

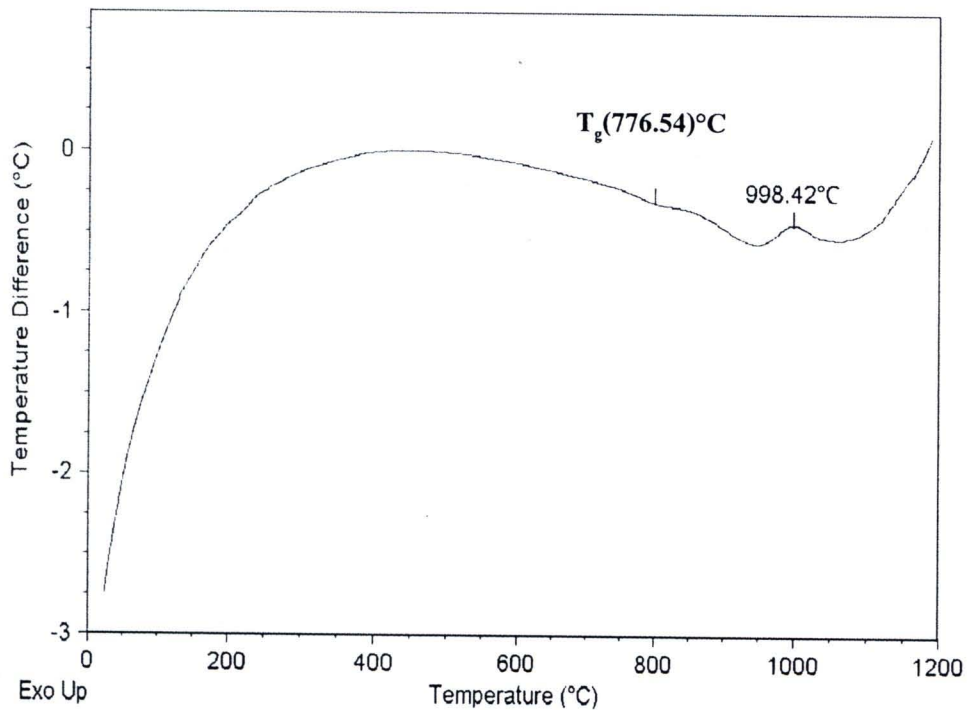
บทที่ 4

ผลการทดลอง และ วิเคราะห์ผลการทดลอง



การตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยเครื่อง DTA

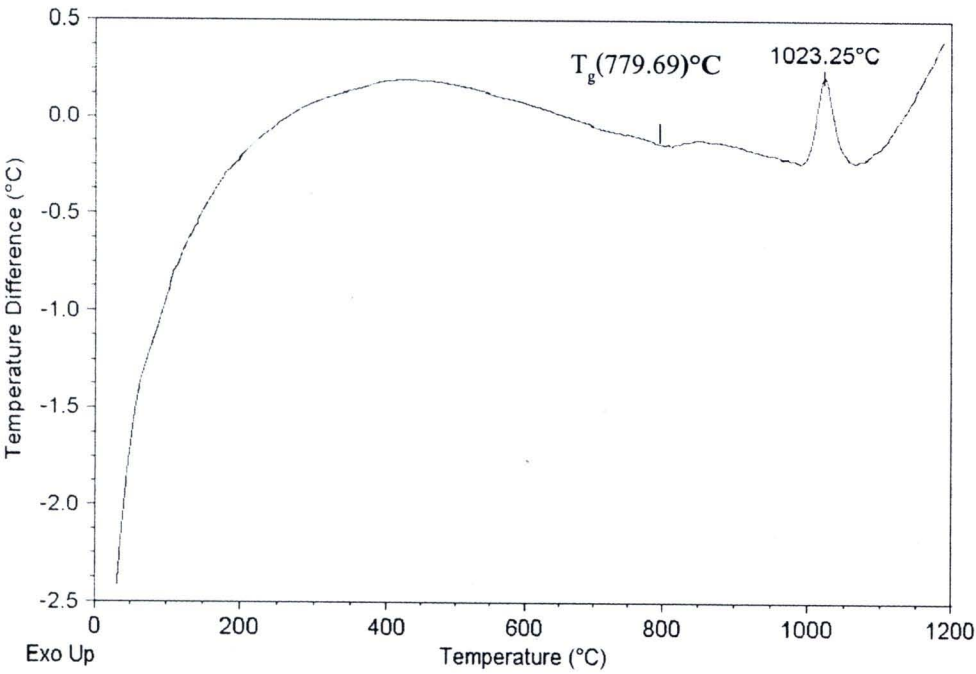
ผลการทดสอบเคลื่อนด้วยการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA)



รูปที่ 4.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA) สูตรที่ Z12

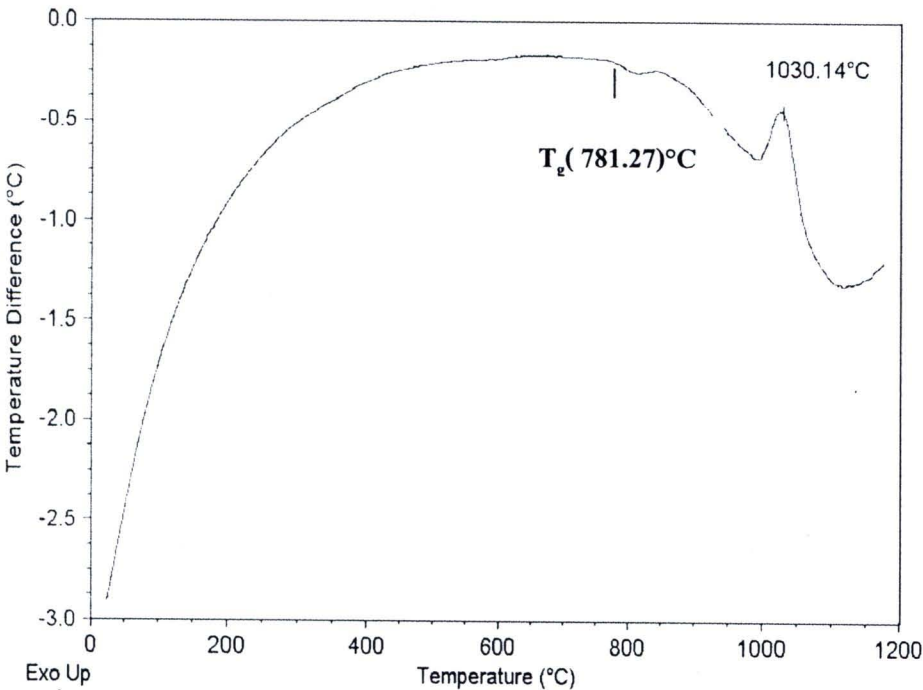
จากรูปที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าช่วง Glass transition temperature ของเคลือบสูตร Z12 จะอยู่ที่อุณหภูมิ 776.54 °C และ Crystallization temperature ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึกจะเห็นได้จากปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 998.42 °C





