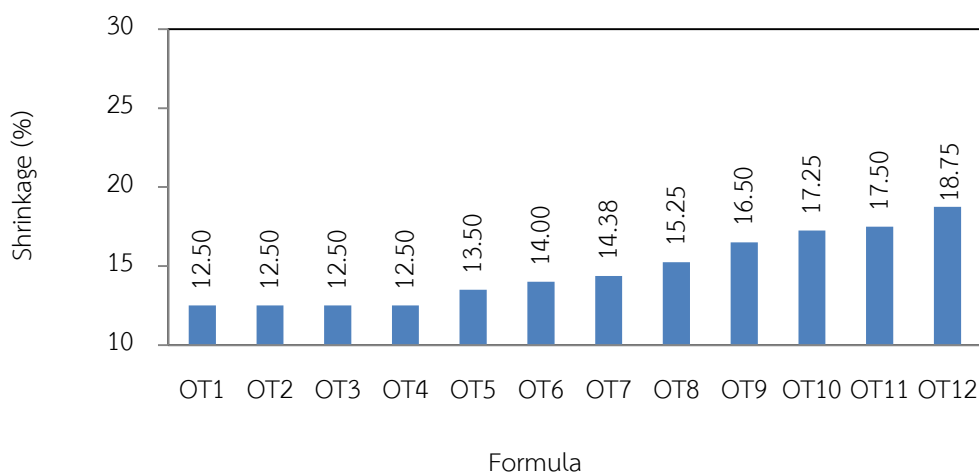
#### 4.2.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์

สมบัติหลังเผาผนึกชิ้นงาน OT1 ถึง OT12 ซึ่ง OT1 เป็นสูตรผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียม 100 เปอร์เซ็นต์ โดยปรับเพิ่มแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 ขึ้นทุกสูตรจนเป็นสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล 100 เปอร์เซ็นต์ ที่สูตร OT12 ดังตารางที่ 4.9 จากกราฟ พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12 ดังรูปที่ 4.12 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 69.69 จนถึง 96.09 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเกิดจากการ densification ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งไม่เกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างทางจุลภาค<sup>[58]</sup>



รูปที่ 4.12 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12

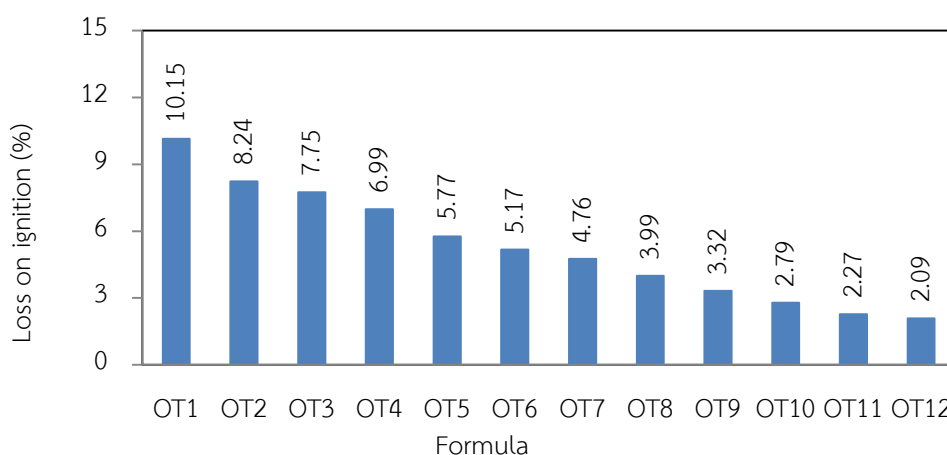
จากรูปที่ 4.13 พบว่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 12.50 ถึง 18.75 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นหรือสารผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียมที่ลดลง



รูปที่ 4.13 การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12

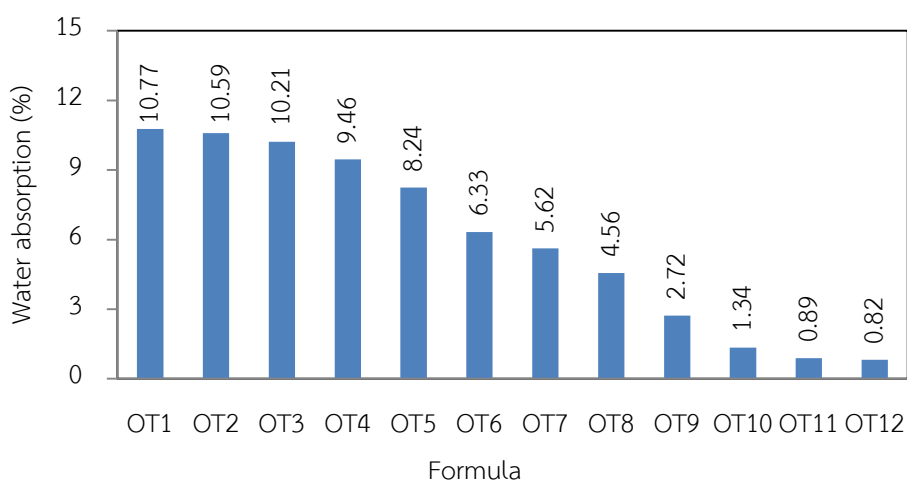
จากรูปที่ 4.14 ค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกชิ้นงาน สูตร OT1 ถึง OT12 พบว่าค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12 มีแนวโน้มลดต่ำลงจาก 10.15 ถึง 2.09 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามปริมาณของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นหรือสารผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียมลดลง จากผลการทดลองพบว่าสัมพันธ์กับสมบัติทางความร้อนของ

วัตถุดิบในหัวข้อ 4.1.3 โดยจากการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อนของวัตถุดิบพบว่า แมกนีเซียมมีการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อนสูงมาก ดังนั้นสูตรที่มีแมกนีเซียม MO-V20P ในส่วนผสมมากขึ้นจะม้ค่าการสูญเสียหลังเผาผนึกชิ้นงานมากขึ้นเช่นกัน



รูปที่ 4.14 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12

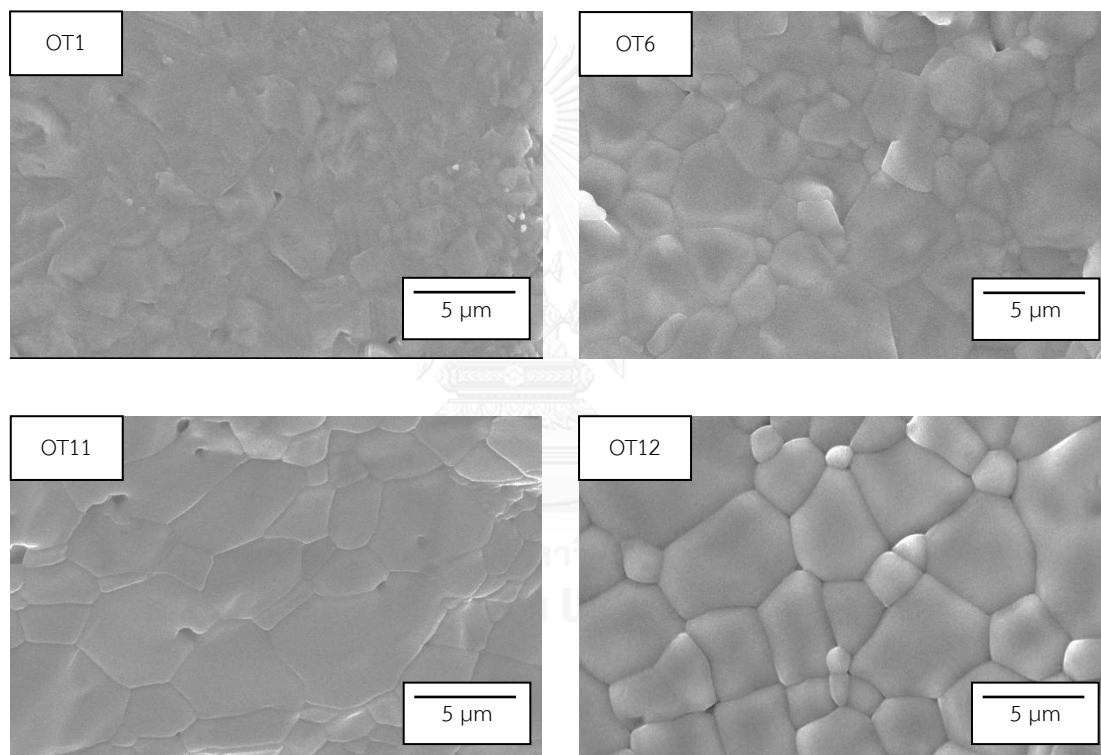
จากรูปที่ 4.15 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT1 ถึง OT12 พบว่าค่าการดูดซึมน้ำของแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่องจาก 10.77 ถึง 0.82 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งแสดงถึงรูปพรุนในชิ้นงานที่ลดลงตามปริมาณของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นหรือสารผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียมลดลง



รูปที่ 4.15 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT1 ถึง OT12

ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ผ่านการเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส โดยแสดงเป็นสูตรผสมเป็นร้อยละโดยน้ำหนักของ MgO กับ  $Al_2O_3:MgAl_2O_4$  (TSP-15) ได้แก่ สูตร OT1 (100:0) OT6 (50:50) OT11 (95:5) และ OT12 (0:100) ตามลำดับ (ดังตารางที่ 4.13)

จากรูปที่ 4.16 แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานสูตร OT1 OT6 OT11 และ OT12 จะมีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่ขึ้นตามลำดับดังนี้คือ 2.90 3.12 3.75 และ 3.76 ไมครอน ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าสูตรที่มีส่วนผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียสูง ขนาดเกรนจะเล็กและรูพรุนมากกว่าสูตรที่มีส่วนผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียต่ำ



**รูปที่ 4.16** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลหลังเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์

จากลักษณะเกรนพบว่าสูตร OT12 ชิ้นงานประกอบด้วยแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล 100 เปอร์เซ็นต์ จะมีขนาดเกรนใหญ่กว่าสูตร OT6 และ OT11 ที่เป็นสูตรผสมระหว่างอะลูมินาและแมกนีเซียกับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเล็กน้อย สันนิษฐานว่า OT12 เกิดการ densification ได้ดีกว่า OT6 และ OT11 ซึ่งมีผลต่อการโตของเกรนได้เร็ว<sup>[59]</sup>

ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ สูตร OT11 และ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 ปริสุทธิสูตร OT12 มีค่าการดูดซึมน้ำต่ำกว่า 1 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงปริมาณรูพรุนในชิ้นงานต่ำและมีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกมากกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ ของค่าทางทฤษฎี<sup>[60]</sup> ซึ่งชิ้นงานเหมาะกับการเผาผนึกในสภาวะอัดร้อนทุกทิศทางในอนาคต เพื่อเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานให้ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี และลดรูพรุน ซึ่งเป็นปัจจัยเบื้องต้นที่ส่งเสริมความโปร่งใส

#### 4.3 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย

ทำการผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย ทำการผสมผงวัตถุดิบด้วยวิธีการเช่นเดียวกับการทดลองหัวข้อ 4.2 สูตร OT11 คือ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบออกไซด์ 95:5 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ซึ่งมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด จึงทำการผสมวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วยบางส่วน โดยสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วยถูกคำนวณเป็นอัตราส่วนระหว่าง แมกนีเซียมต่ออลูมินา อัตราส่วน 1:1 โดยโมล ด้วยอัตราส่วน 95:5 เปอร์เซ็นต์โดยมวลได้ผงวัตถุดิบดังตารางที่ 4.14 ในการทดสอบจะนำผลทดสอบของชิ้นงานสูตร OT11 และ OT12 ในข้อ 4.2 พิจารณาร่วมด้วย

ตารางที่ 4.14 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุดิบที่เป็นกลุ่มสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วยกับสปีเนลทางการค้า TSP-15

สูตร	เปอร์เซ็นต์โดยมวลของวัตถุดิบ			
	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O อัตราส่วนโมล 1:1	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O: MgO อัตราส่วนโมล 2:1	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O:Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O อัตราส่วนโมล 2:1
NT1	95	-	-	-
NT2	95	-	5	-
NT3	95			

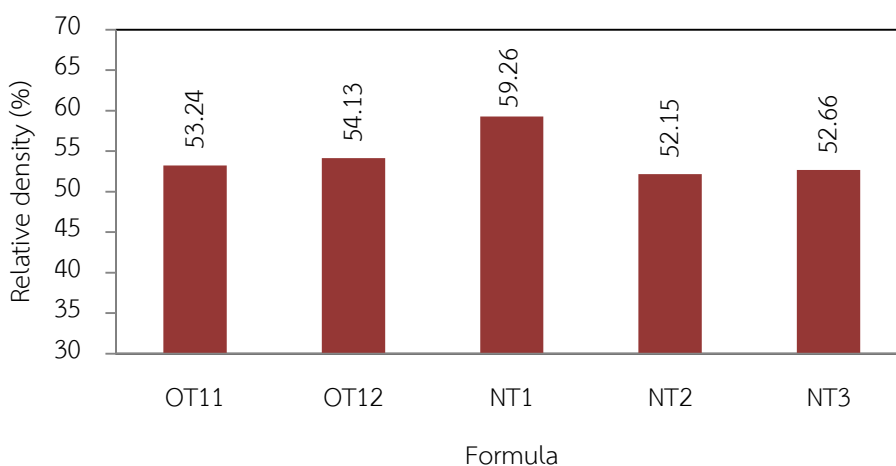
คำนวณเป็นอัตราส่วนระหว่าง Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO อัตราส่วน 1:1 โดยโมล



#### 4.3.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดขึ้นงานสูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

นำผงผสมตามสูตรจากตารางที่ 4.14 ทำการอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง ได้ชิ้นงานหลังอบทำการทดสอบหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังอบ โดยเปรียบเทียบกับชิ้นงานสูตร OT11 และ OT12 จากการทดสอบที่ 4.2 ด้วยได้ผลดังรูปที่ 4.17

พบว่าสูตร NT1 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกสูงที่สุดคือ 59.26 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยสูตร NT2 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานต่ำที่สุดคือ 52.15 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับสูตรที่ NT3 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานคือ 52.66 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยสูตร OT11 และ OT12 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ 53.24 และ 54.13 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับสูตร NT2 และ NT3



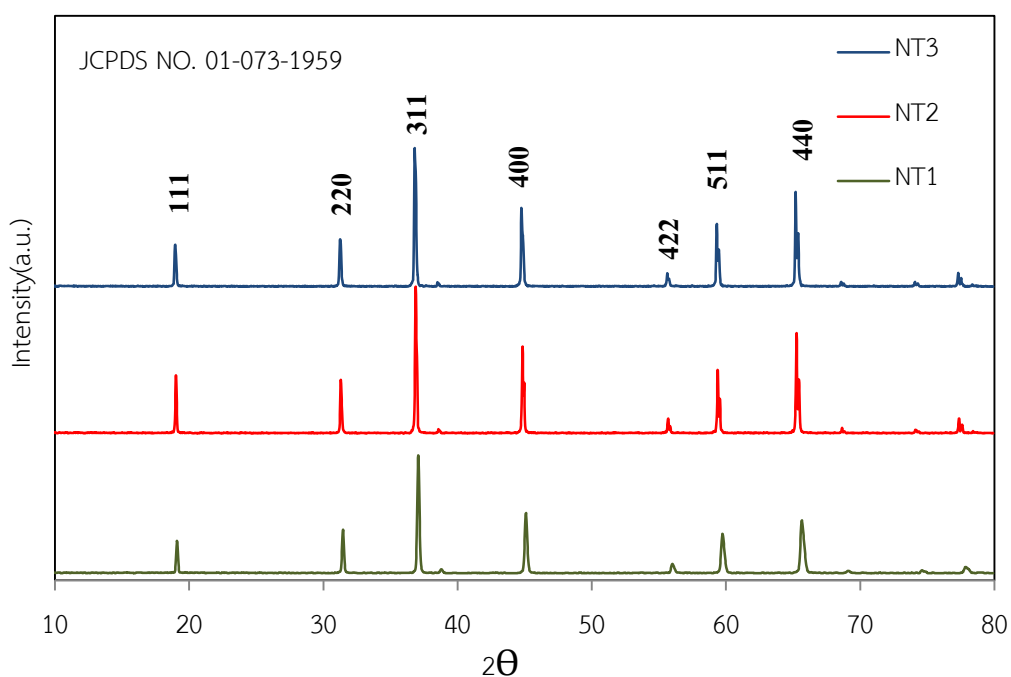
รูปที่ 4.17 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3

#### 4.3.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

นำชิ้นงานที่ได้จากการอัดทิศทางเผาผนึกในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ยืนอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง และเพิ่มอุณหภูมิถึง 1600 องศาเซลเซียส ยืนอุณหภูมิ 2 ชั่วโมง นำชิ้นงานหลังเผาผนึก สูตร NT1 NT2 และ NT3 ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสได้ผลดังรูปที่ 4.18

ผลการตรวจองค์ประกอบทางเฟสด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ดังรูปที่ 4.18 ของชิ้นงานหลังเผาผนึกของผงวัตถุดิบ สูตร NT1 NT2 และ NT3 พบว่าเฟสหลังการเผาผนึกเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลดัง JCPDS NO. 01-073-1959 โดยจากการวิเคราะห์ทางความร้อน

(TGA) ดังรูปที่ 4.7 ของผงวัตถุดิบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและงานวิจัยของ De Falco, G.<sup>[54]</sup> พบว่าจะเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นแมกนีเซียและระเหยแยกกลุ่มไนเตรตออกในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 360 ถึง 450 องศาเซลเซียส และผลวิเคราะห์ทางความร้อนดังรูปที่ 4.8 ของผงวัตถุดิบอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตและงานวิจัยของ El-Shereafy, E.<sup>[55]</sup> พบว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสผงวัตถุดิบอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตเป็นอะลูมินาและระเหยแยกกลุ่มไนเตรตออกทั้งหมดเมื่อในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 200 ถึง 500 องศาเซลเซียส จากข้อมูลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่ากลุ่มสารประกอบไนเตรตจะออกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 600 องศาเซลเซียส โดยจากงานวิจัยของ Das, S.<sup>[61]</sup> พบว่าสารผสมแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตกับอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตเผาผนึกที่ 700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนล 100 เปอร์เซ็นต์ โดยจากงานวิจัยดังกล่าวมีสารผสมเช่นเดียวกับสารประกอบกลุ่มไนเตรตในสูตร NT3

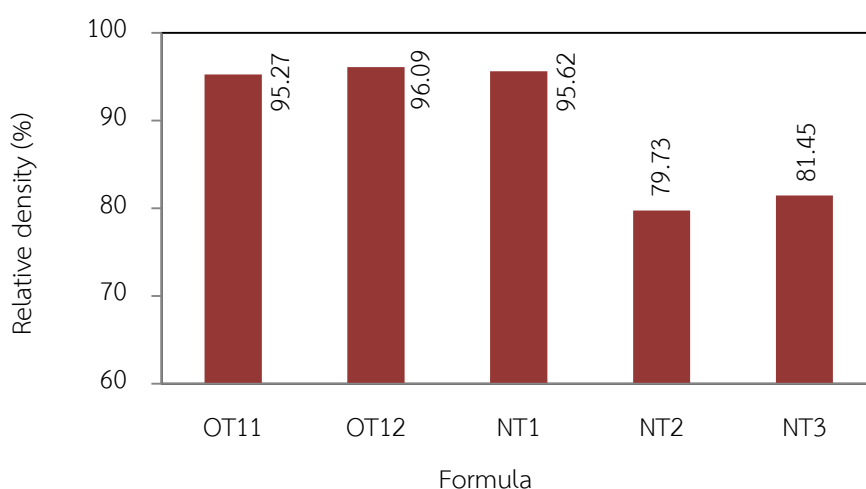


รูปที่ 4.18 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร NT NT2 และ NT3 ตามลำดับ

#### 4.3.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนลแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

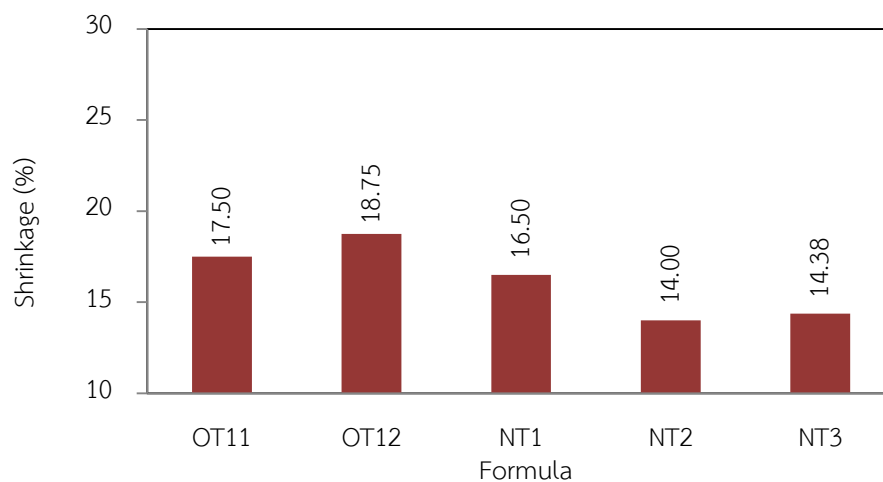
จากรูปที่ 4.19 ชิ้นงานสูตร NT1 มีค่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูงที่สุดคือ 95.62 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยสูตร NT2 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานต่ำที่สุดคือ 79.73 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับสูตรที่ NT3 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน 81.45 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี แสดงให้เห็นว่า NT1 เกิดการ densification ได้สูงที่สุด

โดยมี NT3 และ NT2 เกิดการ densification เป็นอันดับ 2 และ 3 ตามลำดับ ซึ่งจากการทดลองดังกล่าวสัมพันธ์กับผลของความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึก โดยมีสูตร NT1 เท่านั้น ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์เกิน 93 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี เช่นเดียวกับสูตร OT11 และ OT12 จากผลการทดลองดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานไม่ส่งผลต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกโดยตรงสันนิษฐานว่า ขึ้นอยู่กับชนิดของสารตั้งต้นในชิ้นงานแต่ละสูตร



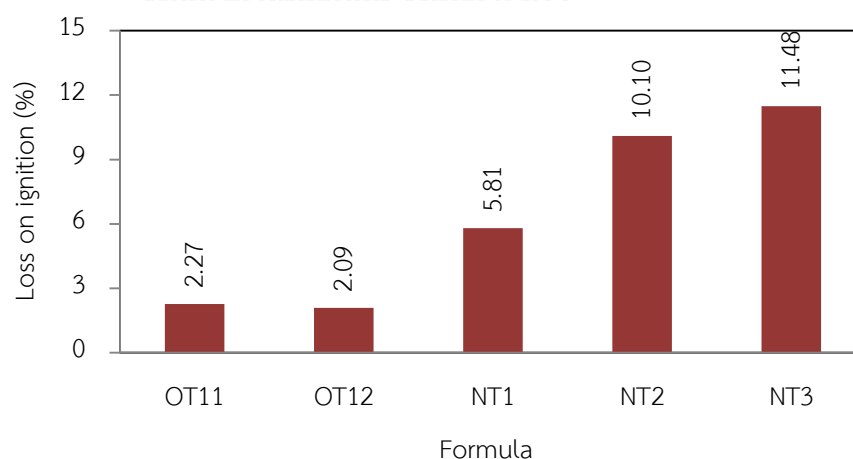
**รูปที่ 4.19** ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3

