



### บทที่ 3

## เครื่องมือ อุปกรณ์ วัสดุดิบ สารเคมี และวิธีการทดลอง

### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

#### 3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์สำหรับวิเคราะห์ทดสอบ

1. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (particle size) รุ่น Mastersizer S บริษัท Malvern
2. เครื่องวัดสี สำหรับวัดค่าสี (color meter) Color reader CR-100 บริษัท Minolta
3. เครื่อง UV-Vis spectrophotometer รุ่น 50 Conc บริษัท Varian
4. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence spectrometry) รุ่น Megix Pro MUA/USEP T84005 บริษัท Philips
5. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction spectrometry) รุ่น X pert pro MPD X-ray บริษัท Panalytical
6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) รุ่น JSM-5910 LV บริษัท JEOL
7. electron spin resonance spectrometer (ESR) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JES-RE2X
8. กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Olympus รุ่น Stemi 2000-C)

#### 3.1.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวอย่างขึ้นทดสอบและขึ้นรูปผลิตภัณฑ์

1. แบบพิมพ์ปูนปลาสเตอร์ สำหรับขึ้นรูปขึ้นทดสอบ (test piece)

#### 3.1.3 เครื่องมือ และอุปกรณ์สำหรับเตรียมน้ำเคลือบ

1. โกร่งบด (mortar)
2. หม้อบด (pot mill) ขนาด 5 กิโลกรัม
3. เครื่องชั่งไฟฟ้า (electric balance) รุ่น PB 3002-S Mettler Toledo
4. ตะแกรงร่อน (sieve) 150 mesh

#### 3.1.4 เตาเผาทดสอบขนาด 1 คิวบิกเมตร ใช้แก๊สเป็นเชื้อเพลิง (L.P.G. Kiln)

### 3.2 วัสดุดิบและสารเคมี

1. น้ำคั้นหล่อเนื้อสโตนแวร์ หจก.แหลมทองเซรามิก จังหวัดลำปาง
2. เคลือบใสสำเร็จรูป 1230 องศาเซลเซียส หจก.แหลมทองเซรามิก จังหวัดลำปาง
3. คอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) เกรดทางการค้า หจก.นอร์ทเทิร์นเคมีคอลเชียงใหม่

#### 4. คอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ( $\text{CuCO}_3$ ) เกรดทางการค้า หจก.นอร์ทเทิร์นเคมีคอลเชียงใหม่

ตารางที่ 3.1 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของน้ำดินหล่อและเคลือบใส

| ตัวอย่าง   | $\text{SiO}_2$ | $\text{Al}_2\text{O}_3$ | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | $\text{TiO}_2$ | $\text{MnO}_2$ | $\text{CaO}$ | $\text{MgO}$ | $\text{K}_2\text{O}$ | $\text{Na}_2\text{O}$ | LOI  |
|------------|----------------|-------------------------|-------------------------|----------------|----------------|--------------|--------------|----------------------|-----------------------|------|
| น้ำดินหล่อ | 71.69          | 18.65                   | 1.30                    | 0.22           | 0.05           | 0.09         | 0.13         | 2.65                 | 0.45                  | 4.50 |
| เคลือบใส   | 64.62          | 13.89                   | 0.80                    | 0.10           | 0.01           | 7.17         | 0.19         | 4.16                 | 2.21                  | 6.53 |