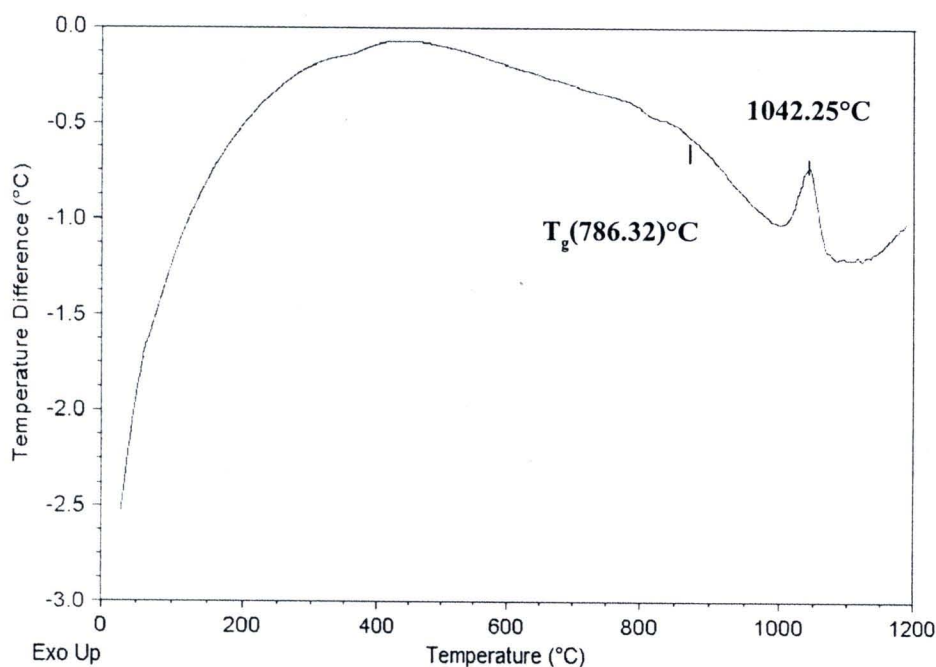
รูปที่ 4.2 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA) สูตรที่ Z13

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นว่าช่วง Glass transition temperature ของเคลือบสูตร Z12 จะอยู่ที่อุณหภูมิ 779.69 °C และ Crystallization temperature ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึกจะเห็นได้จากปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1023.25 °C



รูปที่ 4.3 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA) สูตรที่ Z14

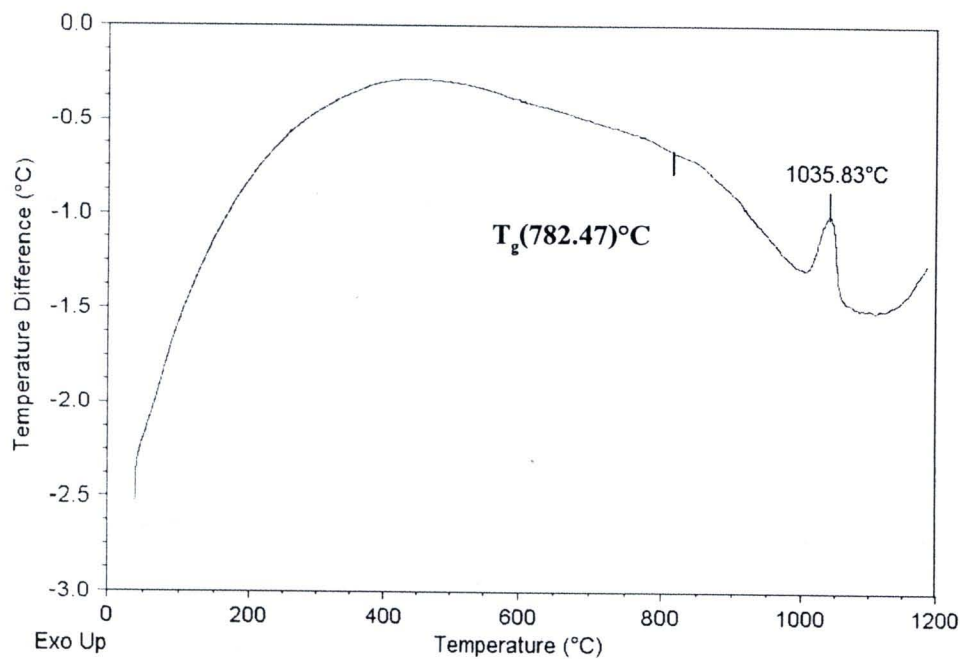
จากรูปที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าช่วง Glass transition temperature ของเคลือบสูตร Z12 จะอยู่ที่อุณหภูมิ 781.27 °C และ Crystallization temperature ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึกจะเห็นได้จากปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1030.14 °C



รูปที่ 4.4 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA) สูตรที่ Z15

จากรูปที่ 4.4 จะเห็นได้ว่าช่วง Glass transition temperature ของเคลือบสูตร Z12 จะอยู่ที่อุณหภูมิ 786.32 °C และ Crystallization temperature ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึกจะเห็นได้จากปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1042.25 °C





รูปที่ 4.5 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential thermal analysis (DTA) สูตรที่ Z16

จากรูปที่ 4.5 จะเห็นได้ว่าช่วง Glass transition temperature ของเคลือบสูตร Z12 จะอยู่ที่อุณหภูมิ 782.47 °C และ Crystallization temperature ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึกจะเห็นได้จากปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1035.83 °C

ตารางที่ 4.1 แสดงอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาจากการวิเคราะห์ด้วย Differential thermal analysis (DTA)

