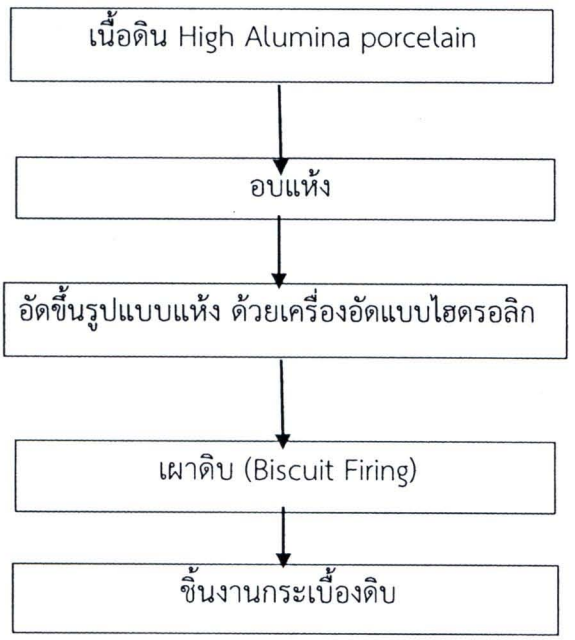
บทที่ 3

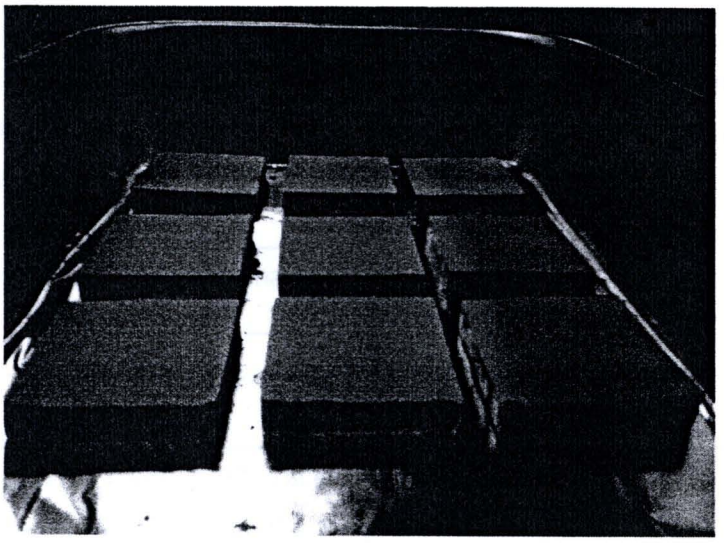
วิธีดำเนินการวิจัย

การเตรียมชิ้นงานกระเบื้องสำหรับเคลือบผิว

ส่วนผสมของตัวอย่างชิ้นงานกระเบื้องจะใช้เนื้อดิน High Alumina porcelain ดังแสดงในตารางที่ 3.1 แล้วทำการบดผสมแบบเปียกในหม้อบด Ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำของผสมที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำผงแห้งไปอัดขึ้นรูปแบบแห้ง ด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก ใช้แรงดันอัด 5 ตัน จะได้ขนาดชิ้นงาน 5×5 ซม. ความหนา 0.5 ซม. แล้วทำการเผาดิบโดยใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนนำไปเคลือบผิวด้วยสารเคลือบต่อไป ขั้นตอนและวิธีการโดยสรุปตามแผนภาพ รูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงการเตรียมชิ้นงานกระเบื้องสำหรับเคลือบผิว