สูตรส่วนผสมของเคลือบใสที่ใช้ในห้างหุ้นส่วนจำกัดแหลมทองเซรามิกและในการทดลอง

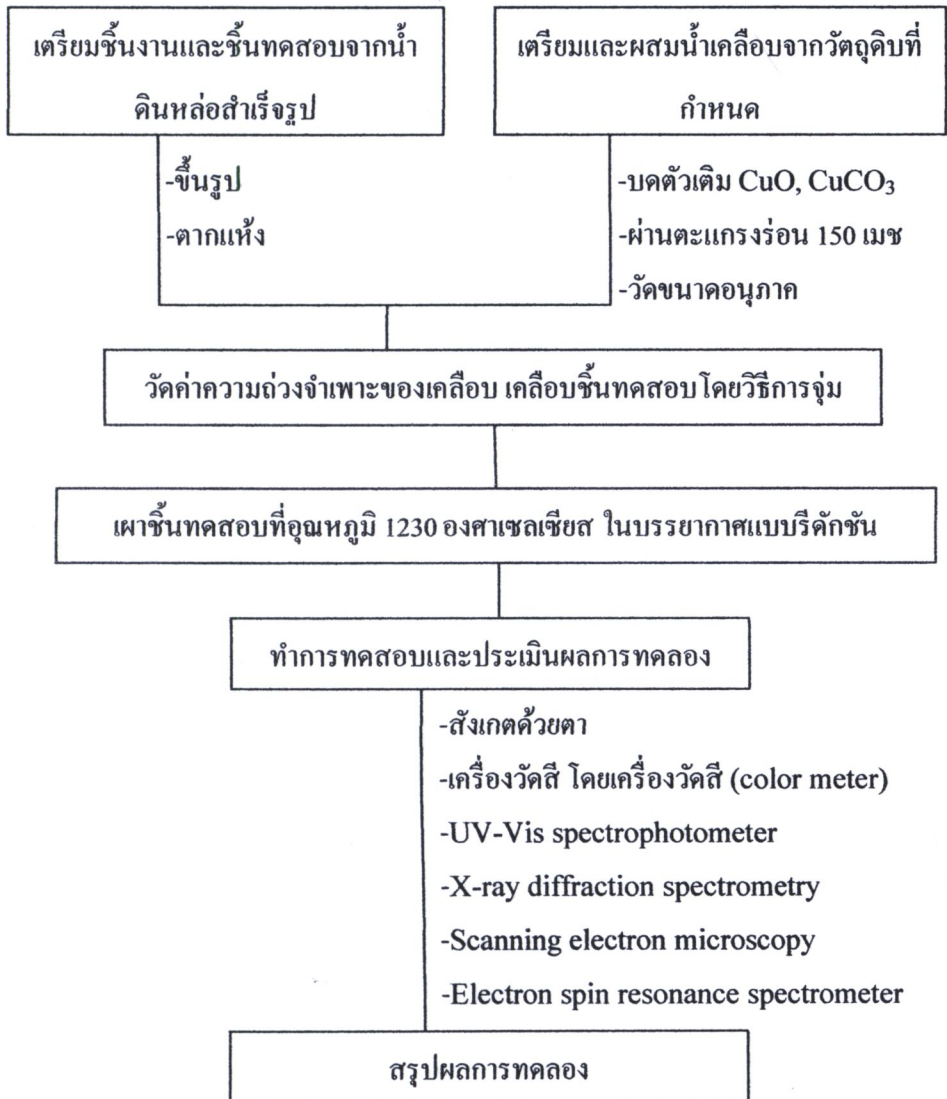
|                   |    |             |
|-------------------|----|-------------|
| quartz            | 18 | เปอร์เซ็นต์ |
| feldspar          | 60 | เปอร์เซ็นต์ |
| calcium carbonate | 12 | เปอร์เซ็นต์ |
| kaolin            | 10 | เปอร์เซ็นต์ |

อุณหภูมิเผา 1230 องศาเซลเซียส บรรยากาศแบบออกซิเดชันและบรรยากาศรีดักชัน

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของน้ำดินหล่อและเคลือบใสในตารางที่ 3.1 พบว่าในน้ำดินหล้อมีปริมาณของเหล็กสูงและมีปริมาณของกลุ่มค่าองค์อื่นข้างมาก ซึ่งอาจส่งผลต่อสีของเคลือบเล็กน้อย เนื่องจากสารเหล่านี้จะส่งผลทำให้เนื้อดินไม่ขาวและมีจุดของแร่เหล็ก (iron spot) ส่วนในเคลือบใสพบว่ามีปริมาณของเหล็กออกไซด์เพียง 0.80 เปอร์เซ็นต์จึงทำให้คาดว่าเหล็กออกไซด์ในปริมาณดังกล่าวจะไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสีในเคลือบ

### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานทดลอง

#### แผนดำเนินงานและการทดลอง

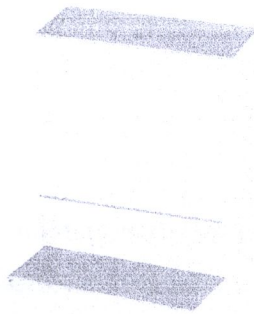
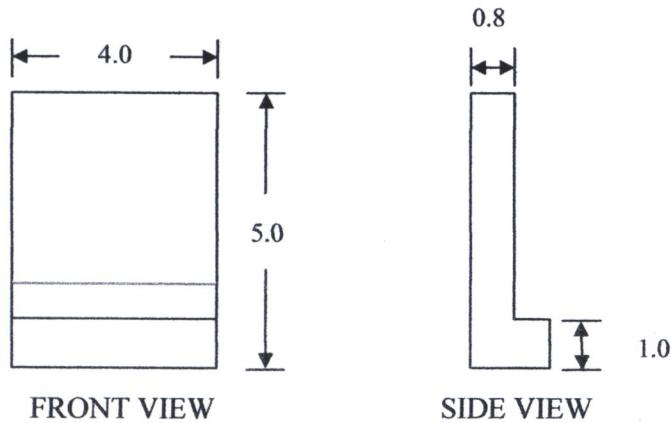


รูป 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานการทดลอง

### 3.3.1 การเตรียมชิ้นทดสอบ และชิ้นงานผลิตภัณฑ์จากน้ำดินหล่อสำเร็จรูป

#### 3.3.1.1 ชิ้นทดสอบ (test piece)

นำน้ำดินหล่อสำเร็จรูปจากโรงงานแหลมทองเซรามิกมาขึ้นรูปโดยวิธีการหล่อลงในแบบพิมพ์ปูนปลาสเตอร์จำนวน 1,000 ชิ้น เพื่อทดสอบคุณสมบัติ การสะท้อนของแสง และการไหลตัวของเคลือบ ได้ลักษณะชิ้นทดสอบดังรูป



Unit: cm.

แบบตัวอย่างชิ้นทดสอบ

รูป 3.2 แบบชิ้นทดสอบที่ใช้ในการทดลอง

#### 3.3.1.2 การตากแห้ง (drying)

ชิ้นทดสอบที่ผ่านการตกแต่ง ตากแห้งในอุณหภูมิห้องด้วยเวลาประมาณ 2-3 วัน จากนั้นจึงนำชิ้นทดสอบเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน เพื่อให้ผลิตภัณฑ์แห้งสนิท มีความชื้นหลงเหลือไม่เกิน 2-3 เปอร์เซ็นต์



### 3.3.2 การเตรียมน้ำเคลือบ (glaze preparation)

#### 3.3.2.1 สูตรเคลือบ (glaze formula)

สูตรเคลือบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้ใช้เคลือบใสรสำเร็จรูปจากห้างหุ้นส่วนจำกัด แหลมทองเซรามิก จังหวัดลำปาง องค์ประกอบทางเคมีแสดงดังตารางที่ 3.1 การทดลองทำได้โดยการบดเคลือบในโถรงบค แล้วเติมคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนตที่ผ่านการบด และยังไม่ผ่านการบดในอัตราส่วนต่างๆ ชุบเคลือบโดยวิธีการจุ่ม จากนั้นทำการเผาขึ้นทดสอบด้วยบรรยากาศรีดักชัน ที่อุณหภูมิ 1230 องศาเซลเซียส ทำการยีนไฟ 30 นาที ตามตารางการเผาที่ใช้ในห้างหุ้นส่วนจำกัดแหลมทองเซรามิก