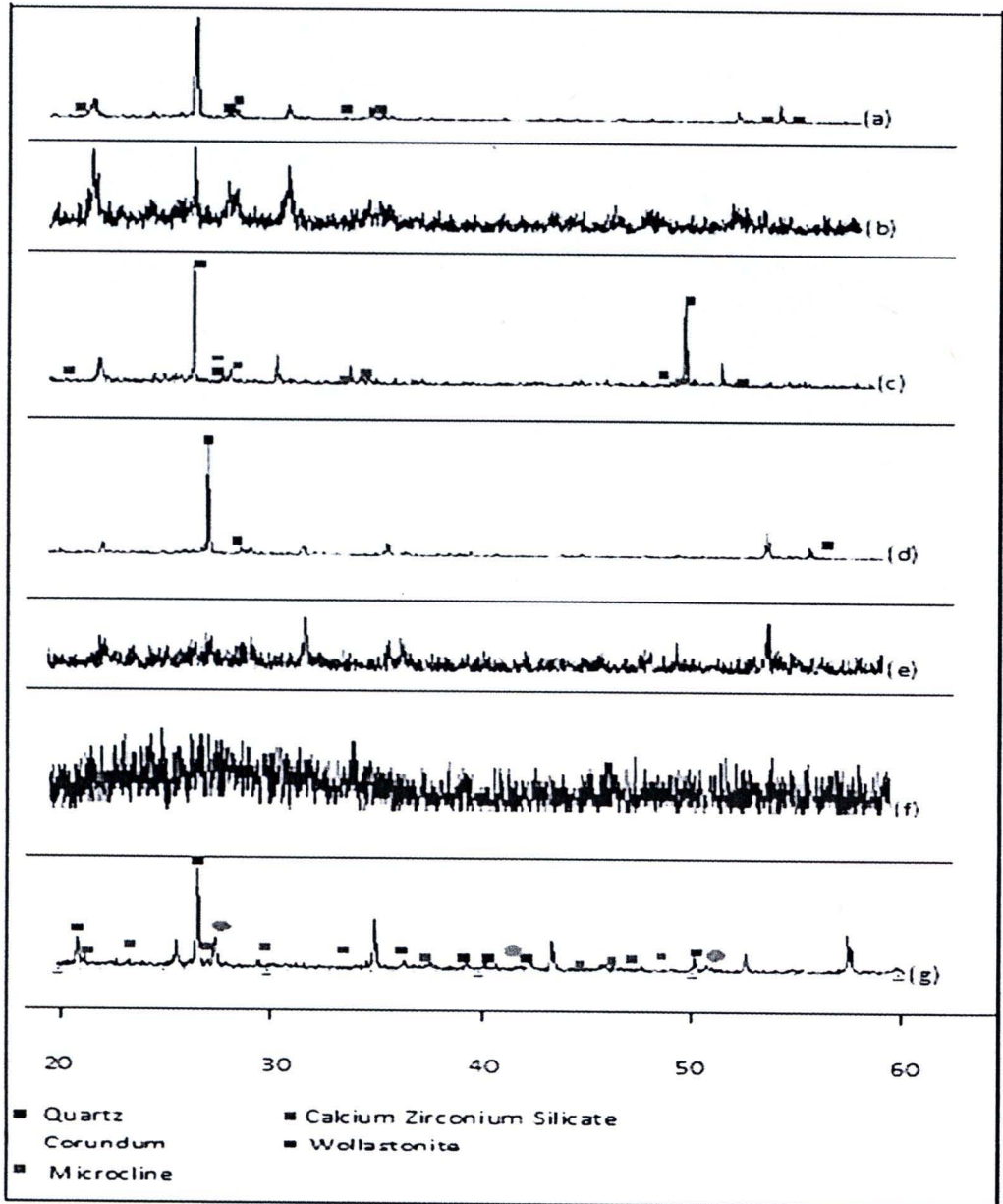
Glass powder		
ชื่อสาร	$T_g (^{\circ}\text{C})$	$T_p(^{\circ}\text{C})$
Z12	776.54	998.42
Z13	779.69	1023.25
Z14	781.27	1030.14
Z15	786.32	1042.25
Z16	782.42	1035.83

T_p = the crystallization temperature , T_g = glass transition temperature

จากผลการตรวจสอบหาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทางความร้อนพบว่าผงเคลือบแต่ละสูตรจะมีอุณหภูมิในช่วง Glass transition ใกล้เคียงกันและอุณหภูมิในการตกผลึก (crystallization temperature) ดังแสดงในตารางด้านบน

ผลจากการตรวจวิเคราะห์จาก X-ray diffraction pattern

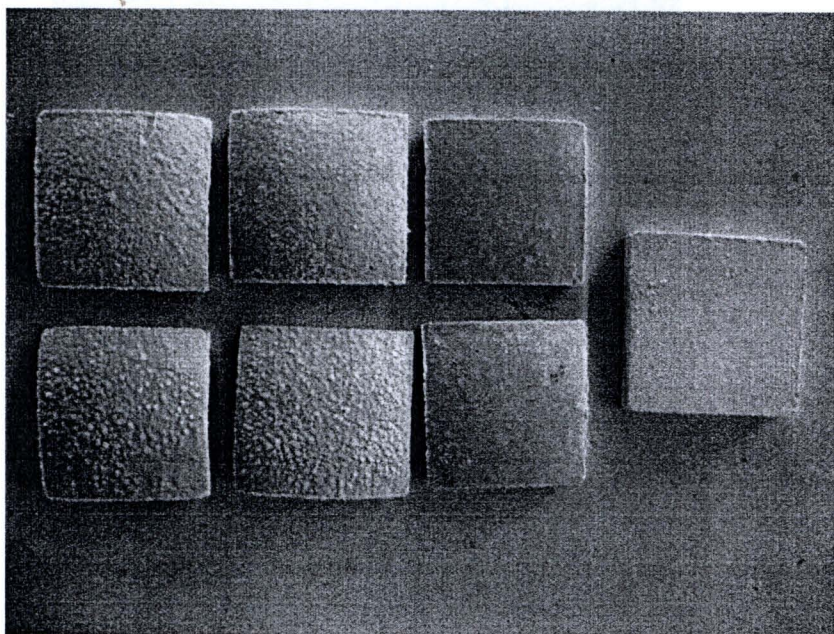
จากการตรวจสอบวิเคราะห์ที่เกิดขึ้นบริเวณผิวเคลือบพบว่า มีวัฏภาคของ Wallastonite และ Calcium Zirconium Silicate เกิดขึ้นที่บริเวณผิวเคลือบซึ่งปริมาณที่เกิดขึ้นยังไม่มากนักโดยอาจจะเกิดจากกระบวนการเผาซึ่งยังไม่ทำให้ผลึกที่เกิดขึ้นมีปริมาณและขนาดที่ใหญ่มากพอจึงจะต้องมีการปรับเปลี่ยนกระบวนการเผาเพื่อให้ได้ปริมาณผลึกมากขึ้น สังเกตได้จากความเข้มของพีคเอ็กซ์เรย์ที่ปรากฏ ดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์เคลือบด้วยเครื่อง X-Ray Diffraction (XRD) ของสูตร Z16 = a , สูตร Z15 = b , สูตร Z14 = c , สูตร Z13 = d , สูตร Z12 = e สูตร Z12(ยังไม่ได้เผา) = f , Body = g

