

บทที่ 2

การทดลอง

วัตถุดิบและอุปกรณ์ในการทดลอง

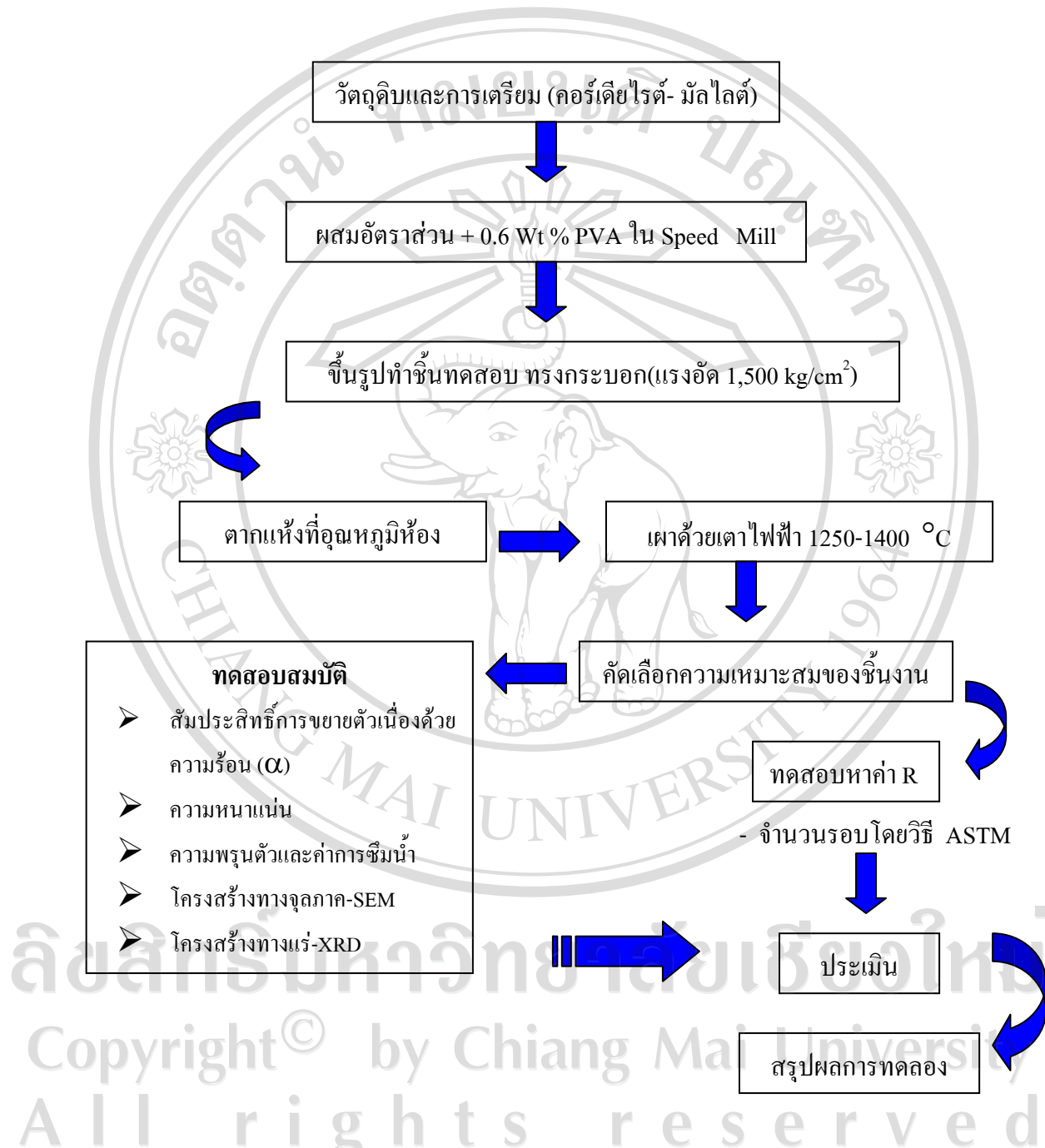
วัตถุดิบในการทดลอง

1. กอร์เดียไรต์ A-16 ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) เกรดการค้าของ หจก.นอร์ทเทอร์นเคมีเคิล แอนด์ กลาสแวร์
2. มัลไลต์ M50 ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) เกรดการค้าของ หจก.นอร์ทเทอร์นเคมีเคิล แอนด์ กลาสแวร์
3. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) PA-18Y ของบริษัท Shin-Etsu แลป์เกรด

อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดลอง

1. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง รุ่น APX- 200 ผู้ผลิต Denver
2. หม้อบดขนาดใหญ่
3. หม้อบดความเร็วสูงขนาดเล็ก (High Speed Ball Mill)
4. เครื่องอัดชิ้นงานแบบทิศทางเดียว (Uniaxial Press)
5. เครื่องอัดไฮดรอลิก (Hydraulic Press) เพื่ออัดขึ้นทดสอบแบบแท่ง
6. เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง 1750°C จากบริษัทสมศักดิ์ชัยพลาย
7. แบบพิมพ์เหล็กกล้ารูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.015 m.
8. ตะแกรงร่อนขนาด 150 เมช
9. เครื่องตัดชิ้นงาน รุ่น Accustom-2 ผู้ผลิต Struers
10. เครื่อง Dilatometer รุ่น L 75
11. เครื่อง X-Ray Diffraction Analyzer รุ่น D8 Advance ผู้ผลิต Bruker
12. เครื่อง Scanning Electron Microscope – SEM รุ่น JSM - 6335F

วิธีการทดลองในการศึกษาวัสดุผสมคอร์เคียไรต์- มัลไลต์ สำหรับใช้เป็นวัสดุทนทานการเปลี่ยนแปลงความร้อนฉับพลัน สำหรับงานวิจัยนี้ได้มีการทดลองได้ดังรูป 2.1



รูปที่ 2.1 แผนการทดลองเพื่อศึกษาวัสดุผสมคอร์เคียไรต์-มัลไลต์สำหรับใช้เป็นวัสดุทนทานการเปลี่ยนแปลงความร้อนฉับพลัน

2.1 การเตรียมวัตถุดิบ

2.1.1 การเตรียมวัตถุดิบคอร์เดียไรต์ ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$)

การทดลองนี้เตรียมวัตถุดิบคอร์เดียไรต์ โดยการนำไปบดในหม้อบดขนาดใหญ่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทำการคัดขนาดผ่านตะแกรงร่อนขนาด 150 เมช ให้อ่อนผ่านตะแกรงคัดเป็นร้อยละ 80 ของวัตถุดิบทั้งหมด

2.1.2 การเตรียมวัตถุดิบมัลไลต์ ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)

การทดลองนี้เตรียมวัตถุดิบมัลไลต์ โดยการนำไปบดในหม้อบดขนาดใหญ่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทำการคัดขนาดผ่านตะแกรงร่อนขนาด 150 เมช ให้อ่อนผ่านตะแกรงคัดเป็นร้อยละ 80 ของวัตถุดิบทั้งหมด

2.2 การผสมอัตราส่วนวัตถุดิบ

2.2.1 ในการทดลองนี้เตรียมส่วนผสมวัตถุดิบโดยชั่งวัตถุดิบที่เตรียมได้จากข้อ 2.1.1 และ 2.1.2 ตามลำดับ อัตราส่วนโดยปริมาตร (น้ำหนัก/น้ำหนัก) ดังตาราง 2.1

ตาราง 2.1 อัตราส่วนผสมวัตถุดิบคอร์เดียไรต์และมัลไลต์

วัตถุดิบ	ตัวแปร 1	ตัวแปร 2	ตัวแปร 3	ตัวแปร 4	ตัวแปร 5	ตัวแปร 6	ตัวแปร 7	ตัวแปร 8	ตัวแปร 9	ตัวแปร 10	ตัวแปร 11
คอร์เดียไรต์	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
มัลไลต์	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0