รูปที่ 3.2 ชิ้นงานกระเบื้องดิบที่ผ่านการอัดขึ้นรูปแล้ว

การเตรียมสารเคลือบสำหรับเคลือบผิวกระเบื้อง

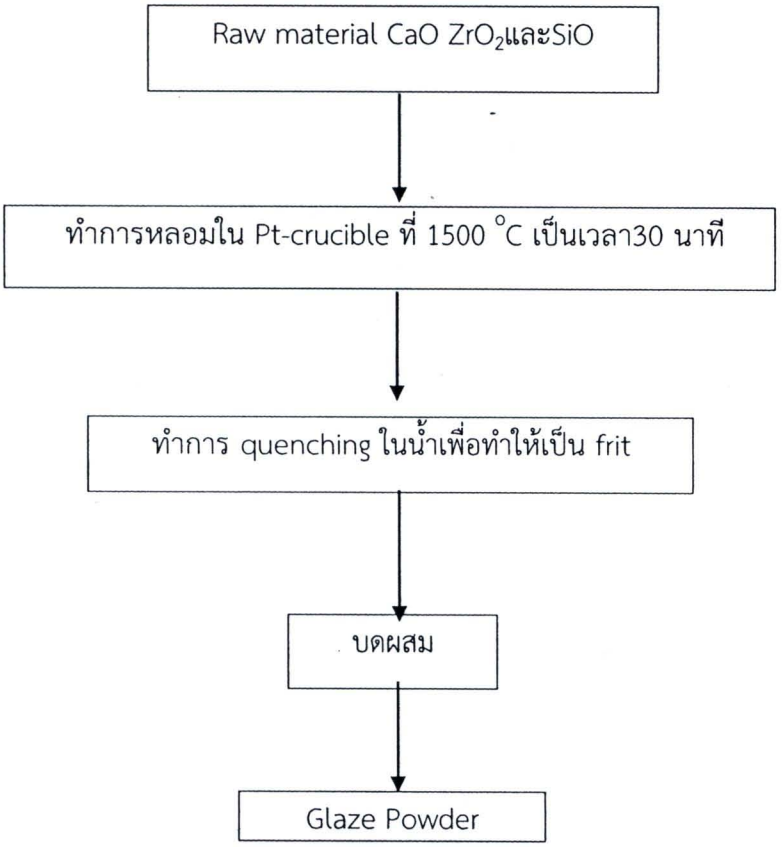
ส่วนผสมของสารเคลือบกระเบื้องประกอบด้วย SiO_2 ปริมาณร้อยละ 53 โดยน้ำหนัก CaO ปริมาณร้อยละ 31-35 โดยน้ำหนัก และ ZrO_2 ปริมาณร้อยละ 12-16 โดยน้ำหนัก เป็นวัตถุดิบตั้งต้น ดังแสดงในตารางที่ 3.1 แล้วทำการหลอมส่วนผสมทั้งหมดที่อุณหภูมิ 1500°C โดยใช้เบ้าหลอม Platinum Crucible จากนั้นทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วด้วยการเทน้ำแก้วลงในน้ำ (Quenching) เพื่อให้ได้ฟริต (Frits) และบดให้ได้อนุภาคที่ละเอียดสำหรับนำไปเคลือบบนผิวกระเบื้อง แล้วนำผงฟริตที่ได้ไปวิเคราะห์หาวัฏภาคด้วยเครื่อง XRD และตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเครื่อง DTA

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นสำหรับเคลือบผิวกระเบื้องเซรามิก

ชื่อตัวอย่าง	SiO_2	CaO	ZrO_2
Z12	53	35	12
Z13	53	34	13
Z14	53	33	14
Z15	53	32	15
Z16	53	31	16

การเคลือบผิวกระเบื้อง

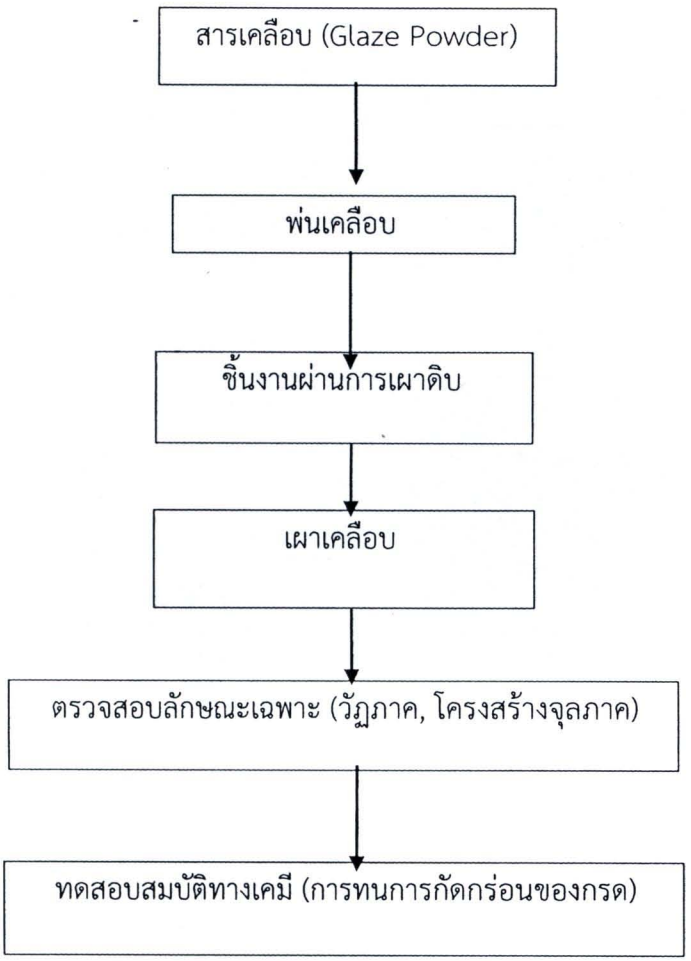
นำสารเคลือบหรือฟริตที่ได้มาผสมกับ Binder ได้แก่ CMC, Sodium Carboxymethyl Cellulose และน้ำกลั่น ดังส่วนผสมในตารางที่ 3.2 แล้วนำน้ำเคลือบที่ได้ไปเคลือบที่ผิวของกระเบื้องด้วยการพ่น แล้วนำไปเผาเคลือบตามแผนภาพการเผา หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบและทดสอบการทนต่อการกัดกร่อนของกรด