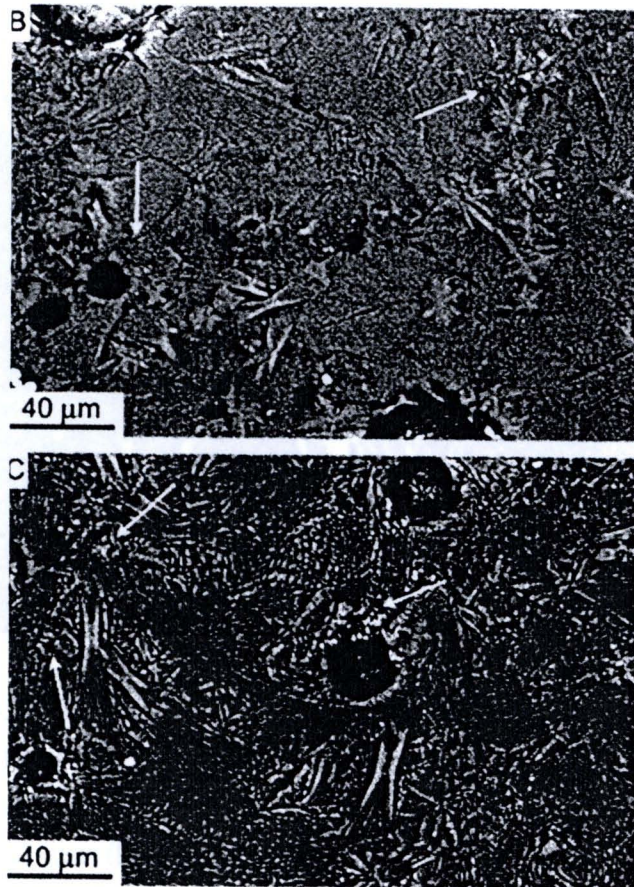
การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรด

การศึกษาลักษณะเฉพาะของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรด



รูปที่ 4.7 ภาพของชิ้นงานกระเบื้องสูตรต่างๆที่ผ่านการเผาเคลือบแล้ว

ภาพแสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรดโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของแหล่งข้อมูลอ้างอิง(K.J. Hong, J.M. Kim, H.S. Kim)



รูปที่ 4.8 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของแหล่งข้อมูลอ้างอิง ([K.J. Hong และคณะ, (2003)])

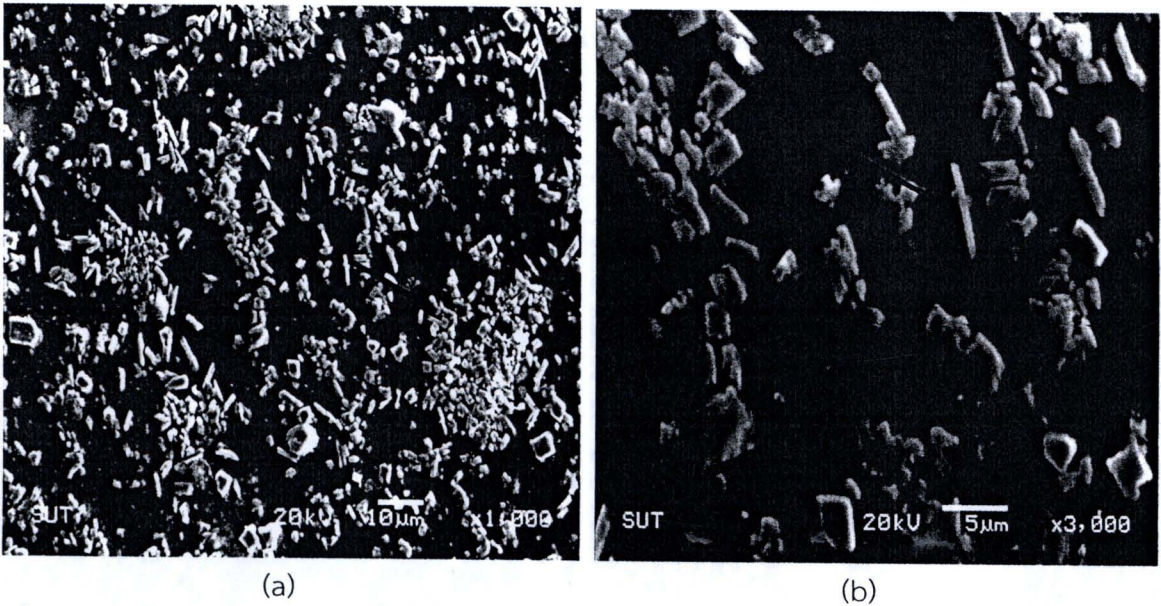
จากรูปที่ 4.8 แสดงให้เห็นถึงผลึก Wollastonite และ Calcium zirconium silicate โดยบริเวณที่ลูกศรชี้จะพบผลึกของ Wollastonite ที่บริเวณผิวหน้าของเคลือบและเกิดการตกผลึกของ Calcium zirconium silicate เป็นเม็ดสีขาวๆเกิดขึ้นที่บริเวณรูพรุนของผิวเคลือบ

ภาพแสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรดโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน



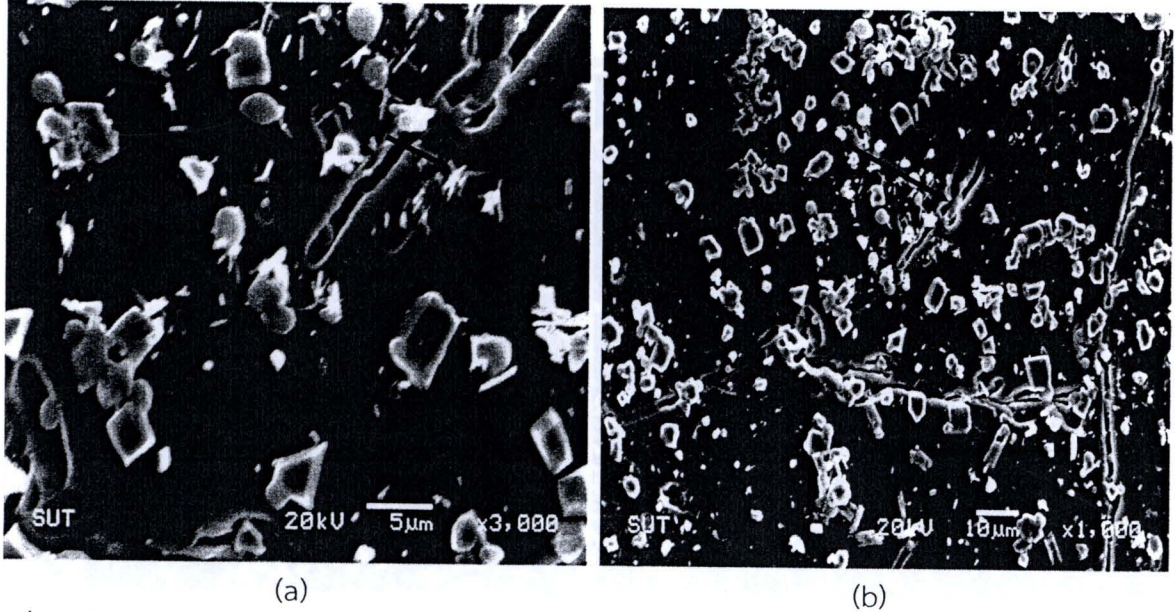
รูปที่ 4.9 Scanning electron microscope (SEM) ก่อนทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบสูตร Z13 ที่ไม่ได้ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C

จากรูปที่ 4.9 (a) และ (b) ที่กำลังขยายต่างกันจะเห็นว่าผิวเคลือบยังหลอมตัวได้ไม่สมบูรณ์แต่ในขณะเดียวกันก็เกิดผลึกรูปเข็มเป็นแท่งขึ้นบริเวณผิวของเคลือบ แต่ยังมีขนาดเล็กมาก ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับแหล่งข้อมูลอ้างอิงจะพบว่าปริมาณผลึกที่เกิดขึ้นน้อย และผิวเคลือบยังไม่สุกตัวเท่าที่ควร



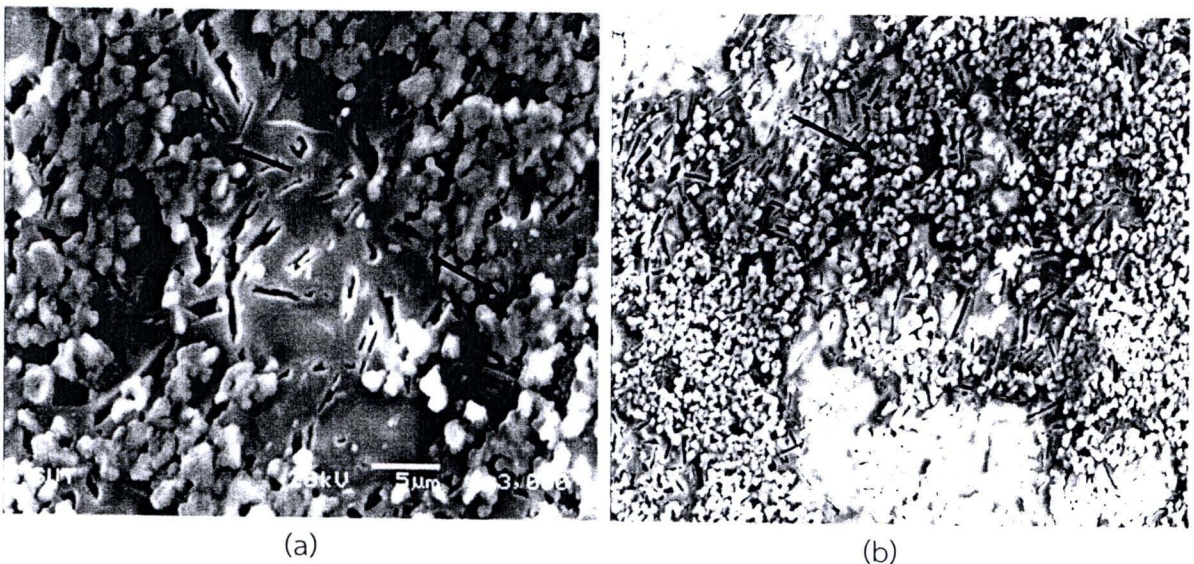
รูปที่ 4.10 Scanning electron microscope (SEM) หลังทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบสูตร Z13 ที่ไม่ได้ทำการตกผลึก(recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C

จากรูปที่ 4.10 (a) และ (b) จะพบว่าหลังจากทำการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบ จะเห็นว่าบริเวณที่ไม่ถูกการกัดกร่อนจากกรดที่ใช้ทดสอบจะเป็นผลึกในขณะที่เนื้อเคลือบที่เป็นแก้วนั้นถูกกัดกร่อนลงไป เมื่อวิเคราะห์จากภาพกำลังขยายสูงขึ้นจะเห็นได้ว่ากระบวนการตกผลึกนั้นจะเกิดจากบริเวณ ผิวหน้าแล้วค่อยๆเป็นผลึกเติบโตเข้าไปในเนื้อของเคลือบ