2.2.2 นำวัตถุดิบที่ชั่งไว้แล้วไปผสมโดยหม้อบดความเร็วสูง (High Speed Ball Mill) นาน 15 นาที จากนั้นเติม 0.6 wt % Polyvinyl Alcohol (PVA) แล้วผสมต่อโดยใช้หม้อบดความเร็วสูงเป็นเวลา 15 นาที รวมเวลาการผสมทั้งสิ้น 30 นาที

2.3 การขึ้นรูปชิ้นงานการทดสอบ

ส่วนผสมวัตถุดิบในอัตราส่วนต่างๆ ที่เตรียมได้จากข้อ 2.2 นำไปขึ้นรูปชิ้นทดสอบดังนี้

2.3.1 ชิ้นทดสอบแบบแท่ง

เตรียมชิ้นทดสอบแบบแท่งโดยการนำส่วนผสมวัตถุดิบอัตราส่วนต่างๆ ไปขึ้นรูปซึ่งใช้พิมพ์เหล็กกล้าที่มีขนาด $3\text{ cm} \times 15\text{ cm} \times 3\text{ cm}$ (ดูรูปพิมพ์เหล็กกล้า ผนวก ช หน้า 83) ซึ่งใช้แรงอัด $1,500\text{ kg/cm}^2$

2.3.2 ชิ้นทดสอบแบบทรงกระบอก

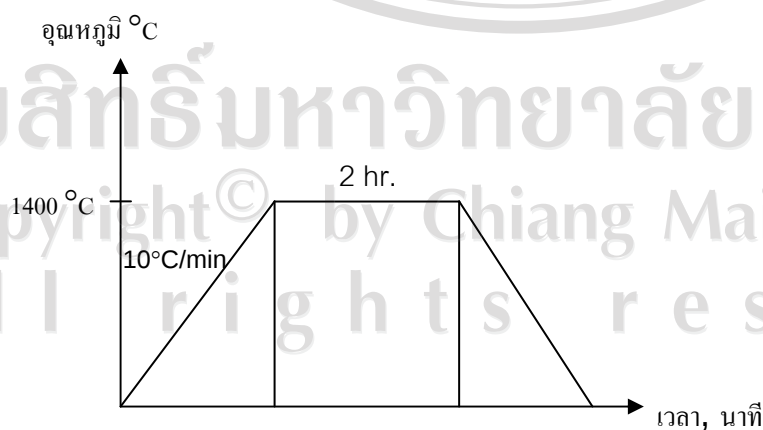
นำส่วนผสมวัตถุดิบขึ้นรูปโดยใช้พิมพ์เหล็กกล้าซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm (ดูรูปพิมพ์เหล็กกล้า ผนวก จ หน้า 81) และใช้แรงอัด $1,500\text{ kg/cm}^2$

2.4 การตากแห้งชิ้นทดสอบ

การตากแห้ง คือ การไล่น้ำออกจากชิ้นทดสอบที่ขึ้นรูปเสร็จแล้ว การตากแห้งควรให้น้ำระเหยออกไปอย่างช้าๆ เพื่อป้องกันการแตกร้าว การทดลองนี้จะนำชิ้นทดสอบที่ขึ้นรูปได้ตามข้อ 2.3 ทำให้แห้งโดยตั้งไว้ในบริเวณที่มีอากาศถ่ายเทเป็นเวลานานประมาณหนึ่งสัปดาห์

2.5 การเผาชิ้นทดสอบ

นำชิ้นทดสอบที่ผ่านการตากแห้งจากข้อ 3.4 ไปเผาผนึก (Sinter) ที่อุณหภูมิ 1250 , 1300 , 1350 และ 1400°C โดยใช้เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง (ดูรูปผนวก ญ หน้า 86) และมีขั้นตอนอุณหภูมิในการเผาดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กราฟการเผาผนึกของชิ้นทดสอบ