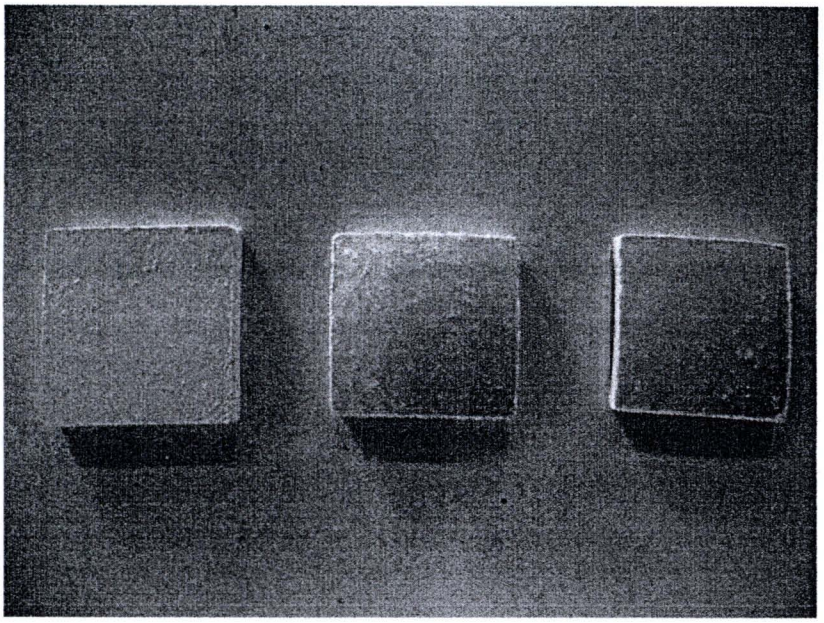
รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการเตรียมสารสำหรับเคลือบกระเบื้อง

ตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมของน้ำเคลือบสำหรับนำไปเคลือบผิวกระเบื้อง

วัตถุดิบ	Frit powder	CMC*	น้ำกลั่น
ปริมาณ	20 vol%	0.005 vol%	79.995 vol%



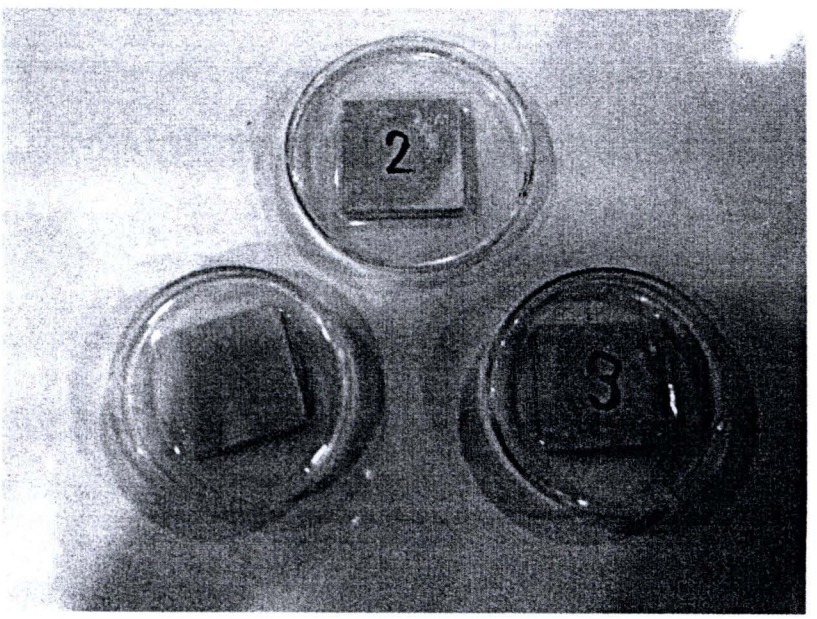
รูปที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอน และวิธีการเตรียมกระเบื้องเคลือบ