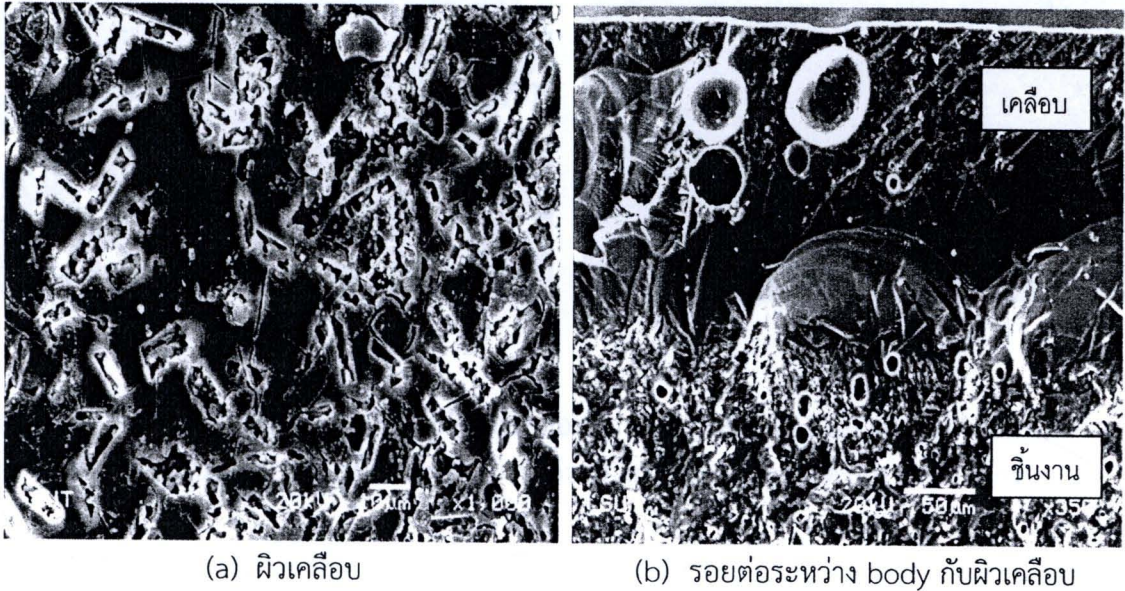
รูปที่ 4.11 Scanning electron microscope (SEM) ก่อนทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบสูตร Z14 ที่ไม่ได้ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C

จากรูปที่ 4.11 ของสูตร Z14 ทั้งภาพ (a) และ (b) จะเห็นได้ว่าผิวเคลือบเริ่มจะมีการหลอมตัวที่ดีขึ้น แต่ยังคงพบว่าการร้าวขึ้นอันเนื่องมาจากค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกันระหว่างผิวเคลือบกับชิ้นงานกระเบื้องและจะพบว่าเป็นผลึกรูปเข็มของ Wollastonite ขึ้นที่บริเวณผิวหน้าของเคลือบเช่นเดียวกัน



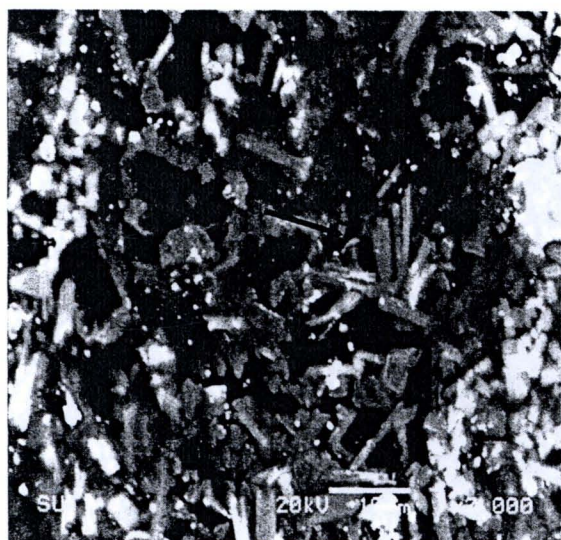
รูปที่ 4.12 Scanning electron microscope (SEM) หลังทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของเคลือบสูตร Z14 ที่ไม่ได้ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C

จากรูปที่ 4.12 ทั้ง (a) และ (b) จะพบว่าเนื้อเคลือบที่เป็นแก้วถูกกัดกร่อนลงไปมากคงเหลือแต่ส่วนที่เป็นผลึกและยังไม่เกิดการเติบโตของผลึกเป็นรูปร่างที่ชัดเจนซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.11 ทั้ง (a) และ (b) นั้นจะเห็นได้ว่าการทำการเผาเคลือบนั้นจะให้ความหนาแน่นที่ดียังคงทำได้ยากเนื่องจากความหนืดของเคลือบเป็นอุปสรรคต่อการกำจัดรูพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อเคลือบที่เป็นแก้ว

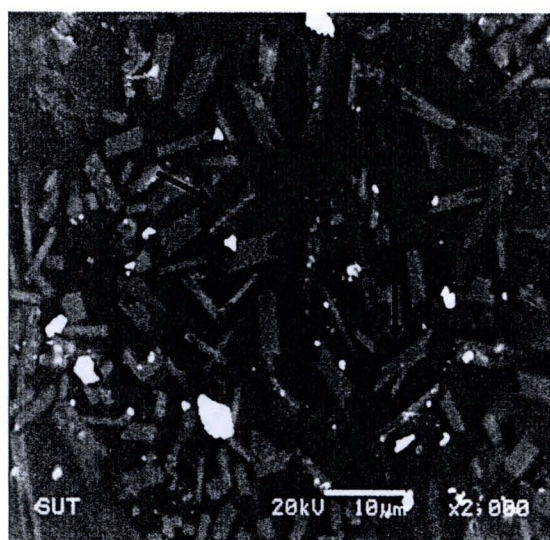


รูปที่ 4.13 Scanning Electron Microscope (SEM) โดยทำการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของสูตร Z12 ที่ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 30 นาที

จากรูปที่ 4.13 ภาพ (a) เป็นบริเวณผิวเคลือบหลังถูกทดสอบความทนทานการกัดกร่อนจากกรด และ (b) เป็นรอยต่อระหว่างผิวเคลือบกับชิ้นงานจะพบว่าเนื่องจากเคลือบสูตร Z12 เมื่อทำการเผาแล้วเคลือบเกิดการไม่สุกตัวทำให้เมื่อทำการทดสอบด้วยกรดจึงเกิดการกัดกร่อนบริเวณผิวเคลือบ และจะพบว่ายังคงมีรูพรุนเกิดขึ้นทั้งในเนื้อเคลือบ และบริเวณรอยต่อของเคลือบกับชิ้นงาน