2.6 การวัดความหนาแน่นของชิ้นทดสอบ (ASTM C3733-88, 1999) คูณนก ท หน้า 95

การวัดความหนาแน่นของชิ้นทดสอบโดยวิธีการชั่งน้ำหนักในน้ำ (Hydrostatic Method) มีวิธีการดังนี้ คือนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้จากข้อ 2.3.2 ไปทดลองดังนี้คือ

1. ชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบในสภาวะอากาศแห้งบนเครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนักเป็น W_1 กรัม
2. ชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบในสภาพแขวนลอยในน้ำ บันทึกน้ำหนักเป็น W_2 และวัดอุณหภูมิของน้ำขณะชั่ง
3. นำค่า W_1 , W_2 และ $\rho_{\text{น้ำ}}$ ที่ได้จากการทดลองมาคำนวณหาความหนาแน่น ดังสมการ

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{W_1 \times \rho_{\text{น้ำ}}}{W_1 - W_2}$$

W_1 แทน น้ำหนักของชิ้นทดสอบที่ชั่งในอากาศ

W_2 แทน น้ำหนักของชิ้นทดสอบที่ชั่งในน้ำ

$\rho_{\text{น้ำ}}$ แทน ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง

ทั้งนี้ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลองนั้นดูได้จากมาตรฐาน

ASTM น้ำที่อุณหภูมิ 25 °C มีค่าความหนาแน่น 996.8 kg/m³

2.7 การทดลองหาความพรุนตัวและค่าการซึมผ่านของชิ้นทดสอบหลังเผา (ASTM-C373-88)

คูณนก ท หน้า 95

เมื่อชิ้นทดสอบขึ้นรูปด้วยแรงอัด 1,500 kg/cm² เเผาอุณหภูมิ 1250-1400° C ให้ผลค่าความพรุนตัวและความหนาแน่นดังนี้

1. นำชิ้นทดสอบจำนวน 5 ชิ้น ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากขึ้นงานเย็นนำไปชั่งหาค่าน้ำหนักแห้งก่อนการทดสอบ จดบันทึกอ่านน้ำหนักแห้งที่ได้ เรียกว่า Dry Mass (D) บันทึกค่าน้ำหนักให้มีทศนิยม 2 ตำแหน่งขึ้นไป
2. นำชิ้นทดสอบไปต้มในน้ำเดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นลง และแช่ไว้ในน้ำนั้นอีก 24 ชั่วโมง
3. ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบในน้ำ น้ำหนักที่ได้เรียกว่า Suspended Weight (S)

4. นำชิ้นทดสอบขึ้นจากน้ำ แล้วนำฟองน้ำที่เปียกมาซับน้ำส่วนเกิน (Excess Water) ที่ผิวของชิ้นทดสอบ จากนั้นนำชิ้นทดสอบไปชั่งน้ำหนัก น้ำหนักที่ได้เรียกว่า Saturated Weight (M)
5. จากนั้นนำข้อมูลไปคำนวณหาค่าความพรุนตัวและค่าการซึมน้ำดังสมการ
 - 5.1 ค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุน (%Porosity)

$$\% \text{Apparent Porosity (P)} = (M-D)/V \times 100$$
 - 5.2 ค่าเปอร์เซ็นต์การซึมน้ำ (%Water Absorption)

$$\% \text{Water Absorption (A)} = (M-D)/D \times 100$$
 โดย V คือ ปริมาตร (Volume) หาได้จาก M-S มีหน่วย cm^3

2.8 การหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อน (ASTM, E228-85)

การหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนของชิ้นทดสอบ ในการทดลองนี้สามารถหาค่าได้โดยการนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้จากข้อ 2.3.2 ไปทำการตัดเป็นแท่งกลมทรงกระบอกยาว (ผนวก จ หน้า 76) แล้วนำไปวัดด้วยเครื่องไคลาโตมิเตอร์ (Dilatometer) รุ่น L75 ซึ่งมีวิธีการทดลองดังนี้