จากรูปที่ 4.20 เปรียบเทียบการหดตัวหลังเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า OT11 OT12 NT1 NT2 และ NT3 มีการหดตัวหลังเผาผนึก 17.50 18.75 16.50 14.00 และ 14.38 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงโดยสูตร OT11 OT12 และ NT1 มีค่าการหดตัวหลังเผาผนึกใกล้เคียงกันและเป็นสูตรที่มีค่าการหดตัวหลังเผาผนึกสูงเป็น 3 อันดับแรก โดยเปรียบเทียบการหดตัวหลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร NT1 NT2 และ NT3 พบว่า NT1 มีการหดตัวสูง ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวและความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาผนึก



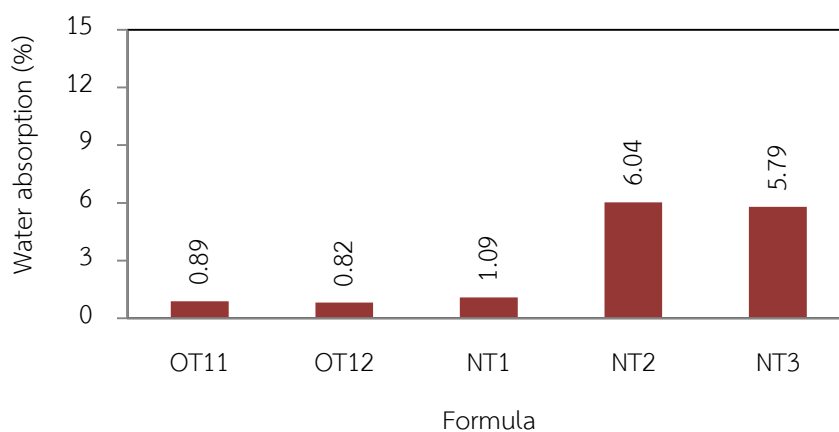
รูปที่ 4.20 การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3

จากรูปที่ 4.21 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร NT1 ถึง NT3 ชิ้นงานสูตร NT1 มีค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกต่ำที่สุด 5.81 เปอร์เซ็นต์ สูตร NT2 มีค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกของชิ้นงานเป็นอันดับ 2 คือ 10.10 เปอร์เซ็นต์ สูตรที่ NT3 มีค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกของชิ้นงานสูงสุด 11.48 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสัมพันธ์กับสมบัติทางความร้อน ดังหัวข้อที่ 4.1.3 เปรียบเทียบชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3 แสดงให้เห็นว่าสูตร OT11 และ OT12 มีการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกต่ำกว่าสูตร NT1 NT2 และ NT3 เนื่องจากวัตถุดิบในสูตร OT11 และ OT12 มีการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกต่ำกว่าวัตถุดิบในสูตร NT1 NT2 และ NT3



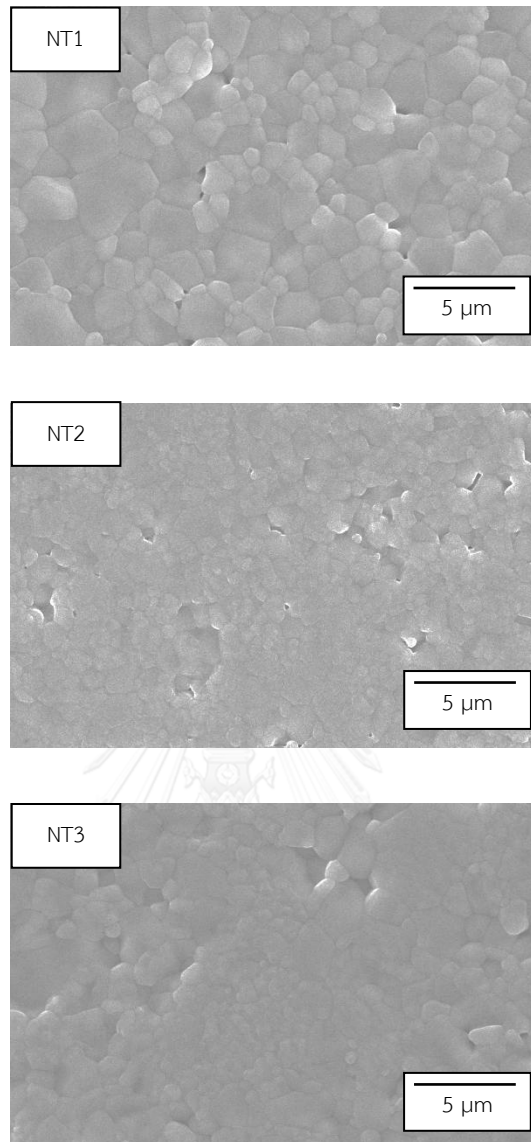
รูปที่ 4.21 การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3

จากรูปที่ 4.22 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3 พบว่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 มีค่าการดูดซึมน้ำต่ำกว่า 1.09 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่สูตร NT2 และ NT3 มีค่าการดูดซึมน้ำโดยประมาณสูงถึง 6 เปอร์เซ็นต์ สันนิษฐานว่าเกิดจากจำนวนรูพรุนในชิ้นงานสูตร NT2 และ NT3 มีปริมาณมากกว่าในสูตร NT1 OT11 และ OT12 เนื่องจากเกิดการ densification ต่ำกว่า



รูปที่ 4.22 การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 และ NT1 ถึง NT3

จากรูปที่ 4.23 ชิ้นงานทั้ง 3 สูตรได้แก่ NT1 NT2 และ NT3 จะมีขนาดเกรนเฉลี่ย 1.72 1.13 และ 1.24 ไมครอน ตามลำดับ เปรียบเทียบกับสูตร OT11 และ OT12 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.75 3.76 ไมครอน แสดงให้เห็นว่าสูตร NT1 ถึง NT3 มีสารประกอบกลุ่มไนเตรตในส่วนผสมส่งผลให้ค่อนข้างขนาดเกรนเล็กกว่าสูตร OT11 และ OT12 ซึ่งมีสารประกอบกลุ่มออกไซด์ในส่วนผสมและมีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ตามลำดับ

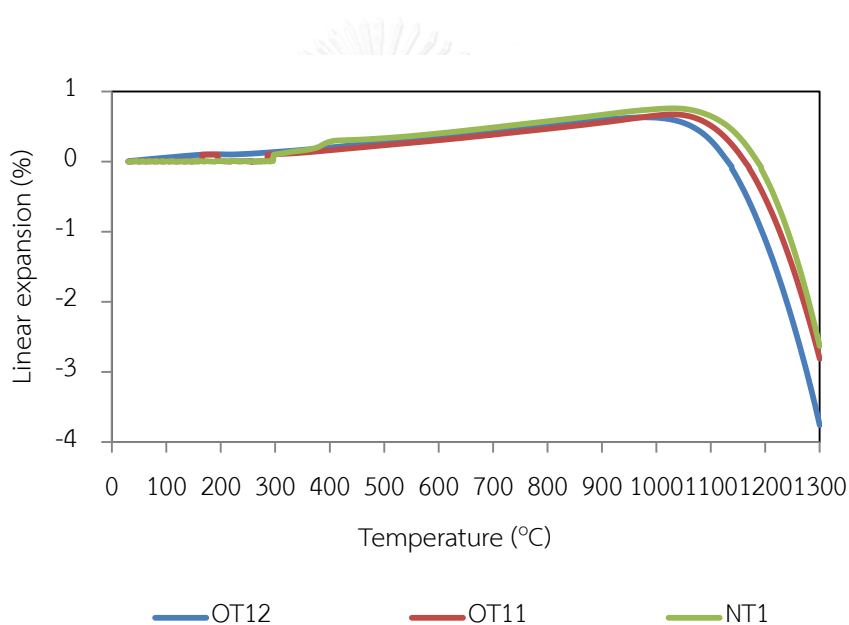


**รูปที่ 4.23** โครงสร้างจุลภาคขนาดเกรนของชิ้นงานแบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วนกับสารประกอบไนเตรตตั้งต้นและอาจมีกลุ่มสารประกอบออกไซด์ตั้งต้นร่วมด้วย สู่ตร NT1 ถึง NT3

จากผลการทดลองสู่ตร NT1 NT2 และ NT3 มีขนาดเกรนหลังเผาพูนิกเล็กมากเมื่อเปรียบเทียบกับสู่ตร OT11 และ OT12 สันนิษฐานว่าเกิดจากสารตั้งต้นกลุ่มไนเตรตในชิ้นงานสู่ตร NT1 NT2 และ NT3 ขณะที่ชิ้นงานสู่ตร NT1 เป็นสู่ตรเดียวที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงใกล้เคียงกับสู่ตร OT11 และ OT12 ดังนั้นสู่ตร NT1 จึงน่าสนใจสำหรับใช้ทดลองต่อในอนาคต

#### 4.3.4 พฤติกรรมการเผาไหม้ของสูตรผสมต่างๆ

จากรูปที่ 4.24 เปรียบเทียบพฤติกรรมการเผาไหม้ของสูตร OT11 OT12 และ NT1 พบว่าสูตร OT12 เริ่มหดตัวหลังจากอุณหภูมิ 979 องศาเซลเซียส ขณะที่สูตร OT11 และ NT1 เริ่มหดตัวที่อุณหภูมิใกล้เคียงกันคือ 1032 และ 1031 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าสูตร OT12 จะเข้าสู่ช่วง intermediate stage ก่อนสูตร OT11 และสูตร NT1 ซึ่งเข้าสู่ช่วง intermediate stage ใกล้เคียงกัน โดยที่อุณหภูมิสูงสุด 1300 องศาเซลเซียส พบว่าสูตร OT12 OT11 และ NT1 มีค่าการขยายและหดตัวเชิงเส้น -3.758 -2.810 และ -2.630 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส สูตร OT12 เกิดการ densification สูงที่สุด ขณะที่สูตร OT11 และ NT1 เกิดการ densification เป็นอันดับ 2 และ 3 ตามลำดับ



รูปที่ 4.24 พฤติกรรมการเผาไหม้ของผงวัสดุสูตร OT12 OT11 และ NT1

จากการทดลองที่ 4.2 และ 4.3 ได้ทำการเลือกสูตรผสมสารตั้งต้นที่จะทดลองต่อคือ OT11 OT12 และ NT1 เนื่องจากมีความหนาแน่นสัมพัทธ์มากกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี<sup>[60]</sup> โดยในการทดลองต่อไปจะเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ S30CR แทนสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ TSP-15

#### 4.4 ทดสอบการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

จากการทดลองที่ 4.2 และ 4.3 ได้ทำคัดเลือกสูตร OT11 OT12 และ NT1 (สูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล TSP-15 แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน) โดยทำการปรับสูตรสารตั้งต้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล S30CR แทนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล TSP-15 ดังตารางที่ 4.15 เนื่องจากเพื่อเปรียบเทียบสมบัติหลังเผาผนึกของชิ้นงานแต่ละสูตร

ตารางที่ 4.15 สูตรและสารตั้งต้นของกลุ่มวัตถุดิบที่สปีเนลทางการค้า TSP-15 หรือ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

สูตร	เปอร์เซ็นต์โดยมวลของวัตถุดิบ			
	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (TSP-15)	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (S30CR)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :MgO อัตราส่วนโมล 1:1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O อัตราส่วนโมล 1:1
OT11	95	-	5	-
OT12	100	-	-	-
NT1	95	-	-	5
OB11	-	95	5	-
OB12	-	100	-	-
NB1	-	95	-	5

นำชิ้นงานที่ได้จากการอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล เผาผนึกในเตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ดังตารางที่ 4.16 ในสภาวะที่ 1 และ 2 คือเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ตามลำดับ เลือกชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 เพื่อเปรียบเทียบสมบัติหลังเผาผนึกของสูตรผสมแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

ทำการเตรียมผงวัตถุดิบดังตารางที่ 4.15 โดยปรับสภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานในสภาวะที่ต่างกัน ดังในตารางที่ 4.16 เพื่อเปรียบเทียบสมบัติหลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงที่เกิดกับชิ้นงานในสภาวะต่างๆ กัน



ตารางที่ 4.16 สภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1

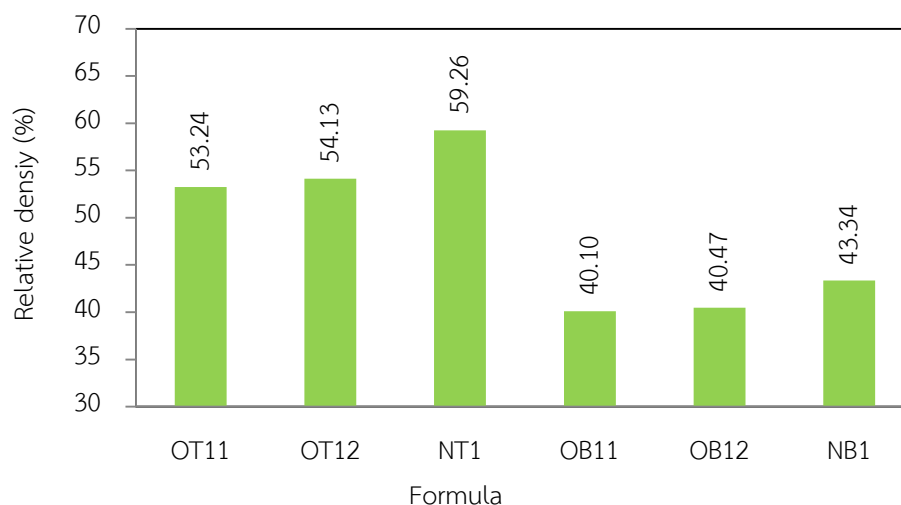
สภาวะที่	อัดทิศทางเดียว	อัดเย็นทุกทิศทาง (CIP)	เผาผนึกในอากาศ
1	50 MPa	-	1600 °C 2 h
2	50 MPa	-	1650 °C 2 h

หมายเหตุ ชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 ทุกสภาวะต้องมีการเผาผนึกที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ก่อนเพิ่มเป็นอุณหภูมิสูงสุด

#### 4.4.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 และ S30CR แบบเกิดปฏิกิริยาบางส่วน

นำผงผสมตามสูตรจากตารางที่ 4.15 ทำการอัดทิศทางเดียวด้วยความดัน 50 เมกะพาสคัล และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง ได้ชิ้นงานหลังอบทำการทดสอบหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังอบได้ผลดังรูปที่ 4.25

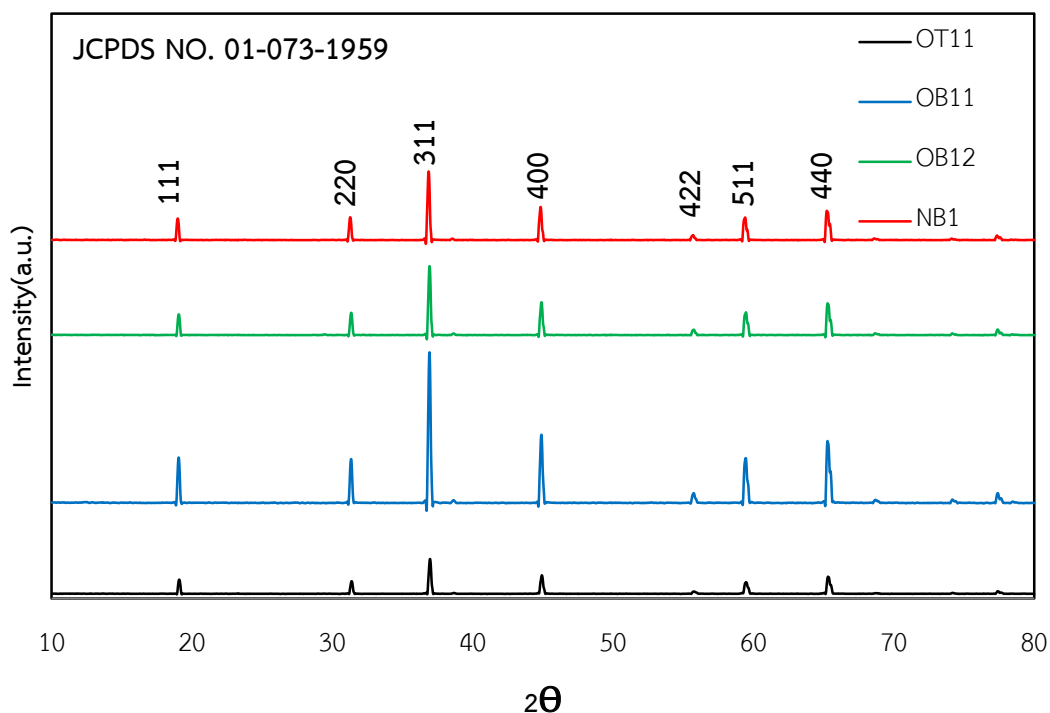
ชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 เป็นกลุ่มแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 โดย สูตร OB11 OB12 และ NB1 เป็นกลุ่มแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR ทำการเปรียบเทียบความหนาแน่นของสูตร OT11 กับ OB11 สูตร OT12 กับ OB12 และ สูตร NT1 กับ NB1 พบว่า ชิ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของสูตรสูงกว่าสูตร OB11 OB12 NB1 ในช่วง 13 ถึง 16 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ดังรูปที่ 4.25 เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยละเอียดกว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 ซึ่งส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานกลุ่มที่มีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR มีค่าต่ำกว่ากลุ่มที่มีแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15



**รูปที่ 4.25** ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1

#### 4.4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของชิ้นงานที่ถูกเผาผนึกสภาวะที่ 1 ดังตารางที่ 4.16 ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ได้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสสูตร OT12 และ NT1 พบว่าเฟสหลังการเผาผนึกเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เป็นไปตาม JCPDS NO. 01-073-1959 จึงทำการทดสอบเฟสด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ของชิ้นงานหลังเผาผนึก ของผงวัสดุสูตร OT11 OB11 OB12 และ NB1 ยืนยันเฟสหลังการเผาผนึกเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เช่นกันดังรูปที่ 4.26



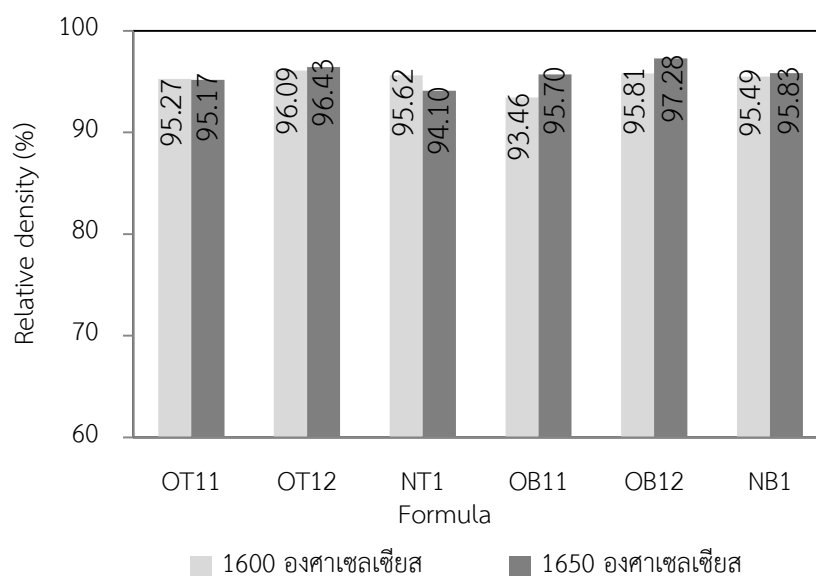
รูปที่ 4.26 องค์ประกอบทางเฟสในการทดลองที่ 1 และ 2 ขึ้นงานสูตร OT11 OB11 OB12 และ NB1 ตามลำดับ อัตราและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส

#### 4.4.3 สมบัติหลังเผาผนึกของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 และ S30CR แบบ เกิดปฏิกิริยาบางส่วน

จากรูปที่ 4.27 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ผลหลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่าหลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบระหว่างขึ้นงานสูตร OT11 OT12 และ NT1 ใช้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 และสูตร OB11 OB12 และ NB1 ใช้แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR เป็นส่วนผสมหลักมีขนาดอนุภาค โดยหากเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ พบว่าสูตร OT11 OT12 NT1 มีค่า 95.27 96.09 95.62 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ สูตร OB11 OB12 และ NB1 มีค่า 93.46 95.81 95.49 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ ขณะที่เมื่อเปรียบเทียบขึ้นงานหลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส สูตร OT11 OT12 NT1 มีค่า 95.17 96.43 94.10 เปอร์เซ็นต์ ของค่าทางทฤษฎีตามลำดับ สูตร OB11 OB12 และ NB1 มีค่า 95.70 97.28 95.83 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ จากผลการทดลองดังกล่าวแสดงค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าสูตร OT11 สูงกว่า OB11 สูตร OT12 สูงกว่า OB12 สูตร NT1 สูงกว่า NB1 เล็กน้อยทุกคู่ตามลำดับ แสดงให้

เห็นว่าสูตร OT11 OT12 และ NT1 เกิดการ densification สูงกว่า OB11 OB12 และ NB1 เล็กน้อย ซึ่งถือว่าใกล้เคียงกัน ส่วนชิ้นงานหลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส สูตร OT11 ต่ำกว่า OB11 สูตร OT12 ต่ำกว่า OB12 สูตร NT1 ต่ำกว่า NB1 เล็กน้อยแสดงให้เห็นว่าแสดง สูตร OT11 OT12 และ NT1 เกิดกระบวนการที่ทำให้เกิดการ densification ต่ำกว่า OB11 OB12 และ NB1 เล็กน้อย

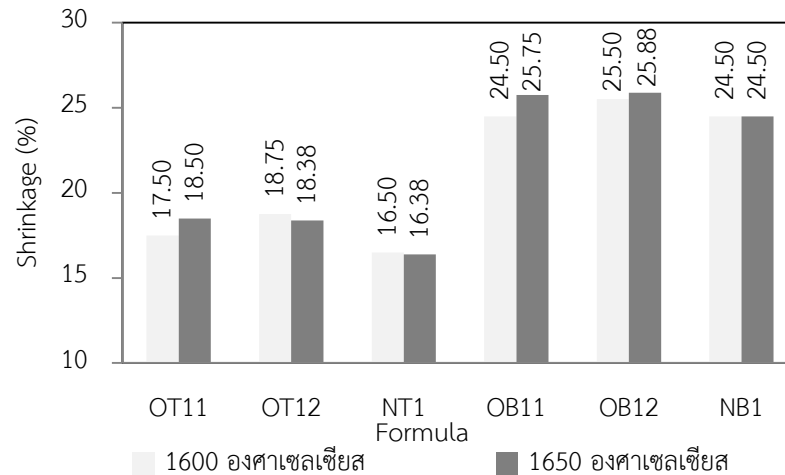
ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกที่ต่างกันของชิ้นงานสูตร OT11 สูงกว่า OB11 สูตร OT12 สูงกว่า OB12 และ สูตร NT1 สูงกว่า NB1 มากกว่า 10 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ดังรูปที่ 4.25 หลังเผาผนึกในอากาศที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานสูตร OT11 กับ OB 11 สูตร OT12 กับ OB12 และ สูตร NT1 กับ NB1 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกใกล้เคียงกัน โดยเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ให้ผลเช่นเดียวกันดังรูปที่ 4.27 ทุกสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกเกิน 93.46 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และไม่เกิน 97.28 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี แสดงให้เห็นว่าทุกสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกใกล้เคียงกัน