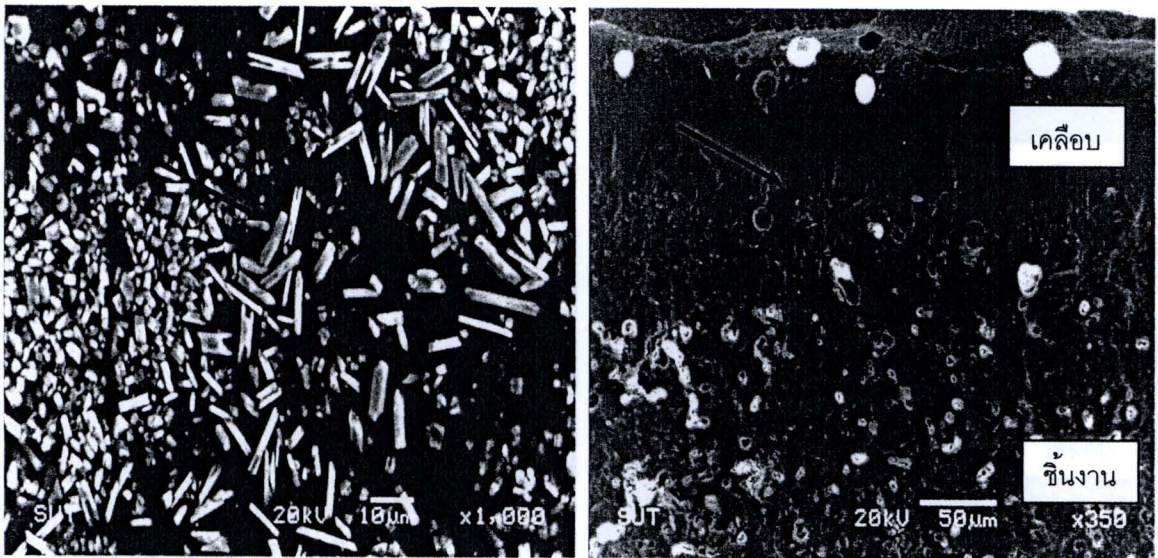
(a) Z13



(b) Z14

รูปที่ 4.14 SEM ของผิวเคลือบกระเบื้องที่ทำการเคลือบด้วยเคลือบสูตร Z13 (a) และ Z14 (b) ที่ทำการตกผลึกที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 30 นาที ก่อนทำการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อน

จากรูปที่ 4.14 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรด เมื่อทำการตกผลึกที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 30 นาทีจะพบความแตกต่างที่ชัดเจนบริเวณผิวเคลือบเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานเคลือบที่ไม่ได้ทำการตกผลึกที่อุณหภูมิเดียวกัน โดยเคลือบที่ทำการตกผลึกนั้นจะเกิดผลึกขึ้นชัดเจนและมีขนาดใหญ่กว่าเคลือบที่ไม่ได้ทำการตกผลึกซึ่งแสดงให้เห็นถึงกระบวนการเผาเคลือบที่มีผลต่อการตกผลึกและขนาดของผลึก

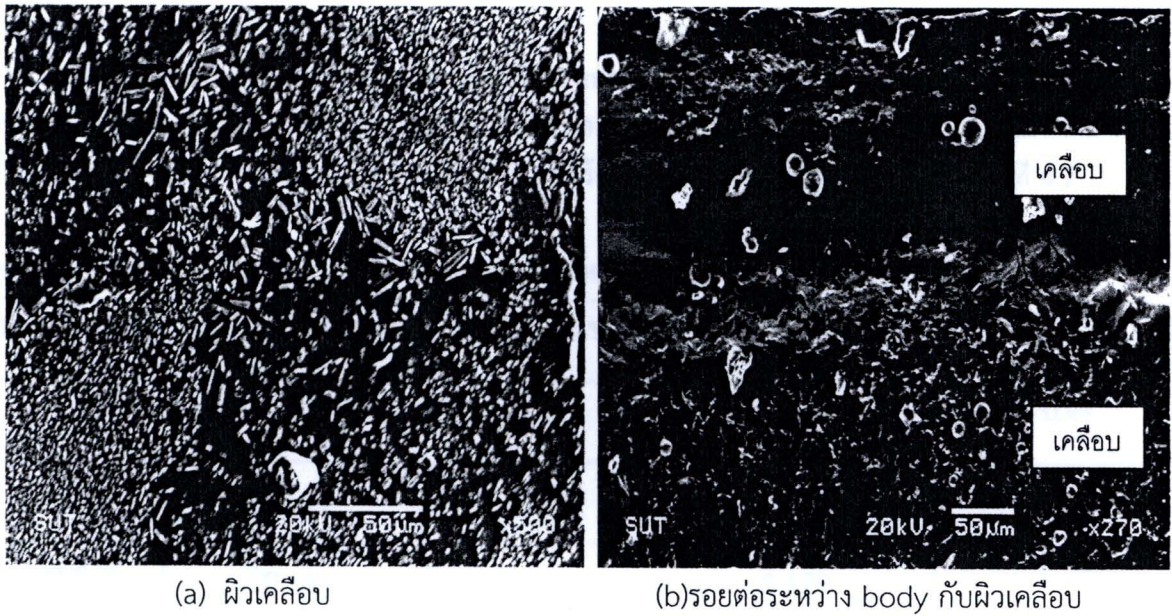


(a) ผิวเคลือบ

(b)รอยต่อระหว่าง body กับผิวเคลือบ

รูปที่ 4.15 Scanning Electron Microscope (SEM) ในการทำการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของสูตร Z13 ที่ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 30 นาที

จากรูปที่ 4.15 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรด ในการทำ Chemical Etchingสามารถอธิบายได้ว่า (a) ผิวเคลือบ เคลือบมีการสุกตัวดี จึงสามารถเห็นผลึกบนผิวเคลือบได้อย่างชัดเจนซึ่งมีลักษณะเป็นรูปเข็มของ Wollastonite (b) รอยต่อระหว่าง body กับผิวเคลือบ จะพบว่าเคลือบสามารถยึดติดกับ ชั้นผิว body ได้ดี แต่จะสังเกตเห็นว่าจะมีรูพรุนเพียงเล็กน้อย



รูปที่ 4.16 Scanning Electron Microscope (SEM) ในการทำการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของสูตร Z14 ที่ทำการตกผลึก (recrystallization) ที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 30 นาที

จากรูปที่ 4.16 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของกระเบื้องเซรามิกชนิดทนกรด ในการทำ Chemical Etchingสามารถอธิบายได้ว่าที่ผิวเคลือบ จะสังเกตเห็นว่า ผลิกรูปเข็ม ที่ปรากฏไม่ชัดเจนเนื่องจากเคลือบไม่สุกตัวและรอยต่อระหว่าง body กับผิวเคลือบ จะพบว่าเคลือบสามารถยึดติดกับ ชั้นผิว body ได้ดี แต่จะมีรูพรุนเกิดขึ้นเนื่องจากเคลือบมีความหนืด และแรงตึงผิวสูง จึงเกิดเป็นฟองอากาศที่ไม่สามารถหลุดออกไปในช่วงการหลอมตัว ซึ่งโดยทั่วไปแล้วเคลือบทุกชนิดจะมีฟองอากาศอยู่ภายในซึ่งเป็นฟองอากาศเล็ก ๆ อยู่มากมาย ซึ่งไม่ได้เป็นปัญหากับตัวเคลือบมากมายนัก แต่ถ้าฟองอากาศนั้นมีขนาดใหญ่หรืออยู่ใกล้ผิวเคลือบมาก มันก็จะเป็นตัวทำให้เกิดปัญหากับผิวเคลือบได้เช่นความแข็งแรงลดลง