- (1) จัดตั้งเครื่องไคลาโตมิเตอร์ดังรูป (ผนวก ก หน้า 87) โดยส่วนประกอบที่สำคัญ ได้แก่ ตัวเตาที่มีขดลวดให้ความร้อนอยู่ภายใน อุปกรณ์ควบคุมอัตราการให้ความร้อนเทอร์โมคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิ อุปกรณ์อ่านค่าการขยายตัวที่เป็นไมโครมิเตอร์
- (2) วัดความยาวของชิ้นทดสอบ เริ่มต้นด้วยเวอร์เนียมิเตอร์ บันทึกค่าความยาวเป็น L_0 เซนติเมตร
- (3) วางชิ้นทดสอบลงในช่องสำหรับวางชิ้นงานแล้วสอดแท่งแก้วชนิด Fused Silica ให้สัมผัสชิ้นทดสอบโดย Fused Silica ขยายตัวต่ำมาก ($\alpha = 0.5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ที่ $25-1200^\circ\text{C}$) จากนั้นนำไมโครมิเตอร์มาต่อที่ปลายอีกด้านหนึ่งเพื่อวัดค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลงเมื่อได้รับความร้อนขณะที่ทำการทดลอง
- (4) ให้ความร้อนกับชิ้นทดสอบโดยเพิ่มอุณหภูมิประมาณ 5°C / นาที
- (5) บันทึกค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลงไปทุกๆ 100°C จากเครื่องไมโครมิเตอร์ จนกระทั่งอุณหภูมิถึง 1000°C
- (6) นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองไปคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อน ดังสมการ

$$\alpha = \frac{L_t - L_0}{L_0 \Delta t}$$

L_0	=	ความยาวเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ
L_t	=	ความยาวของชิ้นทดสอบที่อุณหภูมิต่างๆ
α	=	ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของชิ้นทดสอบ ($^{\circ}\text{C}$)
Δt	=	อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

2.9 การทดสอบค่าความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันโดยวิธี ASTM ของชิ้นทดสอบคอร์เดียไรต์-มัลไลต์ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม 70:30 (ASTM, C1171-91) คูณนกฐ หน้า 92

วิธีทดสอบความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของชิ้นทดสอบในการงานวิจัยนี้ กระทำโดยนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้จากข้อ 2.3.1 ไปทดสอบโดยการนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 10-15 นาที จากนั้นนำชิ้นทดสอบออกจากเตาเผา ทำให้เย็นอย่างรวดเร็วในอากาศอุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10-15 นาที ถ้าชิ้นทดสอบยังไม่แตกเสียหายให้นำชิ้นทดสอบนั้นไปทดสอบซ้ำ จนกระทั่งชิ้นทดสอบแตกเสียหายจึงหยุดทำการทดสอบ บันทึกข้อมูลเป็นจำนวนรอบ (หนึ่งรอบหมายถึง ร้อน-เย็น) การแตกเสียหายของชิ้นทดสอบจะประเมินด้วยตาที่เห็นว่าชิ้นทดสอบได้มีรอยแตกเห็นได้ชัดและบางครั้งแตกเป็นเสี่ยงแยกชิ้นที่เกิดขึ้นทันที ทำการทดสอบกับชิ้นทดสอบที่มีอัตราส่วนผสมระหว่างคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ 70:30 และทำการประเมินผลวัดค่าจำนวนรอบ ทั้งนี้ได้ดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM ซึ่งได้แนบวิธีการทดสอบของ ASTM : C 1171 – 91 ไว้ในผนวก ฐ ได้ใช้เฉพาะข้อกำหนดจำนวนรอบที่มีอุณหภูมิเผา 1200°C ถึงอุณหภูมิห้องและได้ใช้ขนาดชิ้นทดสอบกำหนดคือ กว้าง $1 \pm 1/32$ นิ้วหนา $1 \pm 1/32$ นิ้ว และยาวประมาณ 6 นิ้ว มาเป็นการทดสอบของงานวิจัย