**รูปที่ 4.27** ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16)

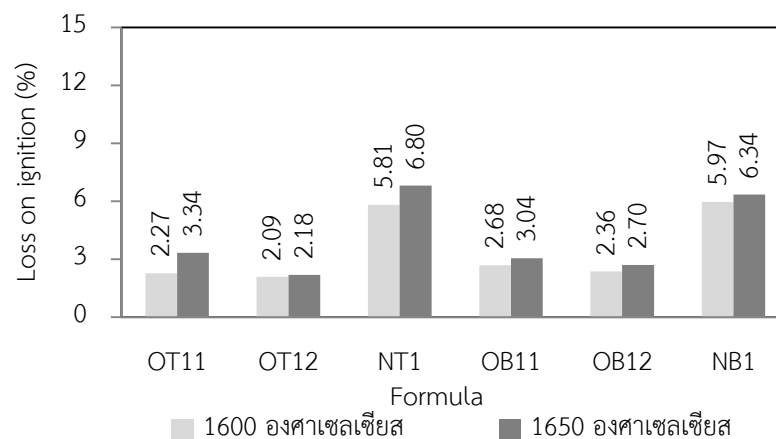
จากรูปที่ 4.28 การหดตัวของชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานสูตรเดียวกันจะมีการหดตัวของชิ้นงานต่างกันในช่วง 0 ถึง 1 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่สูตรกลุ่ม OB และ NB ใช้ผงวัตถุดิบคือสปิเนล S30CR ในส่วนผสมมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.06 ไมครอน ซึ่ง

ละเอียดกว่าสูตรกลุ่ม OT และ NT ใช้ผงวัตถุบดคือสปิเนล TSP-15 มีขนาดอนุภาค 0.14 ไมครอนทำให้สูตรกลุ่ม OB และ NB มีอัตราการหดตัวที่สูงกว่าสูตรกลุ่ม OT และ NB ประมาณ 7 ถึง 8 เปอร์เซ็นต์



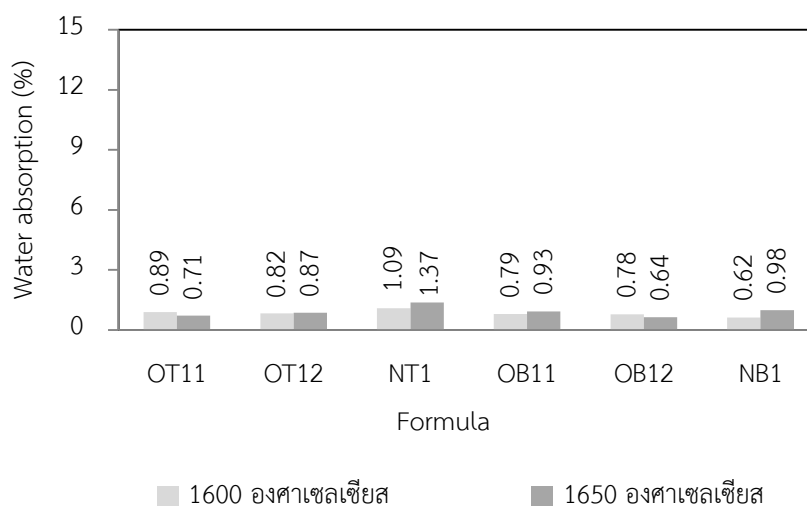
**รูปที่ 4.28** การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16)

จากรูปที่ 4.29 เปรียบเทียบค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกแต่ละสูตรที่ 1650 ortsalee จะสูงกว่า 1600 ortsalee สูตรที่ใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกันต่างกันที่ ชนิดสปิเนล TSP-15 และ S30CR เป็นส่วนผสมหลัก สูตร NT1 กับ NB1 มีการสูญเสียน้ำสูงที่สุด สูตร OT11 กับ OB11 เป็นอันดับ 2 และ NT1 และ NB1 เป็นอันดับสุดท้ายซึ่งสัมพันธ์ชนิดและการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกของสารตั้งต้น (ดังหัวข้อ 4.1.3)



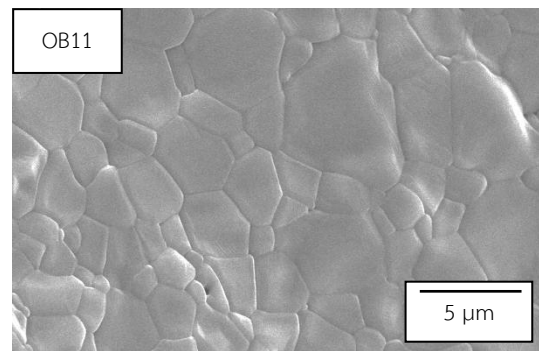
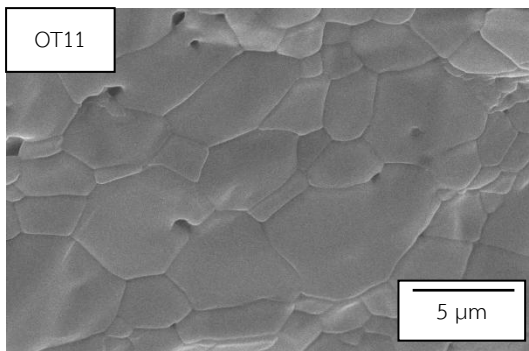
**รูปที่ 4.29** การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16)

จากรูปที่ 4.30 ค่าการดูดซึมน้ำจะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 1600 แล 1650 องศาเซลเซียส ในสูตรเดียวกันจะมีค่าการดูดซึมน้ำใกล้เคียงกันในช่วง 0.05 ถึง 0.36 เปอร์เซ็นต์ โดยเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสูตร OT11 กับ OB11 OT12กับ OB12 และ NB1 กับ NT1 ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการดูดซึมน้ำใกล้เคียงกันและต่างกันอยู่ในช่วง 0.04 ถึง 0.47 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ค่าการดูดซึมน้ำต่างกันอยู่ในช่วง 0.22 ถึง 0.39 เปอร์เซ็นต์ จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานทุกสูตรที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงถึงปริมาณรูพรุนที่ใกล้เคียงกัน

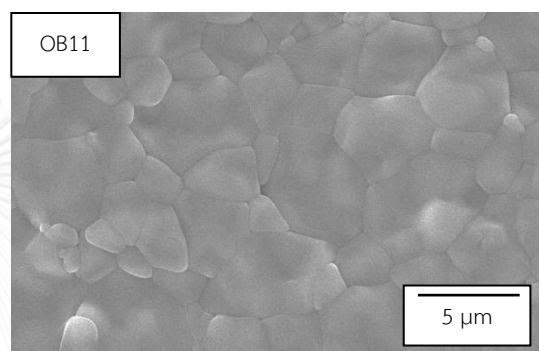
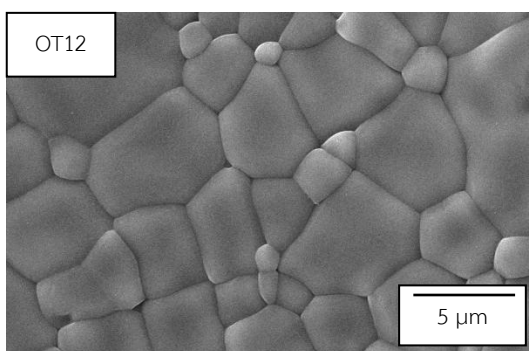


**รูปที่ 4.30** การดูดซึมน้ำของชิ้นงานหลังเผาผนึกสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 2 ตารางที่ 4.16)

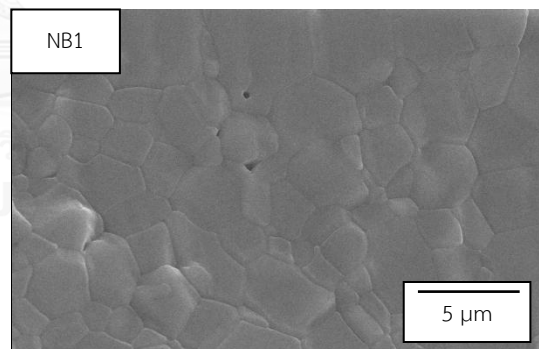
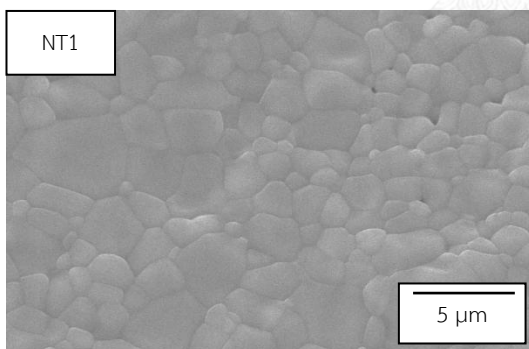
จากรูปที่ 4.31 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน พบว่าสภาวะที่ 1 ที่ชิ้นงานที่เผาผนึก 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ของสปีเนลสูตร OT11 OT12 NT1 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.75 3.76 1.72 ไมครอน ตามลำดับ และสูตร OB11 OB12 NB1 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 2.94 3.51 2.89 ไมครอน ตามลำดับ แสดงให้เห็นสูตร OT12 และ OT11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยค่อนข้างใหญ่กว่าสูตร NT1 เล็กน้อย ขณะที่สูตร OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยค่อนข้างใหญ่กว่าสูตร OT11 และ NT1 เล็กน้อย



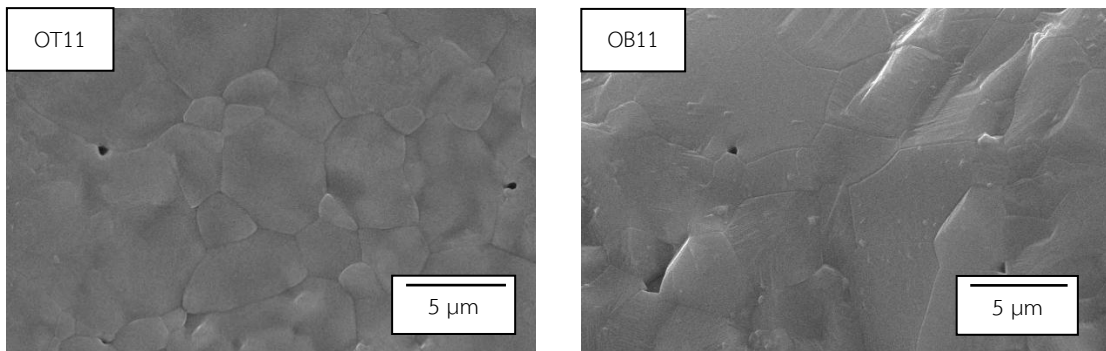
สภาวะที่ 1 เภาพนิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง



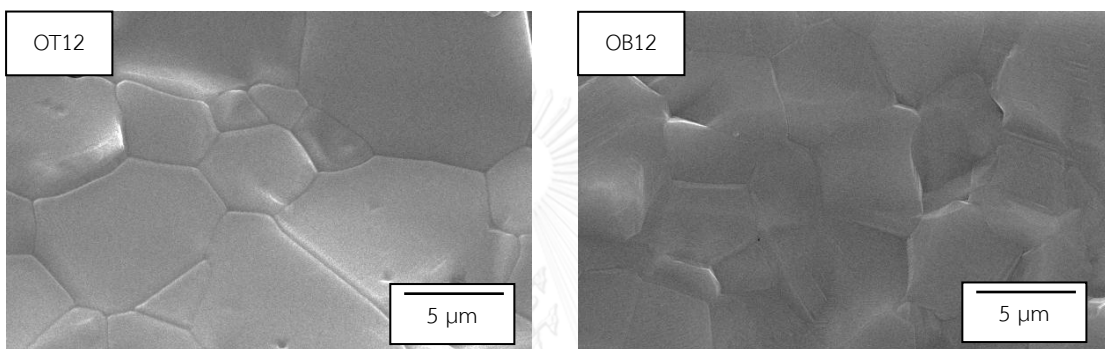
สภาวะที่ 1 เภาพนิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง



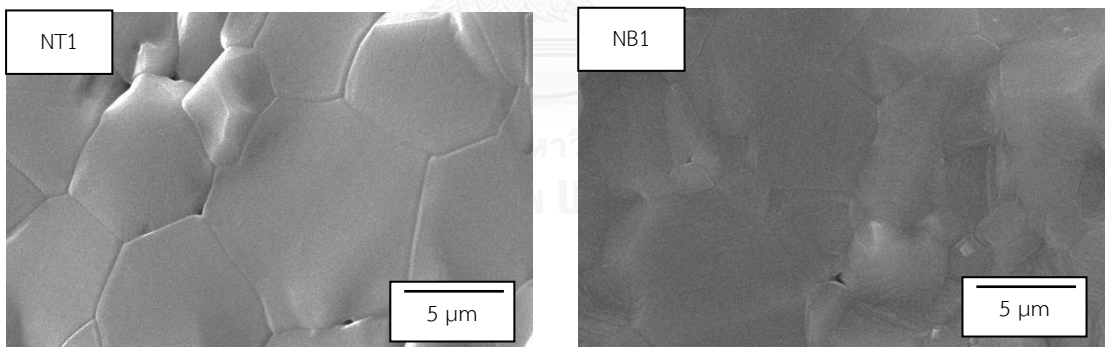
สภาวะที่ 1 เภาพนิกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง



สภาวะที่ 2 เผาฉนิกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง



สภาวะที่ 2 เผาฉนิกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง



สภาวะที่ 2 เผาฉนิกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

**รูปที่ 4.31** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตหลังเผาฉนิก 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงในสภาวะที่ 1 และ 2 ตามลำดับ

ในสภาวะที่ 2 คือ ชั้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตที่เผาฉนิก 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง  
 สูตร OT11 OT12 NT1 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.76 4.80 4.95 ไมครอน ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกัน  
 สูตร OB11 OB12 NB1 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 5.20 5.74 5.48 ไมครอน ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกัน



นอกจากนี้พบว่าสารในกลุ่มสปีเนล S30CR สูตร OB และ NB มีขนาดเกรนค่อนข้างใหญ่กว่ากลุ่มสปีเนล TSP-15 สูตร OT และ NT เล็กน้อย โดยการเผาพูนิกที่ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสพบว่าสูตรสปีเนลกลุ่ม S30CR และกลุ่ม TSP-15 มีขนาดเกรนโตขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิเผาพูนิก

#### 4.5 ผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง

ทำการทดสอบผลกระทบเนื่องจากการอัดเย็นทุกทิศทางของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (ดังตารางที่ 4.15) โดยทำการเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลและความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาพูนิกที่อุณหภูมิเดียวกันของชิ้นงานที่ได้จากการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และชิ้นงานที่ได้จากการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้องที่ความดัน 250 เมกะพาสคัล และ 300 เมกะพาสคัล ตามลำดับ โดยมีสภาวะการอัดและเผาพูนิกดังตารางที่ 4.17

ตารางที่ 4.17 สภาวะการอัดและเผาพูนิกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1 สำหรับเปรียบเทียบสภาวะการอัดชิ้นงานที่แตกต่างกัน

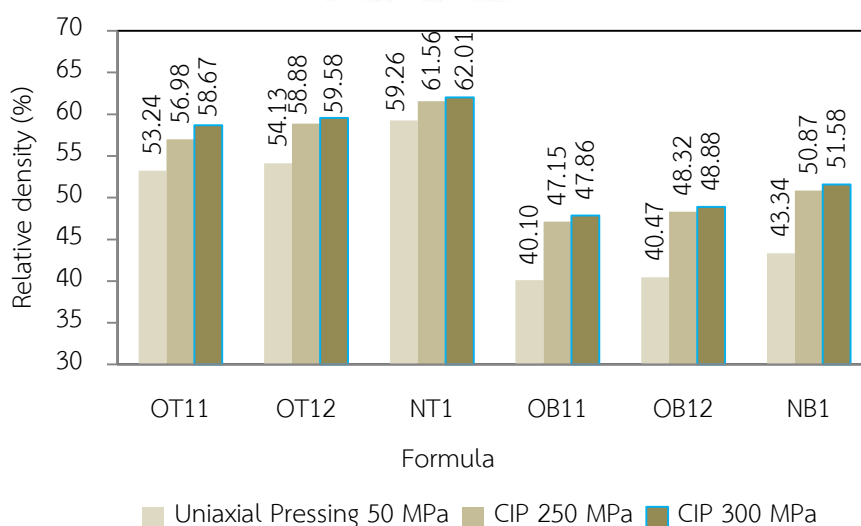
สภาวะที่	อัดทิศทางเดียว	อัดเย็นทุกทิศทาง (CIP)	เผาพูนิก
1	50 MPa	-	1600 °C 2 h
2	50 MPa	250 MPa 5 min	1600 °C 2 h
3	50 MPa	300 MPa 5 min	1600 °C 2 h
4	50 MPa	-	1650 °C 2 h
5	50 MPa	250 MPa 5 min	1650 °C 2 h
6	50 MPa	300 MPa 5 min	1650 °C 2 h

หมายเหตุ ชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 ทุกสภาวะต้องมีการเผาพูนิกที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนเพิ่มเป็นอุณหภูมิสูงสุด

##### 4.5.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลก่อนเผาพูนิก

จากรูปที่ 4.32 เป็นกราฟเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาพูนิกของชิ้นงานสูตร OT12 OB12 OT11 OB11 NT1 และ NB1 สภาวะการอัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล เปรียบเทียบกับสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางที่ 250 เมกะพาสคัล 5 นาที และ สภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางที่ 300 เมกะพาสคัล 5 นาที

จากการทดลองพบว่าชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ 300 เมกะพาสคัล ทุกสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกสูงกว่าชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ 250 เมกะพาสคัล เพียงเล็กน้อย ซึ่งความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่างกันไม่เกิน 1.69 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยชิ้นงานแต่ละสูตรในกลุ่มสารตั้งต้น TSP-15 สูตร OT11 OT12 NT1 กับแต่ละสูตรในกลุ่มสารตั้งต้น S30CR สูตร OB11 OB12 NB1 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดทิศทางเดียวที่ 50 เมกะพาสคัล ต่ำกว่าการอัดเย็นทุกทิศทางที่ 250 เมกะพาสคัล ไม่เกิน 4.75 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และไม่เกิน 7.85 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ ขณะที่ความต่างของค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแต่ละสูตรหลังอัดทิศทางเดียวต่ำกว่าชิ้นงานหลังอัดเย็นทุกทิศทางที่ 300 เมกะพาสคัล ไม่เกิน 5.45 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และไม่เกิน 8.24 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานทุกสูตรในกลุ่ม S30CR มีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นหลังอัดเย็นทุกทิศทางสูงกว่าชิ้นงานทุกสูตรในกลุ่ม TSP-15

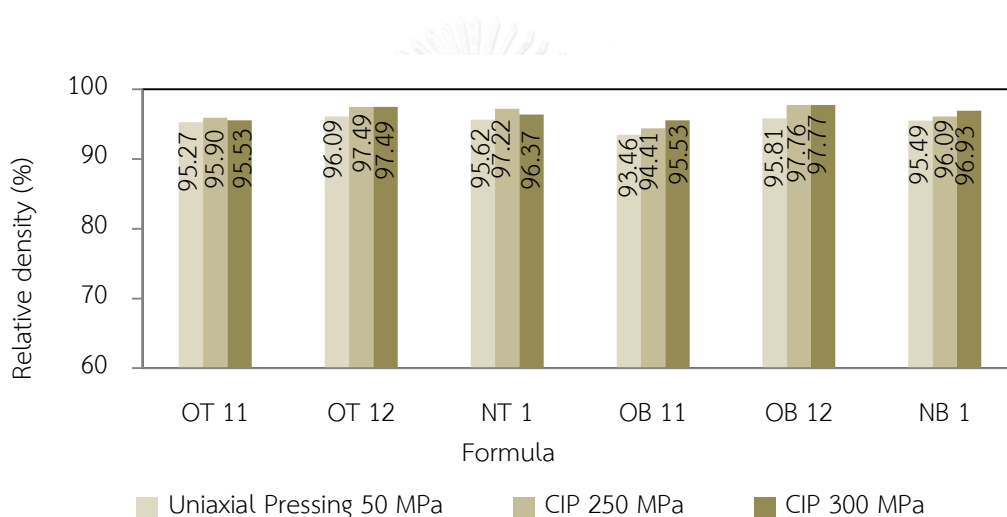


รูปที่ 4.32 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกสำหรับเปรียบเทียบสถานะการอัดชิ้นงานที่แตกต่างกัน

#### 4.5.2 สมบัติจากผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่ 1600 องศาเซลเซียส

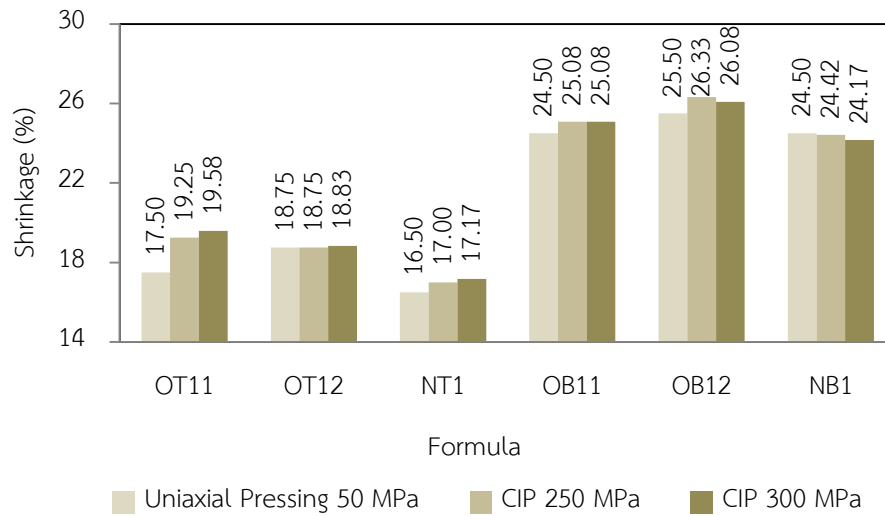
จากรูปที่ 4.33 เป็นกราฟเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ยืนอุณหภูมิ 2 ชั่วโมง ในอากาศ ของชิ้นงานกลุ่ม TSP-15 สูตร OT12 OT11 และ NT1 กับ กลุ่ม S30CR สูตร OB11 OB12 และ NB1 ในสถานะการอัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล เปรียบเทียบกับสถานะการอัดเย็นทุกทิศทางที่ 250 เมกะพาสคัล 5 นาที และ สถานะการอัดเย็นทุกทิศทางที่ 300 เมกะพาสคัล 5 นาที ในสถานะที่ 1 ถึง 3 ดังตารางที่ 4.17

จากกราฟแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานแต่ละสูตรที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 และ 300 เมกะพาสคัล มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกใกล้เคียงกัน โดยต่างกันไม่เกิน 0.85 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี ขณะที่ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานแต่ละสูตรจากการอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 เมกะพาสคัลสูงกว่าชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล ต่างกันไม่เกิน 1.95 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 300 เมกะพาสคัล สูงกว่าชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล ต่างกันไม่เกิน 2.07 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี จากรูปที่ 4.33 สภาวะการอัดทิศทางเดียว สภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 และ 300 เมกะพาสคัล ให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกใกล้เคียงกันมาก