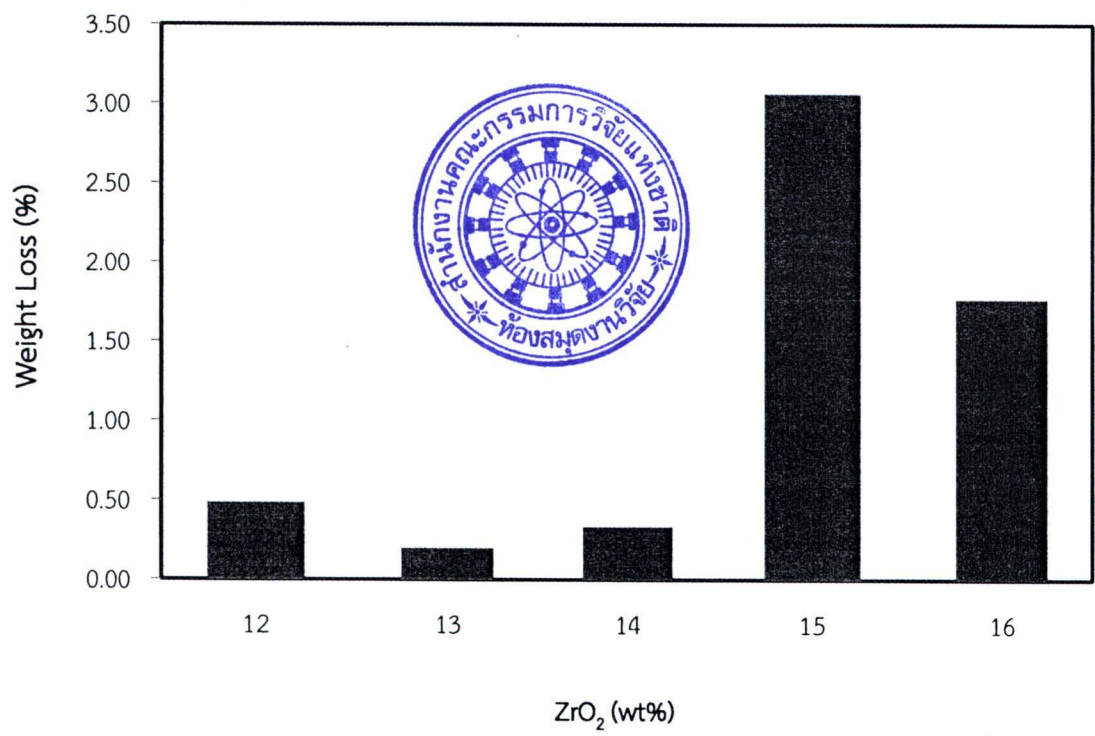
หมายเหตุ : เคลือบของสูตร Z15 และเคลือบของสูตร Z16 จะมีลักษณะคล้ายกับเคลือบของสูตร Z12 เนื่องจากเคลือบไม่สุกตัวเพราะมีปริมาณของเซอร์โคเนียมากเกินไปจึงทำให้เคลือบมีความหนืดสูง จึงไม่หลอมตัวแล้วเกิดการตกผลึกในช่วงอุณหภูมิที่ทำการเผา

การทดสอบการทนการกัดกร่อนกรด

จากการทดสอบชิ้นงานที่ผ่านการเผาเคลือบมาทดสอบความทนทานต่อการกัดกร่อนของกรดด้วยการแช่ผิวหน้าของชิ้นงานลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 6 N เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดย ทำการชั่งน้ำหนักก่อน-หลังการทดสอบเพื่อคำนวณหาน้ำหนักร้อยละที่หายไป ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 น้ำหนักที่หายไปก่อนทำการทดสอบ และหลังทำการทดสอบ

ลำดับชิ้นงาน	น้ำหนักก่อนแช่(g)	น้ำหนักหลังแช่ (g)	น้ำหนักที่หายไป(g)	น้ำหนักที่หายไป(%)
สูตร Z12	38.546	38.358	0.188	0.49
สูตร Z13	38.522	38.445	0.077	0.20
สูตร Z14	38.641	38.512	0.129	0.33
สูตร Z15	38.301	37.128	1.173	3.06
สูตร Z16	38.314	37.636	0.678	1.77



รูปที่ 4.17 แสดงผลทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนจากกรดของเคลือบสูตรต่างๆ

สารเคลือบสูตร Z13 จะมีความต้านทานการกัดกร่อนจากกรดได้ดีที่สุดโดยเมื่อพิจารณาประกอบจากน้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อยที่สุด ดังแสดงในตารางที่ 4.2 และ กราฟรูปที่ 4.17 และจากภาพถ่ายของกล้อง Scanning Electron Microscope ในรูปที่ 4.15 จะพบว่าเคลือบมีการยึดเกาะกับผิวของกระเบื้องได้เป็นอย่างดี และมีผลึกของ Wollastonite มีปริมาณรูพรุนน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับเคลือบในสูตร Z12, Z14, Z15 และ Z16 ที่เคลือบไม่สุกตัว ซึ่งความสามารถในการทนทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบนั้นจะมาจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างผิวเคลือบกับตัวกระเบื้องเป็นหลัก เมื่อเคลือบมีการยึดเกาะกับตัวกระเบื้องได้ดีจึงทำให้มีความสามารถในการทนทานการกัดกร่อนได้ดี และเมื่อพิจารณาจากโครงสร้างจุลภาคของเคลือบที่ไม่ได้ทำการตกผลึกที่อุณหภูมิ 1050°C จะเห็นความแตกต่างอย่างชัดเจนเพราะเคลือบที่ไม่มีผลึกเกิดขึ้นนั้นจะเกิดการกัดกร่อนเอาเนื้อเคลือบออกไป เนื่องจากผลึกที่เกิดขึ้นนั้นสามารถทนทานการกัดกร่อนของกรดได้เป็นอย่างดี