2.10 การศึกษาเพิ่มเติมเพื่อประกอบการวินิจฉัยผลของสารคอร์เดียไรต์-มัลไลต์ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม 70:30 ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ที่มีความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วย XRD และ SEM

การศึกษาเพิ่มเติมซึ่งเป็นการปฏิบัติงานสุดท้ายของงานวิจัยในเรื่องนี้ ที่ผู้วิจัยได้พิจารณาถึงเนื้อของชิ้นทดสอบและชิ้นงานที่มีความคิดจะเสนอเป็นผลงานวิจัย โดยเนื้อส่วนผสมเหล่านั้นจะเกิดขึ้นอย่างไรหลังจากที่ใช้อัตราส่วนผสม คอร์เดียไรต์-มัลไลต์ 70:30 นำไปขึ้นรูปอัดเป็นชิ้น

ทดสอบและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ภายในเนื้อชิ้นทดสอบจะแสดงองค์ประกอบทางแร่เมื่อตรวจสอบด้วย XRD และจะมีลักษณะของโครงสร้างจุลภาคเมื่อวิเคราะห์ด้วย SEM

การศึกษาองค์ประกอบทางแร่ของส่วนผสมคอร์เดียไรต์-มัลไลต์ 70:30 ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ก่อนและหลังเผา ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ X-ray Diffraction Analyzer (XRD)

การหาองค์ประกอบทางแร่มีวัตถุประสงค์ในขั้นตอนของการทดลองเพื่อต้องการทราบผลของส่วนผสมหลังเผาของคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ในอัตราส่วนผสม 70:30 นั้น จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเผาถึง 1400°C ได้หรือไม่ ถ้าเกิดปฏิกิริยาซ่อมปรากฏสารประกอบใหม่และถ้าไม่เกิดปฏิกิริยา โอกาสที่คอร์เดียไรต์จะหลอมตัวกลายเป็นแก้ว ซึ่งการหาองค์ประกอบในการทดลองนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffraction Analyzer ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือนี้ให้ผลออกมาเป็นรูปแบบกราฟของเอกซ์เรย์ (X-ray Pattern) จากนั้นนำค่า d-spacing ไปเทียบกับคู่มือ (X-ray Card-index) เพื่อแปลเป็นชนิดของแร่ ผู้วิจัยได้ส่งผลของข้อมูลของตัวอย่างที่มีอัตราส่วนผสมระหว่างคอร์เดียไรต์-มัลไลต์ 70:30 ก่อนและหลังเผาและคอร์เดียไรต์เดี่ยวๆ ก่อนและหลังเผา รวมถึงมัลไลต์เดี่ยวๆ ก่อนและหลังเผา ไปทำการวิเคราะห์ที่มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง จ.เชียงราย ได้กราฟเอกซ์เรย์ระบุไว้ในรูป 3.14 และ 3.15 บทที่ 3 (ดูในผนวก ฅ หน้า 97-103)

การวิเคราะห์ชิ้นทดสอบสารผสมคอร์เดียไรต์-มัลไลต์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope – SEM)

การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นทดสอบเพื่อดูโครงสร้างจุลภาคของชิ้นทดสอบนั้น ผู้วิจัยได้ทำการทดสอบที่ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

- ตัวอย่างคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ในส่วนผสม 70:30 เผาพ่นิกที่ 1250°C
- ตัวอย่างคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ในส่วนผสม 70:30 เผาพ่นิกที่ 1300°C
- ตัวอย่างคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ในส่วนผสม 70:30 เผาพ่นิกที่ 1350°C
- ตัวอย่างคอร์เดียไรต์ต่อมัลไลต์ในส่วนผสม 70:30 เผาพ่นิกที่ 1400°C