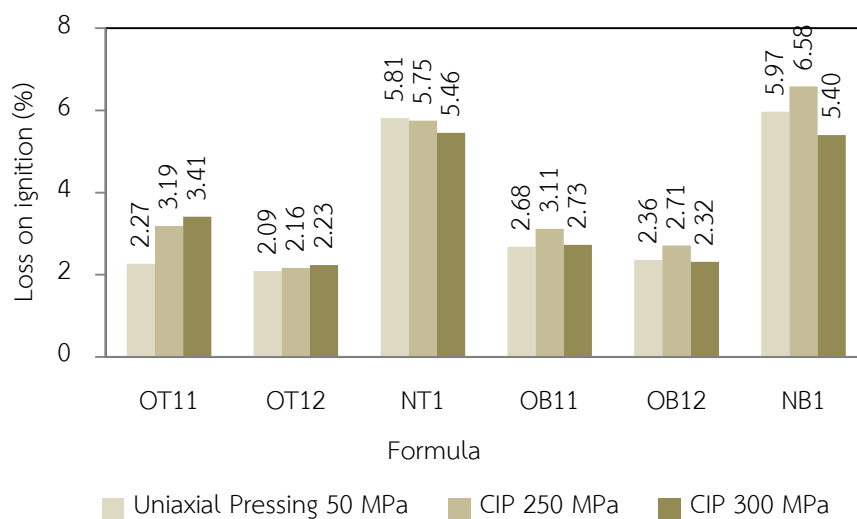
รูปที่ 4.33 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.34 ชิ้นงานแต่ละสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีการหดตัวหลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส ของชิ้นงานใกล้เคียงกัน พบว่าทุกสภาวะการอัดขึ้นรูปของชิ้นงานหลังเผาผนึกทุกสูตรกลุ่ม S30CR มีการหดตัวระหว่าง 24.17 ถึง 26.33 เปอร์เซ็นต์ สูงกว่าทุกสูตรกลุ่ม TSP-15 ซึ่งมีการหดตัวหลังเผาผนึกระหว่าง 16.50 ถึง 19.58 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจาก TSP-15 มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า S30CR



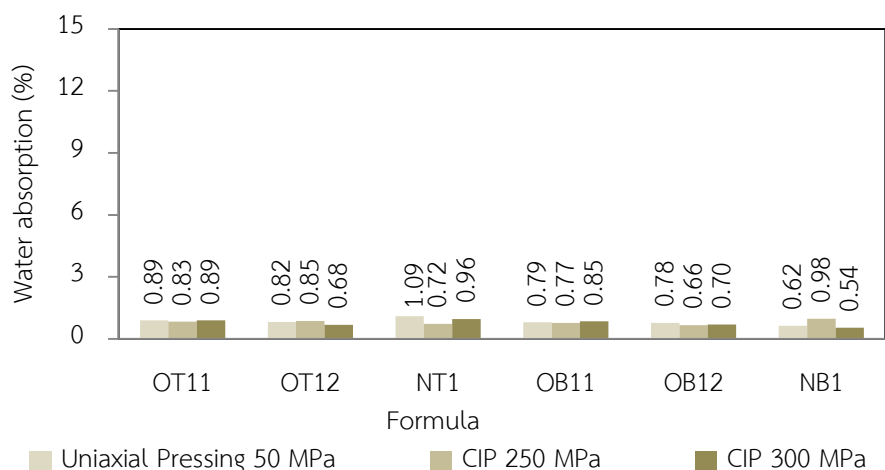
**รูปที่ 4.34** การหดตัวของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.35 ชิ้นงานแต่ละสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเป็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเป็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส ของชิ้นงานแต่ละสูตรในทุกสภาวะใกล้เคียงกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับ การสูญเสียความชื้นและน้ำในโครงสร้างผลึกตามสัดส่วนของวัตถุดิบที่ผสมในชิ้นงานแต่ละสูตร



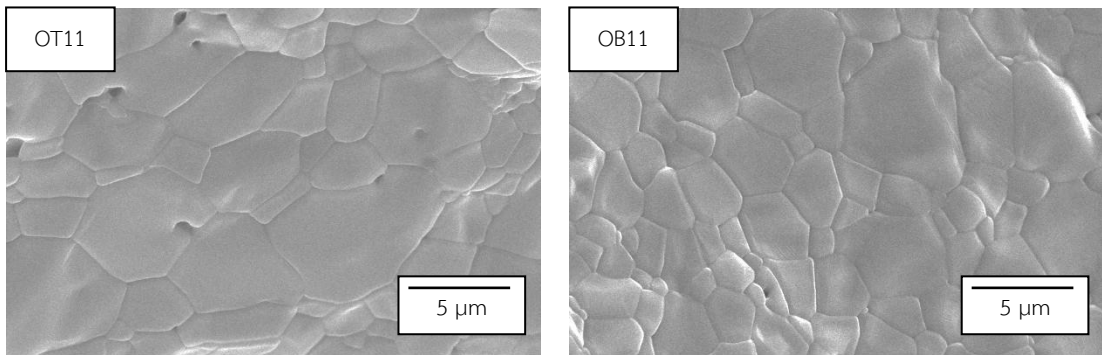
**รูปที่ 4.35** การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.36 ชิ้นงานทุกสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีค่าการดูดซึมน้ำหลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส ทุกสูตรชิ้นงานใกล้เคียงกันระหว่าง 0.54 ถึง 1.09 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงปริมาณรูพรุนที่ใกล้เคียงกันในทุกสภาวะการอัดขึ้นรูป

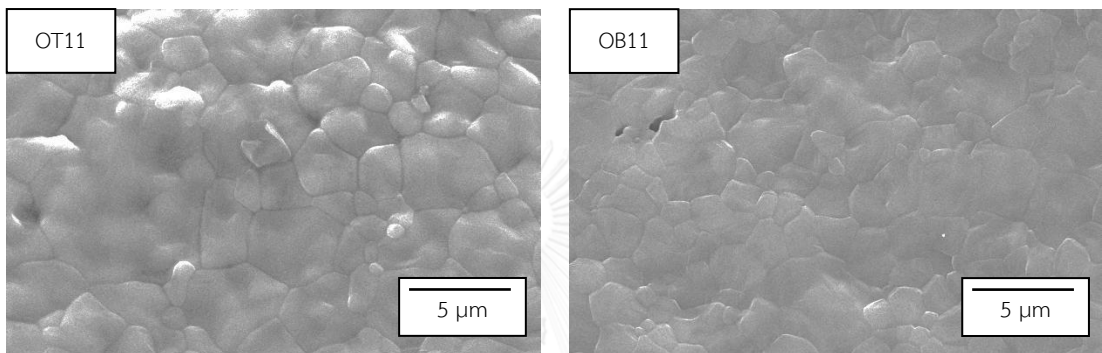


**รูปที่ 4.36** การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 1 2 และ 3 ตารางที่ 4.17)

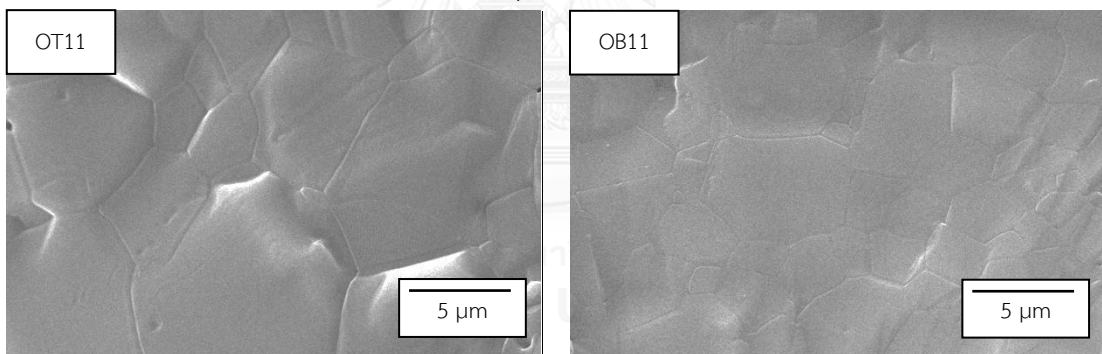
จากรูปที่ 4.37 ชิ้นงานเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ในสภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล สภาวะที่ 2 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัลและสภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล พบว่า OT11 และ OB11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 1 คือ 3.75 และ 2.97 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.22 และ 3.55 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.16 และ 3.32 ไมครอนตามลำดับ พบว่าทุกสภาวะของสูตร OT11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกับสูตร OB11 ขณะที่แต่ละสูตรสภาวะที่ 1 สภาวะที่ 2 และ สภาวะที่ 3 มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



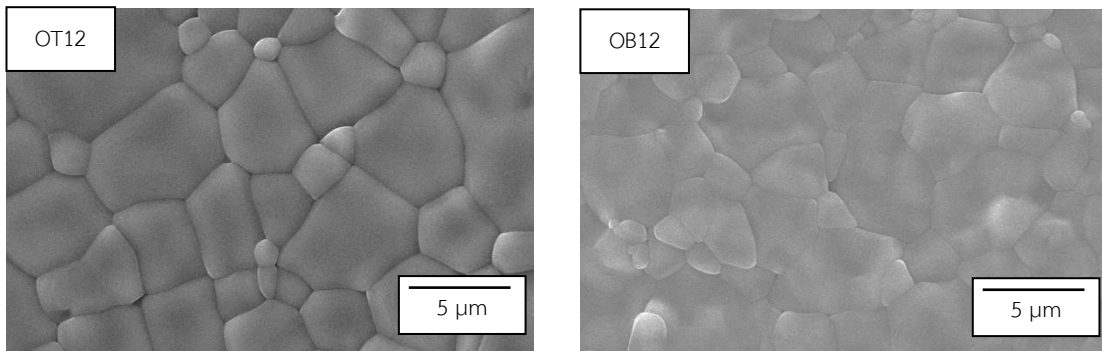
สภาวะที่ 2 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล



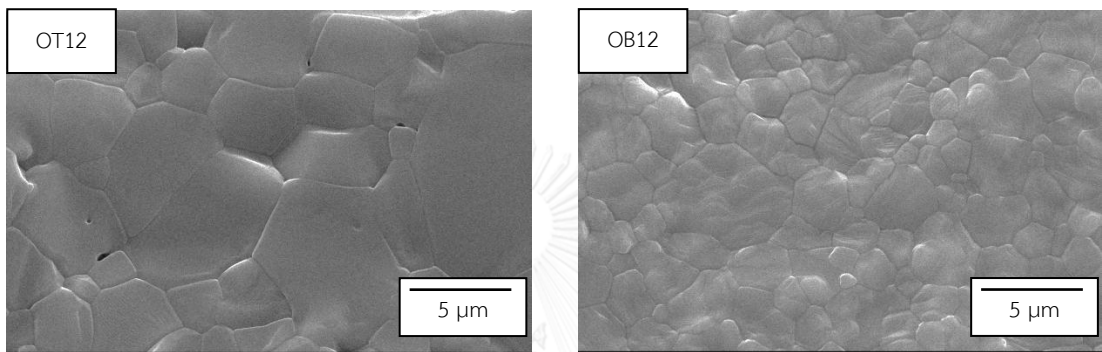
สภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

**รูปที่ 4.37** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุก สสูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผนึก 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17

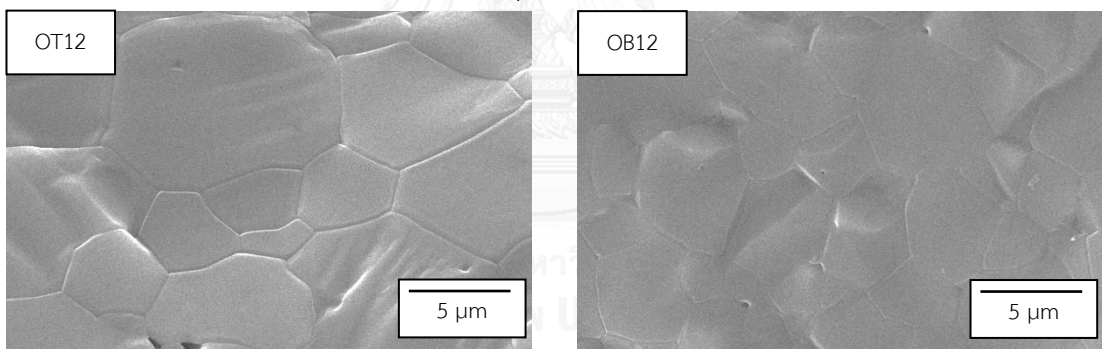
จากรูปที่ 4.38 พบว่า OT12 OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 1 คือ 3.76 และ 3.39 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.59 และ 3.12 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.82 และ 3.66 ไมครอน พบว่าทุกสภาวะของสูตร OT12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกับสูตร OB12 ขณะที่แต่ละสูตรสภาวะที่ 1 สภาวะที่ 2 และ สภาวะที่ 3 มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



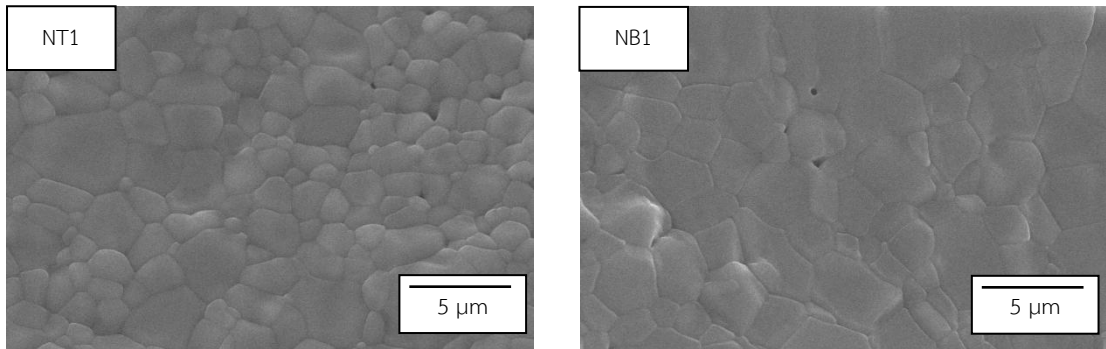
สภาวะที่ 2 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล



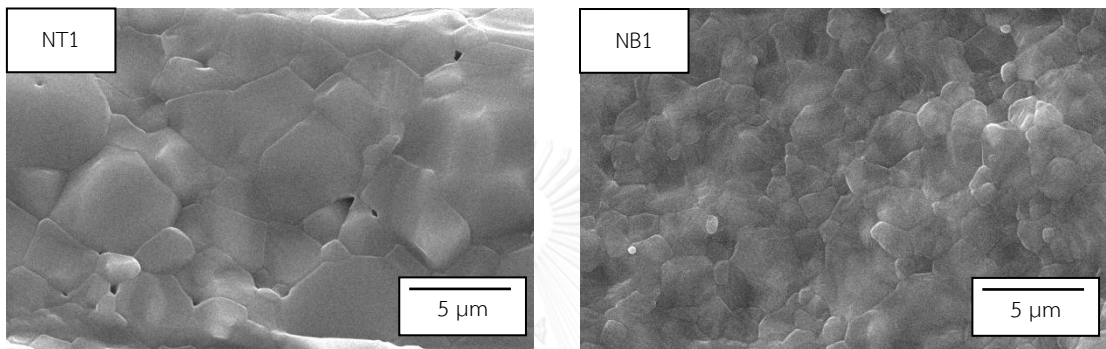
สภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

**รูปที่ 4.38** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึก 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17

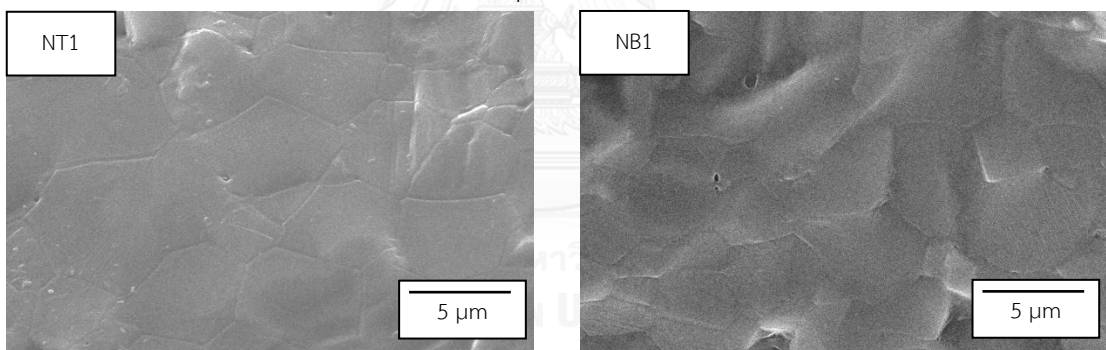
จากรูปที่ 4.39 พบว่า NT1 และ NB1 ในสภาวะที่ 1 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 1.72 และ 2.89 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.84 และ 3.01 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 มีขนาดเกรนเฉลี่ย 4.34 และ 3.59 ไมครอน พบว่าทุกสภาวะของสูตร NT1 และ NB1 มีขนาดเกรนใหญ่ขึ้นเล็กน้อย เรียงตามสภาวะที่ 1 ถึง 3 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าสูตร NT1 และ NB1 อัดเย็นทุกทิศทางค่อนข้างส่งผลต่อการเพิ่มขนาดเกรนให้ใหญ่กว่าการอัดทิศทางเดียวเล็กน้อย



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



สภาวะที่ 2 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล



สภาวะที่ 2 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

**รูปที่ 4.39** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุก สสูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึก 1600 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.17

จากการทดลองที่ 4.5.2 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานทุกสูตรในทุกสภาวะใกล้เคียงกัน โดยมีค่าสูงกว่า 93.46 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และค่าการดูดซึมน้ำของทุกสูตรในทุกสภาวะใกล้เคียงกันไม่เกิน 1.09 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสันนิษฐานว่าปริมาณรูพรุนของชิ้นงานทุกสูตรใกล้เคียงกัน จากรูปโครงสร้างจุลภาคพบว่าการอัดเย็นทุกทิศทางส่งผลต่อการโตของเกรนน้อยมาก ขนาดเกรนเฉลี่ยของทุกชิ้นงานในทุกสภาวะของทั้งกลุ่มสารตั้งต้น TSP-15 และกลุ่ม S30CR มี

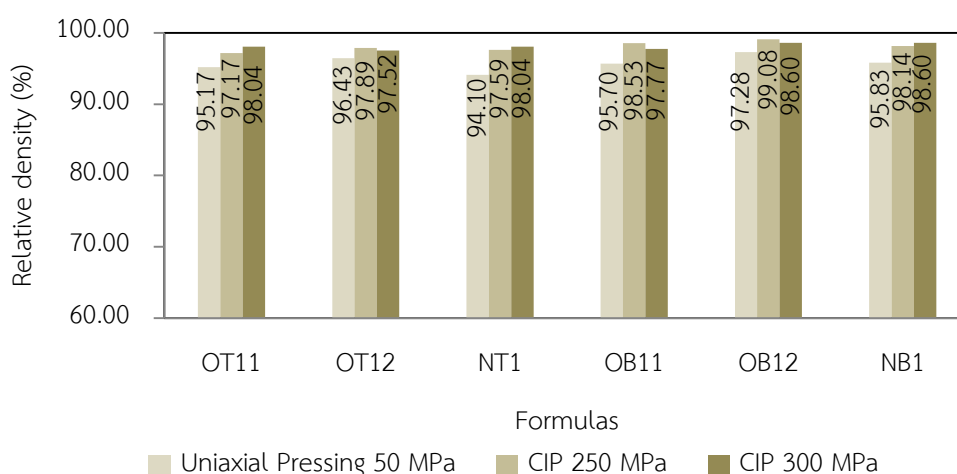


ขนาดใกล้เคียงกันระหว่าง 1.72 ถึง 4.82 ไมครอน และพบรูพรุนตามขอบเกรนเพียงเล็กน้อยในทุกสภาวะ

#### 4.5.3 สมบัติจากผลกระทบของการอัดเย็นทุกทิศทางที่อุณหภูมิห้อง หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่ 1650 องศาเซลเซียส

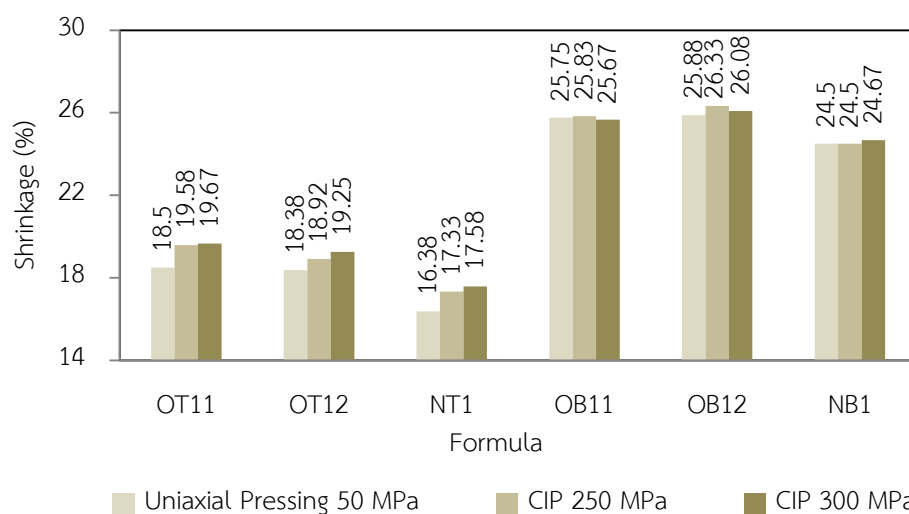
จากรูปที่ 4.40 เปรียบเทียบความหนาแน่นหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงในอากาศของชิ้นงานสูตร OT12 OB12 OT11 OB11 NT1 และ NB1 สภาวะการอัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัลเปรียบเทียบกับสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทาง (CIP) ที่ 250 เมกะพาสคัล 5 นาที และ สภาวะการอัดเย็นทุกทิศทาง (CIP) ที่ 300 เมกะพาสคัล 5 นาที

จากกราฟแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานแต่ละสูตรที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 และ 300 เมกะพาสคัล มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกใกล้เคียงกัน โดยต่างกันไม่เกิน 0.87 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี ขณะที่ความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานแต่ละสูตรจากการอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 เมกะพาสคัลสูงกว่าชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล ต่างกันไม่เกิน 3.49 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี และความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 300 เมกะพาสคัล สูงกว่าชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล ต่างกันไม่เกิน 3.94 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี จากรูปที่ 4.40 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังเผาผนึกจากการอัดทิศทางเดียวค่อนข้างต่ำกว่าการอัดเย็นทุกทิศทางที่ความดัน 250 และ 300 เมกะพาสคัล เล็กน้อย



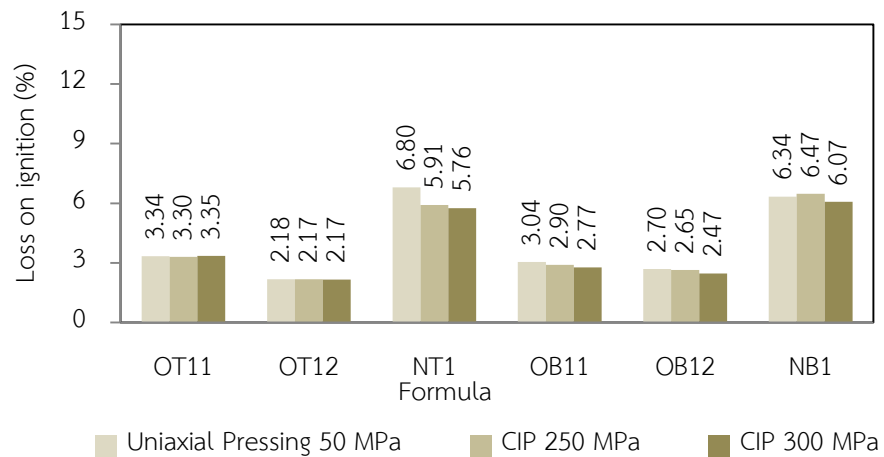
รูปที่ 4.40 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.41 ชิ้นงานแต่ละสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีการหดตัวหลังเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส ของชิ้นงานใกล้เคียงกัน พบว่าทุกสภาวะการอัดขึ้นรูปของชิ้นงานหลังเผาผนึกทุกสูตรกลุ่ม S30CR มีการหดตัวระหว่าง 24.5 ถึง 26.33 เปอร์เซ็นต์ สูงกว่าทุกสูตรกลุ่ม TSP-15 ซึ่งมีการหดตัวหลังเผาผนึกระหว่าง 16.38 ถึง 19.67 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจาก TSP-15 มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า S30CR