#### 3.3.2.2 ขนาดอนุภาคของตัวเติม (particle size)

ปัจจัยในการเกิดเป็นโลหะคอปเปอร์ คือ การมีขนาดอนุภาคที่เหมาะสม เพื่อให้เคลือบหลอมตัวและทำปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ที่อุณหภูมิสูงสุด จึงทดลองหาขนาดอนุภาคของคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนต ที่ใช้เป็นตัวเติมในเคลือบ การทดลองทำได้โดยนำสารที่เป็นตัวเติมใส่ในหม้อบด ทำการบดเป็นเวลา 4, 8 และ 16 ชั่วโมง แล้ววัดขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาคโดยเครื่อง Particle Size Analyzer พร้อมกับสารตัวเติมที่ไม่ได้ผ่านการบด แนวโน้มของขนาดของอนุภาคที่ได้จะเล็กลงตามจำนวนชั่วโมงการบด จากนั้นนำตัวเติมที่ผ่านการบด และไม่ผ่านการบดไปผสมในเคลือบ นำขึ้นทดสอบไปชุบกับเคลือบโดยวิธีการจุ่ม แล้วจึงทำการเผาขึ้นทดสอบที่อุณหภูมิ 1230 องศาเซลเซียส ด้วยบรรยากาศรีดักชันและประเมินผล

#### 3.3.2.3 ความถ่วงจำเพาะของน้ำเคลือบ (specific gravity)

น้ำเคลือบสำหรับชุบผลิตภัณฑ์จะต้องมีความถ่วงจำเพาะพอเหมาะ มีปริมาณน้ำที่ผสมพอดีกับเนื้อของวัตถุดิบที่เตรียมไว้ โดยทำการวัดความถ่วงจำเพาะของเคลือบให้อยู่ในระหว่าง 1.50 - 1.55 เนื่องจากขึ้นทดสอบที่ใช้เป็นแบบดินดิบ เคลือบที่มีความถ่วงจำเพาะของเคลือบสูงจะเกาะกับผิวดินได้ดี

#### 3.3.2.3 ปริมาณของสารตัวเติมคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนต

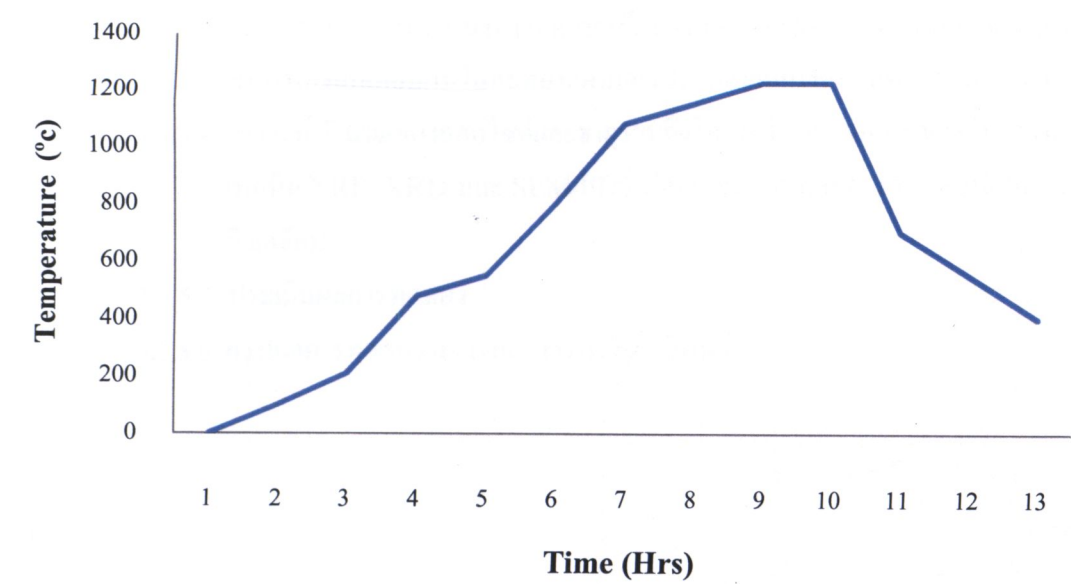
การทดลองในหัวข้อนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาปริมาณตัวเติมคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนต ที่ทำให้เกิดการสะท้อนของแสงบนผิวเคลือบ ซึ่งทำการทดลองโดยเติมตัวเติมทั้ง 2 ชนิดในปริมาณ 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทั้งนี้เพื่อต้องการหาปริมาณที่เหมาะสมของคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนต ที่ทำให้เกิดการสะท้อนของแสง