รูปที่ 3.5 ชิ้นงานที่ผ่านการเผาดิบและชิ้นงานกระเบื้องสูตร Z13 และ Z14 หลังทำการเผาเคลือบแล้ว

การทดสอบความทนทานต่อการกัดกร่อนของกรดของผิวเคลือบ

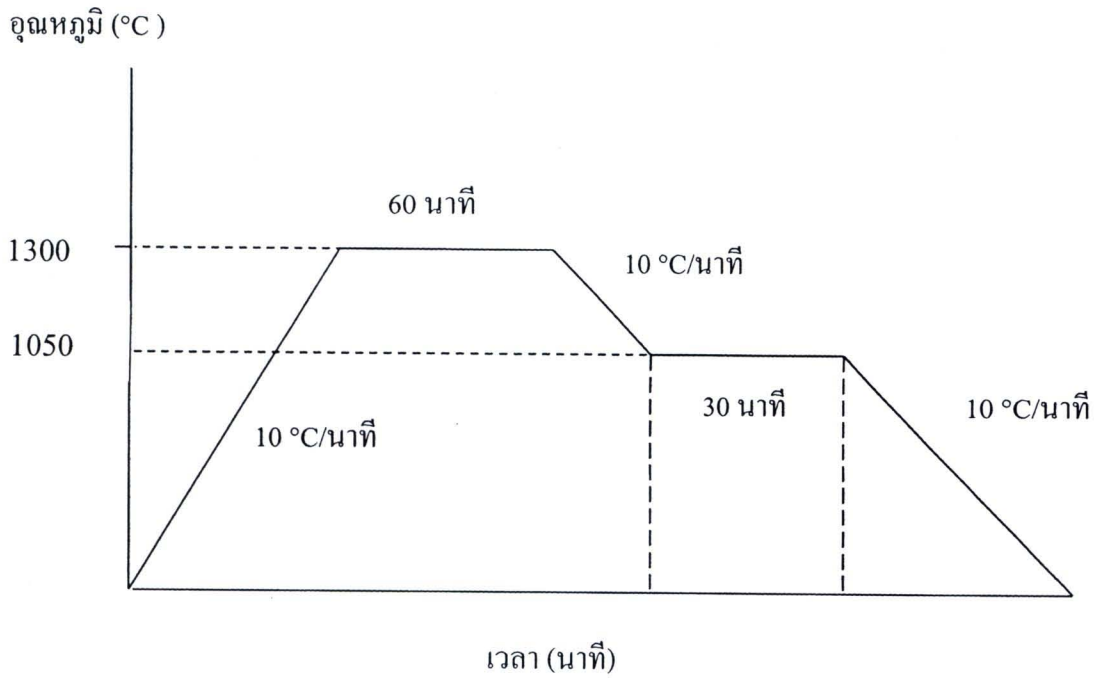
นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาเคลือบมาทดสอบความทนทานต่อการกัดกร่อนของกรดด้วยการแช่ผิวหน้าของชิ้นงานลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 6 N เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดย ทำการชั่งน้ำหนักก่อน-หลังการทดสอบเพื่อหาน้ำหนักที่หายไป แล้วนำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ทั้งก่อนและหลังการทดสอบการกัดกร่อนเพื่อเปรียบเทียบความแตกต่าง



รูปที่ 3.6 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบ

การทดสอบหาอุณหภูมิการตกผลึก (crystallization temperature)

นำผงฟริตไปทำการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทางความร้อนเพื่อทำการหาช่วงอุณหภูมิในการเผาเคลือบที่เหมาะสมโดยใช้วิธีการ Differential Thermal Analysis(DTA) และโดยกระบวนการเผาจะทำเป็นสองแบบคือแบบแรกจะทำการเผาเคลือบโดยไม่ทำการตกผลึกซึ่งจะทำการเผาโดยใช้ Heating rate 10°C/min จนถึงอุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และแบบที่สองจะทำการเผาเคลือบให้สอดคล้องกับช่วงอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาโดยจะทำการเผาโดยใช้ Heating rate 10°C/min จนถึงอุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและทำการลดอุณหภูมิลงโดยใช้ rate 10°C/min จนถึงอุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 30 นาทีจากนั้นจึงปล่อยให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องดังแผนภาพ



รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงช่วงอุณหภูมิในการเผากระเบื้องเคลือบ