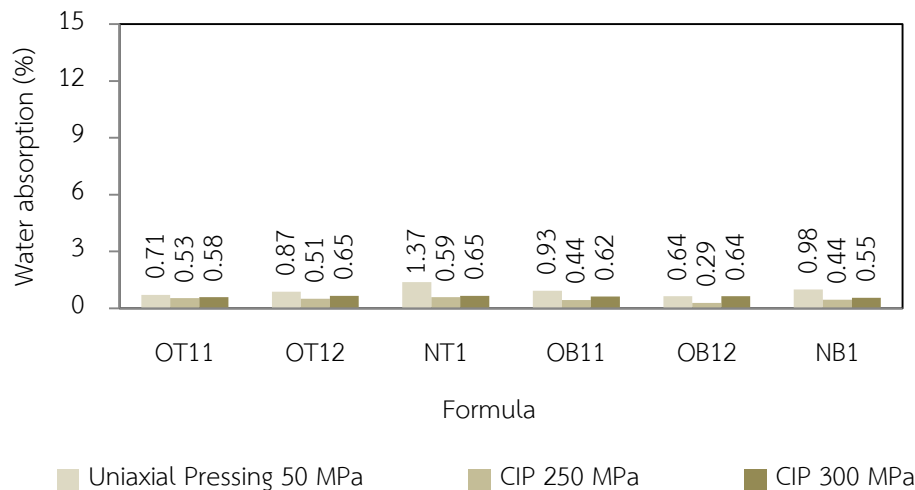
**รูปที่ 4.41** การหดตัวของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.42 ชิ้นงานแต่ละสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีค่าการสูญเสียน้ำหนักหลังเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส ของชิ้นงานแต่ละสูตรในทุกสภาวะใกล้เคียงกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับ การสูญเสียความชื้นและน้ำในโครงสร้างผลิตภัณฑ์ตามสัดส่วนของวัตถุดิบที่ผสมในชิ้นงานแต่ละสูตร



**รูปที่ 4.42** การสูญเสียน้ำหนักหลังเผาของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาหนักที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17)

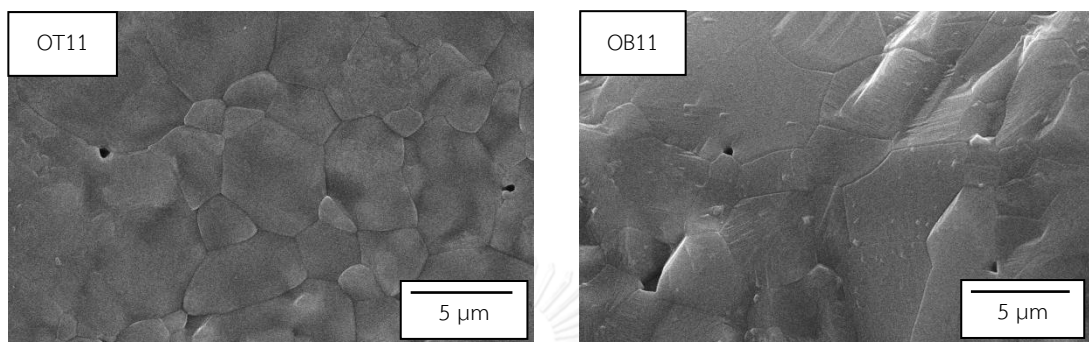
จากรูปที่ 4.43 ชิ้นงานทุกสูตรที่สภาวะการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล และสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 250 เมกะพาสคัล และสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางด้วยความดัน 300 เมกะพาสคัล มีค่าการดูดซึมน้ำหลังเผาหนักที่ 1650 องศาเซลเซียส ทุกสูตรชิ้นงานใกล้เคียงกันระหว่าง 0.29 ถึง 1.37 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงปริมาณรูพรุนที่ใกล้เคียงกันในทุกสภาวะการอัดขึ้นรูป



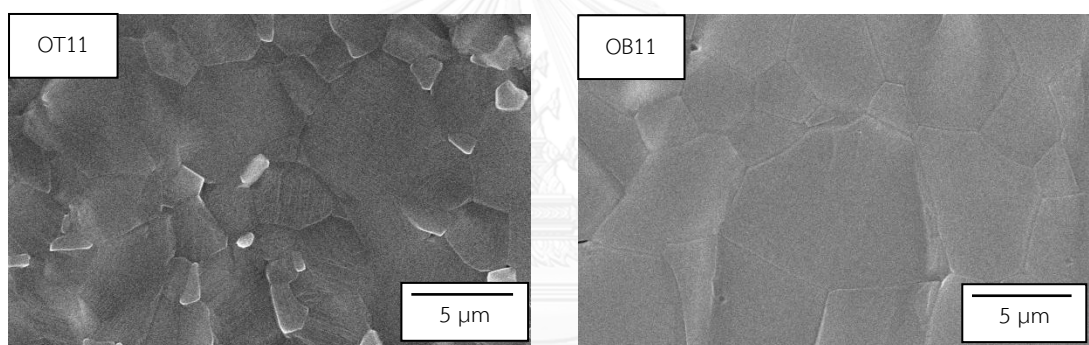
**รูปที่ 4.43** การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 หลังเผาหนักที่ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (สภาวะที่ 4 5 และ 6 ตารางที่ 4.17)

จากรูปที่ 4.44 ชิ้นงานในสภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล สภาวะที่ 5 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล และสภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล ทุกสภาวะเผาหนักที่

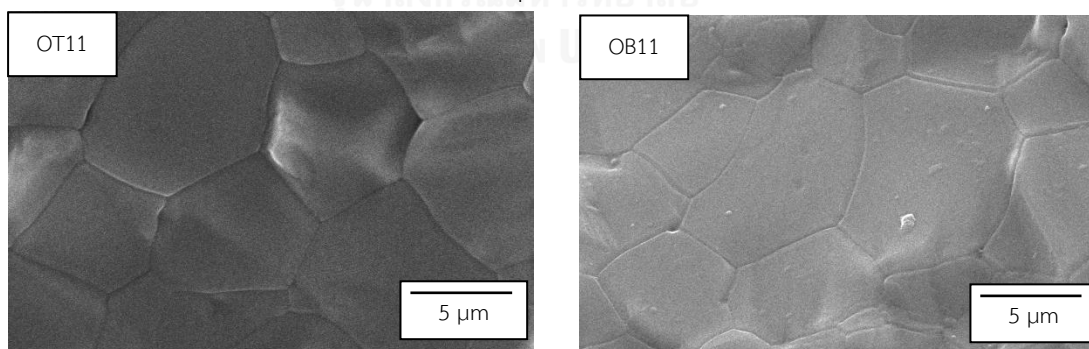
อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่า OT11 และ OB11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.76 และ 5.20 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 5.77 และ 5.34 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 7.06 และ 5.26 ไมครอน พบว่าสูตร OT11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยค่อนข้างโตขึ้นตามสภาวะจาก 4 ถึง 6 ตามลำดับ ขณะที่สูตร OB11 ทุกสภาวะ มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน



สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



สภาวะที่ 5 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล

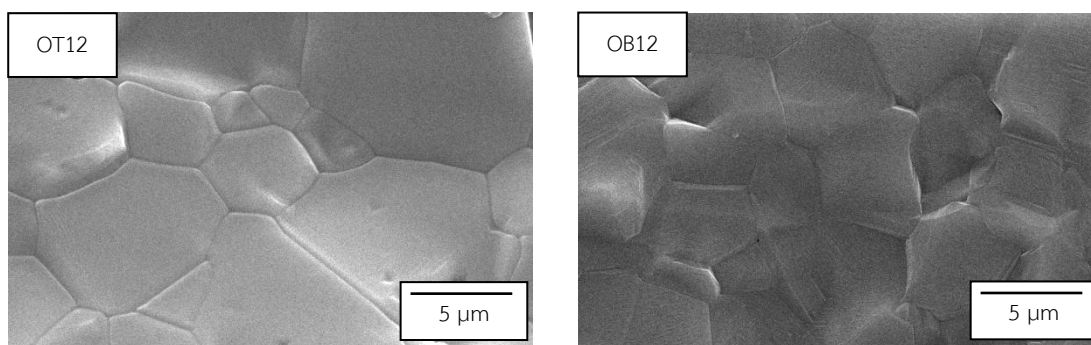


สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

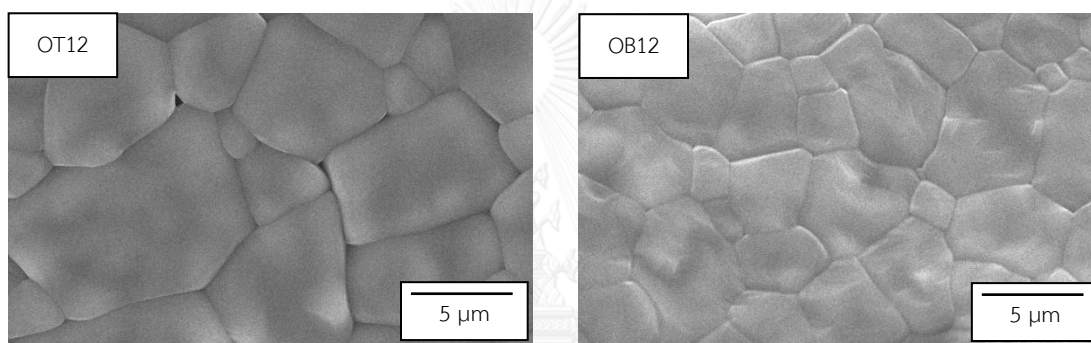
**รูปที่ 4.44** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุก สสูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17

จากรูปที่ 4.45 พบว่าชิ้นงานสูตร OT12 และ OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.81 และ 5.74 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 5.52 และ 5.65 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 7.15 และ

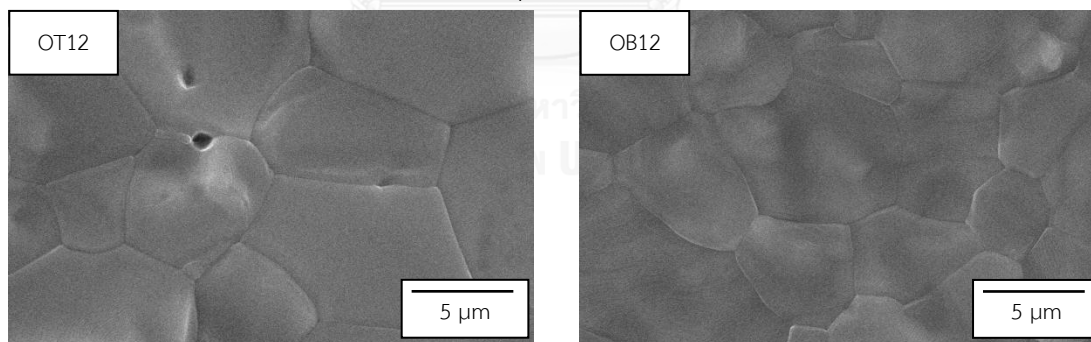
5.79 ไมครอน พบว่าสูตร OT12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยค่อนข้างโตขึ้นตามสภาวะจาก 4 ถึง 6 ตามลำดับ ขณะที่ OB12 ทุกสภาวะ มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน



สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



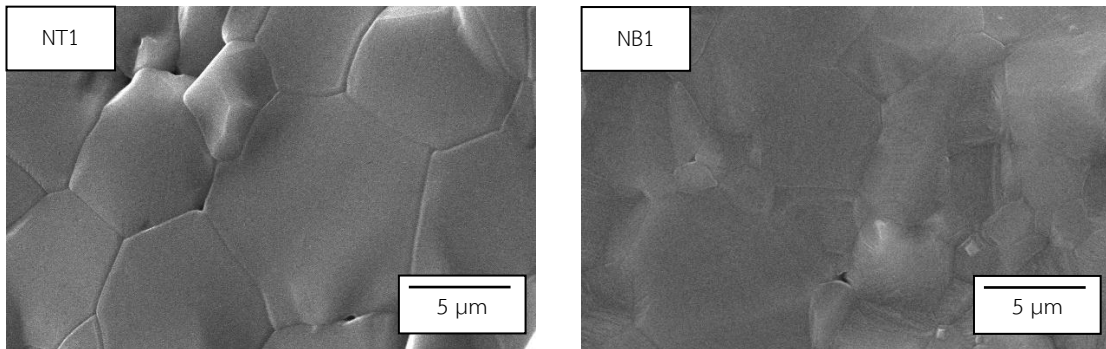
สภาวะที่ 5 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล



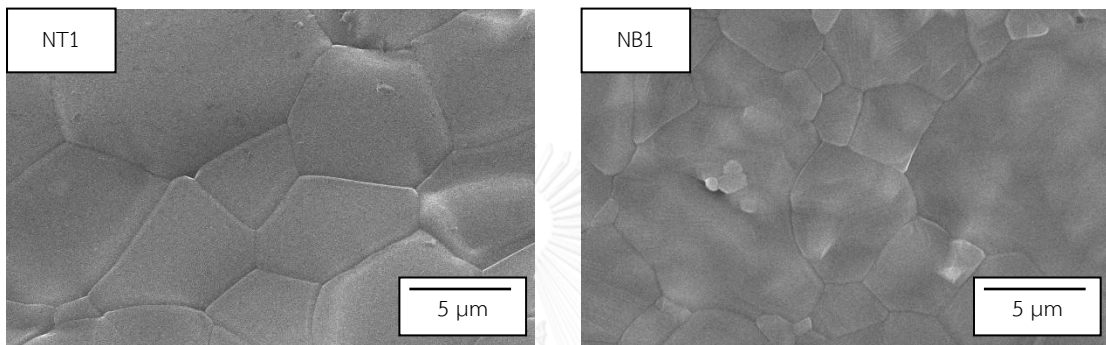
สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

**รูปที่ 4.45** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมดีบุก สสูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17

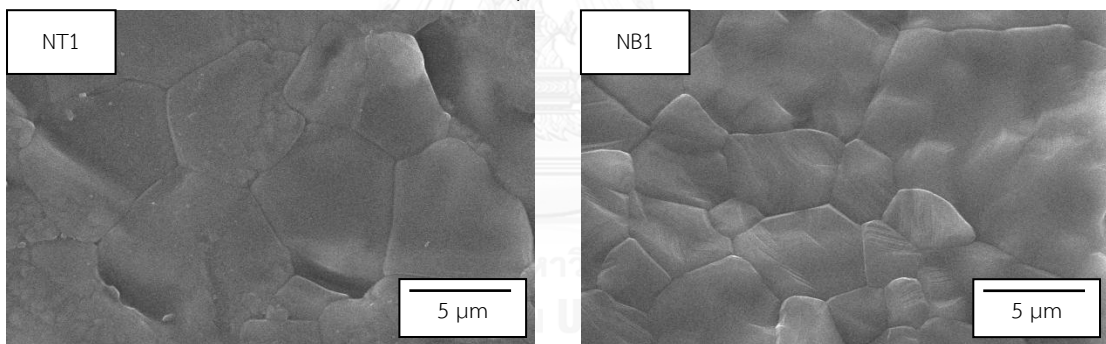
จากรูปที่ 4.46 ชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.95 และ 5.48 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 5.73 และ 5.22 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 7.42 และ 5.45 ไมครอน พบว่าสูตร NT1 มีขนาดเกรนเฉลี่ยโตขึ้นตามสภาวะจาก 4 ถึง 6 ตามลำดับ ขณะที่ NB1 ทุกสภาวะ มีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน



สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล



สภาวะที่ 5 อัดเย็นทุกทิศทาง 250 เมกะพาสคัล



สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 300 เมกะพาสคัล

**รูปที่ 4.46** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส จากสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.17

จากรูปที่ 4.44 รูปที่ 4.45 และ รูปที่ 4.46 ชิ้นงานในสภาวะที่ 4 5 และ 6 แสดงให้เห็นว่าที่ อุณหภูมิเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส ในสภาวะการอัดเย็นทุกทิศทางส่งผลให้สูตร OT11 OT12 และ NT1 ขนาดเกรนค่อนข้างโตขึ้นเล็กน้อยตามสภาวะการอัดขึ้นรูปด้วยความดันเพิ่มขึ้น ขณะที่สูตร OB11 OB12 และ NB1 เกรนไม่โตในช่วงนี้

จากการทดลองที่ 4.53 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ของชิ้นงานทุกสูตรในทุกสภาวะอัดเย็นทุกทิศทางมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีค่าสูงกว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวเล็กน้อย ชิ้นงานทุกสูตรในทุก

สภาวะมีค่าการดูดซึมน้ำของใกล้เคียงกันไม่เกิน 1.37 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสันนิษฐานว่าปริมาณรูพรุนของชิ้นงานทุกสูตรใกล้เคียงกัน จากรูปโครงสร้างจุลภาคพบว่า การอัดเย็นทุกทิศทางส่งผลต่อการโตของเกรนน้อยมาก ขนาดเกรนเฉลี่ยทุกชิ้นงานหลังเผาผนึกในทุกสภาวะการอัดขึ้นรูปแบบต่างๆ ของกลุ่มสารตั้งต้น TSP-15 มีเกรนโตขึ้นเล็กน้อยตามการเพิ่มแรงอัดชิ้นงาน แต่รูป S30CR มีขนาดใกล้เคียงกันระหว่าง 5.20 ถึง 5.79 ไมครอน และในทุกสภาวะพบรูพรุนตามขอบเกรนเพียงเล็กน้อย

#### 4.6 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับ การอัดร้อน

ทำการทดสอบผลกระทบเนื่องจากการอัดร้อนของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (ดังตารางที่ 4.15) โดยทำการเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังอัดชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลและความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิเดียวกันโดยเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานที่ได้จากการอัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัล ชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล และชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัล ตามด้วยการอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล โดยมีสภาวะการอัดและเผาผนึกดังตารางที่ 4.18

ตารางที่ 4.18 สภาวะการอัดและเผาผนึกชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 NB1 สำหรับเปรียบเทียบสภาวะการเผาผนึกกับการอัดร้อน (Hot Pressing ; HP)

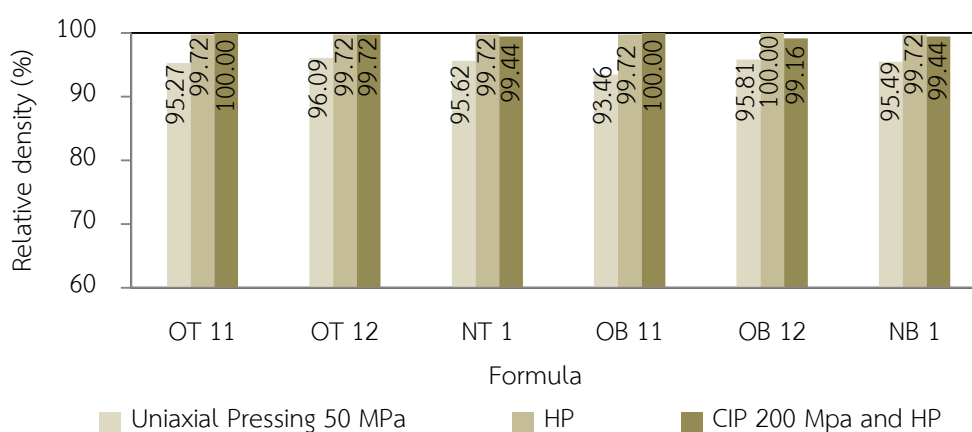
สภาวะที่	อัดทิศทางเดียว	อัดเย็นทุกทิศทาง (CIP)	เผาผนึก	เผาผนึกแบบอัดร้อน (HP)
1	50 MPa		1600 °C 2 h	
2	50 MPa	-	-	40MPa 1600 °C 2 h
3	50 MPa	200 MPa 5 min	-	40MPa 1600 °C 2 h
4	50 MPa		1650 °C 2 h	
5	50 MPa	-	-	40MPa 1650 °C 2 h
6	50 MPa	200 MPa 5 min	-	40MPa 1650 °C 2 h

หมายเหตุ ชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 สภาวะที่ 1 และ 4 ต้องมีการเผาผนึกที่ 600 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมงก่อนเพิ่มเป็นอุณหภูมิสูงสุด

#### 4.6.1 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับการอัดร้อนที่ 1600 องศาเซลเซียส

เปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT12 OB12 OT11 OB11 NT1 และ NB1 ใน สภาวะที่ 1 การอัดทิศทางเดียวความดัน 50 เมกะพาสคัล เปรียบเทียบกับ สภาวะที่ 2 การอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล และ สภาวะที่ 3 การอัดเย็นทุกทิศทางที่ 200 เมกะพาสคัล 5 นาที ตามด้วยการอัดร้อนที่ 40 เมกะพาสคัล โดยทุกสภาวะใช้อุณหภูมิเผาผนึกอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ในอากาศนาน 2 ชั่วโมง

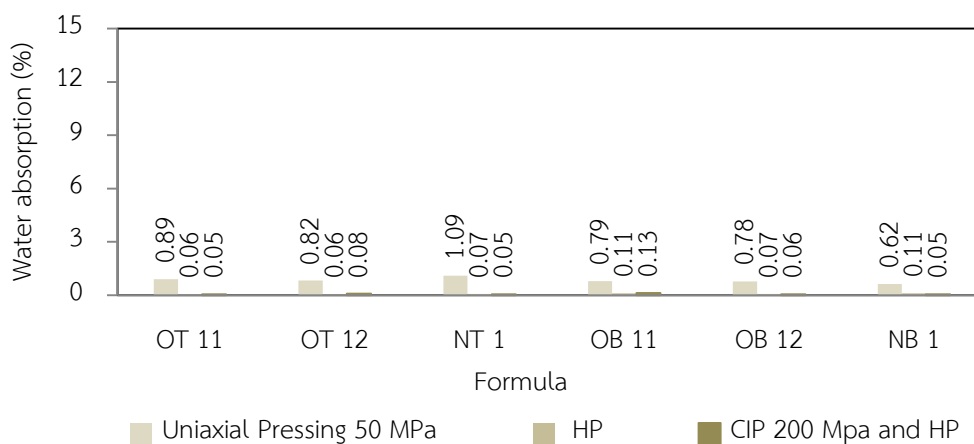
จากรูปที่ 4.47 ชิ้นงานทุกสูตรในสภาวะที่ 2 และ 3 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึก ระหว่าง 99.16 ถึง 100 เปอร์เซนต์ของค่าทางทฤษฎี โดยชิ้นงานทุกสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ใกล้เคียงกันมาก ขณะที่สภาวะที่ 1 ชิ้นงานแต่ละสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกระหว่าง 93.46 ถึง 96.09 เปอร์เซนต์ของค่าทางทฤษฎี ซึ่งต่ำกว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในสภาวะที่ 2 และ 3 อย่างชัดเจน



**รูปที่ 4.47** ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 ถึง 3 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