### 3.3.3 การชุบเคลือบโดยวิธีการจุ่ม (dipping glaze)

ขั้นตอนการชุบเคลือบ ผู้วิจัยได้พิจารณาถึงความหนาของเคลือบบนชิ้นทดสอบที่ได้ความหนาที่สม่ำเสมอ โดยเลือกวิธีการจุ่ม (dipping) เมื่อความหนาของผลิตภัณฑ์มีความเหมาะสมจะทำให้พบการเกิดโลหะทองแดงที่ชัดเจน ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงได้ทำการเปรียบเทียบระหว่างชิ้นทดสอบที่ทำการชุบเคลือบบาง กับชิ้นทดสอบที่ทำการชุบเคลือบหนา โดยทำการจับเวลาในระหว่างการจุ่มชิ้นทดสอบลงในน้ำเคลือบที่ทำการกวนให้เคลือบลอยตัวได้ดี โดยเริ่มจับเวลาตั้งแต่ 3 วินาที เปรียบเทียบกับ 4, 5, 6, 7, 8, 9 ไปจนถึง 10 วินาที ทั้งไว้จนแห้ง แล้วจึงนำไปผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1230 องศาเซลเซียส เพื่อติดตามผลหลังการเผา

### 3.3.4 การทดลองเผาชิ้นทดสอบ (firing)

ขั้นตอนในการเผาชิ้นทดสอบ ทำการเผาเลียนแบบโปรแกรมการเผาของ ห้างหุ้นส่วนจำกัด แหลมทองเซรามิก จังหวัดลำปาง โดยจะทำการเผาที่อุณหภูมิ 1230 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศแบบรีดักชัน โดยเลือกใช้วิธีการจุ่มเคลือบเป็นเวลา 7 วินาทีซึ่งเป็นความหนาสูงสุดที่ไม่ทำให้เกิดการไหลตัว ซึ่งโปรแกรมกำหนดการเผาดังนี้



รูป 3.3 โปรแกรมการเผาที่ใช้ในห้างหุ้นส่วนจำกัดแหลมทองเซรามิก

### 3.3.5 การตรวจสอบลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเผา

#### 3.3.5.1 รวบรวมวัตถุดิบและทดสอบสมบัติของวัตถุดิบเบื้องต้น

- ศึกษาองค์ประกอบทางแร่ของวัตถุดิบด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction : XRD)
- ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence: XRF)
- ศึกษาการกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบโดยใช้ชุดตะแกรงร่อนมาตรฐาน และตรวจสอบขนาดอนุภาค (particle size analyzer) ของวัตถุดิบ

3.3.5.2 ทดลองเพื่อหาขนาดของอนุภาคที่เหมาะสม โดยทำการบดคอปเปอร์ออกไซด์และคอปเปอร์คาร์บอเนต ที่เวลา 4, 8 และ 16 ชั่วโมง วัดขนาดอนุภาคด้วย particle size analyzer นำตัวเดิมที่ผ่านการบด และไม่ผ่านการบดเติมลงในเคลือบใสสำเร็จรูป เพื่อหาความเหมาะสมของปริมาณคอปเปอร์ออกไซด์ และคอปเปอร์คาร์บอเนต โดยใช้อัตราส่วนผสม 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก วัดค่าความถ่วงจำเพาะ ทำการชุบเคลือบโดยวิธีการจุ่ม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1230 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศรีดักชัน เพื่อให้เกิดโลหะคอปเปอร์บนผิวเคลือบ

3.3.5.3 ทดสอบค่าการสะท้อนของแสงด้วย UV-Vis spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นและนำมาวัดความเข้มของสีด้วย color meter โดยนำค่าที่ได้มาทำการเปรียบเทียบกับโลหะทองแดงและเปรียบเทียบกับเคลือบที่ใช้ในทางการค้า

3.3.5.4 วิเคราะห์ปริมาณของออกไซด์และธาตุรวมถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานด้วยเทคนิค XRF, XRD และ SEM/EDS เพื่อยืนยันการเกิดของโลหะคอปเปอร์บนผิวเคลือบ

3.3.5.5 ประเมินผลการทดลอง

3.3.5.6 สรุปผลการทดลองและเขียนรายงานวิทยานิพนธ์