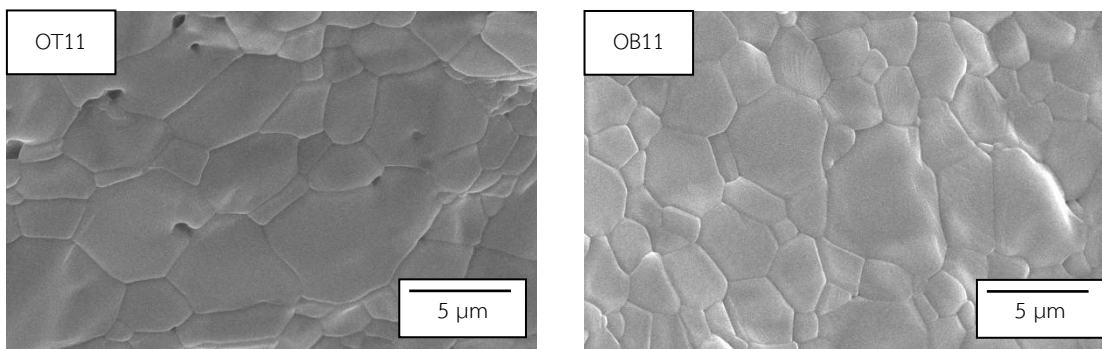
จากรูปที่ 4.48 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่สภาวะที่ 2 และ 3 ทุกสูตรมีค่าใกล้เคียงกัน ในช่วง 0.05 ถึง 0.13 เปอร์เซนต์ ขณะที่สภาวะที่ 1 ชิ้นงานทุกสูตรมีค่าการดูดซึมน้ำอยู่ในช่วง 0.62 ถึง 1.09 เปอร์เซนต์ ซึ่งค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานแต่ละสูตรในสภาวะที่ 1 สูงกว่าชิ้นงานในสภาวะที่ 2 และ 3 อย่างชัดเจน แสดงถึงทุกชิ้นงานหลังเผาผนึกที่ผ่านสภาวะการอัดร้อนมีปริมาณรูพรุนต่ำกว่าชิ้นงานหลังเผาผนึกที่ผ่านสภาวะการอัดทิศทางเดียว



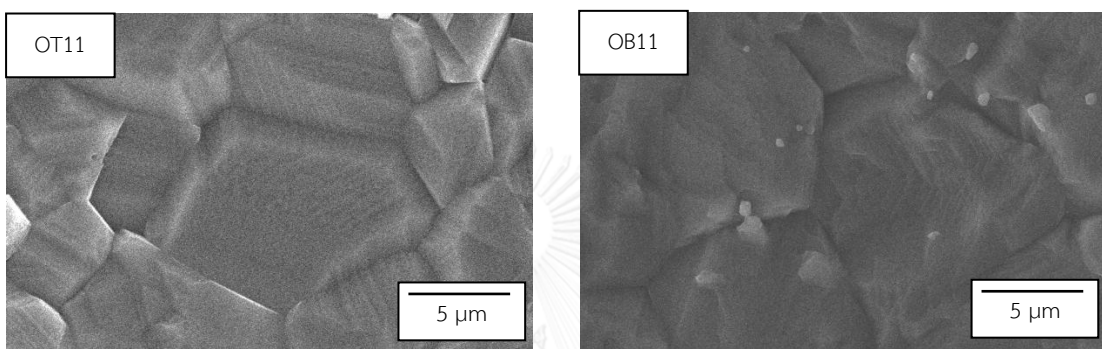


**รูปที่ 4.48** การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 1 และ 3 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

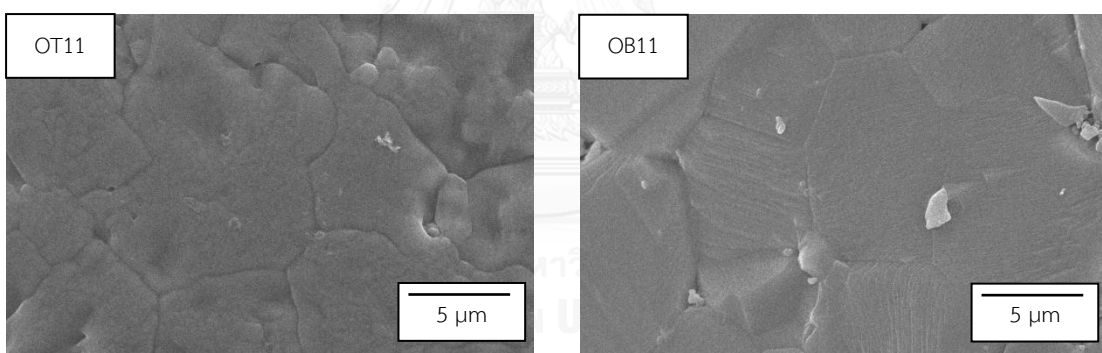
จากรูปที่ 4.49 พบว่าชิ้นงาน OT11 และ OB11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 1 คือ 3.75 และ 2.97 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 คือ 10.63 และ 11.72 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 คือ 10.97 และ 10.10 ไมครอน พบว่าในสภาวะที่ 2 และ 3 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันแต่มีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่กว่าสภาวะที่ 1 ทั้งสูตร OT11 และ OB11 อย่างชัดเจน



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



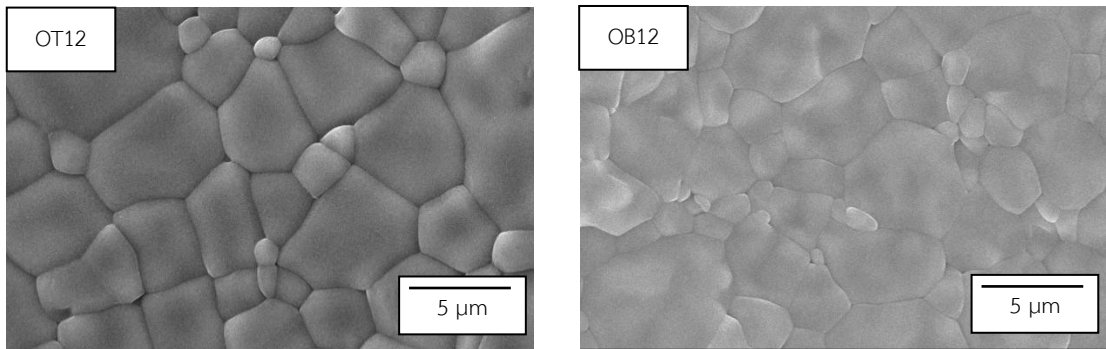
สภาวะที่ 2 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



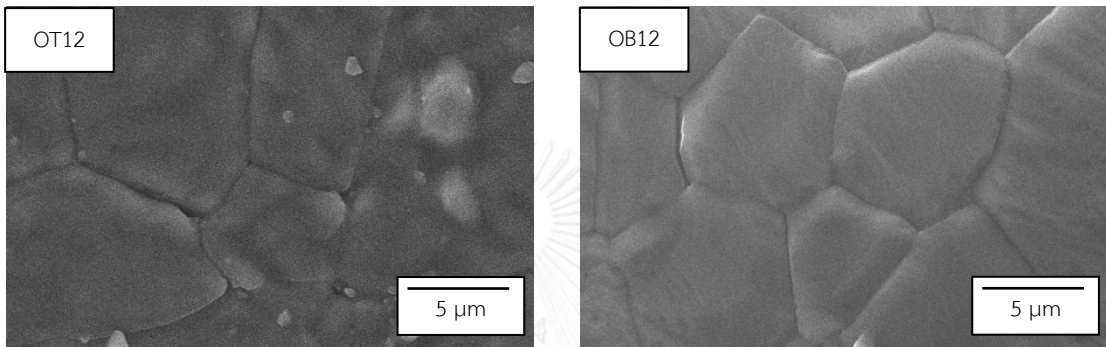
สภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส

**รูปที่ 4.49** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18

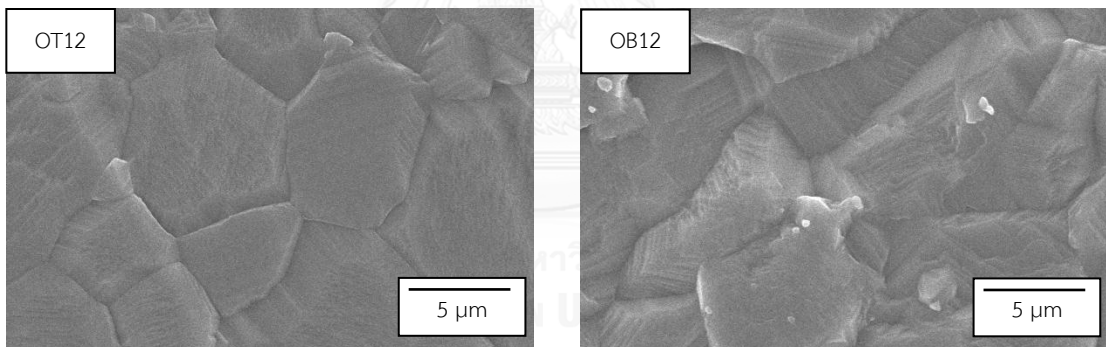
จากรูปที่ 4.50 พบว่า OT12 และ OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 1 คือ 3.76 และ 3.39 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 คือ 11.79 และ 9.42 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 คือ 11.79 และ 9.41 ไมครอน พบว่าในสภาวะที่ 2 และ 3 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าสภาวะที่ 1 ทั้งสูตร OT12 และ OB12 อย่างชัดเจน



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



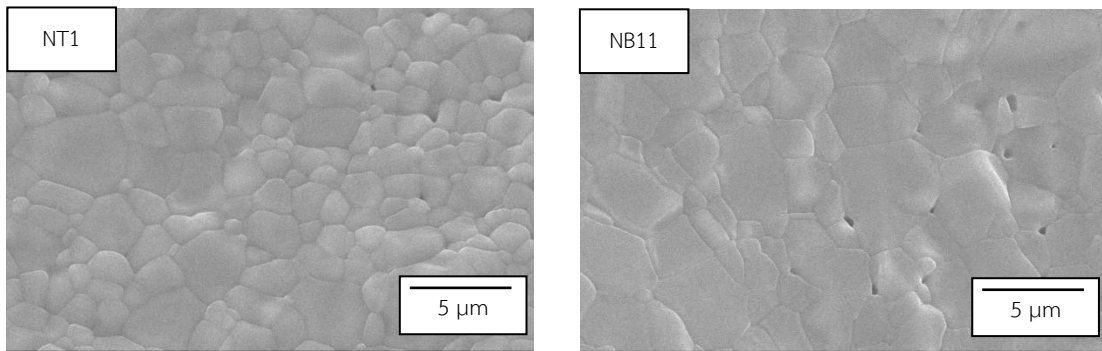
สภาวะที่ 2 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



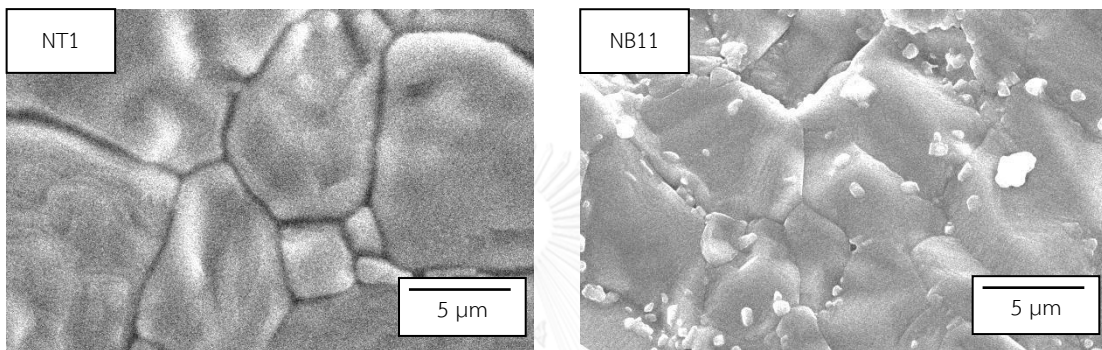
สภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส

**รูปที่ 4.50** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18

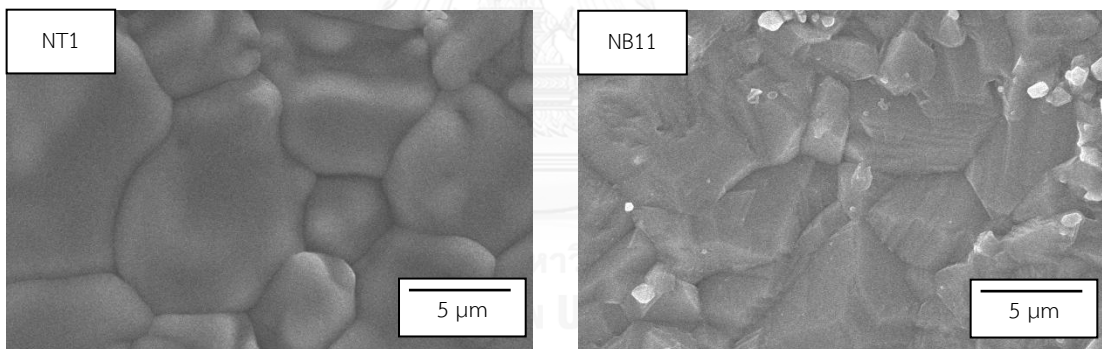
จากรูปที่ 4.51 พบว่า NT1 และ NB1 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 1 คือ 1.72 และ 2.89 ไมครอน ในสภาวะที่ 2 คือ 12.11 และ 9.05 ไมครอน ในสภาวะที่ 3 คือ 10.77 และ 9.20 ไมครอน พบว่าในสภาวะที่ 2 และ 3 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าสภาวะที่ 1 ทั้งสูตร NT1 และ NB1 อย่างชัดเจน



สภาวะที่ 1 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



สภาวะที่ 2 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส



สภาวะที่ 3 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส

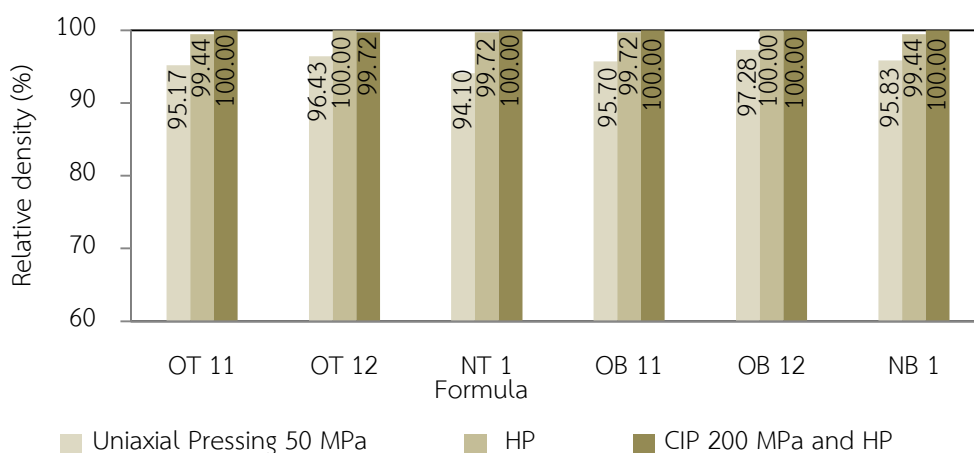
**รูปที่ 4.51** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 1 2 และ 3 ตามตารางที่ 4.18

จากรูปที่ 4.49 รูปที่ 4.50 และ รูปที่ 4.51 พบว่าแต่ละสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 ที่อุณหภูมิเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส ในสภาวะที่ 2 และ 3 เกิดการโตของเกรน สูงกว่าสภาวะที่ 1 อย่างเห็นได้ชัดแสดงให้เห็นว่าสภาวะอัดร้อนส่งผลต่อการโตของเกรนที่อุณหภูมินี้ โดยการอัดร้อนสามารถเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์และลดรูพรุนของชิ้นงานได้

#### 4.6.2 สมบัติจากผลกระทบของการเผาผนึกเปรียบเทียบกับการอัดร้อนที่ 1650 องศาเซลเซียส

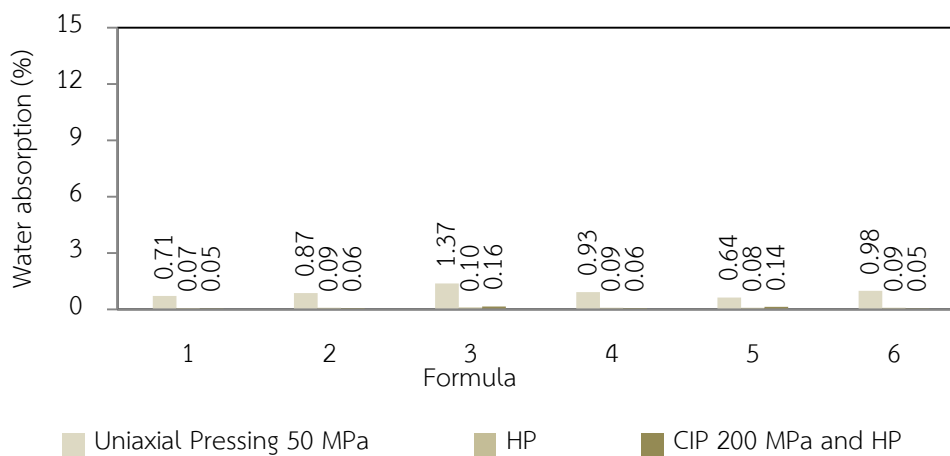
การเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกของชิ้นงานสูตร OT12 OB12 OT11 OB11 NT1 และ NB1 ในสภาวะที่ 4 การอัดทิศทางเดียวที่ความดัน 50 เมกะพาสคัล เปรียบเทียบกับสภาวะที่ 5 ที่อัดร้อนที่ 40 เมกะพาสคัล ระหว่างเผาผนึกและ สภาวะที่ 6 ชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ 200 เมกะพาสคัล 5 นาที ตามด้วยการอัดร้อนที่ 40 เมกะพาสคัล ระหว่างเผาผนึก โดยทุกสภาวะใช้อุณหภูมิเผาผนึกอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ยืนอุณหภูมิ 2 ชั่วโมง ในอากาศ

รูปที่ 4.52 ชิ้นงานทุกสูตรในสภาวะที่ 5 และ 6 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกสูงกว่า 99.44 ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี โดยชิ้นงานทุกสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ใกล้เคียงกันมาก ขณะที่สภาวะที่ 4 ชิ้นงานแต่ละสูตรมีความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกระหว่าง 94.10 ถึง 97.28 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี ซึ่งต่ำกว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในสภาวะที่ 5 และ 6 อย่างชัดเจน



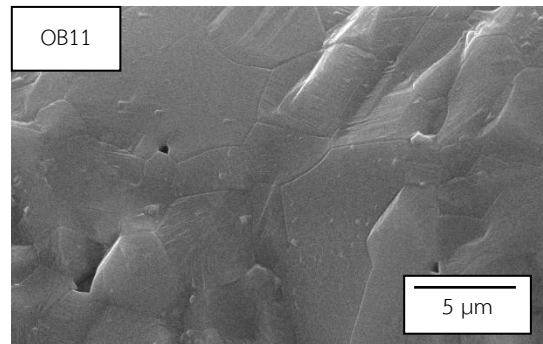
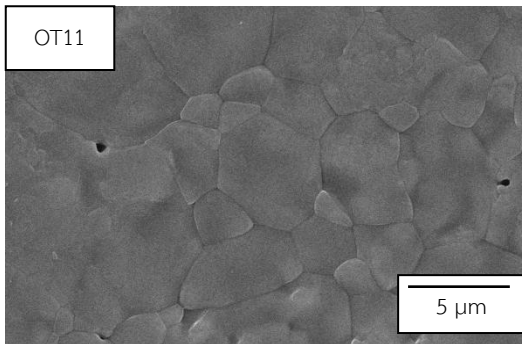
**รูปที่ 4.52** ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 4 ถึง 6 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.53 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานที่สภาวะที่ 5 และ 6 ทุกสูตรมีค่าใกล้เคียงกันในช่วง 0.02 ถึง 0.06 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่สภาวะที่ 4 ชิ้นงานทุกสูตรมีค่าการดูดซึมน้ำอยู่ในช่วง 0.56 ถึง 1.27 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานแต่ละสูตรในสภาวะที่ 4 สูงกว่าชิ้นงานในสภาวะที่ 5 และ 6 อย่างชัดเจน แสดงถึงทุกชิ้นงานหลังเผาผนึกที่ผ่านสภาวะการอัดร้อนมีปริมาณรูพรุนต่ำกว่าชิ้นงานหลังเผาผนึกที่ผ่านสภาวะการอัดทิศทางเดียว

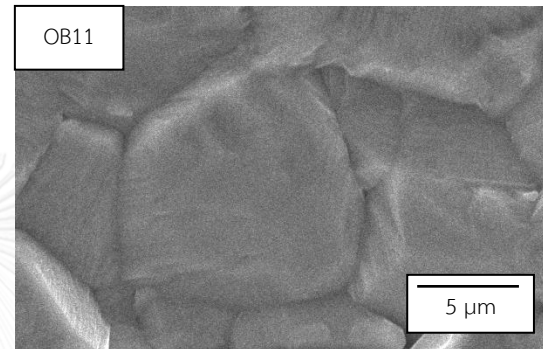
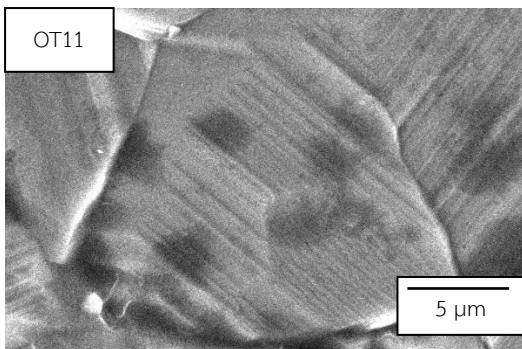


**รูปที่ 4.53** การดูดซึมน้ำของชิ้นงานสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 (สภาวะที่ 4 ถึง 6 ตารางที่ 4.18) ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

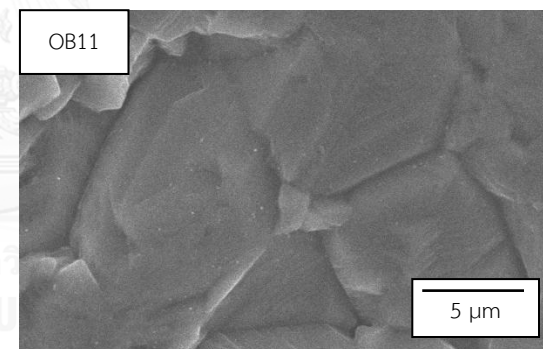
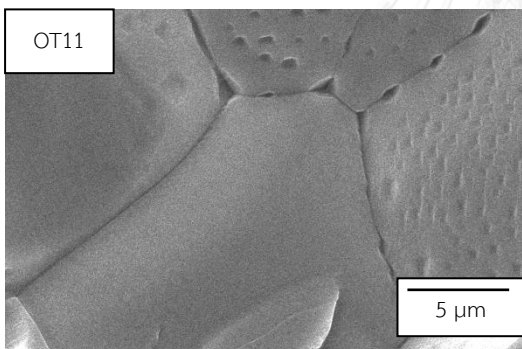
จากรูปที่ 4.54 พบว่าชิ้นงาน OT11 และ OB11 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.76 และ 5.20 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 18.38 และ 35.82 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 17.79 และ 26.54 ไมครอน พบว่าในสภาวะที่ 5 และ 6 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันแต่มีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่กว่าสภาวะที่ 4 ทั้งสูตร OT11 และ OB11 อย่างชัดเจน



สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาที่ 1650 องศาเซลเซียส



สภาวะที่ 5 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาที่ 1650 องศาเซลเซียส

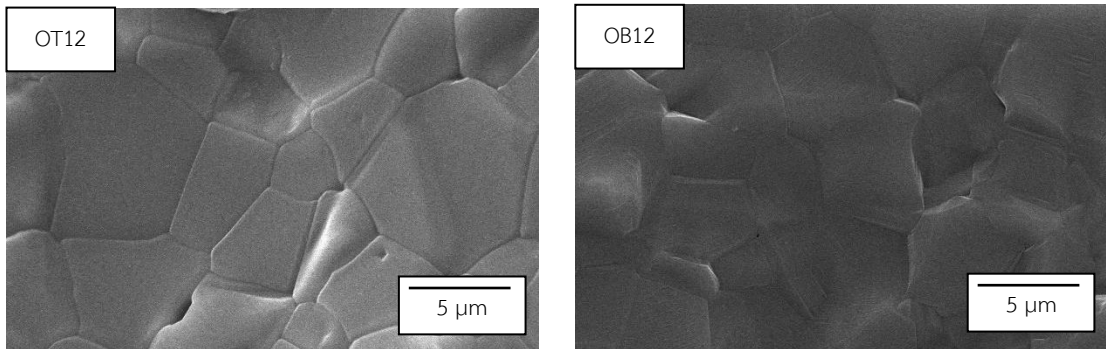


สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาที่ 1650 องศาเซลเซียส

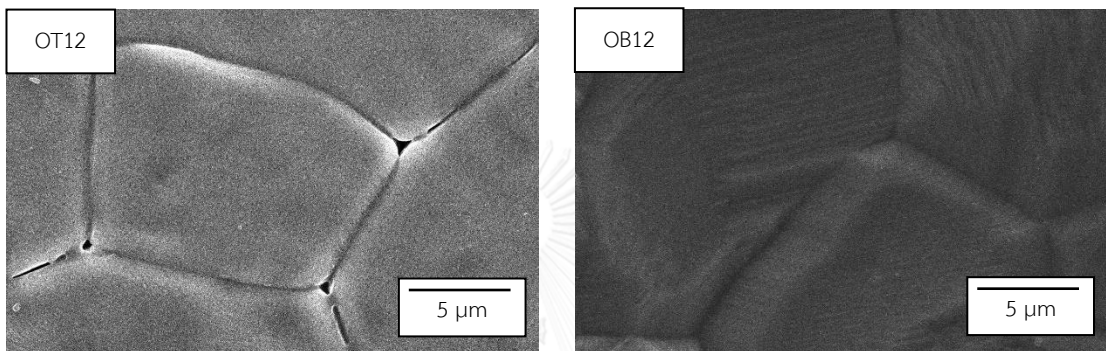
**รูปที่ 4.54** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสไปเนล สูตร OT11 และ OB11 หลังเผาที่ด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18

จากรูปที่ 4.55 พบว่าชิ้นงาน OT12 และ OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.81 และ 5.74 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 25.21 และ 46.56 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 20.60 และ 42.60 ไมครอน พบว่าสภาวะที่ 5 และ 6 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันแต่มีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่กว่าสภาวะที่ 4 ทั้งสูตร OT12 และ OB12 อย่างชัดเจน

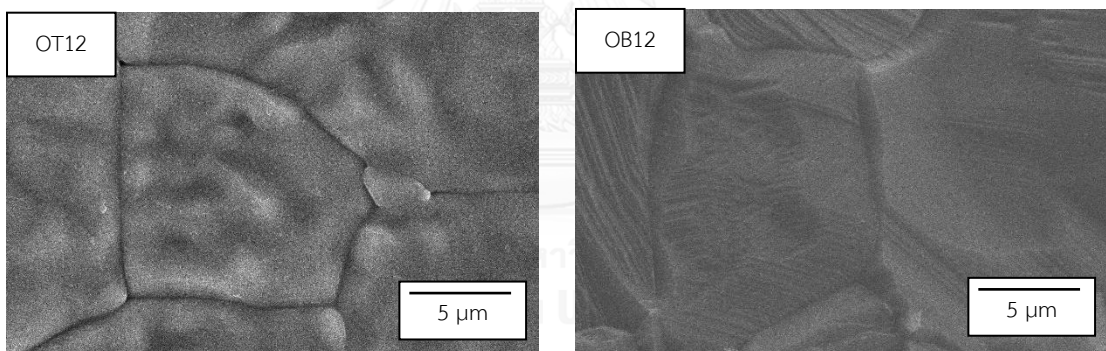




สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส



สภาวะที่ 5 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส

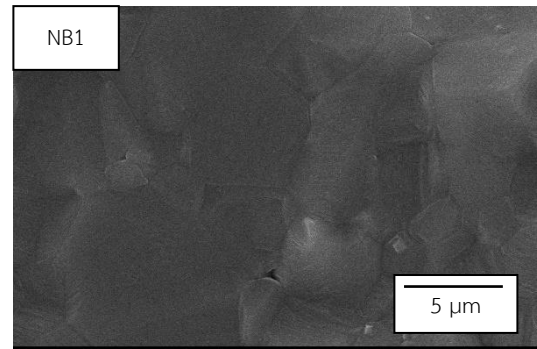
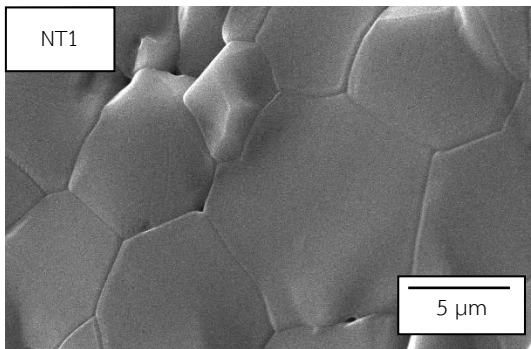


สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส

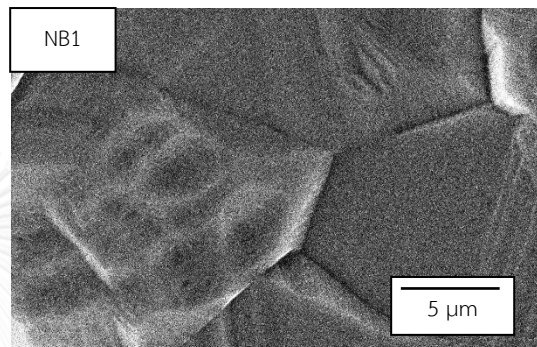
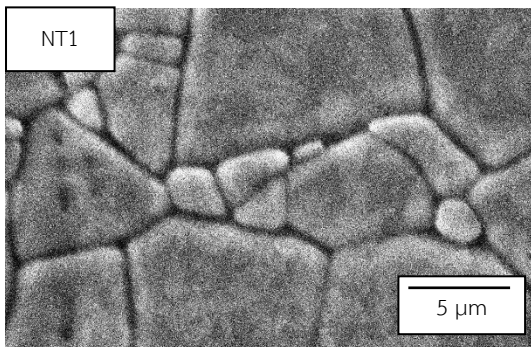
**รูปที่ 4.55** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร OT12 และ OB12 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18

จากรูปที่ 4.56 พบว่าชิ้นงานสูตร NT1 และ NB1 มีขนาดเกรนเฉลี่ยในสภาวะที่ 4 คือ 4.95 และ 5.48 ไมครอน ในสภาวะที่ 5 คือ 24.88 และ 44.01 ไมครอน ในสภาวะที่ 6 คือ 19.53 และ 29.74 ไมครอน พบว่าในสภาวะที่ 5 และ 6 แต่ละสูตรมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกันแต่มีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่กว่าสภาวะที่ 4 ทั้งสูตร NT1 และ NB1 อย่างชัดเจน

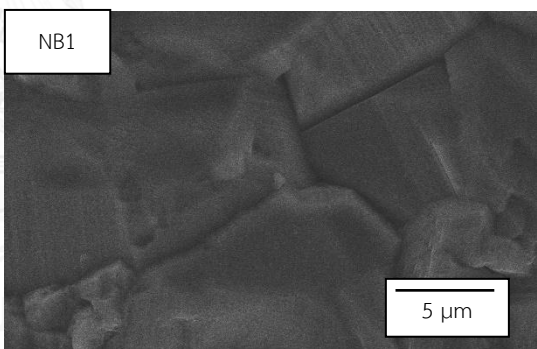
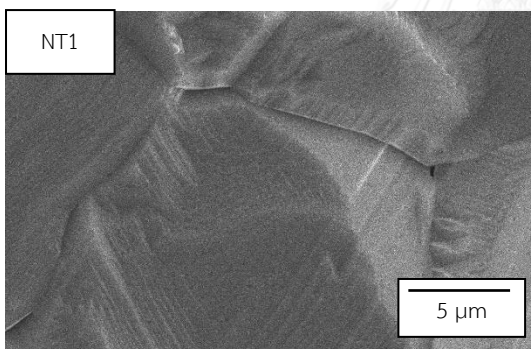




สภาวะที่ 4 อัดทิศทางเดียว 50 เมกะพาสคัลและเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส



สภาวะที่ 5 อัดร้อน 40 เมกะพาสคัลขณะเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส



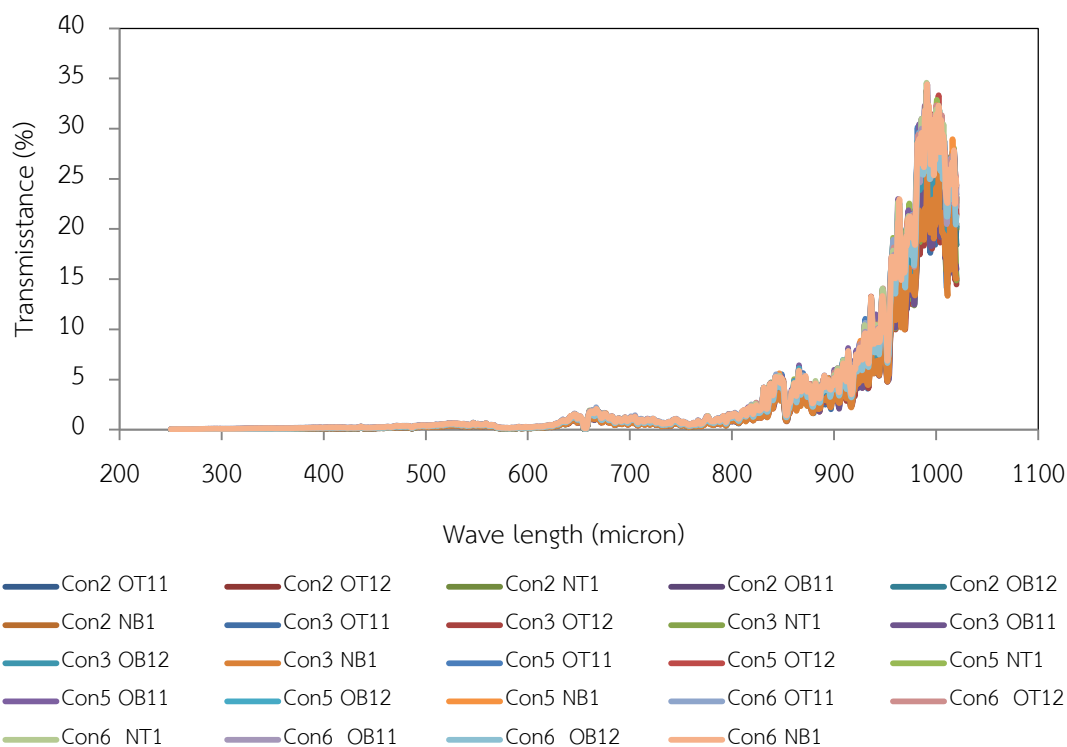
สภาวะที่ 6 อัดเย็นทุกทิศทาง 200 เมกะพาสคัลและอัดร้อน 40 เมกะพาสคัล  
ขณะเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส

**รูปที่ 4.56** โครงสร้างจุลภาคเปรียบเทียบขนาดเกรนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล สูตร NT1 และ NB1 หลังเผาผนึกด้วยสภาวะที่ 4 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18

จากรูปที่ 4.54 รูปที่ 4.55 และ รูปที่ 4.56 พบว่าแต่ละสูตร OT11 OT12 NT1 OB11 OB12 และ NB1 ที่อุณหภูมิเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส ในสภาวะที่ 5 และ 6 เกิดการโตของเกรน สูงกว่าสภาวะที่ 4 อย่างเห็นได้ชัดแสดงให้เห็นว่าสภาวะอัดร้อนส่งผลต่อการโตของเกรนที่อุณหภูมินี้ โดยการอัดร้อนสามารถเพิ่มความหนาแน่นและลดรูพรุนของชิ้นงานได้

#### 4.6.3 ความโปร่งใสของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม

จากการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล พบว่าชิ้นงานที่เตรียมทุกสูตรยังไม่มีความโปร่งใส มีเพียงแค่บางชิ้นงานที่มีลักษณะค่อนข้างโปร่งแสง แสงสามารถทะลุผ่านได้เพียงบางส่วนเท่านั้น เมื่อขีดชิ้นงานจนบางมีขนาดความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร และมีผิวเรียบมันวาวแล้วนำไปวัดค่าการส่องผ่านของแสง (in line transmission) ด้วยเครื่อง UV/Vis spectrometer ในช่วงความยาวคลื่นแสงตั้งแต่ 250 ถึง 1050 นาโนเมตร ก็พบว่า แสงในช่วงที่ตามองเห็น หรือที่ความยาวคลื่นประมาณ 400 ถึง 700 นาโนเมตร มีค่าการส่องผ่าน (transmission) เพียงแค่ประมาณ 1 ถึง 2 % เท่านั้น ดังแสดงในรูปที่ 4.57 และมีค่าที่ไม่ต่างกันมากนักในทุกชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งส่งผลทำให้ชิ้นงานไม่มีความโปร่งใส ดังแสดงให้เห็นได้ในรูปที่ 4.58



รูปที่ 4.57 ค่าการส่องผ่านของแสงของชิ้นงานทุกสูตรสภาวะที่ 2 3 5 และ 6 ตามตารางที่ 4.18

จากรูปที่ 4.58 ทำการคัดเลือกชิ้นงานที่มีความโปร่งแสงสูงพบว่า สภาวะที่ 6 สูตรมีความโปร่งแสงสูงที่สุดจากการสังเกตด้วยตาพบว่าสูตร OB12ซึ่งเป็นสูตรสปีเนล S30CR มีความโปร่งแสงกว่าทุกสูตรโดยในสภาวะที่ 6 พบว่า OB12 มีขนาดเกรนเฉลี่ยสูงที่สุดเช่นกันคือ 42.60 ไมครอน



รูปที่ 4.58 ความโปร่งแสงของชิ้นงานสูตรต่างๆ สภาวะที่ 6 ตามตารางที่ 4.18

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษากระบวนการผลิตและการเผาผนึกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล TSP-15 บางส่วนเปรียบเทียบกับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล S30CR บางส่วนสูตรที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคสมบัติหลังเผาผนึก

1) ชิ้นงานเผาผนึกจนถึงอุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที พบว่าสารตั้งต้นสปีเนล TSP-15 บริสุทธิ์ (สูตร OT12) มีความหนาแน่นหลังเผาผนึกสูงกว่าแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลบางส่วนที่ผสมด้วย แมกนีเซีย อะลูมินา แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรตทุกสูตร

2) กลุ่มสารตั้งต้นสปีเนล S30CR มีความหนาแน่นหลังอัดชิ้นงานต่ำกว่า กลุ่มสารตั้งต้นสปีเนล TSP-15 ขณะที่หลังเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส กลุ่มสปีเนล S30CR และสปีเนล TSP-15 ความหนาแน่นใกล้เคียงกัน โดยมีค่ามากกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี

3) หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่อัดทิศทางเดียวและอัดเย็นทุกทิศทางมีความหนาแน่นใกล้เคียงกัน แต่หลังเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส การอัดเย็นทุกทิศทางจะส่งผลให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

4) เปรียบเทียบวิธีการอัดร้อนกับวิธีอัดเย็นทุกทิศทางตามด้วยการอัดร้อนพบว่า มีผลต่ออัตราการเพิ่มของความหนาแน่นใกล้เคียงกันและสูงกว่าการอัดทิศทางเดียวทั้งที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1600 องศาเซลเซียส ขึ้นไป ชิ้นงานทุกสูตรหลังเผาผนึกแบบอัดร้อนมีความหนาแน่นใกล้เคียง 100 เปอร์เซ็นต์ของค่าทางทฤษฎี

5) สูตรผสมที่มีความหนาแน่นที่สูงกว่า 93 เปอร์เซ็นต์ พบว่าทุกสภาวะเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาผนึกจาก 1600 เป็น 1650 องศาเซลเซียส พบว่าทุกสูตรจะมีขนาดเกรนโตขึ้นชัดเจนโดยกลุ่มสารตั้งต้นสปีเนล S30CR ซึ่งมีส่วนผสมเป็นสปีเนลที่อนุภาคละเอียดกว่า กลุ่มสารตั้งต้นสปีเนล TSP-15 ขนาดเกรนมีอัตราการโตสูงกว่า

6) ชิ้นงานที่อัดเย็นทุกทิศทางที่ 200 เมกะพาสคัล ตามด้วยอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส มีค่าการส่องผ่านของแสงต่ำมากในช่วงแสงที่มองเห็น (visible light) โดยสปีเนล S30CR บริสุทธิ์ (สูตร OB12) มีความโปร่งแสงสูงที่สุด

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากชิ้นงานที่โปร่งใสจะต้องมีการส่องผ่านของแสงได้ดีในช่วง visible light โดยจะต้องมีขนาดเกรนต่ำหรือสูงกว่าความยาวคลื่นในช่วง 400 ถึง 700 นาโนเมตร เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ต้องการความแข็งแรงสูงจึงควรมีขนาดเกรนเล็ก แต่จากการเผาผนึกในสภาวะการอัดร้อนทุกทิศทางมีผลต่ออัตราการโตของเกรนสูงซึ่งจะส่งผลทำให้ได้ความแข็งแรงที่ต่ำ ดังนั้นหากศึกษาเพิ่มเติมควรใช้สูตรที่การโตของเกรนต่ำที่สุดในสภาวะเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียส สูตร NT1 มีขนาดเกรนเฉลี่ยต่ำกว่า 375 นาโนเมตร น่าสนใจแล้วนำไปอัดร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Pressing) ที่อุณหภูมิไม่เกิน 1600 องศาเซลเซียส จะเพิ่มโอกาสให้ชิ้นงานโปร่งใสสูงขึ้น



## รายการอ้างอิง

- [1] Patel, P., Gilde, G., Dehmer, P., McCauley, J., Transparent Armor, Advanced materials and processes technology 4 (2000): 1-24.
- [2] Fehrenbacher, L., Transparent Spinel Ceramics for armor and electro-optical applications[Online] , 2012. Available form: <http://www.techassess.com/technologies/spinel-a-optical-ceramics>. [2012, October 1].
- [3] Cook, R., Kochis, M., Reimanis, I. & Kleebe, H.-J. in Window and Dome Technologies and Materials IX 41-47 (2005).
- [4] Bonnefont, G., Fantozzi, G., Trombert, S. & Bonneau, L., Fine-grained transparent MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel obtained by spark plasma sintering of commercially available nanopowders, Ceramics International 38 (2012): 131-140.
- [5] Krell, A., Hutzler, T. & Klimke, J., Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications, Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): 207-221.
- [6] Krell, A., Blank, P., Ma, H. & Hutzler, T., Transparent Sintered Corundum with High Hardness and Strength, Journal of the American Ceramic Society 86 (2003): 12-18.
- [7] Parimal, J. P., Gary, G. & James, W. M., Transient Liquid Phase Reactive Sintering of Aluminum Oxynitride [Online]. 2006. Available from: <http://www.inl.gov/techtransfer/factsheets/mat/alon.pdf>. [2012, December 19]
- [8] Wang, C. & Zhao, Z., Transparent MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramic produced by spark plasma sintering, Scripta Materialia 61 (2009): 193-196.
- [9] Mangalaraja, R. V. et al., Combustion synthesis of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Yb–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: Part I. Nanopowders and their characterization, Journal of Materials Processing Technology 208 (2008): 415-422.
- [10] Li, J.-G., Ikegami, T., Lee, J.-H. & Mori, T., Low-Temperature Fabrication of Transparent Yttrium Aluminum Garnet (YAG) Ceramics without Additives, Journal of the American Ceramic Society 83 (2000): 961-963.

- [11] Peuchert, U., Okano, Y., Menke, Y., Reichel, S. & Ikesue, A., Transparent cubic-ZrO<sub>2</sub> ceramics for application as optical lenses, Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): 283-291.
- [12] Harris, D. C., Durable 3–5 μm transmitting infrared window materials, Infrared Physics & Technology 39 (1998): 185-201.
- [13] ประเมศวร์ ฉินทสงเคราะห์. ผลของพารามิเตอร์ในการเผาผนึกต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมินาเซรามิก. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2554.
- [14] Paswan, K. Sintering study of Mg-Al spinel synthesized via combustion synthesis using glycine as fuel. Master's Thesis, Department of Ceramic Engineering National Institute of Technology Rourkela 2011.
- [15] Mohapatra, D. Processing of MgO-MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics and study of its microstructure, strength and thermal shock resistance. Master's Thesis, Department of Ceramic Engineering National Institute of Technology Rourkela 2006.
- [16] Föll, H., Ionic Crystals[Online]. 2012. Available from: [http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/def\\_en/index.html](http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/def_en/index.html). [2012, December 12]
- [17] Sanghera, J. S., Villalobos, G., Kim, W., Bayya, S. & Aggarwal, I. D., Transparent spinel ceramic[Online]. 2009. Available from: [http://www.nrl.navy.mil/content\\_images/09\\_Optical\\_Sanghera.pdf](http://www.nrl.navy.mil/content_images/09_Optical_Sanghera.pdf). [2011, May 29]
- [18] Krell, A., Klimke, J. & Hutzler, T., Advanced spinel and sub-micron Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for transparent armour applications, Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): 275-281.
- [19] Meir, S., Fabrication of transparent magnesium aluminate spinel by the spark plasma sintering technique, Department of Materials Engineering Faculty of Engineering Science Ben-Gurion University of the Negev Master's Thesis. 2008.
- [20] Surmet Corporation., ALON ® and spinel optical ceramics[Online]. 1982. Available from: <http://www.surmet.com/technology/alon-optical-ceramics/index.php>.

- [21] Nanomaterials International Corporation., Transparent magnesium aluminate SPINEL,  $MgAl_2O_4$  [Online]. 2011. Available from: <http://www.nanomaterials-intl.com/wp-content/uploads/2011/09/BrochuresSpinel.pdf>.
- [22] Henkel, L., Koch, D. & Grathwohl, G.,  $MgAl_2O_4$ -Spinel Synthesized by High-Energy Ball Milling and Reaction Sintering, Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 805-811.
- [23] Krell, A. & Bales, A., Grain Size-Dependent Hardness of Transparent Magnesium Aluminate Spinel, International Journal of Applied Ceramic Technology 8 (2011): 1108-1114.
- [24] Kopeliovich, D. D., Graphite manufacturing process[Online]. 2012. Available form:[http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=graphite\\_manufacturing\\_process](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=graphite_manufacturing_process). [2013, January 30]
- [25] Ganesh, I., Olhero, S. M., Torres, P. M. C. & Ferreira, J. M. F., Gelcasting of Magnesium Aluminate Spinel Powder, Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 350-357.
- [26] Krell, A., Hutzler, T., Klimke, J. & Potthoff, A., Fine-Grained Transparent Spinel Windows by the Processing of Different Nanopowders, Journal of the American Ceramic Society 93 (2010): 2656-2666.
- [27] Kopeliovich, D. D., Sintering of ceramics[Online]. 2012. Available form: [http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=sintering\\_of\\_ceramics](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=sintering_of_ceramics). [2013, January 28]
- [28] กนิษฐา สันติวงศกร. การหล่อแบบเจลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปิเนล. วิทยานิพนธ์ปริญญา มหาบัณฑิต, สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย 2555.
- [29] Durães, L., Matias, T., Segadães, A. M., Campos, J. & Portugal, A.,  $MgAl_2O_4$  spinel synthesis by combustion and detonation reactions: A thermochemical evaluation, Journal of the European Ceramic Society 32 (2012): 3161-3170.
- [30] Bocanegra, S. A., Ballarini, A. D., Scelza, O. A. & de Miguel, S. R., The influence of the synthesis routes of  $MgAl_2O_4$  on its properties and behavior as support of dehydrogenation catalysts, Materials Chemistry and Physics 111 (2008): 534-541.
- [31] Mineralogy Database., General Boehmite Information[Online]. 2012 Available form: <http://webmineral.com/data/Boehmite.shtml>. [2013, January 25]



- [32] Li, J.-G., Ikegami, T., Lee, J.-H., Mori, T. & Yajima, Y., Synthesis of Mg–Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant, Journal of the European Ceramic Society 21 (2001): 139-148.
- [33] Chegg, Phase Diagram[Online]. 2003-2013. Available form: <http://www.chegg.com/homework-help/questions-and-answers/5-calculate-phases-present-compositions-amounts-weight-percent-microstructure-1000-c-spine-q2342179>. [2013, January 27]
- [34] Ganesh, I., Bhattacharjee, S., Saha, B. P., Johnson, R. & Mahajan, Y. R., A new sintering aid for magnesium aluminate spinel, Ceramics International 27 (2001): 773-779.
- [35] Sarkar, R., Das, S. K. & Banerjee, G., Effect of additives on the densification of reaction sintered and presynthesised spinels, Ceramics International 29 (2003): 55-59.
- [36] Rooi Ping, L., Azad, A.-M. & Wan Dung, T., Magnesium aluminate ( $MgAl_2O_4$ ) spinel produced via self-heat-sustained (SHS) technique, Materials Research Bulletin 36 (2001): 1417-1430.
- [37] Dynamic Ceramic precision engineering ceramic solutions., Hot Pressing[Online]. 2013. Available form: <http://www.dynacer.com/processing/hot-pressing/>. [2013, March 28]
- [38] Encyclopædia Britannica, I., hot isostatic pressing[Online]. 2013. Available form: <http://www.britannica.com/EBchecked/media/263/Hot-isostatic-pressing-a-pressure-assisted-method-for-sintering-advanced>. [2013, March 28]
- [39] The A to Z of materials., HIPing - What Is It and What are The Advantages for Engineering Ceramics[Online]. 2011. Available form: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=5769#how>. [2013, March 29]
- [40] Meir, S., Kalabukhov, S., Froumin, N., Dariel, M. P. & Frage, N., Synthesis and Densification of Transparent Magnesium Aluminate Spinel by SPS Processing, Journal of the American Ceramic Society 92 (2009): 358-364.
- [41] Frage, N., Cohen, S., Meir, S., Kalabukhov, S. & Dariel, M., Spark plasma sintering (SPS) of transparent magnesium-aluminate spinel, Journal of Materials Science 42 (2007): 3273-3275.

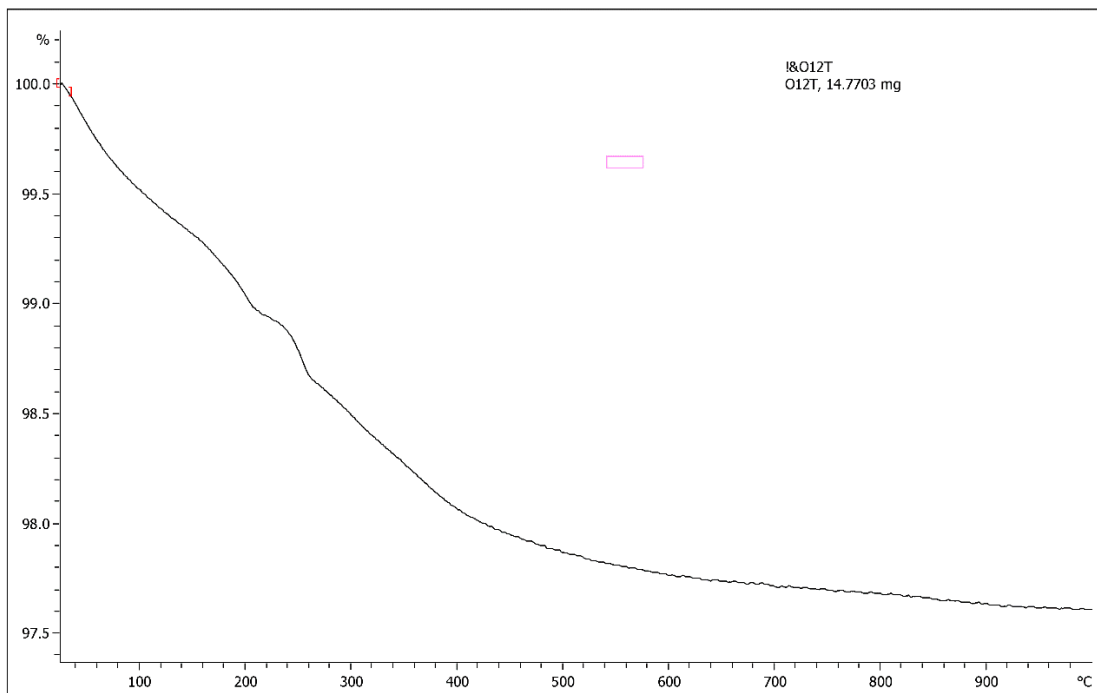
- [42] Goldstein, A., Goldenberg, A. & Hefetz, M., Transparent polycrystalline  $MgAl_2O_4$  spinel with submicron grains, by low temperature sintering, Journal of the Ceramic Society of Japan 117 (2009): 1281-1283.
- [43] Tsukuma, K., Transparent  $MgAl_2O_4$  spinel ceramics produced by HIP post-sintering, Journal of the Ceramic Society of Japan 114 (2006): 802-806.
- [44] Gilde, G., Patel, P., Sands, J. & Patterson, P., Evaluation of Hot Isostatic Pressing Parameters on the Optical and Ballistic Properties of Spinel for Transparent Armor, Report No. 0704-0188, 8 (Army Research Laboratory, U.S., 2006).
- [45] Hamano, K. & Kanzaki, S., Fabrication of Transparent Spinel Ceramics by Reactive Hot-pressing, Journal of the Ceramic Association, Japan 85 (1977): 225-230.
- [46] Esposito, L., Piancastelli, A. & Martelli, S., Production and characterization of transparent  $MgAl_2O_4$  prepared by hot pressing, Journal of the European Ceramic Society 33 (2013): 737-747.
- [47] Asar, N. V., Korkmaz, T. & Gül, E. B., The effect of wollastonite incorporation on the linear firing shrinkage and flexural strength of dental aluminous core ceramics: A preliminary study, Materials & Design 31 (2010): 2540-2545.
- [48] พงษ์ธร แซ่อู๋. ยางกับการทำวิศวกรรมย้อนรอย[Online]. 2550. Available from: [http://www.rubbercenter.org/files/Journal\\_RDCTRI\\_1.pdf](http://www.rubbercenter.org/files/Journal_RDCTRI_1.pdf). [กรกฎาคม-กันยายน 2550]
- [49] ดนัย กิจชัยนุกูล. เรื่อนำรู้ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด[Online]. 2547. Available form: <http://www.rmutphysics.com/charud/oldnews/192/SEM.pdf>. [11 สิงหาคม 2556]
- [50] นงภัส โฆษวิฑิตกุล. คู่มือข้อมูลเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง[Online]. 2555 Available form: <http://cste.sut.ac.th/cste/web1/web/mainfile/downloadfileupdate86734008241.pdf>. [15 สิงหาคม 2556]
- [51] สรินทร ลิมปนาท. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน. เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ : ทฤษฎีและหลักการดำเนินงานเบื้องต้น[Online]. 2543. Available form: <http://www.material.chula.ac.th/RADIO44/APRIL/RADIO4-1.HTM>. [17 สิงหาคม 2556]
- [52] Almerindo, G. I. et al., Magnesium oxide prepared via metal-chitosan complexation method: Application as catalyst for transesterification of soybean

- oil and catalyst deactivation studies, Journal of Power Sources 196 (2011): 8057-8063.
- [53] Genovese, A. & Shanks, R. A., Structural and thermal interpretation of the synergy and interactions between the fire retardants magnesium hydroxide and zinc borate, Polymer Degradation and Stability 92 (2007): 2-13.
- [54] De Falco, G., Morgan, A., Commodo, M., Minutolo, P. & D'Anna, A., Flame synthesis of MgO nanoparticles in a FASP Reactor, MRS Online Proceedings Library 1506 (2013): null-null.
- [55] El-Shereafy, E., Abousekkina, M. M., Mashaly, A. & El-Ashry, M., Mechanism of thermal decomposition and  $\gamma$ -pyrolysis of aluminum nitrate nonahydrate  $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ , Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry 237 (1998): 183-186.
- [56] Jena, A. & Gupta, K., A Novel Technique for Surface Area and Particle Size Determination of Components of Fuel Cells and Batteries[Online]. 2014. Available from:[http://www.pmiappeurope.com/publications/docs/A\\_Novel\\_technique\\_for\\_surface\\_area.pdf](http://www.pmiappeurope.com/publications/docs/A_Novel_technique_for_surface_area.pdf). [2014, May 13]
- [57] Krell, A., Waetzig, K. & Klimke, J., Influence of the structure of  $\text{MgO} \cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$  spinel lattices on transparent ceramics processing and properties, Journal of the European Ceramic Society 32 (2012): 2887-2898.
- [58] Suárez, M., Fernández, A., Torrecillas, R. & Menéndez, J. L., Sintering to Transparency of Polycrystalline Ceramic Materials InTech, 2012.
- [59] Fotheringham, U., Wurth, R. & Rüssel, C., Thermal analyses to assess diffusion kinetics in the nano-sized interspaces between the growing crystals of a glass ceramics, Thermochimica Acta 522 (2011): 144-150.
- [60] DiGiovanni, A., Improved IR Windows for Severe Aerothermal Environments, Report No. 06, 29 (Technology Assessment and Transfer Annapolis, 2004 ).
- [61] Das, S., Preparation of magnesium aluminate spinel by auto combustion route using glycine as fuel and densification study with  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  addition. Bachelor of Technology In Ceramic Engineering, Department of Ceramic Engineering National Institute of Technology Rourkela 2013.



**ภาคผนวก**

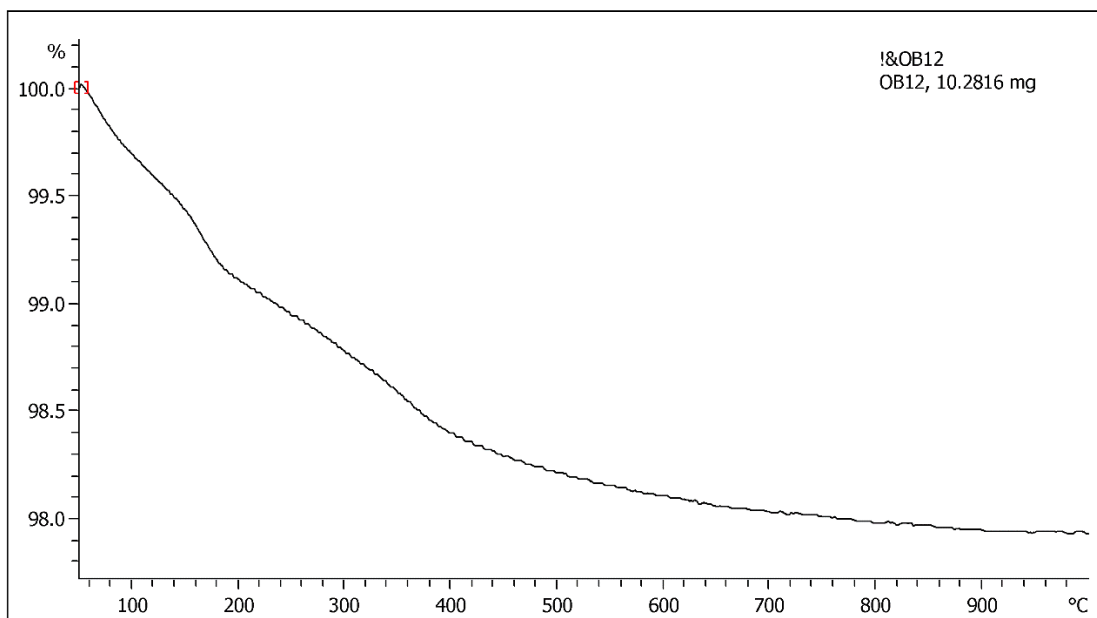
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY



Lab: METTLER

STAR<sup>e</sup> SW 10.00

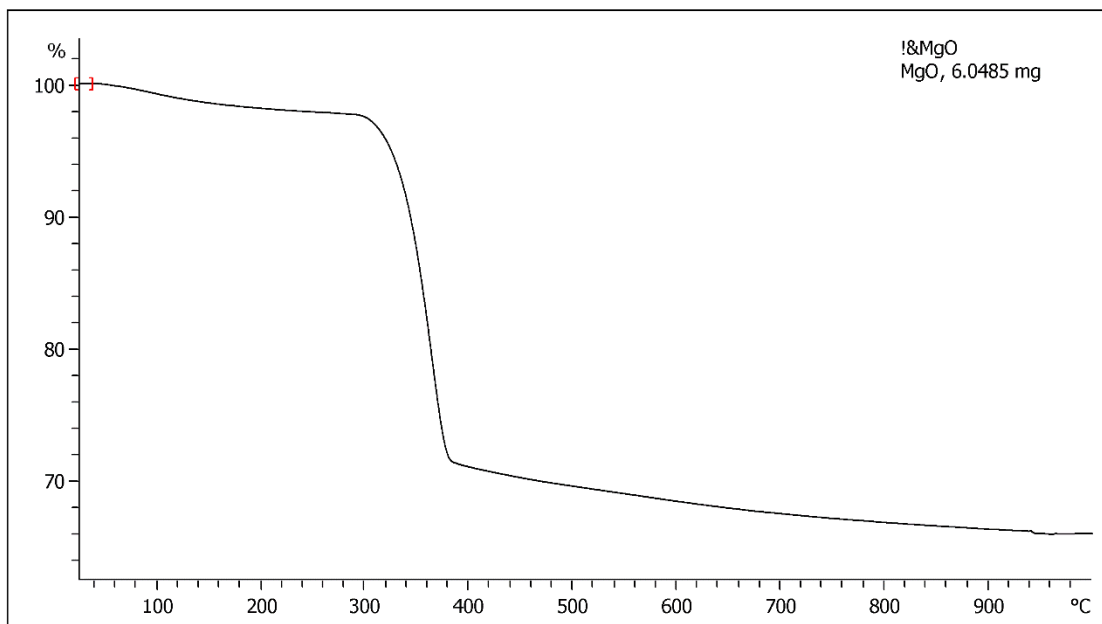
รูปที่ 1 สมบัติทางความร้อนของวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (TSP-15, Taimei Chemical) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจน:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก



Lab: METTLER

STAR<sup>e</sup> SW 10.00

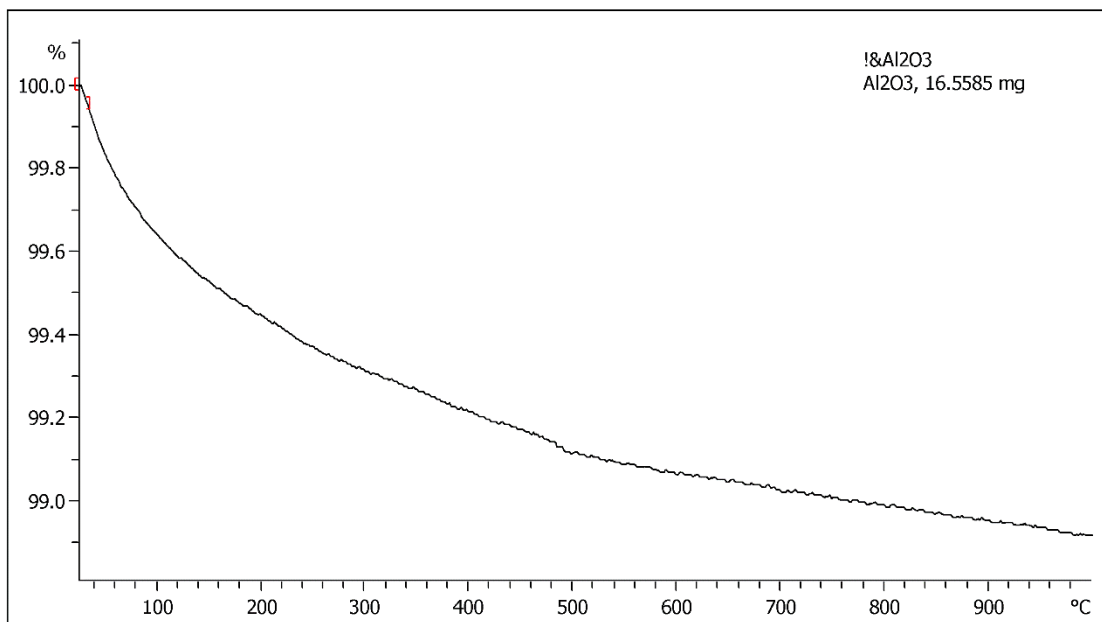
รูปที่ 2 สมบัติทางความร้อนของวัตถุดิบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (S30CR, Baikowski) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจน:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

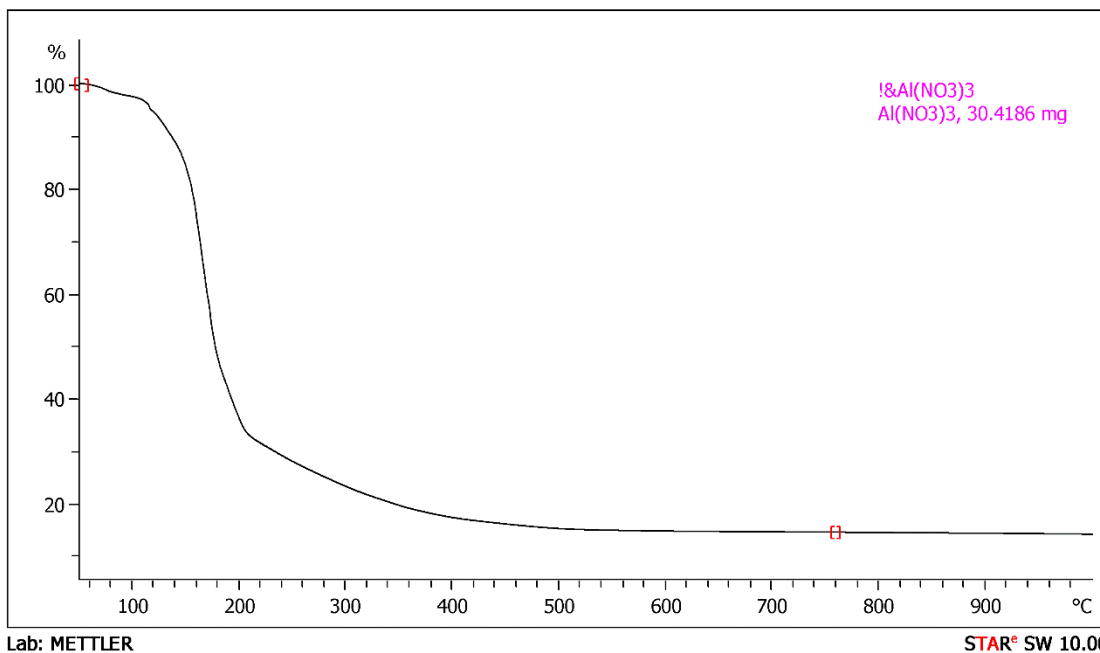
รูปที่ 3 สมบัติทางความร้อนของวัตถุดิบแมกนีเซีย (MO-V20P, UBE) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจนต:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก



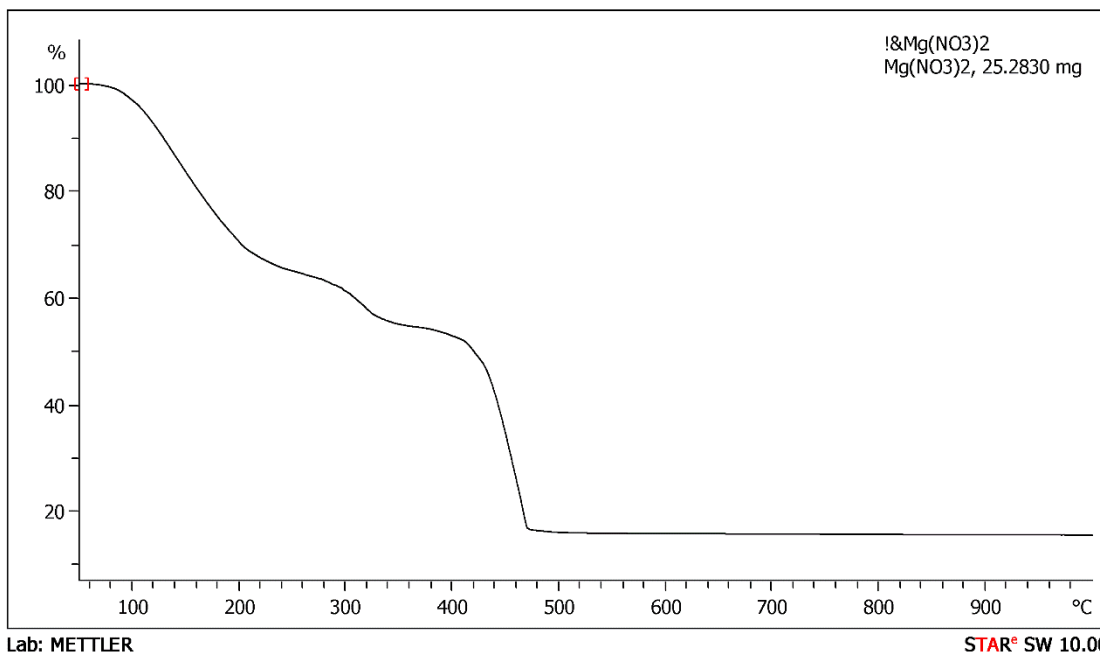
Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ 4 สมบัติทางความร้อนของวัตถุดิบอะลูมินา (TM-DA, Taimei) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจนต:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 5 สมบัติทางความร้อนของวัตถุบออะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต (Quality Reagent Chemical) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจนต:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 6 สมบัติทางความร้อนของวัตถุบแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (UNILAB) ที่อุณหภูมิ 50-1000 °C ในบรรยากาศ ไนโตรเจนต:ออกซิเจน 3:1 โดยน้ำหนัก

### ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายต่อพงศ์ ดาวประดับวงษ์ เกิดวันที่ 21 พฤศจิกายน พ.ศ. 2524 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2548 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยและสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษาปี 2557

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “PARTIALLY REACTIVE SINTERING OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL” ในการประชุมทางวิชาการ The 6th Pure and Applied Chemistry International Conference 2012 (PACCON 2012) ระหว่างวันที่ 11-13 มกราคม พ.ศ. 2555 จัดโดยภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และสมาคมเคมีแห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์ ณ โรงแรมดิเอ็มเพรส เชียงใหม่

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “STUDY ON PARTIALLY REACTIVE SINTERING OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL” ในการประชุมทางวิชาการ The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers วันที่ 24 เมษายน พ.ศ. 2555 จัดโดย ศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ และ วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์และได้รับการตีพิมพ์ผลงานแบบ Proceeding

นำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “FABRICATION OF MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL BY PARTIAL REACTION SINTERING” ในการประชุมทางวิชาการ The 8th Mathematics and Physical Sciences Graduate Congress (MPSGC) ระหว่างวันที่ 8-10 ธันวาคม พ.ศ. 2555 จัดโดย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย