



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง

แก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น

Glass Sealant for Planar Solid Oxide Fuel Cells

โดย

ณัฐพล เลาห์รอดพันธุ์ และ พรเทพ ไชยวุฒิ

มหาวิทยาลัยแม่โจ้

2559



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง แก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น

Glass Sealant for Planar Solid Oxide Fuel Cells

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2558

จำนวน 266,000 บาท

หัวหน้าโครงการ ณัฐพล เลาห์รอดพันธุ์

ผู้ร่วมโครงการ พรเทพ ไชยวุฒิ

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30 กันยายน 2559

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง แก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น (Glass Sealant for Planar Solid Oxide Fuel Cells) ได้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ด้วยการสนับสนุนทุนวิจัยจาก สำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2558

ผู้วิจัยขอขอบคุณ สถาบันบริการตรวจสอบคุณภาพและมาตรฐานผลิตภัณฑ์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่รับวิเคราะห์ตัวอย่างในโครงการวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีสิ่งทอ และ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ในการทำการทดลองรวมถึงให้ความอนุเคราะห์อุปกรณ์พื้นฐานในการทำการทดลองจนงานวิจัยเสร็จสมบูรณ์

ผู้วิจัย

แก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น

Glass Sealant for Planar Solid Oxide Fuel Cells

ณัฐพล เล่าห์รอดพันธุ์ และ พรเทพ ไชยวุฒิ

Nattapol Laorodphan and Pornthep Chaiwoot

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาพฤติกรรมการตกผลึกของแก้วเชื่อมประสานระบบ $75.59\text{BaO} \cdot 17.77\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 6.64\text{SiO}_2$ ร้อยละโดยน้ำหนัก โดยศึกษาผลของขนาดของแก้วผง อุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสและเวลาที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่อพฤติกรรมการตกผลึกของแก้ว-เซรามิกที่อุณหภูมิ 800°C นอกจากนั้นได้ศึกษาชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว เซรามิกและการเชื่อมต่อกับ เซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย ผลการทดลอง พบว่าผงแก้วขนาดเล็กทำให้เกิดผลึกรูปเข็มในปริมาณมากกว่า อุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่แตกต่างกันส่งผลต่อชนิดและปริมาณของผลึก รูปเข็ม และเฟสที่มีปริมาณแบเรียมต่ำในแก้ว-เซรามิก ระยะเวลาที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่นานขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของผลึกใหญ่ขึ้น โดยผลึกที่พบ ได้แก่ ผลึกแบเรียมอะลูมินेट ($\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) แบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$ หรือ BaB_2O_4) อะลูมินัมบอเรต (Al_5BO_9 หรือ $\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$) แบเรียมซิลิเกต ($\text{Ba}_5\text{Si}_8\text{O}_{21}$ หรือ $\text{Ba}_3\text{Si}_5\text{O}_{13}$) แบเรียมอะลูมินัมบอเรต ($\text{Ba}_3\text{Al}_4\text{B}_4\text{O}_{15}$) ไคยาไนท์ (Al_2SiO_5) และ แอนดาลูไซต์ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Si}$) ในแก้ว-เซรามิก ขึ้นกับอุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียส นอกจากนั้นยังพบว่า ผงแก้วและแก้ว-เซรามิกสามารถเชื่อมติดกับ เซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรียได้

คำสำคัญ: แก้วเชื่อมประสาน เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น การตกผลึก แก้ว-เซรามิก

Abstract

The crystallisation of 75.59BaO•17.77B₂O₃•6.64SiO₂ (weight percent; wt%) glass sealant was investigated in this study. Effect of particle size of glass powder, nucleation temperatures and times on crystallisation behaviour of glass-ceramic at 800 °C was of interest. Moreover, types of phases found in glass-ceramic and joining test between glass and yttria stabilised zirconia (YSZ) were also considered. The results show that higher amount of crystals was observed in glass-ceramic sintered from the smaller powder size. Difference amount of rectangular and needle-like crystal, and low-Ba phase were found in glass-ceramics formed from various condition glass powder. Larger crystal size was observed in glass-ceramic formed from glass powder with longer nucleation time. Crystal phases found in glass-ceramic are barium aluminate (Ba₃Al₂O₆), barium borate (Ba₄B₂O₇ or BaB₂O₄), aluminum borate (Al₅BO₉ or Al₄B₂O₉), barium silicate (Ba₅Si₈O₂₁ or Ba₃Si₅O₁₃), barium aluminum borate (Ba₃Al₄B₄O₁₅), kyanite (Al₂SiO₅) and andalusite (Al₂O₃Si). Glass and glass-ceramic can be used as a sealant for YSZ.

Keywords: Glass sealant, Planar Solid oxide Fuel Cells, Crystallisation, Glass-ceramic

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ฅ
คำนำ	1
วัตถุประสงค์	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
การตรวจเอกสาร	5
สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือวิเคราะห์และวิธีการวิจัย	26
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	37
สรุปผลงานวิจัย	64
เอกสารอ้างอิง	67

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 1	ชนิดเซลล์เชื้อเพลิง และข้อมูลพื้นฐาน
ตาราง 2	ผลของสารประกอบออกไซด์ของธาตุต่อคุณสมบัติของแก้ว
ตาราง 3	ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของผลึกที่เกิดในแก้ว-เซรามิกระบบต่าง ๆ
ตาราง 4	ความแข็งแรงของแก้ว แก้ว-เซรามิก และเซรามิก
ตาราง 5	งานวิจัยแก้วในระบบต่าง ๆ สำหรับใช้เป็นตัวปิดผนึกในเซลล์เชื้อเพลิงของแข็ง
ตาราง 6	สารเคมีที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการหลอมแก้ว
ตาราง 7	วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้งานวิจัย
ตาราง 8	เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ
ตาราง 9	องค์ประกอบทางเคมีของแก้วเพื่อใช้เตรียมวัตถุดิบ
ตาราง 10	ลักษณะของน้ำแก้วและแก้ว
ตาราง 11	องค์ประกอบทางเคมีของแก้วจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์
ตาราง 12	ความหนาแน่นของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากผงแก้วที่บดในสถานะต่าง ๆ
ตาราง 13	แสดงชนิดของผลึกในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ หลังจากอบที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง

สารบัญรูป

	หน้า
รูป 1 เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น	9
รูป 2 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรจำเพาะของผลึกของแข็ง ของเหลว และแก้ว กับอุณหภูมิ	12
รูป 3 ลักษณะหน่วยโครงสร้างของ $[\text{SiO}_4]$ ในแก้วซิลิกาหรือแก้วซิลิเกต	12
รูป 4 อัตราการเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกในแก้ว	15
รูป 5 การเปียกผิวของแก้วบนโลหะหรือวัสดุอื่น	20
รูป 6 ความเค้นจากแรงดึง (Tension) และ ความเค้นจากแรงกด (Compression)	20
รูป 7 ภาพอิเล็กตรอนของชั้นรอยต่อระหว่างแก้วกับ YSZ และเหล็กกล้าไร้สนิม	23
รูป 8 ภาพอิเล็กตรอนของรอยต่อที่ผ่านการทดสอบการตกผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง	24
รูป 9 ภาพอิเล็กตรอนของรอยต่อกลาสส์เซรามิกและแผ่นแอโนด	25
รูป 10 ลักษณะของแม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการทดลอง	29
รูป 11 วิธีการศึกษาการตกผลึกโดยสรุป	31
รูป 12 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคผงแก้วต่อพฤติกรรมการตกผลึก	32
รูป 13 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้นำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสต่อพฤติกรรมการตกผลึกของแก้ว-เซรามิก	33
รูป 14 ชุดหาความหนาแน่น (Density Kit) ที่สามารถต่อเข้ากับเครื่องชั่งวิเคราะห์ 4 ตำแหน่ง	35
รูป 15 ชิ้นงานที่หลอมในถ้วยพลาทินัม	37
รูป 16 สัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วที่อุณหภูมิใด ๆ	39
รูป 17 ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SEI) ของผงแก้วที่ลอดผ่านตะแกรงที่มีรูเปิดขนาด 38 ไมครอน และขนาด 75 ไมครอน	40
รูป 18 ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SEI) ของชิ้นงานที่นำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอนและเล็กกว่า 75 ไมครอน ที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียสที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 3,500 เท่า	42

	หน้า
รูป 19 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอน ที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียสและที่ผ่านบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 560 570 580 และ 590 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	44
รูป 20 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง	45
รูป 21 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง	46
รูป 22 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง	47
รูป 23 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 580 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง	48
รูป 24 ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง	49
รูป 25 ความหนาแน่นของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดที่สภาวะต่าง ๆ	50
รูป 26 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส	51
รูป 27 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมอะลูมินา แบเรียมโบเรต อะลูมินัมโบเรต และแอนดราลูไต์	52

	หน้า
รูป 28 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	53
รูป 29 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมอะลูมินิต แบเรียมบอเรต และแบเรียมอะลูมินัมบอเรต	54
รูป 30 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	55
รูป 31 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมซิลิเกต อะลูมินัมบอเรต แบเรียมบอเรต และไคยาไนท์	56
รูป 32 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้ว ที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 580 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	57
รูป 33 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่ 580 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมอะลูมินิต อะลูมินัมบอเรต และแบเรียมบอเรต	58
รูป 34 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	59

	หน้า
รูป 35 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมบอเรต อะลูมินัมบอเรต และแบเรียมซิลิเกต	60
รูป 36 การเชื่อมต่อผงแก้วบนแผ่นอิเล็กโทรไลต์ชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (YSZ) ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	62
รูป 37 ชิ้นงานเชื่อมต่อระหว่างผงแก้วกับแผ่นอิเล็กโทรไลต์ชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (YSZ) หลังให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 30 ชั่วโมง	63

การตรวจเอกสาร

หลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิงมีการเริ่มคิดค้นและพัฒนาตั้งแต่ช่วงปี ค.ศ.1800 และถูกพัฒนาจนเป็นระบบได้โดย Christian Friedrich Schoenbien จนกระทั่งประมาณ ปี ค.ศ. 2845 Sir William Robert Grove สามารถประดิษฐ์เซลล์เชื้อเพลิงได้เป็นคนแรก โดยใช้ขั้วแพลทินัมในสารละลายกรดไนตริก กับขั้วสังกะสีในสารละลายสังกะสีซัลเฟต โดยได้ความเข้มกระแสไฟฟ้า 12 แอมแปร์ ความต่างศักย์ 1.8 โวลต์ (ณัฐพล เล่าห์รอดพันธุ์, 2551) ในช่วงปี ค.ศ. 1950-1960 เริ่มมีการพัฒนาเซลล์เชื้อเพลิงอย่างจริงจังจากความต้องการขององค์การนาซ่า (NASA) ประเทศสหรัฐอเมริกา ในการพัฒนาโครงการสำรวจอวกาศ โดยเริ่มจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอัลคาไลน์ ซึ่งใช้ก๊าซไฮโดรเจนและออกซิเจนเป็นเชื้อเพลิง

โดยทั่วไปแล้วในเซลล์เชื้อเพลิงจะเกิดการไหลเวียนเข้าออกของเชื้อเพลิง เช่น ก๊าซไฮโดรเจน แอลกอฮอล์และสารไฮโดรคาร์บอนต่างๆ รวมไปถึงไอน้ำ เช่น ออกซิเจน อากาศ ก๊าซคลอรีน เป็นต้น โดยการเกิดกระแสไฟฟ้าจะเริ่มจากการทำปฏิกิริยาที่อิเล็กโทรไลต์ของเซลล์เชื้อเพลิงเกิดเป็นพลังงานไฟฟ้าจากปฏิกิริยาอิเล็กโทรเคมี โดยกระแสไฟฟ้าจะเกิดขึ้นที่ขั้วแอโนด การพัฒนาเซลล์เชื้อเพลิงอยู่ในขั้นตอนการพัฒนาเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพอันสูงสุด และง่ายต่อการรักษาบำรุง เซลล์เชื้อเพลิงมาหลายลักษณะตามชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งแต่ละชนิดแสดงดังตาราง 1

ตาราง 1 ชนิดเซลล์เชื้อเพลิง และข้อมูลพื้นฐาน (ณัฐพล เลาห์รอดพันธุ์, 2551)

ชนิดของเซลล์ เชื้อเพลิง	ชนิดของอิเล็กโทรไลต์	กำลัง (W)	อุณหภูมิ ปฏิบัติการ (°C)	ประสิทธิภาพ ของเซลล์ เชื้อเพลิง
Methal Hybride Fuel Cell	สารละลายอัลคาไลน์ใน น้ำ เช่น โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์	ไม่มีรายงาน	มากกว่า 20	ไม่มีรายงาน
Electro-galvanic Fuel Cell	สารละลายอัลคาไลน์ใน น้ำ เช่น โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์	ไม่มีรายงาน	ต่ำกว่า 40	ไม่มีรายงาน
Direct Forming Acid Fuel Cell (DFAFC)	เยื่อพอลิเมอร์ (ไอโอโนเมอร์)	สูงสุด 50 W	ต่ำกว่า 40	ไม่มีรายงาน
Zinc-air Battery	สารละลายอัลคาไลน์ใน น้ำ เช่น โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์	ไม่มีรายงาน	ต่ำกว่า 40	ไม่มีรายงาน
Microbial Fuel Cell	เยื่อพอลิเมอร์หรือ กรดฮิวมิก	ไม่มีรายงาน	ต่ำกว่า 40	ไม่มีรายงาน
Up Flow Microbial Fuel Cell (UMFC)	ไม่มีรายงาน	ไม่มีรายงาน	ต่ำกว่า 40	ไม่มีรายงาน
Reversible Fuel Cell	เยื่อพอลิเมอร์ (ไอโอโนเมอร์)	ไม่มีรายงาน	ต่ำกว่า 50	ไม่มีรายงาน
Direct Borohydride Fuel Cell	สารละลายอัลคาไลน์ใน น้ำ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์	ไม่มีรายงาน	70	ไม่มีรายงาน
Alkaline Fuel Cell	สารละลายอัลคาไลน์ใน น้ำ เช่น โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์	10 – 100 kW	ต่ำกว่า 80	62 %

ชนิดของเซลล์ เชื้อเพลิง	ชนิดของอิเล็กโทรไลต์	กำลัง (W)	อุณหภูมิ ปฏิบัติการ (°C)	ประสิทธิภาพ ของ เซลล์เชื้อเพลิง
Direct Ethanol Fuel Cell	เยื่อพอลิเมอร์ (ไอโอโนเมอร์)	140 mW/cm ²	90 – 120	ไม่มีรายงาน
Formic Acid Fuel Cell	เยื่อพอลิเมอร์ (ไอโอโนเมอร์)	ไม่มีรายงาน	90 – 120	ไม่มีรายงาน
Proton Exchange Membrane Fuel Cell	เยื่อพอลิเมอร์ (ไอโอโนเมอร์) เช่น พอลิเบนซิมิดาโซล (Polybenzimidazole)	100 – 500 kW	125 – 220	30 – 50%
RFC-Redox	อิเล็กโทรไลต์ของเหลว และเยื่อพอลิเมอร์	1 kW – 10 MW	ไม่มีรายงาน	ไม่มีรายงาน
Phosphoric Acid Fuel Cell	กรดฟอสฟอริกหลอม (H ₃ PO ₄)	10 MW	150 -200	40 -90%
Molten Carbonate Fuel Cell	อัลคาไลน์คาร์บอเนต หลอม เช่น โซเดียม ไบคาร์บอเนต (NaHCO ₃)	100 MW	600 – 650	47%
Tubular Solid Oxide Fuel Cell	ไม่มีรายงาน	ไม่มีรายงาน	600 - 650	ไม่มีรายงาน
Protonic Ceramic Fuel Cell	เซรามิกออกไซด์ที่นำ H ⁺	ไม่มีรายงาน	700	ไม่มีรายงาน
Direct Carbon Fuel Cell	หลายชนิด	ไม่มีรายงาน	700 – 850	70%
Solid Oxide Fuel Cell	เซรามิกออกไซด์ที่นำ O ⁻	100 MW	700 - 1000	55 – 60%

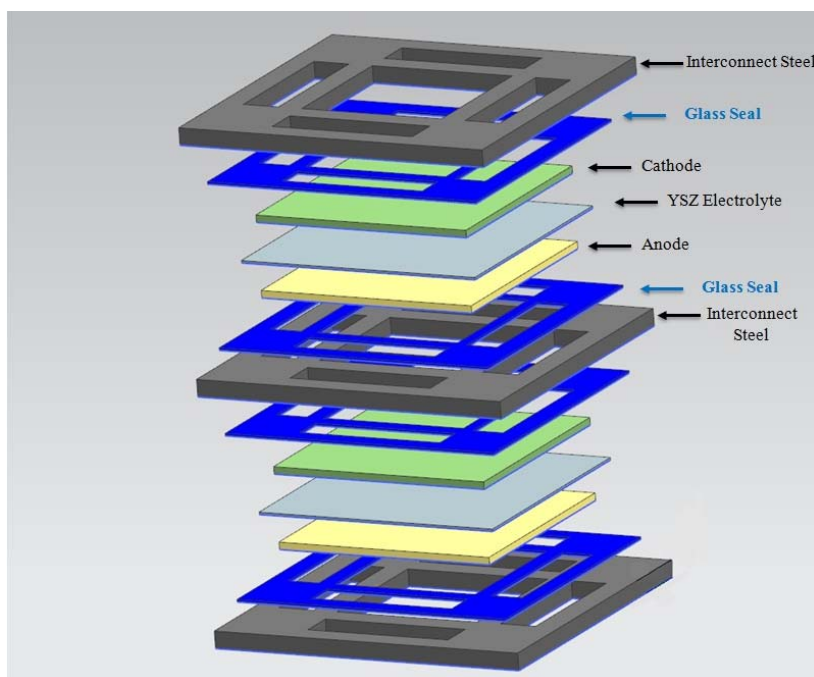
ตาราง 1 ชนิดเซลล์เชื้อเพลิง และข้อมูลพื้นฐาน (ณัฐพล เล่าห์รอดพันธุ์, 2551) (ต่อ)

เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น

เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่นเป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่มีประสิทธิภาพการทำงานสูง และมีข้อดีเมื่อเปรียบเทียบกับเซลล์อื่น ๆ ซึ่งเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่นถูกพัฒนาขึ้น เนื่องจากความต้องการเพิ่มประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงที่มีอยู่ โดยข้อได้เปรียบของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น (ณัฐพล เล่าห์รอดพันธุ์, 2551) ได้แก่

- ไม่จำเป็นต้องใช้โลหะมีค่า เช่น แพลทินัมเป็นขั้วอิเล็กโทรดเนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีอุณหภูมิปฏิบัติงานสูง สามารถใช้วัสดุอื่นทดแทนได้
- สามารถใช้เชื้อเพลิงได้หลากหลาย เช่น แก๊สไฮโดรเจน เมทานอลและแก๊สธรรมชาติ
- สามารถใช้งานได้นานและสามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่อง
- มีประสิทธิภาพในการผลิตกระแสไฟฟ้าสูง
- มีค่าบำรุงรักษาค่าต่ำเมื่อเทียบกับเซลล์อื่น ๆ

ส่วนประกอบหลักของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มี 4 ส่วน ได้แก่ แผ่นกั้นระหว่างเซลล์ (Interconnect) แผ่นแอโนด (Anode) แผ่นอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) และแผ่นแคโทด (Cathod) ซึ่งการออกแบบชุดเซลล์นั้นหากเซลล์เกิดการรั่วจะทำให้ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์ลดลง เพื่อให้ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เกิดขึ้นอย่างเต็มที่จะต้องมีการปิดผนึกด้วยวัสดุเชื่อมประสานระหว่างแผ่น อิเล็กโทรไลต์หรือชั้นนอกของขั้วบวก-อิเล็กโทรไลต์-ขั้วลบ (Positive Electrode-Electrolyte-Negative Electrode, PEN) กับแผ่นกั้นระหว่างเซลล์หรืออินเตอร์คอนเน็ค ปัจจุบันนิยมใช้เซอร์โคเนียเสถียรด้วยอิทเทรีย (Yttria Stabilised Zirconia, YSZ) เป็นแผ่นอิเล็กโทรไลต์ และใช้เหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษเป็นแผ่นกั้นเซลล์ (Smeacetto et al., 2008: 611) ลักษณะการเรียงต่อและส่วนประกอบต่าง ๆ แสดงดังรูป 1



รูป 1 เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น (Solid Oxide Fuel Cells, 2016)

อินเตอร์คอนเน็ค

อินเตอร์คอนเน็คทำหน้าที่รวมกระแสไฟฟ้าที่ผลิตได้จากแต่ละหน่วยเซลล์ โดยจะวางปิดประกบขึ้นแต่ละหน่วยเซลล์เชื้อเพลิงที่เรียงซ้อนกันเป็นชั้น สามารถทำจากวัสดุโลหะหรือเซรามิก วัสดุที่ทำอินเตอร์คอนเน็คควรเป็นวัสดุที่ทนต่ออุณหภูมิสูงและนำไฟฟ้าได้ดี ดังนั้นโดยทั่วไปแล้วนิยมใช้โลหะ เช่น เหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 430 (Smeacetto **et al.**, 2008: 611)

ขั้วแอโนด

ขั้วแอโนดควรมีคุณสมบัติการแพร่ผ่านของแก๊สที่ดี จึงควรเป็นวัสดุที่มีรูพรุนสูง อีกทั้งยังต้องมีค่าการนำไฟฟ้าที่ดี โดยทั่วไปแล้วทำมาจากเซอร์เมทที่มีส่วนประกอบของนิเกิลและเซอร์โคเนียเสถียรด้วยอิตเทรีย (Ni-YSZ Cermet) (Solid-Oxide Fuel Cell, 2016) โดยขั้วแอโนดจะเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของออกซิเจนไอออนที่ได้จากขั้วแคโทดกับแก๊สเชื้อเพลิงซึ่งจะได้กระแสไฟฟ้าออกมา อีกทั้งยังเกิดน้ำขึ้นเป็นผลิตภัณฑ์ โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการ 1

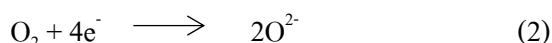


อิเล็กโทรไลต์ของแข็ง

อิเล็กโทรไลต์ของแข็งโดยทั่วไปแล้วนิยมทำจากวัสดุเซอร์โคเนียที่เจือด้วยธาตุออกไซด์ต่าง ๆ เช่น อิทเทรีย หรือ ซีเรีย เป็นต้น ซึ่งทำหน้าที่นำออกซิเจนไอออนที่ได้จากขั้วแคโทดไปยังขั้วแอโนดเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาจนได้กระแสไฟฟ้าเป็นผลิตภัณฑ์

ขั้วแคโทด

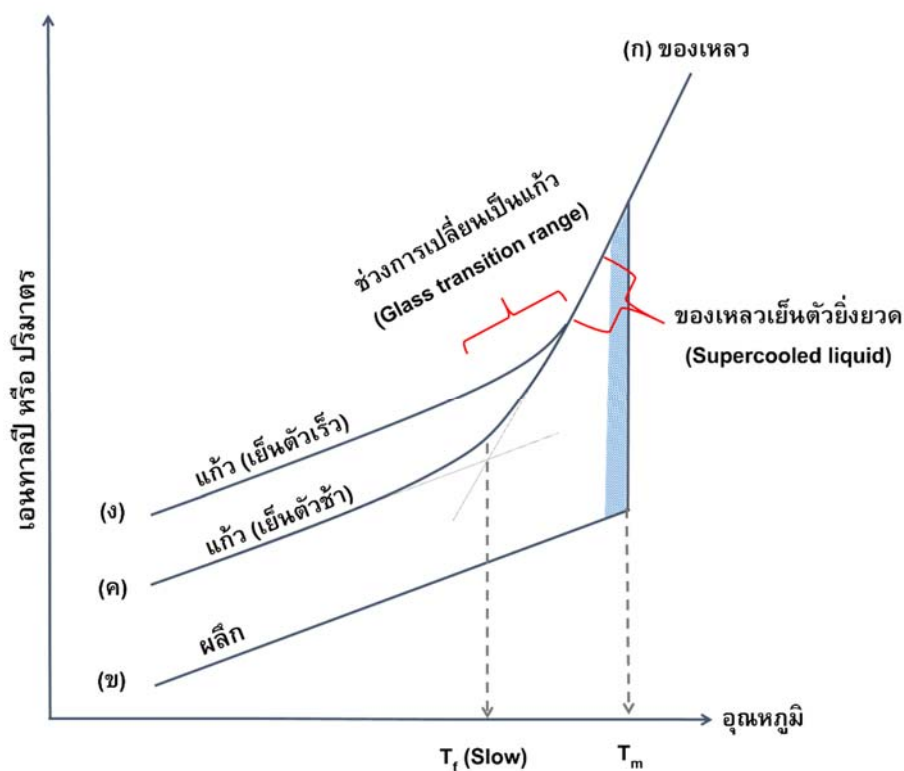
เพื่อให้ประสิทธิภาพของเซลล์สูงขึ้น ขั้วแคโทดควรมีคุณสมบัติการแพร่ผ่านของแก๊สที่ดีและมีค่าการนำไฟฟ้าที่ดีเช่นเดียวกับขั้วแอโนด มักใช้วัสดุแลนทานัมสตรอนเทียม แมงกานีส แต่อย่างไรก็ตามเมื่อวัสดุชนิดแลนทานัมสตรอนเทียมแมงกานีสใช้งานที่อุณหภูมิ 800 °C ประสิทธิภาพจะลดลงอย่างรวดเร็ว จึงเริ่มมีการพัฒนาวัสดุชนิดใหม่ที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ขึ้นมาทดแทน เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพอันสูงสุดในกรณีของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งที่ปฏิบัติการที่อุณหภูมิต่ำ โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ขั้วแคโทดเป็นปฏิกิริยารีดักชันของออกซิเจน ดังสมการ 2



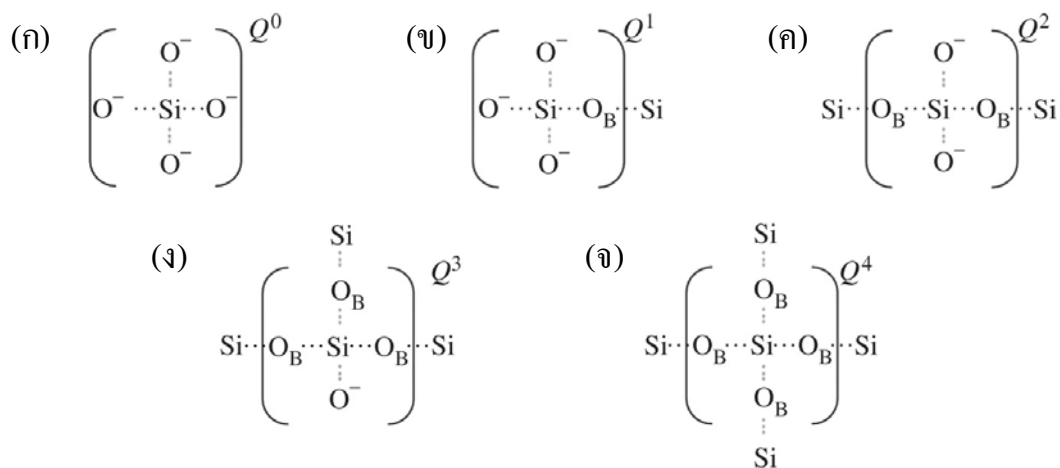
โดยออกซิเจนจะแพร่ผ่านขั้วแคโทดเกิดเป็นไอออนของออกซิเจนแล้วแพร่ต่อไปจนถึงอิเล็กโทรไลต์ของแข็งแล้วทำปฏิกิริยาต่อไปยังขั้วแอโนด

แก้วหรือแก้ว-เซรามิกเชื่อมประสาน

แก้วจัดเป็นของแข็งที่มีความแข็งแรงแต่เปราะ สามารถเกิดการแตกหักได้ง่าย เกิดความเสถียรและสามารถทนต่ออุณหภูมิสูงได้ โดยทั่วไปแล้วแก้วเกิดจากการแข็งตัว (Solidification) อย่างรวดเร็ว จากของเหลวหรือน้ำแก้ว โดยโครงสร้างของแก้วจะแตกต่างจากของเหลวหรือผลึกของแข็ง เมื่อพิจารณาจากรูป 2 ซึ่งแสดงกราฟระหว่างปริมาตรจำเพาะหรือเอนทัลปีของของเหลวของแก้วและของผลึกของแข็ง ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะเห็นว่าเมื่อของเหลวเย็นตัวลงอย่างรวดเร็วจนกลายเป็น แก้วจะเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรอย่างต่อเนื่องกลายเป็นของเหลวที่มีอัตราการเย็นตัวยิ่งยวด (Supercooled Liquid) และผ่านสถานะการเปลี่ยนเป็นแก้ว หรือ ช่วงการเปลี่ยนเป็นแก้ว (Glass Transition Range) ซึ่งอัตราการเปลี่ยนปริมาตรของวัสดุจะเปลี่ยนไปอีกครั้งหนึ่ง จนกลายเป็นแก้วสมบูรณ์ โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาตรโดยรวมของวัสดุในการเกิดแก้วจะช้ากว่าเมื่อเทียบกับการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของวัสดุจะลดลงอย่างฉับพลัน ในกรณีที่วัสดุเย็นตัวอย่างช้า ๆ เพื่อให้ได้ผลึกของแข็งที่อุณหภูมิลดลงของสสารนั้น ๆ หรือ T_m ในรูป 2 นอกจากนี้อัตราการลดอุณหภูมิของของเหลวยังส่งผลต่อปริมาตรของแก้วอีกด้วย โดยหากของเหลวมีอัตราการลดอุณหภูมิที่ช้า แก้วจะเกิดการผ่อนคลาย (Relaxation) และมีการจัดเรียงอะตอมในโครงสร้างแก้วได้ดีกว่า ทำให้แก้วมีความหนาแน่นสูง (ปริมาตรต่ำกว่า) เมื่อเทียบกับการลดอุณหภูมิของของเหลวอย่างรวดเร็ว ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมจะทำให้ยากกว่า แก้วที่ได้จึงมีปริมาตรสูงกว่า หรือ อะตอมต่าง ๆ อยู่ห่างกันมากขึ้น นอกจากนี้ Tan et al. (2004:295) ยังได้ศึกษาอัตราการเย็นตัวที่มีผลต่อโครงสร้างของแก้วโซเดียมซิลิเกตด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี พบว่าโครงสร้างเตตระฮีดรา (Tetrahedra) ของซิลิกอนออกไซด์ หรือ $[\text{SiO}_4]$ ประกอบไปด้วยสภาพแวดล้อมแบบ Q^4 Q^3 และ Q^2 ซึ่งตัวเลขยกกำลังแสดงถึงจำนวนพันธะของอะตอมกลางที่เกิดพันธะกับอะตอมของซิลิกอนของหน่วยโครงสร้างที่อยู่ติดกันหรือเรียกว่า Bridging Oxygen ตัวเลขที่ลดลงจาก 4 จะแสดงถึงจำนวนออกซิเจนที่ไม่เกิดพันธะกับอะตอมของซิลิกอนของหน่วยโครงสร้างที่อยู่ติดกันที่เพิ่มมากขึ้น โดยออกซิเจนชนิดหลังนี้เรียกว่า Non-bridging Oxygen แสดงดังรูป 2 โดยโครงสร้าง Q^4 และ Q^2 มีมากขึ้นในแก้วโซเดียมซิลิเกตเมื่ออัตราการเย็นตัวของแก้วช้า ในขณะที่โครงสร้างแบบ Q^3 จะลดลงหากอัตราการเย็นตัวของแก้วเร็วขึ้น



รูป 2 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรจำเพาะของผลึกของแข็ง ของเหลว และแก้ว กับอุณหภูมิ



รูป 3 ลักษณะหน่วยโครงสร้างของ $[\text{SiO}_4]$ ในแก้วซิลิกาหรือแก้วซิลิเกตแบบ (ก) Q^0 (ข) Q^1 (ค) Q^2 (ง) Q^3 และ (จ) Q^4 เมื่อ O_B คือออกซิเจนที่เชื่อมต่อกับอะตอมของซิลิกอนอื่นด้วยพันธะโควาเลนต์ หรือ Bridging Oxygen ส่วน O^- คือ ออกซิเจนที่ไม่เกิดพันธะกับซิลิกอน หรือ Non-bridging Oxygen (Martin et al., 2012:1422)

ในการใช้งานแก้ว-เซรามิกเชื่อมประสานสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง แก้วจะถูกใช้งานในตำแหน่งระหว่างแผ่นอิเล็กโทรไลต์ของแข็งและแผ่นโลหะอินเตอร์คอนเน็ค ดังรูป 1 ดังนั้นสมบัติทางความร้อนที่สำคัญของแก้ว-เซรามิกในการเชื่อมประสานคือ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว เพราะความร้อนที่สอดคล้องหรือใกล้เคียงกับแผ่นอิเล็กโทรไลต์ของแข็งและแผ่นโลหะอินเตอร์คอนเน็ค ในกรณีที่ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วแตกต่างจากทั้งสองชนิดมาก การเชื่อมประสานเกิดรอยแตกร้าวในเนื้อแก้วหรือที่ผิวรอยต่อเนื่องจากความแตกต่างของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรหรือความยาวของวัสดุที่ต่างกันที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในขณะที่เพิ่มหรือลดอุณหภูมิเซลล์เชื้อเพลิง

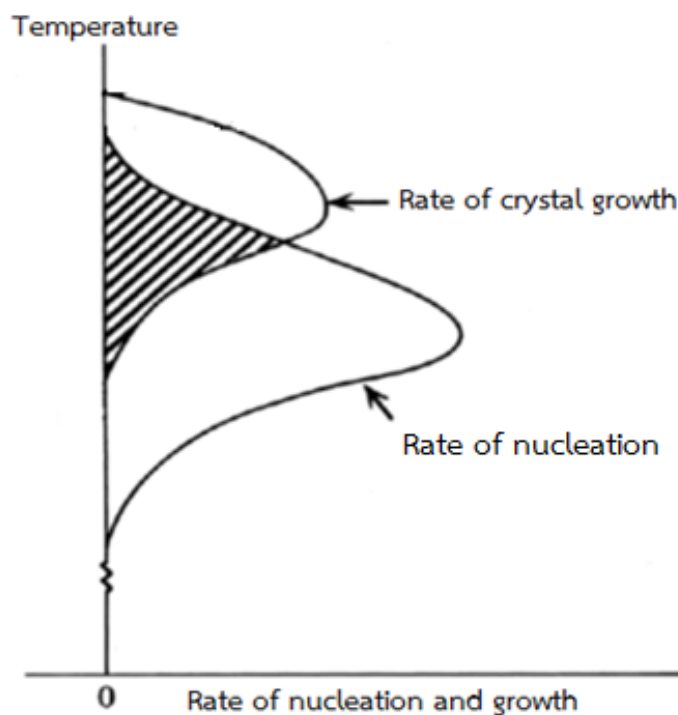
นอกจากนี้สมบัติและลักษณะเฉพาะของแก้วจะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของแก้ว โดย Fergus (2005:46) ได้สรุปผลของสารประกอบออกไซด์ของธาตุต่าง ๆ ต่อคุณสมบัติของแก้วไว้แสดงดังตาราง 2 อีกทั้ง Smeacetto *et al.* (2010:933) ได้ศึกษาแก้ว-เซรามิกระบบใหม่สำหรับเชื่อมประสานเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น โดยพบว่า แก้วสูตร $1.2\text{Na}_2\text{O}-0.27\text{MgO}-31.6\text{CaO}-9.1\text{ZnO}-19.4\text{Al}_2\text{O}_3-38.4\text{SiO}_2$ wt% มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนเท่ากับ $10.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (ในช่วงอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้อง ถึง 800°C) อีกทั้งยังพบว่าความหนืดของแก้วจะลดลงและค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วจะเพิ่มเล็กน้อยจากการเติม ZnO ในแก้วระบบดังกล่าว นอกจากนี้เมื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของภาคตัดขวางโดยเทคนิค SEM พบว่าแก้ว-เซรามิกไม่เกิดการแตกร้าว ณ บริเวณรอยต่อระหว่างแก้วเชื่อมประสานกับ YSZ และแก้วเชื่อมประสานกับโลหะอินเตอร์คอนเน็คประเภท Crofer22APU

ตาราง 2 ผลของสารประกอบออกไซด์ของธาตุต่อคุณสมบัติของแก้ว (Fergus, 2005:46)

สารประกอบออกไซด์	ผลที่เกิดขึ้น
BaO	เพิ่มค่าประสิทธิภาพการขยายตัวเพราะความร้อน โดยเฉพาะอย่างยิ่งหลังตกผลึก
NiO	เพิ่มอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (T_g)
Cr ₂ O ₃	เพิ่มอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (T_g)
ZrO ₂	ลดค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วระบบที่มี MgO และ BaO เป็นองค์ประกอบ เพิ่มอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้วและอุณหภูมิอ่อนตัว (T_s) ของแก้วระบบเดียวกัน
TiO ₂	ลดค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วระบบที่มี MgO และ BaO
B ₂ O ₃	ลดอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว ของแก้วระบบเดียวกัน ลดความหนืดของแก้ว เพิ่มอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว อุณหภูมิอ่อนตัวและค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อน

การตกผลึก

ในการเตรียมแก้วโดยการผสมส่วนต่าง ๆ เข้าด้วยกัน แล้วนำไปหลอมที่อุณหภูมิสูง เมื่อเย็นตัวลงอย่างรวดเร็วจะได้แก้วในสถานะของแข็งที่มีโครงสร้างอสัณฐานหรือไม่มีโครงสร้างผลึก หากของเหลวนั้นเย็นตัวลงอย่างช้า ๆ จะสามารถทำให้เกิดการตกผลึกได้ง่ายขึ้น นอกเหนือจากนี้ หากนำแก้วไปบำบัดด้วยความร้อน (Heat Treatment) ที่อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมก็สามารถทำให้เกิดการตกผลึกขึ้นในแก้วได้เช่นกัน โดยในกระบวนการการตกผลึกจะประกอบด้วยสองกระบวนการย่อย 2 กระบวนการ คือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการโตของผลึก (Crystal Growth) โดยอัตราการเกิดนิวเคลียสในแก้วและการโตของผลึกในแก้วจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ สามารถแสดงดัง รูป 4



รูป 4 อัตราการเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกในแก้ว (Pompis, 2014)

จากรูป 4 จะเห็นได้ว่า กราฟด้านล่างที่อุณหภูมิต่ำกว่าเป็นกราฟที่แสดงอัตราการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) โดยอัตราการเกิดนิวเคลียสจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จนถึงอุณหภูมิหนึ่ง อัตราการเกิดนิวเคลียสในแก้วจะสูงที่สุด และลดต่ำลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ลักษณะของอัตราการโตของผลึกก็เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน กล่าวคือสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จนมีค่าสูงสุดและอัตราจะลดลงอีกครั้งเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยหากแก้วมีกราฟของอัตราการเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกซ้อนทับกัน (บริเวณที่แรเงา) จะแสดงให้เห็นว่า ณ ช่วงอุณหภูมิดังกล่าวสามารถเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกได้พร้อม ๆ กัน จากกราฟดังกล่าวจะเห็นได้ว่าการตกผลึกในแก้วจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิเป็นหลัก

แก้ว-เซรามิก

แก้ว-เซรามิกเป็นแก้วที่มีผลึกแบบพหุผลึก (Polycrystalline) ซึ่งเกิดจากการผ่านกระบวนการควบคุมการตกผลึกของแก้วโดยการบำบัดด้วยความร้อน (Heat Treatment) ซึ่งจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค (Phase Transformation) ขึ้นในแก้ว การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เกิดขึ้นจะประกอบไปด้วยการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการโตของผลึก (Crystal Growth) โดยสมบัติของแก้ว-เซรามิกที่ได้จะขึ้นอยู่กับชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้วและวัฏภาคของแก้วที่เหลืออยู่ ในบางครั้ง การทำให้แก้วกลายเป็นแก้ว-เซรามิกมักมีการเติมตัวล่อผลึก (Nucleating Agent) บางชนิดลงไปเพื่อให้เกิดเป็นแก้ว-เซรามิกในเวลาที่รวดเร็ว ผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว-เซรามิกควรเป็นผลึกขนาดเล็กและเกิดขึ้นทั่วทั้งแก้ว-เซรามิกเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลที่ดีมากขึ้น (Paul, 1990) ในปัจจุบันการพัฒนาแก้ว-เซรามิกนั้นจะต้องทำให้ (1) มีความแข็งแรงสูง (2) มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนต่ำหรือมีค่าตามต้องการ (3) สามารถทนต่อสารเคมีหรือการกัดกร่อนได้ดีและ (4) มีค่าการนำไฟฟ้าที่เหมาะสม

ข้อสรุปเกี่ยวกับสมบัติและลักษณะเฉพาะของแก้ว-เซรามิก

ด้านโครงสร้างจุลภาค

แก้ว-เซรามิกควรมีขนาดผลึกที่เล็กมากและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้ง แก้ว-เซรามิก ซึ่งขนาดผลึกเฉลี่ยควรน้อยกว่า 1 ไมครอน (Paul, 1990)

ด้านสมบัติทางความร้อน

พบว่าแก้ว-เซรามิกมีสมบัติทางความร้อนที่เปลี่ยนแปลงไปจากแก้วเดิม ยกตัวอย่างค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้ว-เซรามิกจะเปลี่ยนแปลงไปตามชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นตามแสดงดังตาราง 3

ตาราง 3 ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว-เซรามิกระบบต่าง ๆ (Fergus, 2005:46)

ระบบแก้ว	ชนิดของผลึก	ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว เพราะความร้อน ($^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^7$)
Mg-Si-O	Enstatite (MgSiO_3)	70-90
Ca-Si-O	Wollastonite (CaSiO_3)	40-90
	Calcium orthosilicate (Ca_2SiO_4)	100-140
Ba-Si-O	Barium silicate (BaSiO_3)	90-130
	Barium orthosilicate (BaSi_2O_5)	140
Ba-Ca-Si-O	Barium calcium orthosilicate ($\text{Ba}_3\text{CaSi}_2\text{O}_8$)	120-140
Mg-Al-Si-O	Cordierite ($\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$)	10
Sr-Al-Si-O	Hexacelsian ($\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	80-110
	Monocelsian ($\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	30
	Orthocelsian ($\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	50-80
Ba-Al-Si-O	Hexacelsian ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	70-80
	Monocelsian ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	20-30
	Orthocelsian ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)	50-70

ด้านสมบัติเชิงกล

โดยทั่วไปแล้วแก้ว-เซรามิกจะมีความแข็งแรงมากกว่าแก้วและเซรามิกดั้งเดิม (Conventional Ceramic) ดังแสดงในตาราง 4 เนื่องจากแก้วมีความทนต่อการขีดข่วนน้อยกว่าแก้ว-เซรามิกและแก้วยังมีน้ำหนักเบาหนามากกว่าแก้ว-เซรามิก ส่วนในกรณีของเซรามิกดั้งเดิมนั้นจะมีรูพรุนอยู่ภายใน ซึ่งไม่พบในแก้ว-เซรามิก อีกทั้งเมื่อพิจารณาการเติบโตของรอยแตก (Crack

Propagation) แก้วจะมีการเติบโตของรอยแตกทิศทางเดียว ในเซรามิกรอยแตกจะไปตามรอยต่อเกรน ในกรณีของแก้ว-เซรามิกซึ่งมีขนาดเกรนและขนาดผลึกเล็กกว่าจึงทำให้สามารถทนต่อการแตกหักได้มากกว่าทั้งในกรณีของแก้วและเซรามิก อย่างไรก็ตามความแข็งแรงของแก้ว-เซรามิกยังขึ้นอยู่กับองค์ประกอบทางเคมีของแก้วอีกด้วยโดย McMillan (1976: 195) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลของแก้ว-เซรามิกระบบ $\text{Li}_2\text{O}-\text{ZnO}-\text{SiO}_2$ ที่มีการเติม P_2O_5 เป็นตัวลดผลึกและมีการเติม Al_2O_3 แทน ZnO พบว่าความแข็งแรงเชิงกลของแก้ว-เซรามิกเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดผลึกของควอร์ตซ์ขึ้นแทนที่ผลึกของเบตา-สโปดิวไมน (β -Spodumene)

ตาราง 4 ความแข็งแรงของแก้ว แก้ว-เซรามิก และเซรามิก (Paul, 1990)

ชนิดของวัสดุ	มอดุลัสของการแตกหัก (Modulus of Rupture), MPa
แก้ว	0.055-0.069
แก้ว-เซรามิก	0.034-0.069
พอร์ซเลน (ไม่เคลือบ)	0.069-0.083
พอร์ซเลน (เคลือบ)	0.083-0.138

แนวคิด

จากข้อมูลข้างต้น เนื่องจากอิเล็กทรอนิกส์โพลีเมอร์ผลิตมาจากวัสดุเซรามิกออกไซด์ ซึ่งเริ่มเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 700 – 1000 °C) ดังนั้นวัสดุที่ใช้เชื่อมประสานจะต้องเป็นวัสดุสามารถทนต่อความร้อนสูงได้ และต้องมีสมบัติทางความร้อนใกล้เคียงกับแผ่นกั้นระหว่างเซลล์และอิเล็กทรอนิกส์ของแข็ง พบว่าวัสดุประเภทแก้วหรือแก้ว-เซรามิกเป็นตัวเลือกที่ดีที่สุดเนื่องจากสามารถทนต่อความร้อนได้ดีเพราะมีจุดหลอมเหลวสูงกว่าอุณหภูมิปฏิบัติงานของเซลล์เชื้อเพลิง และมีสมบัติทางความร้อนที่ใกล้เคียงกับวัสดุอื่นๆ ที่เป็นส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง แก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงจึงเป็นส่วนประกอบที่สำคัญในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น ดังนั้นจึงมีการวิจัยเพื่อพัฒนาแก้วเชื่อมประสานสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงของแข็งออกไซด์แบบแผ่นจำนวนมาก แต่ยังไม่ได้มีการวิจัยทั้งในเชิงลึกและแพร่หลายในประเทศไทย

สมบัติทางความร้อนประการหนึ่งที่สำคัญที่สุด และเป็นตัวควบคุมระยะเวลาการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิงคือ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อน (Coefficient of Thermal Expansion; CTE) ของแก้วเชื่อมประสาน โดยที่ค่า CTE ควรจะมีค่าต่างจากวัสดุอื่นไม่เกิน $10 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ โดยเมื่อเทียบค่า CTE ของเหล็กกล้าไร้สนิมและของเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งมีค่า CTE อยู่ในช่วง $110 - 120 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (Reddy et al., 2013: 3073)(Church et al., 2007: 334) และ $100 - 120 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ตามลำดับ ค่า CTE ของแก้วเชื่อมประสานหรือแก้ว-เซรามิกเชื่อมประสานควรมีค่าใกล้เคียงกับ $110 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ มากที่สุด โดยมีข้อสรุปประเด็นที่จะทำให้การเชื่อมต่อแก้วและวัสดุอื่นเกิดประสิทธิภาพสูงสุด ไว้ดังนี้ (Shand, 1958)

1. การขยายตัวเชิงเส้น (Linear Expansion) ของแก้วและวัสดุอื่น ๆ จะต้องใกล้เคียงกัน โดยในส่วนของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งนี้จะสนใจในช่วงอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิปฏิบัติการจริง

2. ไม่ควรเกิดฟองก๊าซในแก้วเชื่อมประสานระหว่างเชื่อมต่อ และจุดหลอมเหลวของแก้วไม่ควรต่ำกว่าอุณหภูมิขณะเชื่อมต่อและขณะปฏิบัติงาน

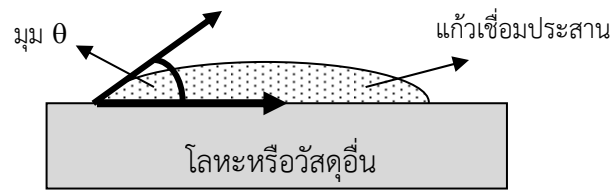
3. ในส่วนของโลหะจะต้องคำนึงถึง

3.1 จุดหลอมตัวของโลหะต้องสูงกว่าอุณหภูมิเชื่อมต่อ

3.2 โลหะนั้นจะต้องไม่มีการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคหรือเปลี่ยนเฟสในช่วงอุณหภูมิปฏิบัติงาน เพื่อให้ไม่ส่งผลกระทบต่อการขยายตัวเชิงเส้นของรอยเชื่อม

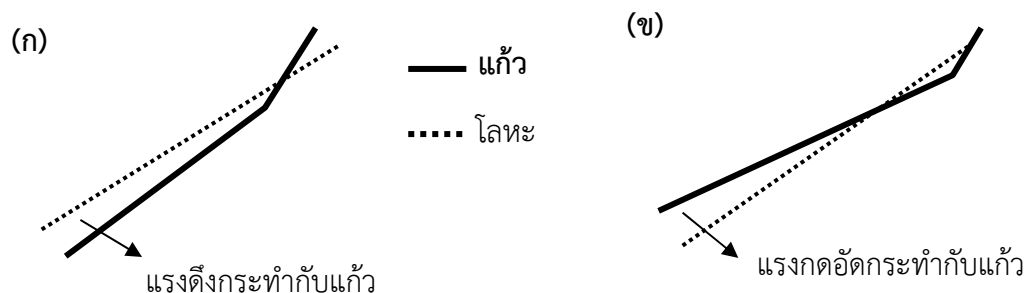
3.3 หากมีการสร้างชั้นออกไซด์ของโลหะ (Pre-oxidise) บนผิวโลหะก่อนการเคลือบ ชั้นออกไซด์นั้นจะต้องยึดติดเป็นอย่างดี

4. ในส่วนของแก้วนั้นจะต้องมีสมบัติการเปียกผิว (Wetting) กล่าวคือจะต้องมีมุม θ ระหว่างแก้วกับผิววัสดุอื่น ๆ ที่ต่ำ (ดังแสดงในรูป 5) หากมุมนี้มากกว่า 50 องศา ความแข็งแรงจะลดลง และยังพบว่า การเชื่อมต่อในบรรยากาศออกซิเดชัน (ออกซิเจนสูง) จะเกิดการเปียกผิวดีกว่าบรรยากาศรีดักชัน (มีออกซิเจนต่ำ)



รูป 5 การเป็ยกผิวของแก้วบน โลหะหรือวัสดุอื่น

Lin et al. (2007: 238) ได้ศึกษาความเค้นคงค้างในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่นด้วยวิธีการจำลอง จากโปรแกรม Finite Element Analysis พบว่าส่วนที่ก่อให้เกิดความเค้นอันเนื่องมาจากความร้อนมากที่สุดคือบริเวณแก้วเชื่อมประสานนี้ ทำให้เกิดรอยร้าวนำไปสู่การรั่วของเซลล์เชื้อเพลิง ส่งผลต่อระยะเวลาการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิง ความเค้นดังกล่าวมีอยู่ 2 ลักษณะคือความเค้นภายใต้แรงดึง (Tension) และความเค้นภายใต้แรงกด (Compression) โดยจะขึ้นอยู่กับค่า CTE ของแก้ว กับวัสดุอื่น ๆ (Partridge, 1949) ยกตัวอย่างในกรณีของแก้วกับโลหะดังรูป 6 หากแก้วมีค่า CTE ต่ำกว่าโลหะมาก ๆ จะเกิดความเค้นภายใต้แรงดึง ส่วนความเค้นภายใต้แรงกดจะเกิดในกรณีที่แก้วมีค่า CTE สูงกว่าโลหะมาก ๆ การเชื่อมประสานแก้วกับโลหะและเซรามิกนั้น ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนเป็นค่าที่สำคัญในการพิจารณาความสามารถในการนำไปใช้งาน



รูป 6 (ก) ความเค้นจากแรงดึง (Tension) และ (ข) ความเค้นจากแรงกด (Compression)

สาเหตุหลักของการรั่ว ณ บริเวณรอยต่อ หรือบริเวณแก้วเชื่อมประสานคือการเกิดผลึกในแก้ว (Crystallisation) โดยขนาดและชนิดของผลึกที่เกิดขึ้น (Reddy et al., 2013: 3073) หากผลึกที่

เกิดขึ้นในแก้วมีค่า CTE แตกต่างไปจากแก้วเดิม จะส่งผลทำให้เกิดความเค้นที่กล่าวมาข้างต้นนำไปสู่การแตกร้าวและการร้าวของเซลล์เชื้อเพลิงในที่สุด ปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อชนิดและลักษณะของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว ได้แก่ องค์ประกอบทางเคมีของแก้ว (Chemical Composition) ชนิดของผลึกที่สามารถเกิดขึ้น (Phase) สัณฐานของผลึกที่เกิดขึ้น (Morphology) และอุณหภูมิตกผลึก (Crystallisation Temperature) เป็นต้น ดังนั้นการควบคุมชนิดและขนาดของผลึกเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่งในการทำให้ระยะเวลาการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิงนานขึ้น

จากงานวิจัยก่อนหน้าของผู้วิจัย (ณัฐพล เล่าห์รอดพันธุ์, 2551)(Laorodphan *et al.*, 2009: 38)(Namwong *et al.*, 2010: 231) พบว่าแก้วองค์ประกอบแบบเรียบบอโรซิลิเกต ($\text{BaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) ซึ่งมีองค์ประกอบหลักคือแบบเรียบออกไซด์ โบรอนออกไซด์ และซิลิกา มีค่า CTE เท่ากับ $111 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ซึ่งอยู่ในช่วงที่ต้องการ แต่เมื่อนำไปเชื่อมต่อกับเหล็กกล้าไร้สนิมและเซรามิกอิเล็กโทรไลต์ชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยอิตเทรียม (YSZ) พบว่าแก้วสามารถทนต่อแรงดันก๊าซ 0.5 บาร์ ที่อุณหภูมิ 800 $^\circ\text{C}$ ได้เพียง 33 ชั่วโมง โดยพบว่าเกิดรอยร้าว ณ รอยต่อแก้วกับชั้นออกไซด์บนผิวโลหะ และจากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผลึกพบว่าผลึกที่เกิดขึ้นมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ ซึ่งส่งผลต่อความแข็งแรงของผลึก อีกทั้งกระบวนการเตรียมผงแก้วก่อนนำมาเชื่อมประสานใช้วิธีการบดด้วยโกร่งบด และคัดขนาดด้วยตะแกรงร่อน ซึ่งขนาดอนุภาคของผงแก้วมีขนาดใหญ่ มีโอกาสเกิดช่องว่างขณะเชื่อมต่อ ส่งผลต่อความแข็งแรงรอยต่อเช่นกัน ดังนั้นการพัฒนาแก้วองค์ประกอบเดิมที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนตามต้องการเพื่อให้ได้แก้วเชื่อมประสานที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งที่มีระยะเวลาการใช้งานนานขึ้น ในงานวิจัยนี้จะมุ่งไปที่การศึกษาเพื่อให้ได้องค์ความรู้เกี่ยวกับการเกิดผลึกในแก้ว เพื่อให้ได้แก้วซึ่งมีผลึกขนาดเล็กและผลึกที่ได้มีค่า CTE อยู่ในช่วง $100\text{-}120 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ เช่นการควบคุมเวลาและอุณหภูมิการตกผลึก หรือ การเติมอนุภาคในช่วงนาโนเพื่อเป็นตัวนิวเคลียสต่อผลึก หรือควบคุมอุณหภูมิการเกิดนิวเคลียส เป็นต้น

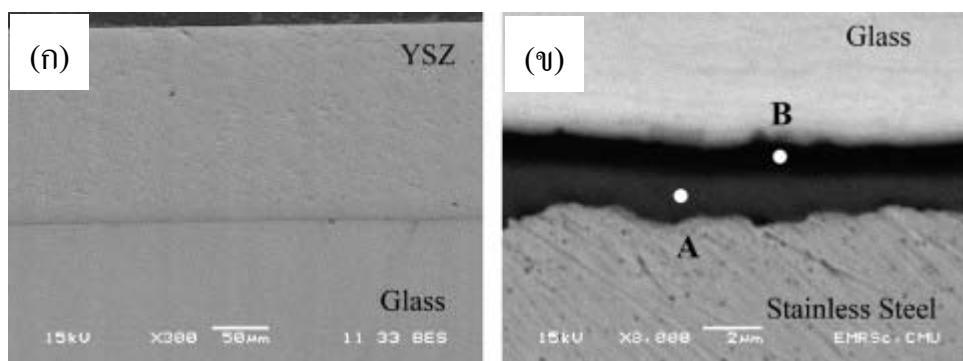
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ระบบแก้วหรือแก้ว-เซรามิกต่าง ๆ ที่มีการศึกษาและรายงานว่าสามารถใช้เป็นแผ่นปิดผนึกในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง ได้รวบรวมแสดงในตาราง 5 ซึ่งจะเห็นได้ว่าระบบแก้วที่มีการศึกษาและพัฒนานั้น แบ่งออกเป็น 2 กลุ่มหลัก คือ อัลคาไลน์เอิร์ทอะลูมิโนซิลิเกต และอะลูมิโนฟอสเฟต

ตาราง 5 งานวิจัยแก้วในระบบต่าง ๆ สำหรับใช้เป็นตัวปิดผนึกในเซลล์เชื้อเพลิงของแข็ง

ระบบแก้ว	CTE(°C ⁻¹)	เอกสารอ้างอิง
BaO-La ₂ O ₃ -Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂	(104-112) x 10 ⁻⁷	(Sohn et al., 2002:103)
SrO-La ₂ O ₃ -Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂	(80-130) x 10 ⁻⁷	(Ley et al., 1996: 1489)
BaO-As ₂ O ₃ -Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂	ไม่มีข้อมูล	(Günther et al., 1997: 746)
AO-Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂ (A=Ba, Ca, Mg)	ไม่มีข้อมูล	(Lahl et al., 1999:1057)
CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂	ไม่มีข้อมูล	(Sakaki et al., 1997: 652)
BaO-CaO-Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂	ไม่มีข้อมูล	(Yang et al., 2003: 213)
BaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂	ไม่มีข้อมูล	(Eichler, 1999: 1101)
CaO-Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂	ไม่มีข้อมูล	(Zhang, 2004: 165)

สำหรับระบบแก้วที่ได้ศึกษาในงานวิจัยก่อนหน้านี้พบว่าแก้วสามารถเชื่อมติดกับเหล็กกล้าไร้สนิมได้ดี โดยสังเกตได้จากภาพอิเล็กตรอนในรูป 7 แสดงให้เห็นว่าไม่มีชั้นเชื่อมประสานเกิดขึ้นระหว่างแก้วและเซรามิกอิเล็กโทรไลต์ YSZ (รูป 7 ก) ส่วนรอยต่อระหว่างแก้วกับโลหะนั้นพบการแพร่ของชั้นโครเมียมออกไซด์ที่ผิวของโลหะเข้าไปในชั้นแก้วดังแสดงด้วยตัวอักษร B ในรูป 7 ข ทำให้เกิดการเชื่อมประสานได้ดีขึ้น โดยชั้นโครเมียมออกไซด์นี้ เกิดจากการออกซิไดซ์ผิวของโลหะก่อน (Pre-oxidise) การเชื่อมต่อ อย่างไรก็ตาม Fergus (2005:46) รายงานว่า ในแก้วระบบที่มีแบเรียมจะทำให้มีโอกาสเกิดผลึกแบเรียมโครเมต (BaCrO₄) ทำให้แก้วอาจเกิดรอยร้าวได้เร็วขึ้นตรงบริเวณชั้นรอยต่อระหว่างแก้วและโลหะ เนื่องจากผลึกแบเรียมโครเมตมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนอยู่ที่ประมาณ $180 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$

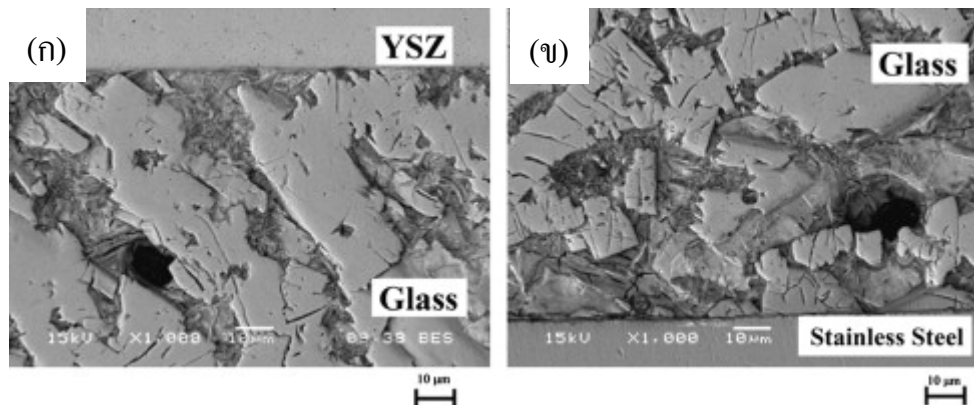


รูป 7 ภาพอิเล็กตรอนของชั้นรอยต่อระหว่างแก้วกับ (ก) YSZ และ (ข) เหล็กกล้าไร้สนิม (Laorodphan et al., 2009: 38)

เนื่องจากการใช้งานแก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงจะทำให้อุณหภูมิสูง ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่แก้วเกิดการตกผลึกที่อุณหภูมินั้นๆ (Isothermal Crystallisation) กลายเป็นวัสดุประเภท แก้ว-เซรามิก โดยผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบทางเคมีของแก้ว ซึ่งสามารถพิจารณาชนิดของผลึกได้จากการวิเคราะห์แผนภาพวัฏภาค (Phase Diagram) ผลึกต่างๆ ที่เกิดขึ้นเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้ระยะเวลาการใช้งานของแก้วเชื่อมประสานสั้นลง ในปัจจุบันจึงได้มีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องเพื่อเพิ่มระยะเวลาการใช้งานของแก้วเชื่อมประสานให้นานขึ้น วิธีหนึ่งคือการควบคุมชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว ด้วยการปรับเปลี่ยนองค์ประกอบของแก้วเพื่อให้เกิดผลึกตามต้องการ ซึ่ง Fergus (2005: 46) ได้สรุปข้อมูลชนิดของผลึกต่าง ๆ ไว้ โดยผลึกที่เกิดในแก้วแล้วไม่ทำให้วัสดุเชื่อมประสานเกิดการเสียหายต้องมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนอยู่ที่ประมาณ $110 - 120 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ผลึกดังกล่าว ได้แก่ ผลึกแคลเซียมอโรซิลิเกต (Ca_2SiO_4) ผลึกแบเรียมซิลิเกต (BaSiO_3) และผลึกแบเรียมแคลเซียมอโรซิลิเกต ($\text{Ba}_3\text{CaSi}_2\text{O}_8$)

สำหรับระบบแก้วที่ได้ศึกษามาก่อนคือแก้วระบบ $\text{BaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (Wang et al., 2013: 127) พบว่าผลึกที่เกิดขึ้นได้แก่ ผลึกแบเรียมอะลูมิเนต (BaAl_2O_4) ผลึกแบเรียมเซอร์โคเนต (BaZrO_3) ในแก้วที่มีการเติมผง YSZ เพื่อเป็นตัวหล่อผลึก และผลึกเฮกซะเซเลเซียน ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) โดยผลึกสองชนิดหลัง ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วลดลง อีกทั้งจากภาพอิเล็กตรอนที่แสดงใน รูป 8 ของรอยต่อที่ผ่านการทดลองการตกผลึกที่อุณหภูมิคงที่ที่ $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$

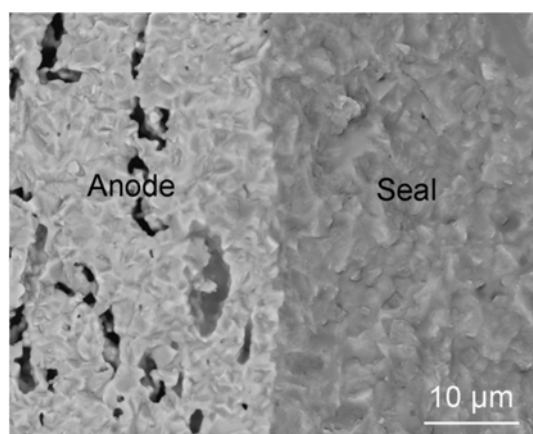
เป็นเวลา 100 ชั่วโมง พบว่า เกิดผลึกที่มีขนาดใหญ่ และไม่สม่ำเสมอของแบเรียมอะลูมินेट และมีผลึกเล็กๆ ของเฮกซะเซลเซเนียนและแบเรียมเซอร์โคเนตแทรกอยู่



รูป 8 ภาพอิเล็กตรอนของรอยต่อที่ผ่านการทดลองการตกผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง

นอกจากนี้ Reddy *et al.* (2013: 3073) ได้ศึกษาการแทนที่แบเรียมออกไซด์ (BaO) ในแก้วระบบแบเรียมซิลิเกตด้วยสตรอนเทียมออกไซด์ (SrO) พบว่าแก้วสามารถเชื่อมประสานได้ดีบนแผ่นโลหะอินเตอร์คอนเน็ค อีกทั้งค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วมีค่าสูงขึ้น โดยอยู่ในช่วง $100 - 113 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ซึ่งเป็นค่าที่ต้องการสำหรับแก้วเชื่อมประสาน เมื่อได้ศึกษาการตกผลึกเพิ่มเติมพบว่าเกิดผลึกขนาดเล็กมาก และมีการกระจายตัวสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน ทำให้เกิดแก้ว-เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงขึ้น ลดโอกาสเกิดรอยร้าวภายในแก้วเชื่อมประสาน นอกจากนี้ในกระบวนการเตรียมแก้วก่อนนำไปเชื่อมต่อ โดย Reddy *et al.* (2013: 3073) ได้ผสมผงแก้วใน 5% โดยปริมาตรของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ โดยมีผงแก้วในสัดส่วนร้อยละ 40

Wang *et al.* (2013:127) ยังได้เตรียมวัสดุเซรามิกคอมโพสิตเพื่อใช้เป็นตัวเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น โดยผสมเซรามิกชนิดอะลูมินา (Al_2O_3) เข้ากับผงแก้วเชื่อมประสานระบบ $\text{B}_2\text{O}_3\text{-BaO-MgO-ZnO-SiO}_2$ ใช้ผงอะลูมินาและผงแก้วที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 1.2 และ 22.8 μm ตามลำดับ โดยปรับเปลี่ยนสัดส่วนของแก้วในองค์ประกอบระหว่าง 20-60 % พบว่าผลึกของที่เกิดขึ้นในแก้ว-เซรามิกมีขนาดเล็ก (ดังรูป 9)



รูป 9 ภาพอิเล็กตรอนของรอยต่อแก้ว-เซรามิกและแผ่นแอโนดในงานวิจัยของ Wang et al. (2013:127)

การร้าวหรือการเสื่อมสภาพของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้นั้นมักเกิดจากการร้าวบริเวณเนื้อแก้วเชื่อมประสานเอง หรือบริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุที่ถูกรวมเชื่อมประสาน เช่น ระหว่างแก้วกับเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ หรือ แก้วกับโลหะอินเตอร์คอนเน็คเป็นต้น โดย Lin et al. (2007: 238) ได้ศึกษาความเค้นอันเนื่องมาจากความร้อนของส่วนประกอบต่าง ๆ ของเซลล์เชื้อเพลิงด้วยโปรแกรม Finite Element Analysis ซึ่งเป็นการจำลองโดยใช้คอมพิวเตอร์ พบว่าแก้วหรือแก้ว-เซรามิกเป็นจุดที่เกิดความเค้นสูงสุดอันเนื่องมาจากความร้อน โดยเกิดมากกว่าส่วนประกอบอื่น ๆ ในเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งทำให้สันนิษฐานได้ว่าการแตกหักหรือการร้าวของเซลล์เชื้อเพลิงน่าจะเกิดจากบริเวณแก้วเชื่อมประสาน ดังนั้นการพัฒนาแก้วเชื่อมประสานจึงเป็นสิ่งที่สำคัญเช่นกันในการใช้งานเซลล์เชื้อเพลิงที่ระยะเวลานานขึ้น

สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือวิเคราะห์และวิธีการวิจัย

สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์

สารเคมีที่ใช้งานการทดลองนี้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้เพื่อให้แก้วมีองค์ประกอบเคมีตามต้องการ โดยใช้วัตถุดิบต่าง ๆ ที่แสดงดังตาราง 6

ตาราง 6 สารเคมีที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการหลอมแก้ว

วัสดุ	สูตรเคมี	คุณภาพ	ผู้ผลิต
แบเรียมคาร์บอเนต	BaCO_3	เกรดวิเคราะห์	UNIVAR
กรดบอริก	H_3BO_3	เกรดวิเคราะห์	UNIVAR
ทรายทะเล	Sea sand; SiO_2	เกรดวิเคราะห์	PANREAC

นอกเหนือจากนี้ในงานวิจัยยังมีส่วนที่เกี่ยวข้องกับการหลอมแก้ว การเทแก้วเพื่อขึ้นรูป และการเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ เทคนิคจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และ เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ ซึ่งใช้อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในการเตรียมดังแสดงในตาราง 7

ตาราง 7 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้งานวิจัย

วัสดุและอุปกรณ์
ถ้วยหลอมอะลูมินา
ถ้วยหลอมแพลทินัม
แผ่นร่อนน้ำแก้วจากพิมพ์เหล็กกล้าไร้สนิม
เตาเผาไฟฟ้า
โถรงบดแกรนิต
กระดาษทราย
ผงขัด

ซึ่งในการวิเคราะห์พฤติกรรมการตกผลึกของแก้วที่สภาวะต่าง ๆ ต้องใช้เครื่องมือในการวิเคราะห์ต่าง ๆ ดังแสดงในตาราง 8

ตาราง 8 เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ

เครื่องมือวิเคราะห์
เครื่องวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคเลเซอร์ดิฟแฟรกชัน (Laser Diffraction Particle Analyser)
เครื่องไดลาโตมิเตอร์ (Dilatometer)
เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence Spectrometer)
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)
เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer)

วิธีการวิจัย

องค์ประกอบของแก้ว

องค์ประกอบของแก้วที่ใช้ในการทดลองนี้นำมาจากการพัฒนาแก้ว-เซรามิกเป็นสารปิดผนึกในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งแบบแผ่น (Laorodphan et al., 2009: 38) ที่มีสมบัติเหมาะสมที่สุดในการเชื่อมประสานกับวัสดุอื่น ๆ ในเซลล์เชื้อเพลิง กล่าวคือเป็นแก้วที่มีค่า

สัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนเท่ากับ $111 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ซึ่งอยู่ในช่วงที่เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน แต่ยังไม่มีการศึกษาพฤติกรรมการตกผลึกของแก้วระบบนี้ ซึ่งแก้วดังกล่าวมีประกอบไปด้วยองค์ประกอบทางเคมีแสดงดังตาราง 9 โดยหลอมองค์ประกอบต่าง ๆ ด้วยเตาหลอมไฟฟ้าซึ่งจะได้กล่าวถึงวิธีการเตรียมในส่วนถัดไป

ตาราง 9 องค์ประกอบทางเคมีของแก้วเพื่อใช้เตรียมวัตถุดิบ

ออกไซด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%)	วัตถุดิบที่ใช้	ปริมาณที่ใช้ เพื่อให้ได้แก้ว 30 กรัม (g)
BaO	75.59	BaCO ₃	29.1858
B ₂ O ₃	17.77	H ₃ BO ₃	9.4696
SiO ₂	6.64	SiO ₂	1.9920

การเตรียมแก้ว

1. ชั่งวัตถุดิบตามอัตราส่วนที่แสดงดังตาราง 9 เพื่อให้ได้แก้วน้ำหนัก 30 กรัม จากนั้นผสมให้เข้ากันในโถรงบดแกรนิต และเทใส่ถ้วยหลอมชนิดอะลูมินาและชนิดพลาทินัม
2. นำส่วนผสมของวัตถุดิบที่อยู่ในถ้วยหลอมเข้าหลอมในเตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 1300 °C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 °C /นาทีก และขึ้นไฟที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
3. เมื่อขึ้นไฟครบตามเวลาที่กำหนด เปิดเตาและใช้คีมโลหะคีบถ้วยหลอมที่มีน้ำแก้วเหลวออกมาโดยเร็ว
4. เทน้ำแก้วใส่แม่พิมพ์โลหะที่เตรียมไว้ดังรูป 10 ทันทีเพื่อให้แก้วเย็นตัวลงเร็วที่สุด โดยแผ่นเหล็กที่วางกั้นในภาพใช้เพื่อป้องกันไม่ให้แก้วแตกและกระเด็น
5. ทิ้งไว้จนกระทั่งแก้วแข็งตัว จึงนำแก้วออกจากแม่พิมพ์โลหะ
6. นำแก้วไปอบอ่อนทันทีในเตาไฟฟ้าที่ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 500 °C โดยอบอ่อนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นปิดเตาอบอ่อน เพื่อให้แก้วเย็นตัวในเตาจนถึงอุณหภูมิห้อง
7. นำชิ้นแก้วที่ได้ไปทดสอบต่อไป



รูป 10 ลักษณะของแม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการทดลอง

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้ว

1. นำแก้วที่ได้ บดเป็นผงละเอียด
2. ผสมผงแก้วที่ได้กับผงเซเลเนียม ในอัตราส่วนผงแก้วต่อผงเซเลเนียมเท่ากับ 3 ต่อ 7 โดยน้ำหนัก
3. อัดส่วนผสมลงในถ้วยอะลูมิเนียมด้วยเครื่องอัด
4. วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วด้วยเทคนิค WD-X-ray Fluorescence ยี่ห้อ Panalytical รุ่น Axios โดยมีแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ คือ Rh 50 kV/1mA

การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของแก้วและศึกษาสัณฐานวิทยา

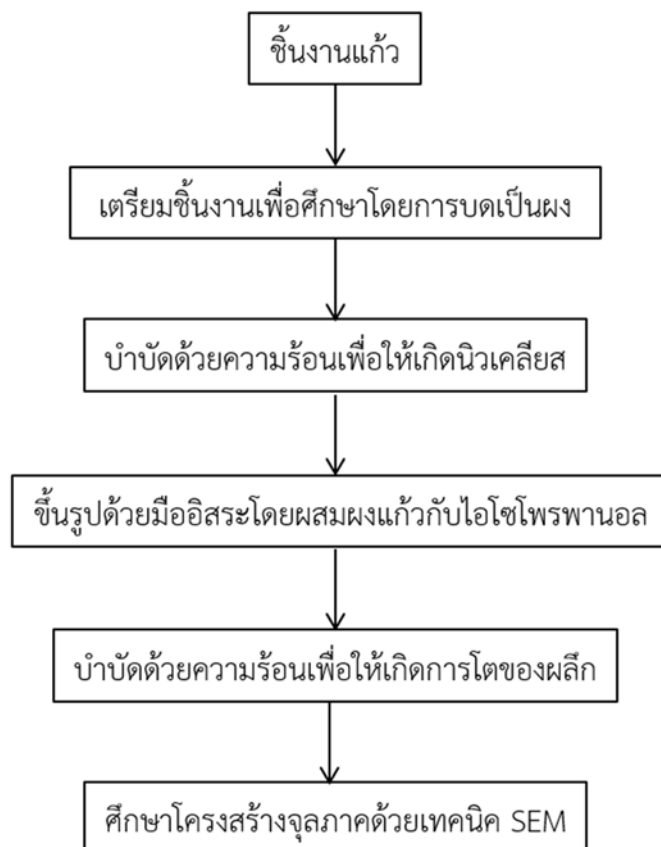
1. นำแก้วที่ได้ บดเป็นผงละเอียด
2. คัดขนาดอนุภาคโดยใช้ตะแกรงร่อนตามมาตรฐาน ASTM โดยเลือกใช้ที่มีรูปเปิดของตะแกรงขนาด 75 ไมครอน และ 38 ไมครอน เลือกเอาขนาดที่ลอดผ่านตะแกรงทั้งสอง
3. นำไปวัดขนาดอนุภาคเฉลี่ย (D[4,3]) โดยเครื่อง Particle Size Analyser ซึ่งใช้ตัวกลางในการวัดเป็นน้ำปราศจากไอออน
4. นำผงแก้วไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของแก้วด้วยเทคนิค ไดลาโตมิเตอร์

1. นำชิ้นแก้วตัวอย่างมาตัดและขัดด้วยกระดาษทรายให้ชิ้นมีรูปทรงสี่เหลี่ยมขนาด 5 x 5 x 50 มิลลิเมตร
2. นำชิ้นงานที่ได้ทดสอบการเปลี่ยนแปลงของแก้วเชิงเส้นเมื่อได้รับความร้อนด้วยเครื่องไดลาโตมิเตอร์จากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิอ่อนตัวของแก้ว และใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 °C ต่อนาที
3. นำข้อมูลที่ได้วิเคราะห์หาอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้วและอุณหภูมิการอ่อนตัวเพื่อใช้ในการออกแบบการทดลองเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำให้เกิดนิวเคลียสต่อไป

การศึกษาพฤติกรรมการตกผลึกของแก้ว

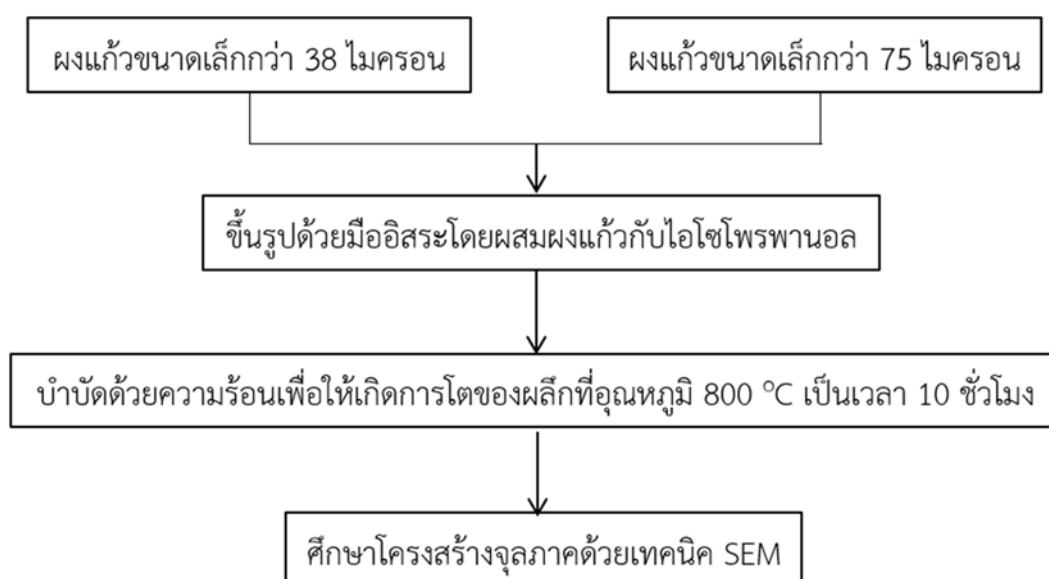
การศึกษาพฤติกรรมการตกผลึกของแก้วในการทดลองนี้แบ่งออกเป็น 3 ตอน โดยในแต่ละตอนจะมีวิธีการ โดยสรุปดังรูป 11



รูป 11 วิธีการศึกษาการตกผลึกโดยสรุป

ตอนที่ 1 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคของผงแก้วต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

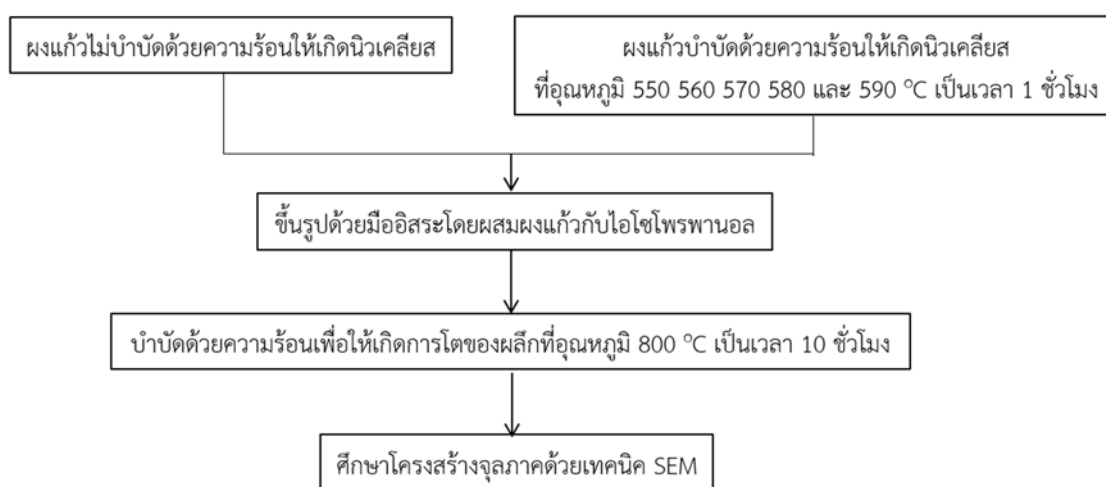
การทดลองในตอนนี้จะศึกษาอนุภาคที่มีขนาดต่างกัน 2 ช่วง กล่าวคือ อนุภาคที่ลอดผ่านตะแกรงมาตรฐานที่มีรูเปิดขนาด 38 ไมครอน (เล็กกว่า 38 ไมครอน) และ อนุภาคที่ลอดผ่านตะแกรงมาตรฐานที่มีรูเปิดขนาด 75 ไมครอน (เล็กกว่า 75 ไมครอน) และศึกษาผลของขนาดผงแก้วต่อพฤติกรรมของการตกผลึกของแก้วกลายเป็นแก้ว-เซรามิกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เนื่องจากเป็นอุณหภูมิปฏิบัติงานของเซลล์เชื้อเพลิงของแข็งออกไซด์แบบแผ่น วิธีการทดลองโดยสรุปแสดงดังรูป 12



รูป 12 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคผงแก้วต่อพฤติกรรมของการตกผลึก

ตอนที่ 2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

จากผลการทดลองการหาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคไดลาโตมิเตอร์ สามารถนำผลการทดลองมาเป็นแนวทางในการเลือกอุณหภูมิที่คาดว่าจะเกิดนิวเคลียสขึ้นในแก้ว ซึ่งคาดว่าจะเป็อุณหภูมิที่อยู่ในช่วงระหว่างอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (T_g) และอุณหภูมิการอ่อนตัวของแก้ว (T_s) ดังนั้นในการทดลองนี้จึงนำผงแก้วที่มีขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอนไปบำบัดด้วยความร้อน (Heat Treatment) ที่อุณหภูมิ 550 560 570 580 และ 590 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนไปทำให้เกิดผลึกโดยการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผลึกที่เกิดขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) การทดลองในส่วนนี้ทำการทดลองเทียบกับผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน วิธีการทดลองโดยสรุปแสดงดังรูป 13



รูป 13 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้บำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสต่อพฤติกรรมการตกผลึกของแก้ว-เซรามิก

ตอนที่ 3 การศึกษาผลของเวลาที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

ในการทดลองส่วนนี้ได้้นำผงแก้วที่มีขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอนไปบำบัดด้วยความร้อน (Heat Treatment) ที่อุณหภูมิ 550 560 570 580 และ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนไปทำให้เกิดผลึกโดยการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผลึกที่เกิดขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งจะใช้เปรียบเทียบผลการทดลองกับการทดลองในตอนที่ 2 ที่กล่าวมาแล้วข้างต้น เพื่อศึกษาของเวลาการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

การเตรียมแก้วเพื่อศึกษาชนิดของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction)

1. นำแก้ว-เซรามิกที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง มาบดให้ละเอียดด้วยโกร้งบด ซึ่งเลือกทำเฉพาะแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ไม่บำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียส และ ผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 560 570 580 และ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เท่านั้น
2. นำผงแก้วที่ได้ไปทดสอบชนิดของผลึกด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ โดยบรรจุลงในที่ใช้ใช้งาน (Sample Holder) ทำผิวหน้าให้เรียบด้วยกระดาษไล่
3. วิเคราะห์จากมุม 2θ เท่ากับ 10 ถึง 60 องศา

การหาความหนาแน่นของชิ้นงาน

เตรียมตัวอย่างแก้ว-เซรามิกที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่เตรียมในสถานะต่าง ๆ ไปหาความหนาแน่นด้วยเครื่องชั่งที่มีชุดอุปกรณ์หาความหนาแน่น (Density-kit) โดยใช้หลักของอาร์คิมิดีส (Archimedes Principle) ดังรูป 14 โดยใช้ตัวกลางของเหลวคือน้ำปราศจากไอออน ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. เทน้ำลงในภาชนะรองรับให้ระดับของของเหลวอยู่เหนือตะกร้าสำหรับวางตัวอย่างของแข็ง
2. ชั่งตัวอย่างในอากาศโดยวางบนถาดชั่งน้ำหนัก จนน้ำหนักของตัวอย่างคงที่แล้วจดบันทึกน้ำหนัก
3. ชั่งตัวอย่างในตัวกลางที่เป็นของเหลวโดยใช้คีมวางลงบนตะกร้า จนน้ำหนักของตัวอย่างคงที่แล้วจดบันทึกน้ำหนัก
4. จดบันทึกอุณหภูมิของของเหลวขณะทำการทดลอง
5. ทำการทดลองซ้ำจำนวน 3 ซ้ำงานเพื่อคำนวณค่าความคลาดเคลื่อนทางสถิติ
6. คำนวณความหนาแน่นจากสมการ 3

$$\rho = \frac{w_a}{(w_a - w_f)} \times \rho_f \quad (3)$$

เมื่อ ρ คือ ความหนาแน่นของวัสดุที่ต้องการหา

w_a คือ น้ำหนักของวัสดุที่ชั่งในอากาศ

w_f คือ น้ำหนักของวัสดุที่ชั่งในตัวกลางของเหลวที่ทราบความหนาแน่น (ρ_f)
แน่นอน



รูป 14 ชุดหาความหนาแน่น (Density Kit) ที่สามารถต่อเข้ากับเครื่องชั่งวิเคราะห์ 4 ตำแหน่ง

การศึกษาความเป็นไปได้ในการเชื่อมต่อกับอิเล็กโทรไลต์ของแข็งชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (YSZ)

การทดลองนี้ทำเพื่อเปรียบเทียบการเชื่อมต่อผงแก้วกับเซรามิกอิเล็กโทรไลต์ประเภทเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (Yttria Stabilised Zirconia; YSZ) โดยเลือกผงแก้ว 3 ชนิด ได้แก่ ผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน ผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และ ผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำผงแก้วผสมกับไอโซโพรพานอลให้มีลักษณะข้น (Paste)
2. นำไปวางบนแผ่น YSZ ให้มีขนาดกว้าง x ยาว x สูง ประมาณ 0.5 x 0.5 x 0.5 เซนติเมตร รอจนแห้ง
3. นำเข้าเตาให้ความร้อนเพื่อเชื่อมต่อ ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 °C ต่อนาที
4. รอให้เย็นตัวลงนำมาสังเกตผลการเชื่อมต่อเบื้องต้นว่าเกิดรอยร้าวหรือไม่ แก้วมีการเปื่อยผิวยหรือไม่ และเกิดการเชื่อมต่อระหว่างแก้วกับ YSZ หรือไม่

ในการทดลองส่วนต่อไปจะเป็นการจำลองการใช้งาน โดยแก้วจะทำให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 30 ชั่วโมง โดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องถึง 800 °C ในอัตราเร็ว 10 °C ต่อนาที รอให้เย็นตัว จากนั้นสังเกตผลการเปลี่ยนแปลงของการเชื่อมต่อเบื้องต้นว่าเกิดรอยร้าวหรือไม่ ลักษณะของแก้วเปลี่ยนไปหรือไม่ เป็นต้น

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

ผลการเตรียมแก้ว

จากการหลอมแก้วที่มีองค์ประกอบทางเคมีต่าง ๆ พบว่า แก้ว ที่หลอมในถ้วยแพลทินัมไม่สามารถทำให้เกิดแก้วได้อย่างเป็นเนื้อเดียวกัน โดยจะมีผลึกสีขาวปนอยู่กับบริเวณที่เป็นแก้วใส ดังรูป 15 ซึ่งแตกต่างจากแก้วที่หลอมในถ้วยอะลูมินา ซึ่งได้ชิ้นงานแก้วที่มีลักษณะใส ไม่มีสีและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ผลการหลอมสามารถสรุปได้ดังตาราง 10 ทั้งนี้คาดว่าแก้วที่ได้จากการหลอมในถ้วยอะลูมินาจะมีองค์ประกอบของอะลูมินาจากถ้วยหลอมปนเข้ามากับแก้ว ทำให้แก้วมีความเสถียรมากขึ้น ส่งผลให้อัตราการเย็นตัวที่ใช้เตรียมแก้วไม่เกิดการตกผลึก ในขณะที่แก้วที่ไม่มีองค์ประกอบของอะลูมินาอาจทำให้การตกผลึกในแก้วเกิดได้ง่ายขึ้น

ตาราง 10 ลักษณะของน้ำแก้วและแก้ว

ภาชนะ	การหลอมตัว	การไหลตัว	ความเป็นเนื้อเดียว	ลักษณะแก้ว
ถ้วยแพลทินัม	✓	✓	✗	ขาวขุ่นปนกับส่วนที่มีความใส
ถ้วยอะลูมินา	✓	✓	✓	ใส ไม่มีสี



รูป 15 ชิ้นงานที่หลอมในถ้วยแพลทินัม

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้ว

จากผลการทดลองข้างต้นแสดงให้เห็นว่าได้ตัวอย่างแก้วเพียงกรณีเดียว คือ กรณีที่หลอมองค์ประกอบต่าง ๆ ในถ้วยอะลูมินา ดังนั้นการทดลองในส่วนนี้จึงนำตัวอย่างแก้วที่ได้ไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence; XRF) พบว่ามีปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) เพิ่มขึ้นมาจากองค์ประกอบที่เป็นวัตถุดิบการหลอมแก้วในปริมาณสูง (ประมาณ 12 %) อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าไม่สามารถตรวจวัดปริมาณโบรอนออกไซด์ (B_2O_3) โดยผลการทดลอง ทั้งนี้ยังมีการรายงานผลของสารประกอบออกไซด์ที่มีปริมาณน้อยมาก (น้อยกว่า 1 %) ได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) โดยผลการวิเคราะห์ทั้งหมดแสดงดังตาราง 11

จะเห็นได้ว่าแก้วที่ได้จากการหลอมส่วนผสมในถ้วยอะลูมินามีปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ปนเปื้อนเข้าในแก้ว ซึ่งมาจากการละลายของวัสดุที่เป็นถ้วยหลอมปนเข้ามากับน้ำแก้ว หลอมขณะหลอมเหลวที่อุณหภูมิสูง ซึ่งน่าจะเป็นสาเหตุที่ทำให้การหลอมในถ้วยทั้งสองประเภทให้ผลที่แตกต่างกัน ดังที่กล่าวมาแล้ว

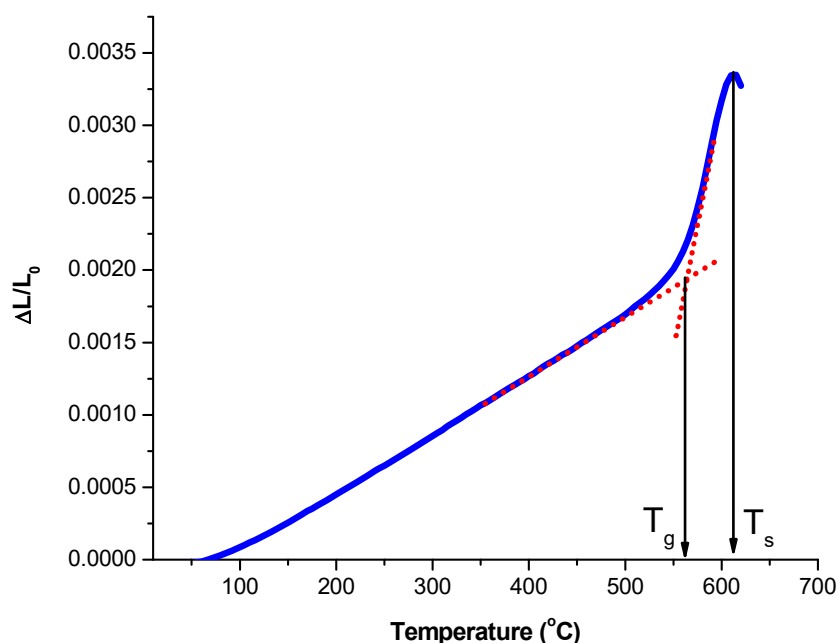
นอกจากนั้นจากตาราง 11 ยังพบว่าปริมาณโบรอนออกไซด์ในแก้วไม่สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคทางเอ็กซ์เรย์ที่ผู้วิจัยสามารถเข้าถึงได้ ทำให้ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วคลาดเคลื่อน

ตาราง 11 องค์ประกอบทางเคมีของแก้วจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์

ธาตุ	สารประกอบ	ปริมาณ (%)
Mg	MgO	0.239
Al	Al_2O_3	12.565
Si	SiO_2	5.115
K	K_2O	0.042
Ca	CaO	0.275
Fe	Fe_2O_3	0.198
Ba	BaO	81.567

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของแก้ว

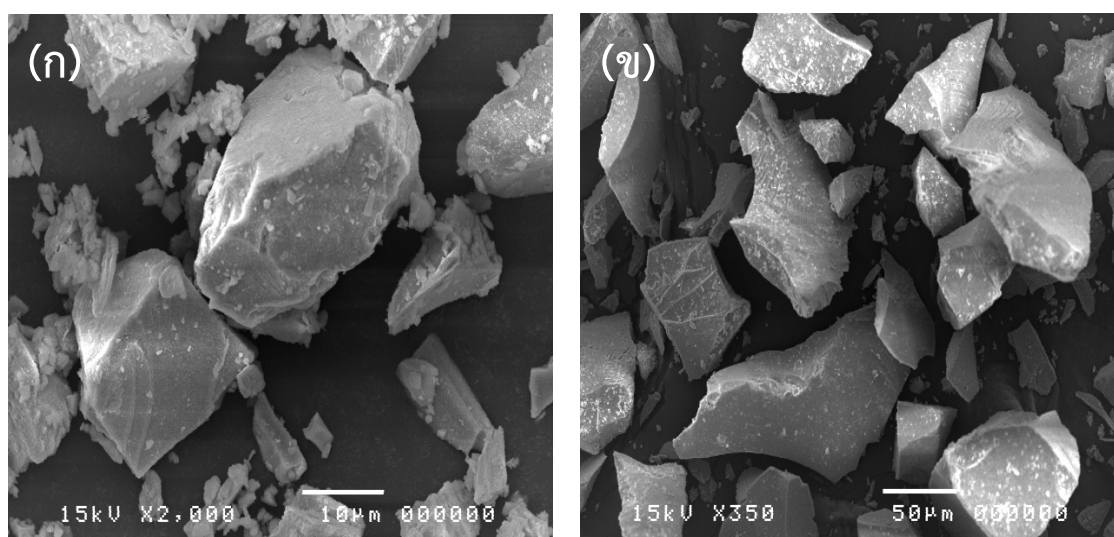
จากผลการทดสอบสมบัติของแก้วด้วยเครื่องไดลาโตมิเตอร์ ได้ผลของสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงเส้น ($\Delta L/L_0$) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แสดงดังรูป 16 ซึ่งจากกราฟความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถหาอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (Glass Transition Temperature; T_g) จากการลากเส้นสัมผัสกราฟ ณ บริเวณที่กราฟมีการเปลี่ยนแปลงความชัน (เส้นประ) ซึ่งจุดตัดแสดงอุณหภูมิ T_g ที่วัดได้โดยเทคนิคไดลาโตมิเตอร์ ซึ่งมีค่าประมาณ 562°C และอุณหภูมิอ่อนตัวไดลาโตเมตริก (Dilatometric Softening Temperature; T_s) ซึ่งเป็นจุดวกกลับของกราฟที่มีการเปลี่ยนความชันของกราฟจากความชันค่าบวกเป็นค่าลบ ซึ่งมีค่าประมาณ 613°C โดยอุณหภูมิทั้งสองใช้เป็นแนวทางในการออกแบบการทดลองเพื่อศึกษาอุณหภูมิในการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียส ซึ่งกำหนดให้อยู่ในช่วงของ T_g ถึง T_s เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่แก้วจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูงกว่าอัตราการโตของผลึก ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เลือกทดลองบำบัดผงบแก้วด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 560 570 580 และ 590°C เพื่อศึกษาความแตกต่างของผลึกที่เกิดขึ้นในกลาสเซรามิก



รูป 16 สัมประสิทธิ์การขยายตัวเพราะความร้อนของแก้วที่อุณหภูมิใด ๆ แสดงให้เห็นอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (Glass Transition Temperature; T_g) และอุณหภูมิอ่อนตัวไดลาโตเมตริก (Dilatometric Softening Temperature; T_s)

ลักษณะอนุภาคและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงแก้ว

ผงแก้วที่ลอดผ่านตะแกรงมาตรฐานที่มีขนาดรูเปิดเท่ากับ 38 ไมครอนและ 75 ไมครอน ถูกนำไปศึกษาสัณฐานวิทยาของผงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงดังรูป 17 ก และ 17 ข ตามลำดับ พบว่าผงแก้วที่ลอดผ่านตะแกรงขนาด 38 ไมครอนจะมีความกลมมนมากกว่าผงแก้วที่ผ่านตะแกรงขนาด 75 ไมครอน ซึ่งจะมีลักษณะแหลมคมมากกว่า และมีความเป็นแผ่นมากกว่า อีกทั้งจะเห็นได้ว่าขนาดเฉลี่ยของอนุภาคที่ลอดผ่านตะแกรงขนาด 38 ไมครอนจะมีขนาดที่ใกล้เคียงกัน แม้ว่าจะมีผงขนาดเล็กมาก (ประมาณ 1 ไมครอน หรือน้อยกว่า) เกาะกลุ่มกันอยู่ และเมื่อนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (D[4,3]) ด้วยเทคนิคเลเซอร์ดิฟแฟรกชัน พบว่ามีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 31.27 และ 43.66 ไมครอน ตามลำดับ



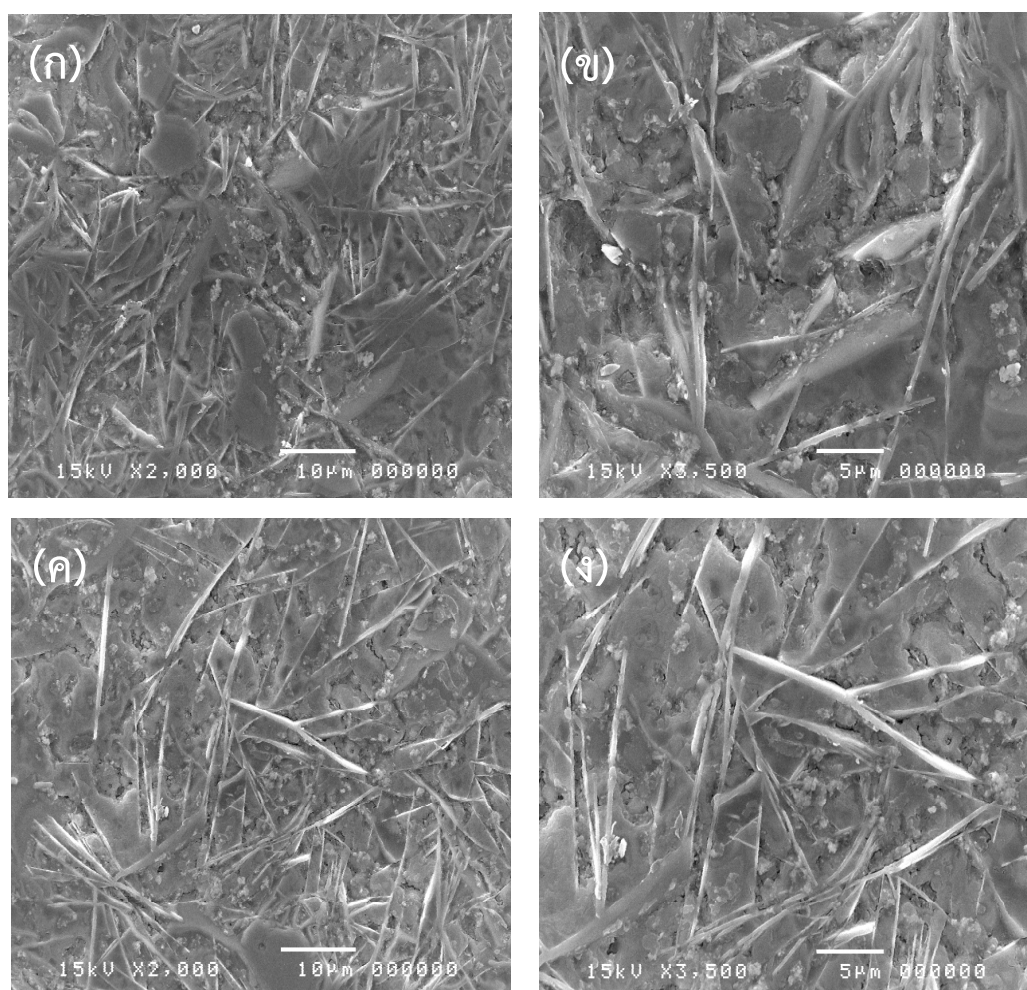
รูป 17 ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SEI) ของผงแก้ว (ก) ที่ลอดผ่านตะแกรงที่มีรูเปิดขนาด 38 ไมครอน และ (ข) ที่ลอดผ่านตะแกรงที่มีรูเปิดขนาด 75 ไมครอน

การศึกษาพฤติกรรมการตกผลึกของแก้ว

ตอนที่ 1 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคของผงแก้วต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

จากการนำผงแก้วสองขนาด คือขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอน และขนาดเล็กกว่า 75 ไมครอน ผสมกับไอโซโพรพานอลเพื่อขึ้นรูปด้วยมืออิสระให้ผงแก้วเกาะกันเป็นรูปทรงเหลี่ยม และนำไปบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของแก้วด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยพิจารณาภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image; SEI) พบว่าเกิดผลึกรูปทรงคล้ายเข็มขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ทุกทิศทาง ซึ่งชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วทั้งสองขนาดเกิดผลึกที่มีลักษณะคล้ายกัน อย่างไรก็ตามจะสังเกตเห็นได้ว่าชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่มีขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอนนั้นเกิดผลึกรูปเข็มกระจายอยู่อย่างหนาแน่นมากกว่า (รูป 18 ก) เมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่มีขนาดเล็กกว่า 75 ไมครอน (รูป 18 ค) อีกทั้งเมื่อพิจารณารูป 18 ข และ 18 ง ซึ่งเป็นภาพ SEI ที่กำลังขยาย 3500 เท่า พบว่าการเชื่อมต่อของเม็ดอนุภาคเกิดขึ้น

จะเห็นได้ว่าแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอน มีปริมาณผลึกสูงกว่าแสดงให้เห็นว่าอัตราการเกิดผลึกในแก้วที่มีขนาดเล็กจะเกิดขึ้นได้เร็วกว่าผงแก้วที่มีขนาดใหญ่กว่า ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการได้รับความร้อนที่ทั่วถึงและรวดเร็วกว่าในกรณีที่ใช้ผงแก้วขนาดเล็ก ซึ่งปริมาณผลึกที่หนาแน่นกว่านี้น่าจะทำให้แก้ว-เซรามิกที่ได้มีความหนาแน่นสูงขึ้น ซึ่งส่งผลต่อความแน่นตัวของผลึกที่ส่งผลโดยตรงต่อการรั่วของแก้ว-เซรามิกเชื่อมประสานสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งที่ปฏิบัติงานภายใต้สภาวะแรงดันก๊าซที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ผงแก้วที่มีขนาดเล็กเพื่อศึกษาปัจจัยอื่น ๆ ที่มีผลต่อพฤติกรรมการตกผลึกต่อไป



รูป 18 ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอนที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส (ก) ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ (ข) ที่กำลังขยาย 3,500 เท่า และจากผงแก้วจากแก้วขนาดเล็กกว่า 75 ไมครอนที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส (ค) ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ (ง) ที่กำลังขยาย 3,500 เท่า

ตอนที่ 2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

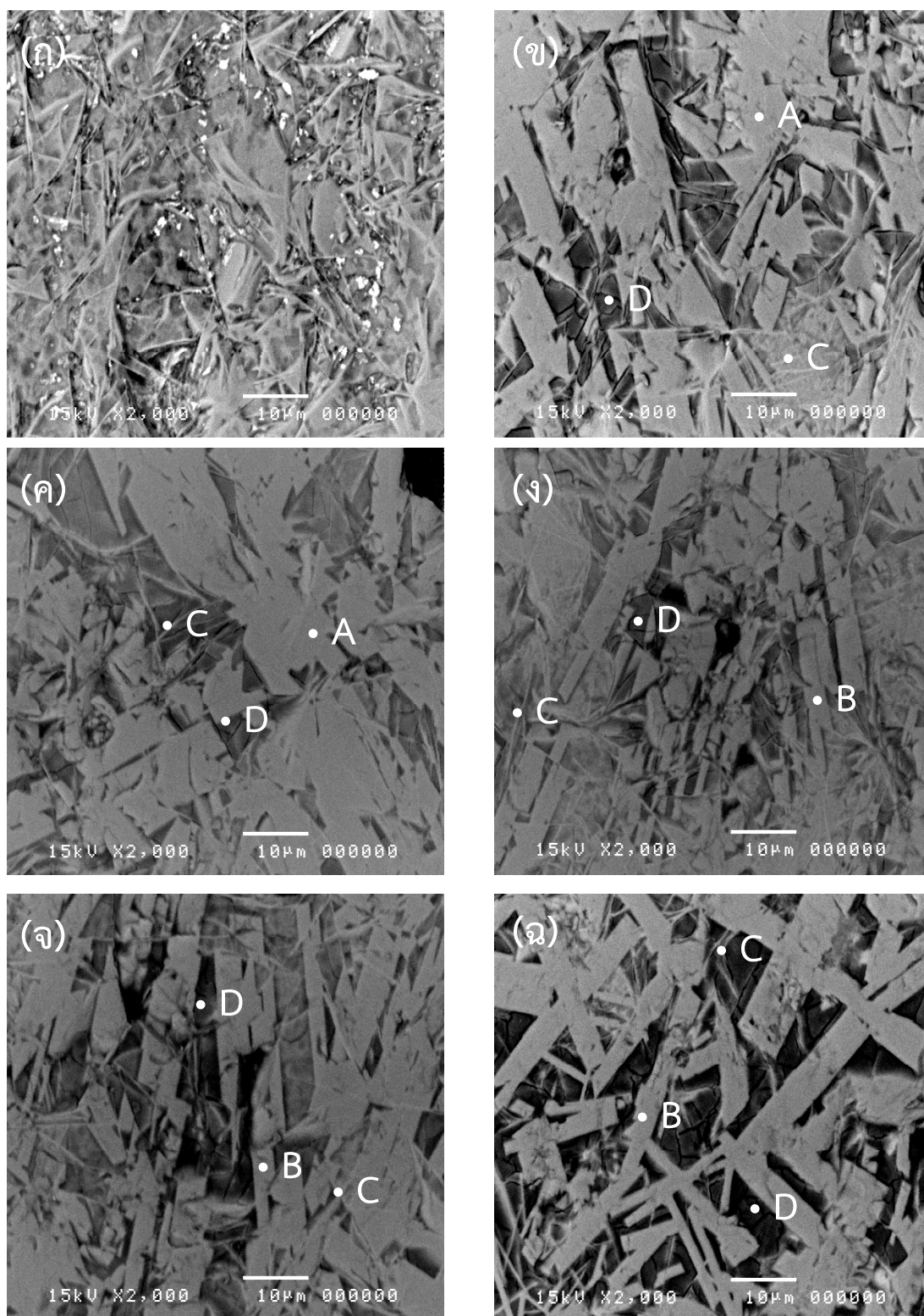
จากผลการทดลองข้างต้นในตอนต้นที่ 1 ผู้วิจัยจึงสนใจศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่าง ๆ กัน ดังนี้ 550, 560, 570, 580 และ 590 °C โดยบำบัดที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลาเท่ากัน คือ 1 ชั่วโมง โดยเทียบกับผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน จากนั้นนำไปบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้าง

จุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลการทดลองแสดงดังรูป 19 พบว่าในชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนพบลักษณะเฟสอยู่ 2 เฟสที่มีความแตกต่างกัน คือ ผลึกที่มีลักษณะเป็นแท่งคล้ายเข็มและบริเวณที่เป็นพื้น โดยทั้งสองเฟสมีความเข้มของสีซึ่งแสดงถึงปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของแต่ละเฟสอยู่ใกล้เคียงกัน (ปรากฏสีที่มีความเข้มใกล้เคียงกัน) แสดงให้เห็นว่าเฟสทั้งสองเฟสมีองค์ประกอบทางเคมีที่มีความแตกต่างของปริมาณธาตุแบเรียมอยู่ไม่มาก ซึ่งเป็นธาตุแบเรียมเป็นธาตุที่มีจำนวนอิเล็กตรอนสูงซึ่งควรเห็นจากภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับมีลักษณะสว่างกว่า

ส่วนชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะมีลักษณะของเฟสที่แตกต่างกันอยู่ 3 ลักษณะในปริมาณที่แตกต่างกันไม่มากนัก ได้แก่ ผลึกรูปร่างเป็นเหลี่ยม (จุด A และ จุด B) ผลึกรูปเข็ม (จุด C) และบริเวณพื้นที่ความมืดกว่า (จุด C) อย่างไรก็ตามการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิต่ำ (550 และ 560 °C) ผลึกที่มีลักษณะเป็นเหลี่ยมมีสมมาตรต่ำกว่า (จุด A) เมื่อเทียบกับการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูง (570 580 และ 590 °C) โดยผลึกรูปเหลี่ยมจะมีสมมาตรมากขึ้น โดยมีรูปร่างเป็นทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า (จุด B) ทั้งนี้คาดว่าผลึกรูปทรงเหลี่ยมน่าจะเป็นผลึกที่มีปริมาณหรือมีส่วนส่วนของแบเรียมสูงที่สุด เนื่องจากปรากฏสว่างกว่าเมื่อเทียบกับบริเวณอื่น ๆ นอกจากนี้ยังพบว่าเฟสพื้น (จุด C) น่าจะเป็นบริเวณที่มีแบเรียมต่ำสุด โดยเฟสดังกล่าวอาจเป็นเฟสของแก้วที่เหลืออยู่หลังตกผลึก หรือ อาจเป็นเฟสของผลึกที่เกิดขึ้นช้าที่สุดจากของเหลวที่มีปริมาณแบเรียมต่ำ

เมื่อพิจารณาผลึกที่มีลักษณะเป็นเหลี่ยมในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่ำนั้นพบว่าขนาดของผลึกรูปเหลี่ยม (จุด A และ B) จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสสูงขึ้น (เทียบระหว่างชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 และ 560 °C และ อุณหภูมิ 570 580 และ 590 °C) และเมื่อพิจารณาในทุก ๆ ชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนก่อนนำไปตกผลึก พบว่าสัดส่วนของผลึกทรงเหลี่ยมจะมีปริมาณมากที่สุด ส่วนผลึกรูปเข็ม (จุด C) นั้นจะพบในปริมาณต่ำสุด

จากรูป 19 สามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิการทำให้เกิดนิวเคลียสมีผลต่อพฤติกรรมการตกผลึกในแก้ว-เซรามิก ทั้งในเชิงปริมาณของผลึกที่เกิดขึ้น อัตราเร็วของการเกิดผลึก รวมไปถึงชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นอีกด้วย

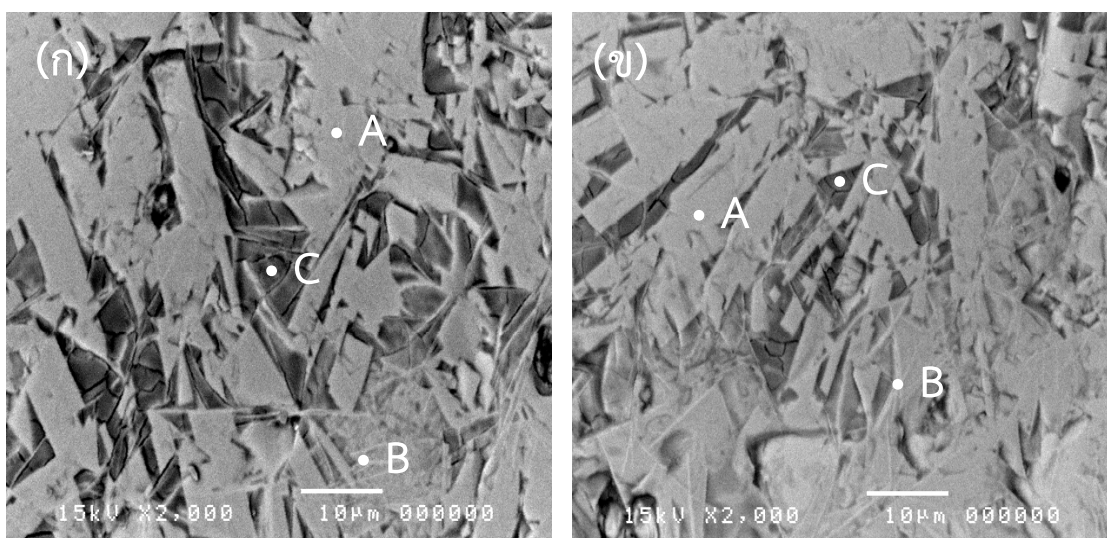


รูป 19 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วขนาดเล็กกว่า 38 ไมครอน (ก) ที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส (ข) บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 (ค) 560 (ง) 570 (จ) 580 และ (ฉ) 590 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ตอนที่ 3 การศึกษาผลของเวลาที่ทำให้เกิดนิวเคลียสต่อลักษณะของผลึกในแก้ว-เซรามิก

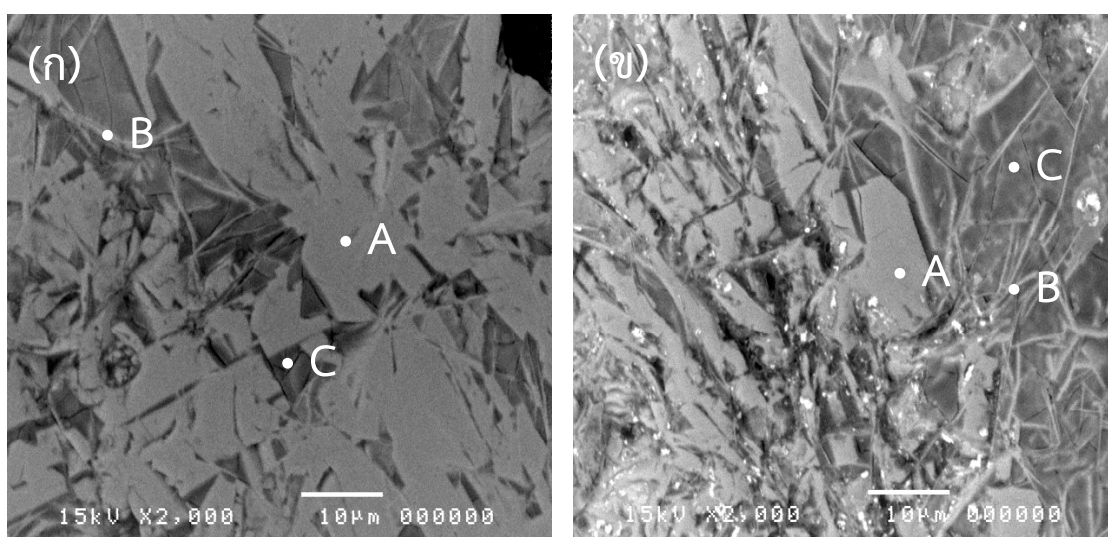
เมื่อนำผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 550 560 570 580 และ 590 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ไปบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และนำไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า

แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง มีโครงสร้างจุลภาคแสดงดังรูป 20 ก และ 20 ข ตามลำดับ พบว่ามีลักษณะของผลึกที่เกิดขึ้นคล้ายกัน คือ พบผลึกที่มีรูปเหลี่ยม (จุด A) ผลึกที่มีรูปร่างคล้ายเข็ม (จุด B) และเฟสที่เป็นพื้นที่มีสีมืดกว่า (จุด C) อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าปริมาณเฟสที่เป็นบริเวณที่มีสีมืดกว่าจะมีปริมาณน้อยกว่าในชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนให้เกิดนิวเคลียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง



รูป 20 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

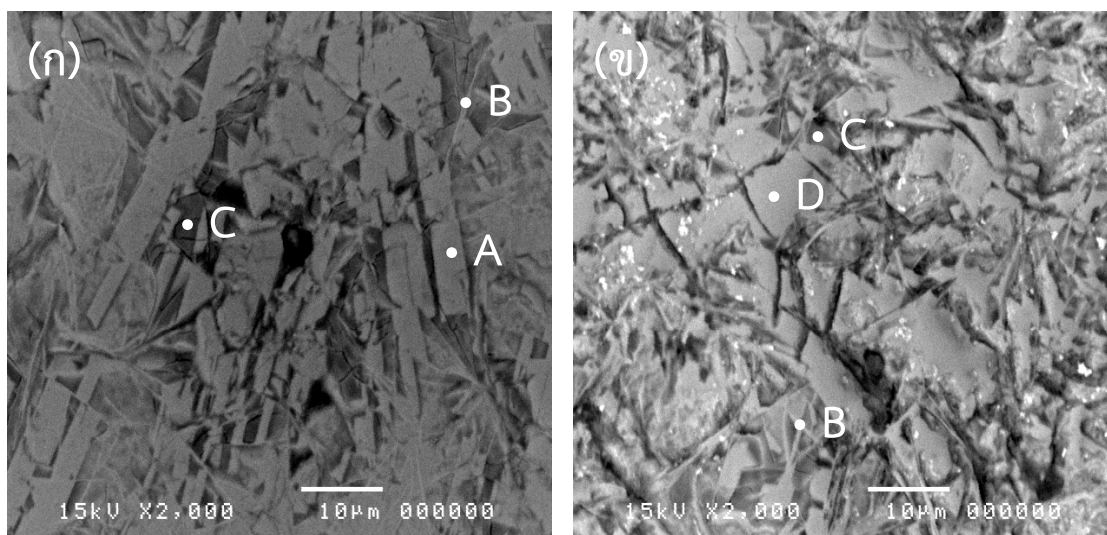
แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง มีโครงสร้างจุลภาคแสดงดังรูป 21 ก และ 21 ข ตามลำดับ พบผลึกหรือเฟสต่าง ๆ มีความคล้ายกัน คือ พบผลึกที่มีลักษณะเป็นเหลี่ยม (จุด A) ผลึกรูปเข็ม (จุด B) และ เฟสพื้นที่มีลักษณะมืดกว่า (จุด C) โดยที่เวลา 1 ชั่วโมง ผลึกที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมไม่ต่อเนื่อง (จุด A) จะมีปริมาณมากกว่าและมีขนาดใหญ่กว่าแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดที่ 3 ชั่วโมง ในทางกลับกันผลึกรูปเข็ม (จุด B) จะพบมากกว่าในชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดที่ 3 ชั่วโมง



รูป 21 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง มีโครงสร้างจุลภาคแสดงดังรูป 22 ก และ 22 ข ตามลำดับ พบผลึกหรือเฟสต่าง ๆ ดังนี้ ในชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะพบผลึกทรงเหลี่ยมที่มีความสมมาตร (จุด A) ผลึกรูปเข็ม (จุด B) และเฟสที่มีความมืดกว่า (จุด C) ส่วนที่เวลา 3 ชั่วโมง

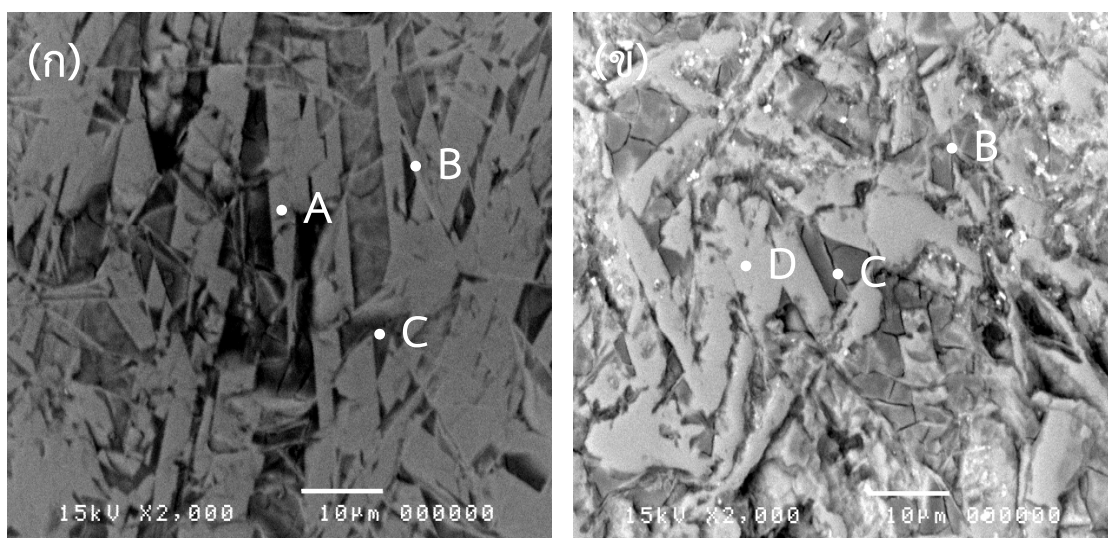
พบว่าผลึกรูปทรงเหลี่ยมมีความสมมาตรต่ำลง (จุด D) นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าผลึกรูปเข็มจะมีปริมาณมากกว่าในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูป 22 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

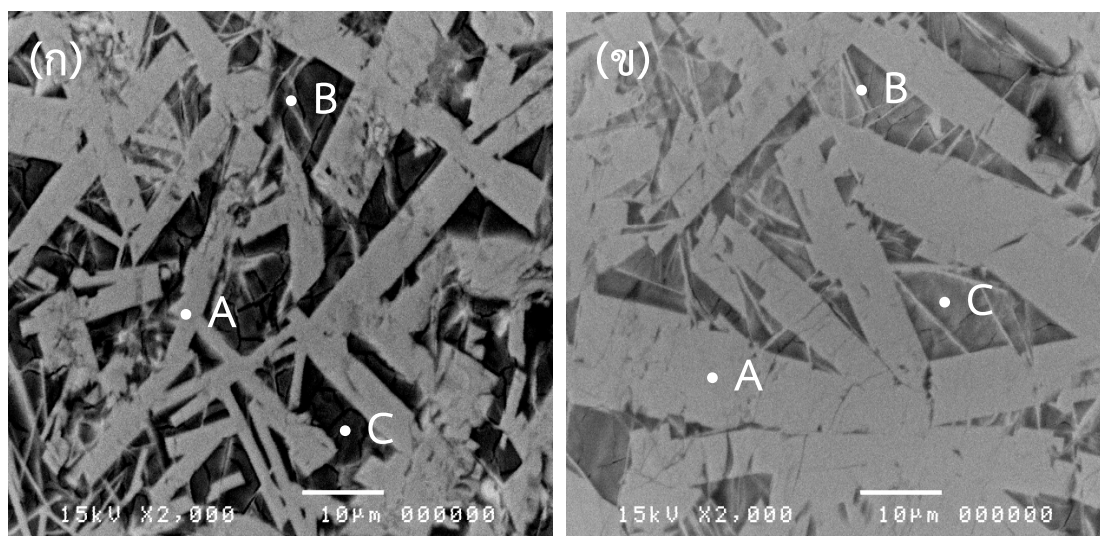
แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 580 °C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง มีโครงสร้างจุลภาคแสดงดังรูป 23 ก และ 23 ข ตามลำดับ พบผลึกหรือเฟสต่าง ๆ ดังนี้ ในชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะพบผลึกทรงเหลี่ยมที่มีความสมมาตร (จุด A) ผลึกรูปเข็ม (จุด B) และเฟสที่มีความมืดกว่า (จุด C) คล้ายกับผลที่ได้จากชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แต่ลักษณะของผลึกรูปเข็มมีการจัดเรียงตัวต่างกัน โดยชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 580 °C นั้น ผลึกรูปเข็มจะมีการกระจายตัว เมื่อเทียบกับลักษณะกระจุกตัวในชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 570 °C

ส่วนชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่า ผลึกรูปทรงเหลี่ยมมีความสมมาตรต่ำลง (จุด D) นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าผลึกรูปเข็มจะมีปริมาณน้อยมากและมีขนาดเล็กมาก เมื่อเทียบกับแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูป 23 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 580°C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 590°C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง มีโครงสร้างจุลภาคแสดงดังรูป 24 ก และ 24 ข ตามลำดับ พบผลึกหรือเฟสต่าง ๆ มีความคล้ายกัน คือ พบผลึกที่มีลักษณะเป็นเหลี่ยม (จุด A) ผลึกรูปเข็ม (จุด B) และ เฟสพื้นที่มีลักษณะมีดกว่า (จุด C) และยังสังเกตได้ว่าปริมาณของเฟสที่มีความมืดกว่า (จุด C) มีปริมาณน้อยกว่าที่เวลาการบำบัดผงแก้วสูงกว่า อีกทั้งขนาดของผลึกลักษณะเหลี่ยมยังมีขนาดใหญ่กว่าในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดที่เวลา 3 ชั่วโมง



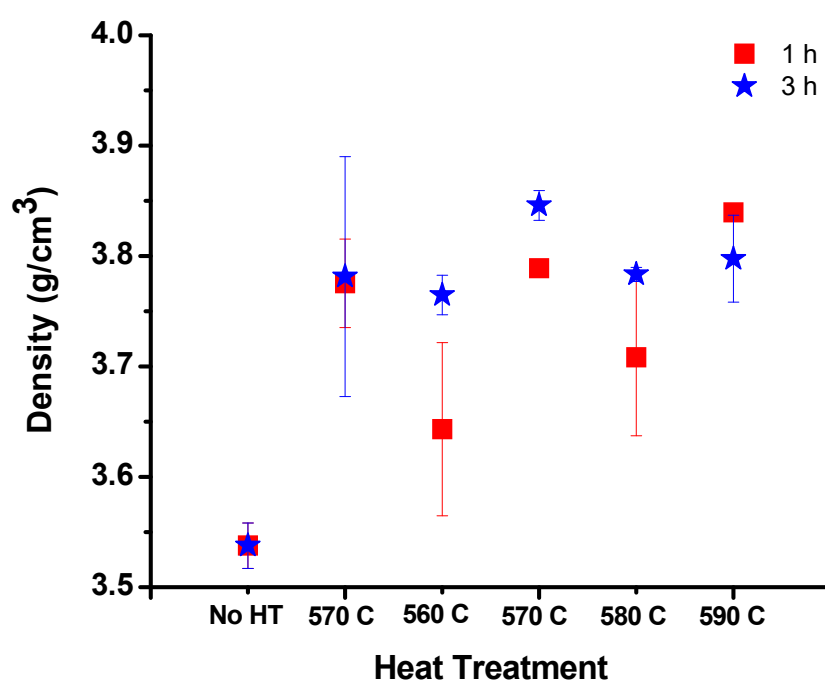
รูป 24 ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (BEI) ของชิ้นงานที่บำบัดด้วยความร้อนที่ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 590 °C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

ความหนาแน่นของชิ้นงานแก้ว-เซรามิก

เมื่อเปรียบเทียบความหนาแน่นของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้ตกผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดและผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่สภาวะต่าง ๆ แสดงดังตาราง 12 และแสดงเปรียบเทียบดังรูป 25 พบว่าชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนจะมีความหนาแน่นอยู่ที่ 3.5377 g/cm³ ส่วนชิ้นงานที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนจะมีความหนาแน่นของชิ้นงานสูงกว่า โดยมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 3.75 และ 3.79 g/cm³ ในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บำบัดด้วยความร้อนเป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ

ตาราง 12 ความหนาแน่นของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากผงแก้วที่บดในสถานะต่าง ๆ

สถานะการบดผงแก้ว	ความหนาแน่น (g/cm ³)	
	1 ชั่วโมง	3 ชั่วโมง
ไม่บด	3.5377	3.5377
อุณหภูมิ 550 °C	3.7754	3.7814
อุณหภูมิ 560 °C	3.6432	3.7648
อุณหภูมิ 570 °C	3.7888	3.8460
อุณหภูมิ 580 °C	3.7082	3.7834
อุณหภูมิ 590 °C	3.8395	3.7976

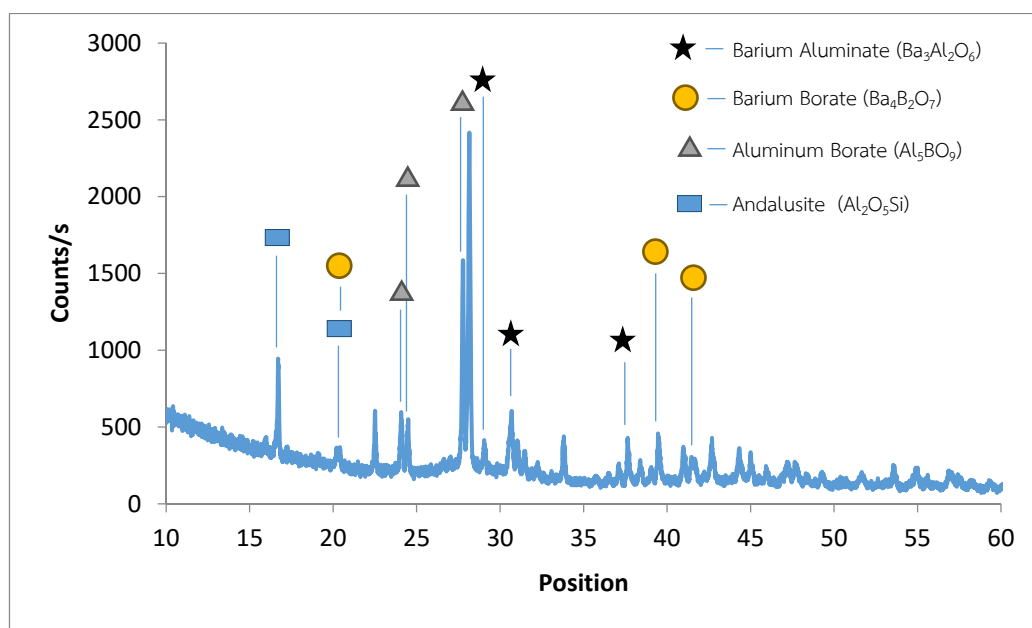


รูป 25 ความหนาแน่นของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่บดที่สถานะต่าง ๆ

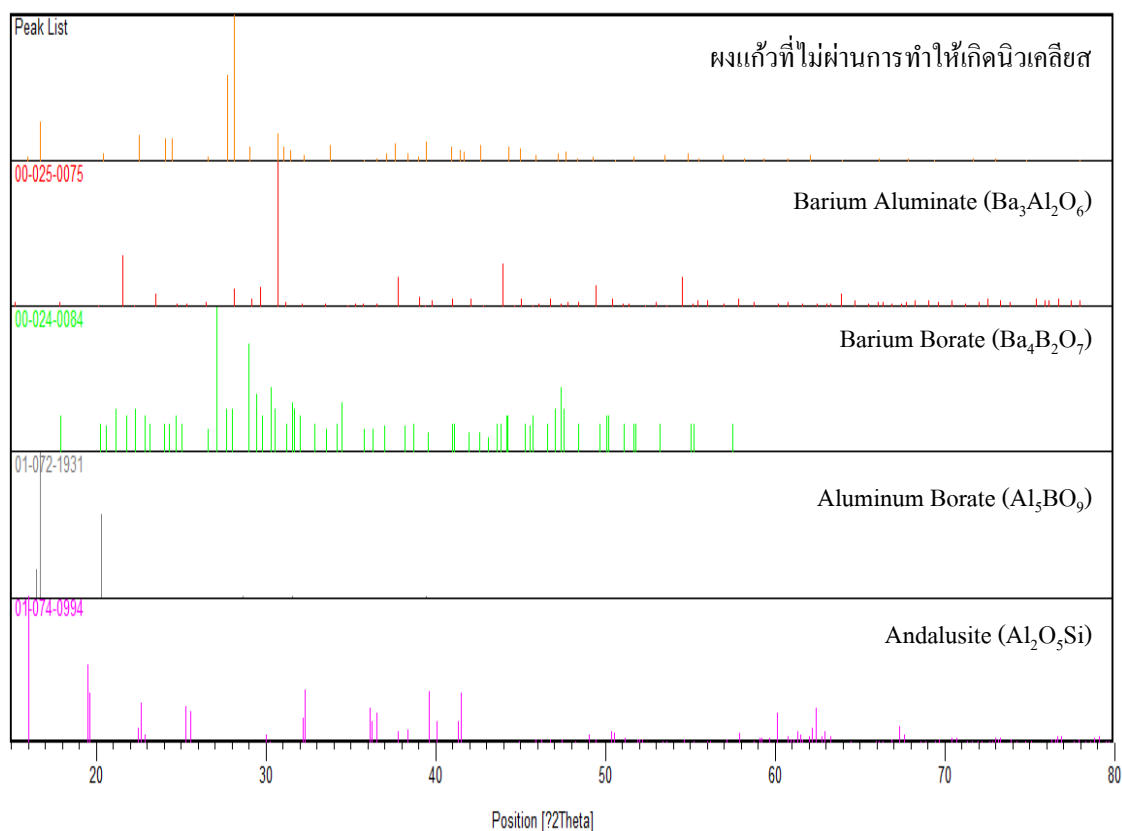
การศึกษานิคมของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว-เซรามิก

1. แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วไม่ถูกบำบัดด้วยความร้อน

แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิเวศ ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แสดงดังรูป 26 จากการเปรียบเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของผลึกชนิดต่าง ๆ ที่มีรายงานไว้ในฐานข้อมูล ที่มีตำแหน่งพิกสอดคล้องกับพิกที่พบในชิ้นงานที่ได้จากการทดลองนี้ คาดว่าน่าจะมีพบผลึกแบเรียมอะลูมิเนต ($\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) แบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$) อะลูมินัมบอเรต (Al_5BO_9) และแอนดาลูไซต์ ($\text{Al}_2\text{O}_5\text{Si}$) นอกจากนี้ยังเหลือพิกที่ไม่สามารถวิเคราะห์ชนิดผลึกได้ โดยผลการเปรียบเทียบแสดงดังรูป 27



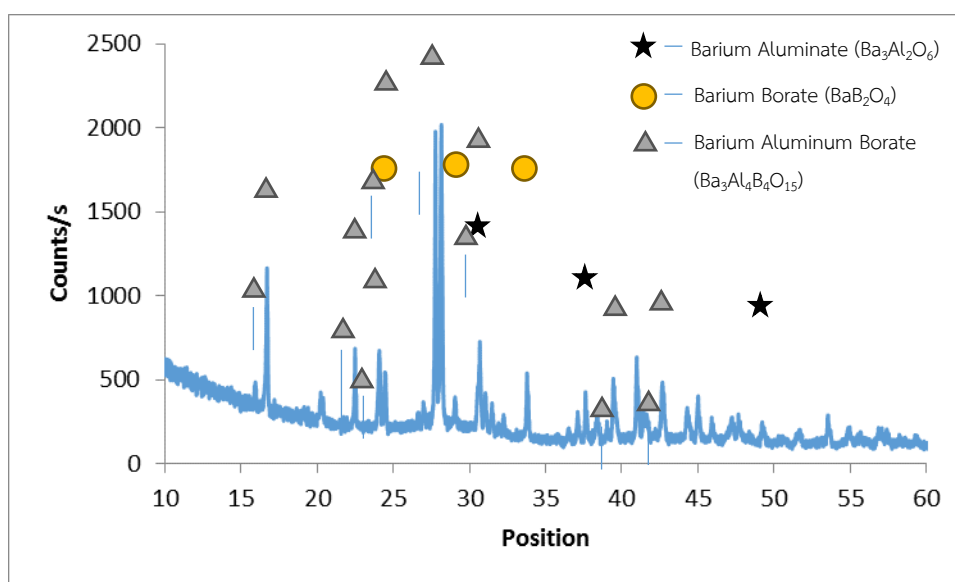
รูป 26 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิเวศ



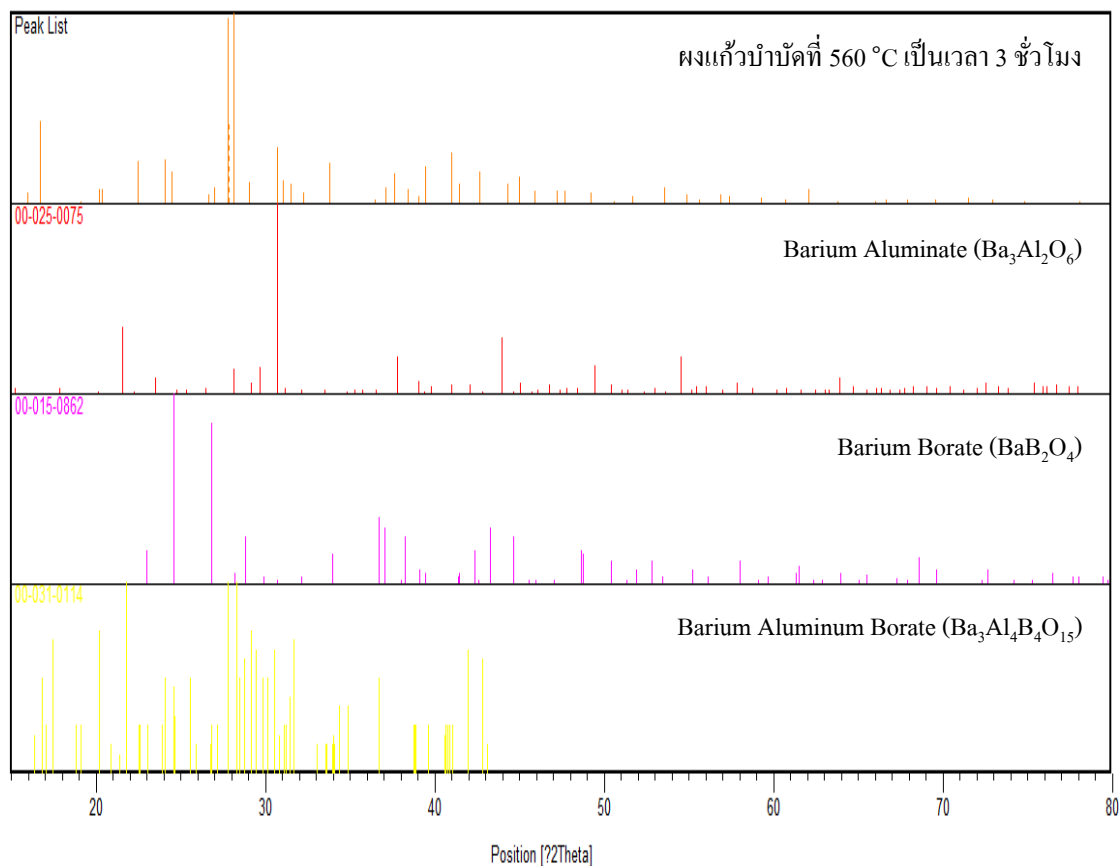
รูป 27 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ไม่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมอะลูมินेट แบเรียมบอเรต อะลูมินัมบอเรต และแอนดาลูไซต์

2. แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ถูกบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 560 °C

แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากชิ้นงานที่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส 560 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และทำให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แสดงดังรูป 28 จากการเปรียบเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของผลึกชนิดต่าง ๆ ที่มีรายงานไว้ในฐานข้อมูล ที่มีตำแหน่งพิกสอดคล้องกับพิกที่พบในชิ้นงานที่ได้จากการทดลองนี้ คาดว่าน่าจะพบผลึกแบเรียม อะลูมินेट ($\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) แบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$) และ แบเรียมอะลูมินัมบอเรต (Al_3BO_9) นอกจากนี้ ยังเหลือพิกที่ไม่สามารถวิเคราะห์ชนิดผลึกได้ โดยสามารถเปรียบเทียบได้แสดงดังรูป 29



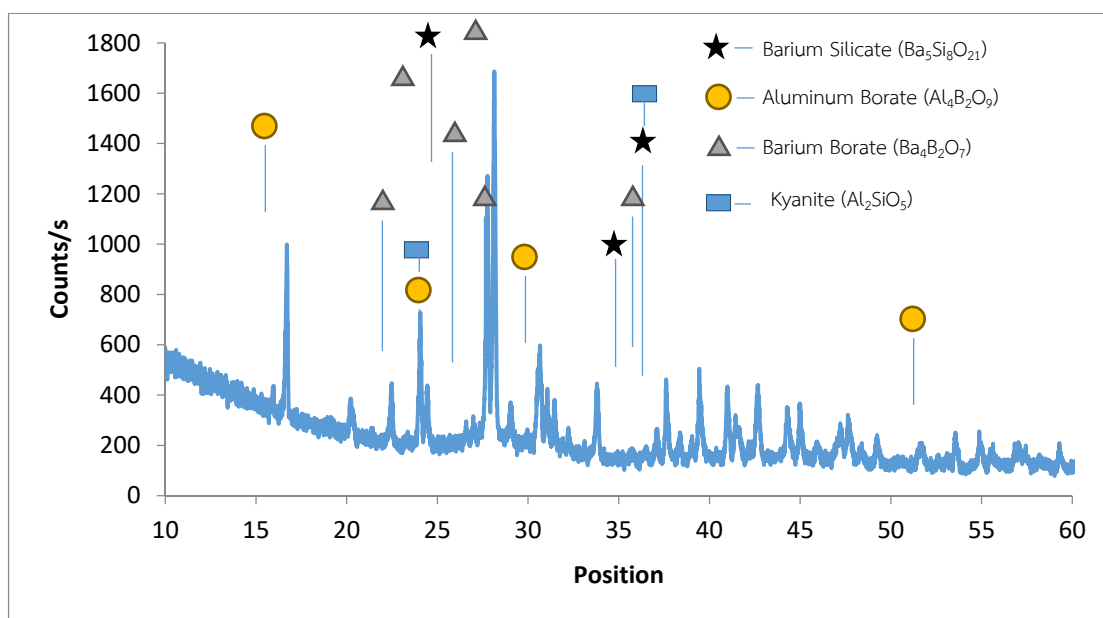
รูป 28 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



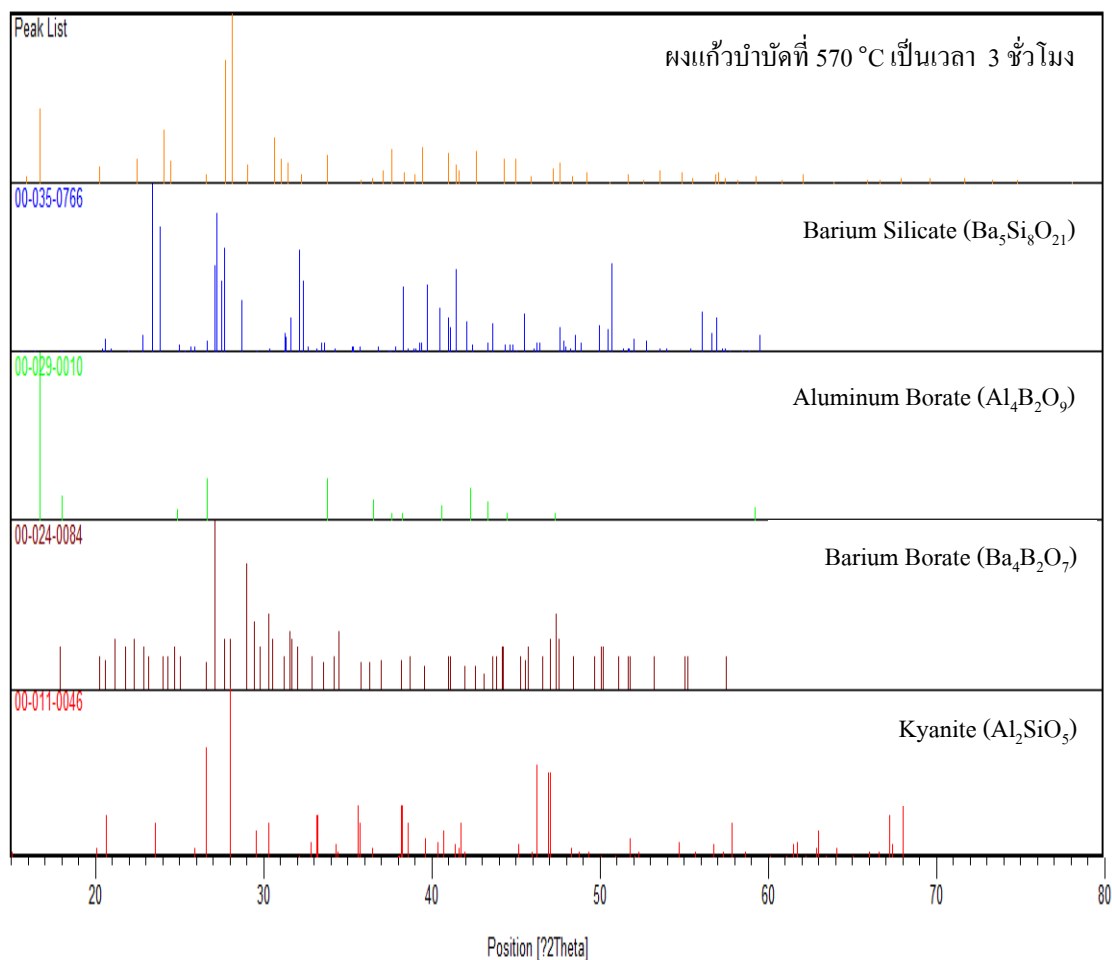
รูป 29 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบ่มด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 560 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมอะลูมิเนียมเนด แบเรียมบอเรต และแบเรียมอะลูมิเนียมบอเรต

3. แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ถูกบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 570 °C

แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากชิ้นงานที่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส 570 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และบำบัดที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แสดงดังรูป 30 จากการเปรียบเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของผลึกชนิดต่าง ๆ ที่มีรายงานไว้ในฐานข้อมูล ที่มีตำแหน่งพิกสอดคล้องกับพิกที่พบในชิ้นงานที่ได้จากการทดลองนี้ คาดว่าน่าจะพบผลึกแบเรียมซิลิเกต ($\text{Ba}_5\text{Si}_8\text{O}_{21}$) อะลูมินัมบอเรต ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$) แบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$) และไคยาไนท์ (Al_2SiO_5) นอกจากนี้ยังเหลือพิกที่ไม่สามารถวิเคราะห์ชนิดผลึกได้ โดยสามารถเปรียบเทียบได้ดังรูป 31



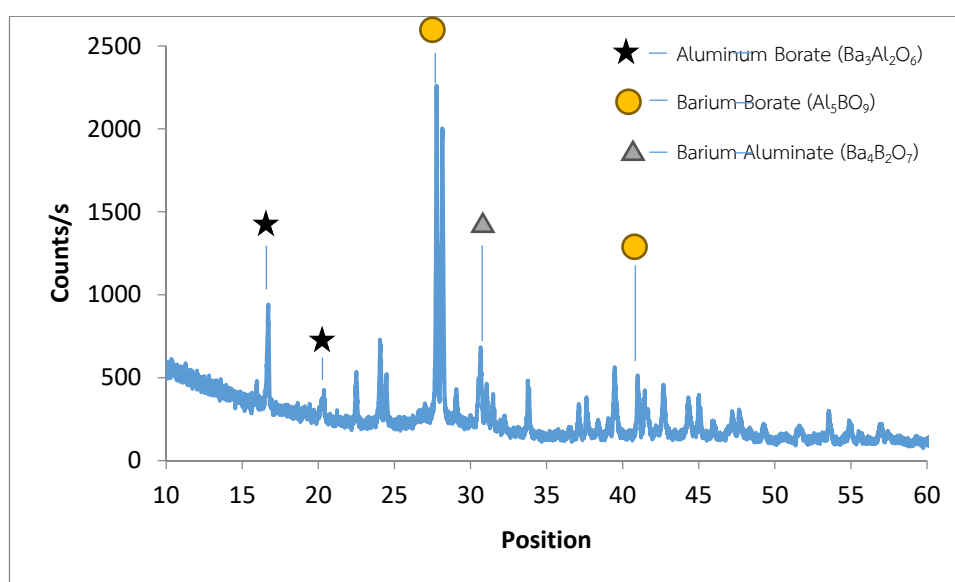
รูป 30 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



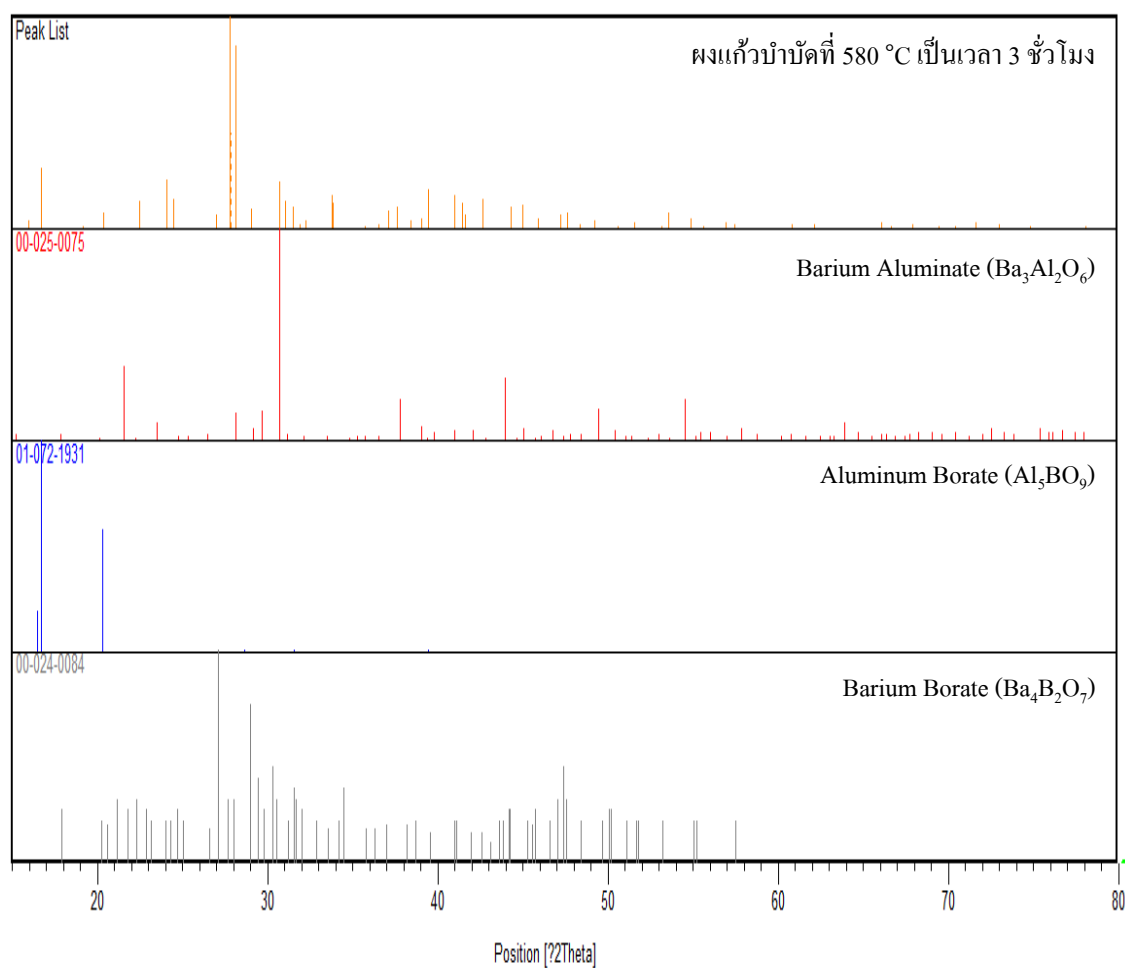
รูป 31 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 570 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมซิลิเกต อะลูมินัมบอเรต แบเรียมบอเรต และไคยาไนท์

4. แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ถูกบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 580 °C

แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากชิ้นงานที่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส 580 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และบำบัดที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แสดงดังรูป 32 จากการเปรียบเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของผลึกชนิดต่าง ๆ ที่มีรายงานไว้ในฐานข้อมูลที่มีตำแหน่งพิกสอดคล้องกับพิกที่พบในชิ้นงานที่ได้จากการทดลองนี้ คาดว่าน่าจะมีผลึกแบเรียมอะลูมิเนต ($Ba_3Al_2O_6$) อะลูมินัมบอเรต (Al_5BO_9) และแบเรียมบอเรต ($Ba_4B_2O_7$) นอกจากนี้ยังเหลือพิกที่ไม่สามารถวิเคราะห์ชนิดผลึกได้ โดยสามารถเปรียบเทียบได้ดังรูป 33



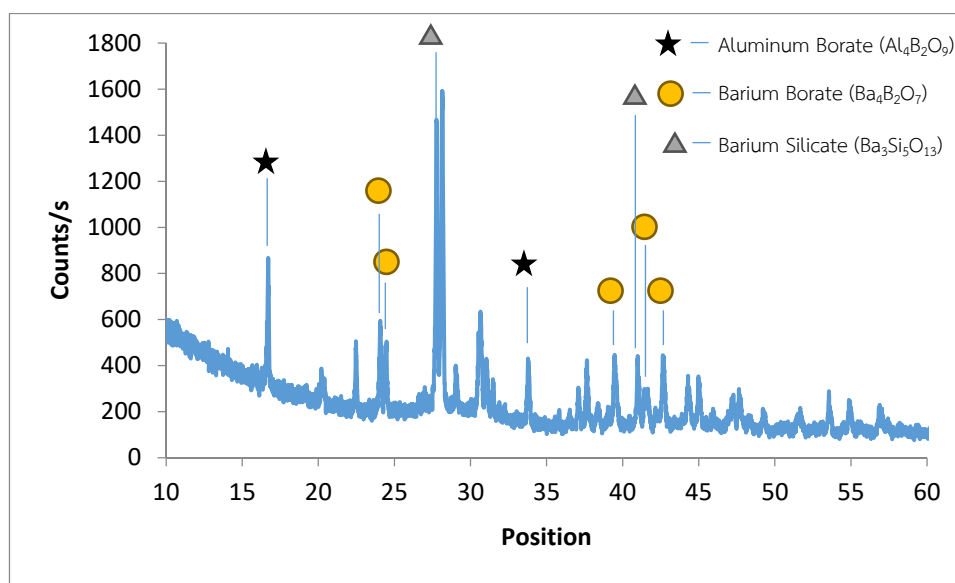
รูป 32 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้ว ที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 580 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



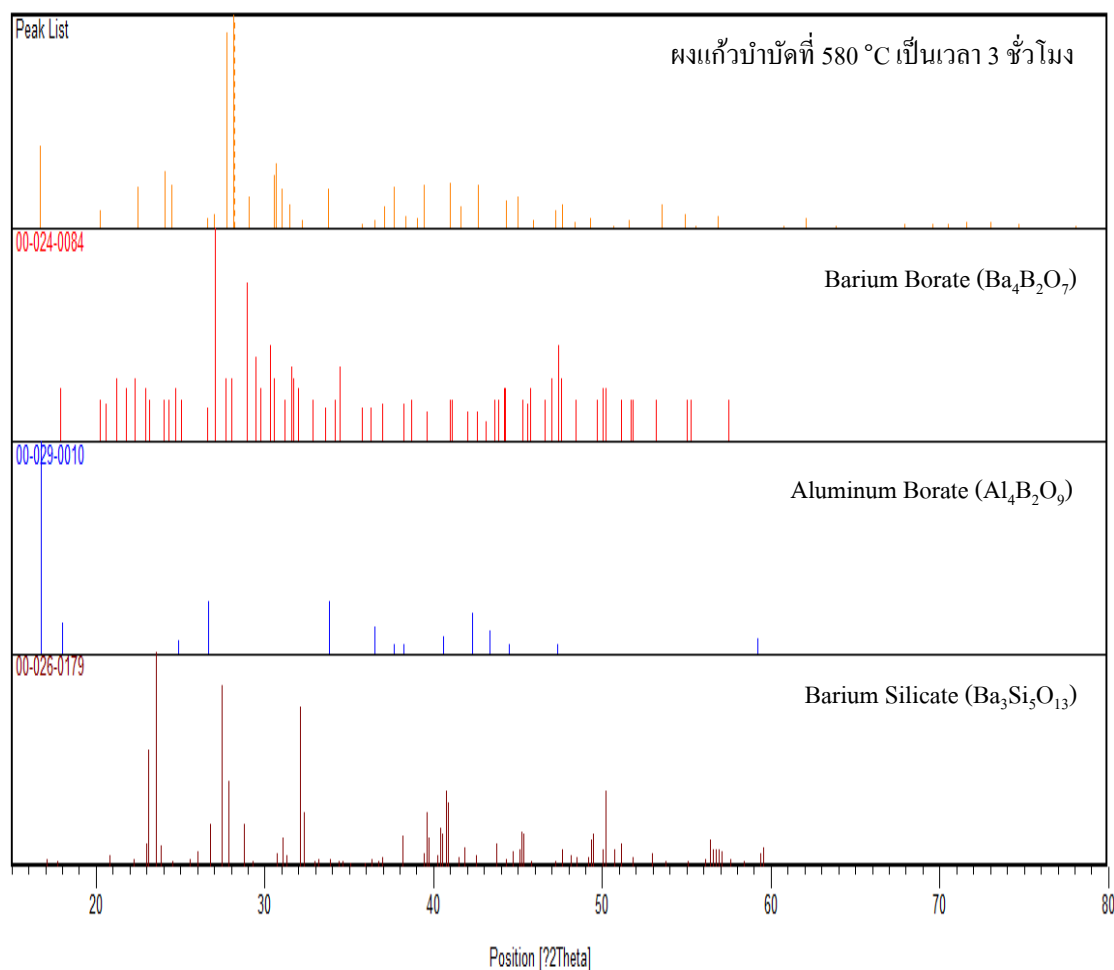
รูป 33 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่ 580 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกเบเรียมอะลูมินेट อะลูมินัมบอเรต และเบเรียมบอเรต

5. แก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ถูกบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 590 °C

แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานแก้ว-เซรามิกจากชิ้นงานที่ผ่านการทำให้เกิดนิวเคลียส 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และบำบัดที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แสดงดังรูป 34 จากการเปรียบเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ที่มีรายงานไว้ในฐานข้อมูล ที่มีตำแหน่งพิกสอดคล้องกับพิกที่พบในชิ้นงานที่ได้จากการทดลองนี้ คาดว่าน่าจะพบผลิตภัณฑ์แบเรียมอะลูมิเนต ($\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) แบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$) อะลูมินัมบอเรต (Al_5BO_9) และแอนดาลูไซต์ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Si}$) นอกจากนี้ยังเหลือพิกที่ไม่สามารถวิเคราะห์ชนิดผลึกได้ โดยสามารถเปรียบเทียบได้ดังรูป 35



รูป 34 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



รูป 35 แบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบ่มด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากผงแก้วที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเทียบกับแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบเรียมบอเรต อะลูมินัมบอเรต และแบเรียมซิลิเกต

จากการวิเคราะห์ชนิดของผลึกในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากแก้วที่บ่มด้วยความร้อนเพื่อทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction ทั้งหมด 5 ตัวอย่าง คือ แก้ว-เซรามิกจากผงแก้วที่ไม่ผ่านการบ่มด้วยความร้อน ผงแก้วบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 560 570 580 และ 590 °C พบว่า ในแก้ว-เซรามิกจะพบผลึกชนิดแบเรียมบอเรต ($\text{Ba}_4\text{B}_2\text{O}_7$) ในทุก ๆ สภาวะ

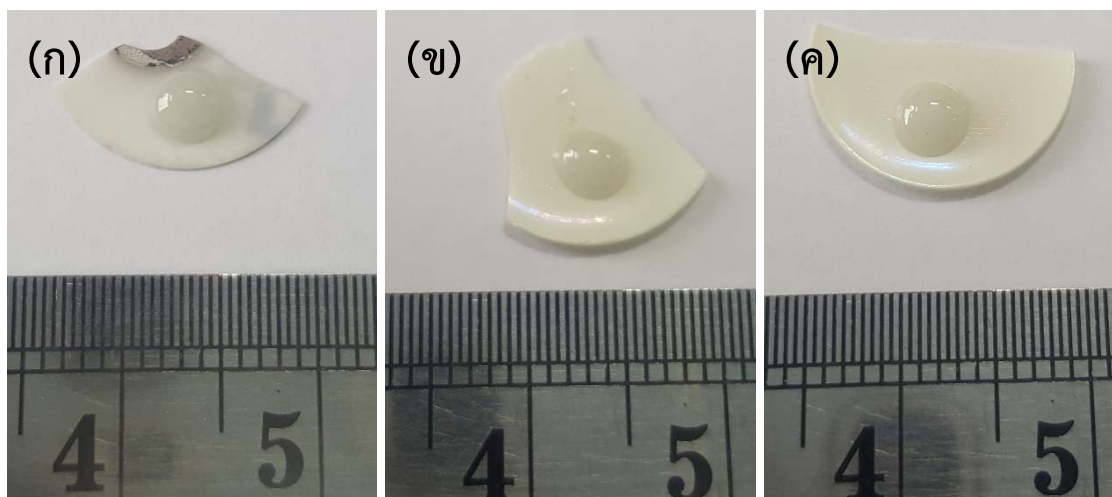
จากนั้นเมื่ออุณหภูมิทำให้เกิดนิวเคลียสเปลี่ยนไป จะทำให้ชนิดของผลึกอื่น ๆ ที่พบในแก้ว-เซรามิกแตกต่างกันออกไปอีกด้วย โดยสามารถสรุปเปรียบเทียบได้ดังตาราง 13

ตาราง 13 แสดงชนิดของผลึกในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ หลังจากอบที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง

ชนิดผลึก	ไม่บำบัด	560 °C	570 °C	580 °C	590 °C
1) Barium Aluminate	✓	✓	-	✓	-
2) Barium Borate	✓	✓	✓	✓	✓
3) Aluminum Borate	✓	-	✓	✓	✓
4) Barium Silicate	-	-	✓	-	✓
5) Barium Aluminum Borate	-	✓	-	-	-
6) Andalusite	✓	-	-	-	-
7) Kyanite	-	-	✓	✓	-

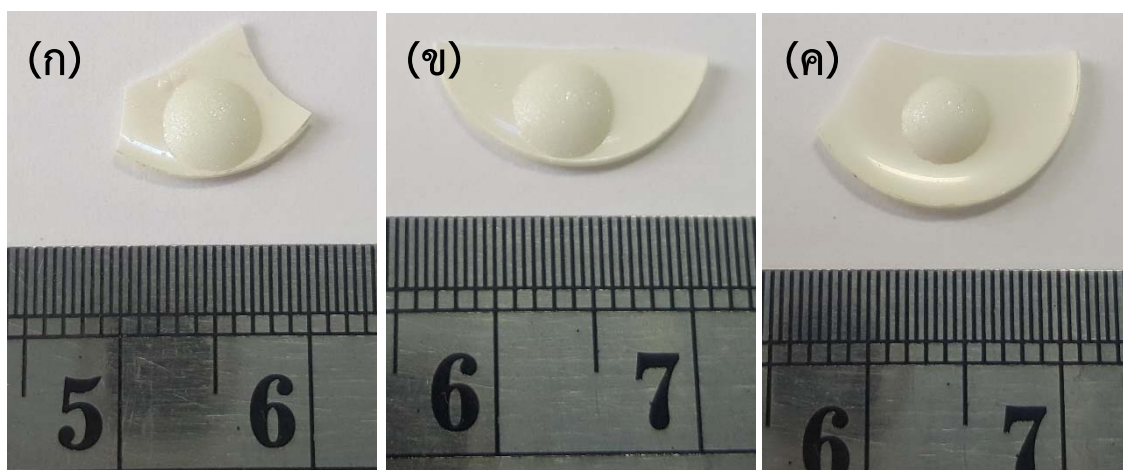
การศึกษาความเป็นไปได้ในการเชื่อมต่อกับอิเล็กโทรไลต์ของแข็งชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรียม (YSZ)

จากการทดลองเชื่อมต่อผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียสและผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่ทำให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิ 550 และ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผสมไอโซโพรพานอลขึ้นรูปและวางบนแผ่นอิเล็กโทรไลต์ชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรียม (YSZ) และเข้าเชื่อมต่อในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อนให้เย็นตัวในเตาจนถึงอุณหภูมิห้อง พบว่าเกิดการเชื่อมเกาะระหว่างผงแก้วและแผ่น YSZ อีกทั้งยังพบว่าแก้วสามารถเปียกผิวลงบนแผ่น YSZ ได้ โดยสังเกตมุมสัมผัส (Contact angle) ระหว่างผิวแก้วกับแผ่น YSZ มีค่าต่ำกว่า 90 องศา ซึ่งแสดงดังรูป 4.20 แสดงให้เห็นว่าผงแก้วทั้งสามชนิดอาจใช้เป็นแก้วเชื่อมประสานในเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้แผ่นอิเล็กโทรไลต์ของแข็งชนิด YSZ ได้



รูป 36 การเชื่อมต่อผงแก้วบนแผ่นอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกด้วยอิทเทรีย (YSZ) ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

และเพื่อจำลองสภาวะการใช้งานแก้วเชื่อมประสานที่อุณหภูมิ 800 °C ในงานวิจัยนี้จึงได้ทดสอบการเปลี่ยนแปลงของชิ้นงานหลังเชื่อมต่อที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 30 ชั่วโมง เพื่อดูความแข็งแรงของรอยต่อเบื้องต้นและคุณลักษณะของแก้วเชื่อมประสานที่เปลี่ยนแปลงหลังได้รับความร้อนในสภาวะที่มีอุณหภูมิสูงใกล้เคียงกับอุณหภูมิปฏิบัติงานจริงของเซลล์เชื้อเพลิง ผลการทดลองแสดงดังรูป 37 จากผลการทดลองพบว่าเกิดสภาพของรอยต่อหลังได้รับความร้อนคงเดิม กล่าวคือแก้ว-เซรามิกและแผ่น YSZ ไม่หลุดออกจากกันหรือมีรอยร้าว รอยแตกเกิดขึ้นระหว่างรอยต่อ ทำให้อนุมานได้ว่ารอยต่อมีความแข็งแรงระดับหนึ่ง อย่างไรก็ตามพบว่าแก้วมีความมันวาวลดลง เมื่อเทียบกับรูป 36 ทั้งนี้เนื่องจากการตกผลึกในแก้วกลายเป็นแก้ว-เซรามิก



รูป 37 ชิ้นงานเชื่อมต่อระหว่างผงแก้วกับแผ่นอิเล็กโทรไลต์ชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (YSZ) หลังให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 30 ชั่วโมง

สรุปผลงานวิจัย

ผลการเตรียมแก้ว

1. สามารถเตรียมแก้วที่มีส่วนผสมของ $75.59\text{BaO} \cdot 17.77\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 6.64\text{SiO}_2$ (wt%) ได้เฉพาะในถ้วยอะลูมินาเท่านั้น ซึ่งจะทำให้ได้แก้วที่มีความใส ไม่มีสี และมีความเป็นเนื้อเดียว

สมบัติของแก้วและแก้ว-เซรามิก

1. เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วพบว่าปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ปนเข้ามาแก้ว ซึ่งทำให้องค์ประกอบเปลี่ยนไปจากที่คาดไว้ ทั้งนี้ไม่สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วที่แท้จริงได้ เนื่องจากไม่สามารถตรวจเจอโบรอนได้ด้วยเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ในงานวิจัยนี้
2. แก้วที่ประดิษฐ์ได้มีอุณหภูมิการเปลี่ยนเป็นแก้ว (Glass Transition Temperature; T_g) เท่ากับ $562\text{ }^{\circ}\text{C}$ และมีอุณหภูมิอ่อนตัวไดลาโตเมตริก (Dilatometric Softening Temperature; T_s) เท่ากับ $613\text{ }^{\circ}\text{C}$
3. พงแก้วที่ใช้งานงานวิจัยนี้มีขนาดเฉลี่ย (D[4,3]) เท่ากับ 31.27 และ 43.66 ไมครอน ซึ่งเป็นแก้วที่ได้จากการบดและคัดขนาดให้ลอดผ่านตาแกรงมาตรฐานที่มีขนาดรูเปิดเท่ากับ 38 และ 75 ไมครอน ตามลำดับ
4. ความหนาแน่นของแก้ว-เซรามิกจะสูงกว่าเมื่อแก้ว-เซรามิกนั้นได้มาจากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดนิวเคลียส โดยแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ไม่บำบัดด้วยความร้อนมีความหนาแน่นอยู่ที่ 3.5377 g/cm^3 ส่วนแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง มีความหนาแน่นเฉลี่ยเท่ากับ 3.75 และ 3.79 g/cm^3 ตามลำดับ

พฤติกรรมการตกผลึก

1. ขนาดอนุภาคของผงมีผลต่อปริมาณผลึกรูปเข็มที่เกิดขึ้นในกลาสเซรามิก โดยผงแก้วที่มีขนาดเล็กกว่าจะเกิดผลึกได้มากกว่า
2. อุณหภูมิที่ทำให้เกิดนิวเคลียสส่งผลกระทบต่อชนิดและปริมาณของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้วเซรามิก โดยพบเฟสที่แตกต่างกันอยู่ 3 ลักษณะในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน คือ ผลึกรูปทรงเหลี่ยม ผลึกรูปเข็ม และเฟสพื้นที่มีปริมาณแบบเรียบต่ำ
3. เวลาที่ทำให้เกิดนิวเคลียสส่งผลกระทบต่อปริมาณ หรือ อัตราเร็วในการเกิดผลึกแต่ละชนิดไม่เท่ากัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของผลึก อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อเวลาการทำให้เกิดนิวเคลียสสูงขึ้น ผลึกที่พบในแก้ว-เซรามิกจะมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลึกรูปเหลี่ยม

ชนิดของผลึกที่เกิดขึ้นในแก้ว-เซรามิก

1. พบผลึกชนิดแบบเรียบอะลูมิเนียมเนต แบบเรียบบอเรต อะลูมินัมบอเรต แบบเรียบซิลิเกต แบบเรียบอะลูมินัมบอเรต ไคยาไนท์ และ แอนดาลูไซต์ ในแก้ว-เซรามิกที่ได้จากผงแก้วชนิดต่าง ๆ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาวะในการบำบัดด้วยความร้อนของผงแก้วเพื่อให้เกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิต่าง ๆ

การเชื่อมต่อผงแก้วกับเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์

1. สามารถเชื่อมต่อผงแก้วที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน ผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และ ผงแก้วที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 590 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง กับแผ่นเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ของแข็งชนิดเซอร์โคเนียเสถียรด้วยยิทเทรีย (YSZ) ได้ ที่สภาวะในการต่อ คือ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยผงแก้วเกาะกันเป็นเนื้อเดียว เชื่อมติดแน่นกับแผ่นอิเล็กทรอนิกส์ และมีการเปียกผิวที่ดี

2. เมื่อจำลองการใช้งานที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 30 ชั่วโมง พบว่ารอยต่อยังคงสภาพอยู่ได้ รอยต่อไม่เกิดการแตกร้าว อย่างไรก็ตามแก้วเกิดผลึกขึ้นกลายเป็นแก้ว-เซรามิก ทำให้มีลักษณะขุ่น

เอกสารอ้างอิง

- ณัฐพล เลาห์รอดพันธุ์. 2551. การพัฒนากระจกเคลือบเป็นสารปิดผนึกในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แข็งแบบแผ่น. วิทยานิพนธ์. ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- Church, B.C., T.H. Sanders, R.F. Speyer and J.K. Cochran. 2007. Thermal expansion matching and oxidation resistance of Fe–Ni–Cr interconnect alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 452–453: 334-340.
- Eichler K. 1999. BAS ($\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$) - glasses for high temperature applications. *Journal of the European Ceramic Society*, 19: 1101-1104.
- Fergus J. W. 2005. Sealant for solid oxide fuel cell. *Journal of Power Sources*, 147: 46-57.
- Günther, C., G. Hofer and W. Kleinlein. 1997. Proc. 5th Int. Symp. Solid Oxide Fuel Cells. 97-18: 746-756.
- Intanoo, P., J. Chavadej and S. Chavadej. 2012. Effect of COD loading rate on hydrogen production from alcohol wastewater. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, 64: 338-342.
- Intanoo, P., P. Rangsunvigit, W. Namprohm, B. Thamprajamchit, J. Chavadej and S. Chavadej. 2012. Hydrogen production from alcohol wastewater by an anaerobic sequencing batch reactor under thermophilic operation: Nitrogen and phosphorous uptakes and transformation. *International Journal of Hydrogen Energy*. 37: 11104-11112.
- Janardhanan, V.M. and O. Deutschmann. 2007. Modelling of solid-oxide fuel cells. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 221: 443-478.
- Lahl, N., L. Singheisar, K. Hilpert, K. Singh and D. Bahadur. 1999. Proceedings of The Sixth International Symposium on Solid Oxide Fuel Cell (SOFC VI). 99-19:1065.

- Laorodphan, N., P. Namwong, W. Thiemsorn, M. Jaimasith, A. Wannagon and T. Chairuangsi.
2009. A low silica, barium borate glass–ceramic for use as seals in planar SOFCs.
Journal of Non-Crystalline Solids. 355: 38-44.
- Ley, K., M. Krupelt, R. Kumar, J. Meiser and I. Bloom. 1996. Glass-ceramic for solid
oxide fuel cell. *Journal of Material Research*. 11: 1489.
- Lin, C. K., T. T. Chen, Y. P. Chyou and L. K. Chisng. 2007. Thermal stress analysis of a planar
SOFC stack. *Journal of Power Sources*. 164: 238-251.
- Martin, R. A., S. Yue, J. V. Hanna, P. D. Lee, R. J. Newport, M. E. Smith and J. R. Jones. 2012.
Characterizing the hierarchical structures of bioactive sol–gel silicate glass and hybrid
scaffolds for bone regeneration. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*,
370: 1422–1443.
- McMillan P. W. 1976. *Physics and Chemistry of Glasses*. 17: 195.
- Namwong, P., N. Laorodphan, W. Thiemsorn, M. Jaimasith, A. Wannakon and T. Chairuangsi.
2010. A barium-calcium silicate glass for use as seals in planar SOFCs, Chiang Mai
Journal of Science. 37: 231-242.
- Paul A. 1990. *Chemistry of Glass*. 2nd Edition, Chapman and Hall, Inc.: London.
- Partridge J.H. 1949. *Glass-to-Metal Seals*, The Society of Glass Technology: Sheffield.
- Pornpis, K. and R. Phataitep. 2014. Preparation of ferroelectric glass-ceramic containing alkali
niobate nano-crystals. Thailand: Rajamangala University of Technology Isan.
- Reddy, A.A., D.U. Tulyaganov, M.J. Pascual, V.V. Kharton, E.V. Tsipis, V.A. Kolotygin and
J.M.F. Ferreira. 2013. Diopside–Ba disilicate glass–ceramic sealants for SOFCs:
Enhanced adhesion and thermal stability by Sr for Ca substitution. *International
Journal of Hydrogen Energy*. 38: 3073-3086.
- Sakaki, Y., M. Hattori, Y. Esaki, S. Ohara and T. Fukui. 1997. Glass-ceramic sealants in CaO-
Al₂O₃-SiO₂. 652-660.

- Shand E.B..1958. Glass Engineering Handbook, 2nd Edition, McKraw-Hill: New York.
- Smeacetto, F., M. Salvo, M. Ferraris, V. Casalegno and P. Asinari. 2008. Glass and composite seals for the joining of YSZ to metallic interconnect in solid oxide fuel cells. *Journal of the European Ceramic Society*. 28: 611-616.
- Smeacetto, F., M. Salvo, F.D. D'Hérin Bytner, P. Loene and M. Ferraris. 2010. New glass and glass–ceramic sealants for planar solid oxide fuel cells. *Journal of the European Ceramic Society*. 30: 933–940.
- Solid Oxide Fuel Cells. 2016. Available from: <http://www.mo-sci.com/sealing-glass> [2016 July 21].
- Solid-Oxide Fuel Cell. 2016. Available from: https://en.wikipedia.org/wiki/Solid_oxide_fuel_cell [2016 July 20].
- Sohn, S. B., S. Y. Choi, G. H. Kim, H. S. Song and G. D. Kim. 2002. Stable sealing glass for planar solid oxide fuel cell. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 297: 103-112.
- Stambouli, A.B. and E. Traversa. 2002. Solid oxide fuel cells (SOFCs): a review of an environmentally clean and efficient source of energy. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 6: 433-455.
- Tan, J., S. Zhao, W. Wang, G. Davies and X. Mo. 2004. The effect of cooling rate on the structure of sodium silicate glass. *Materials Science and Engineering B*. 106: 295-299.
- Yang, Z., J. W. Stevenson and K. D. Meinhard. 2003. Chemical interactions of barium- calcium- aluminosilicate-based sealing glasses with oxidation resistant alloys. *Solid State Ionics*. 160: 213-225.
- Zheng R. 2004. SiO₂-CaO- B₂O₃-Al₂O₃ ceramic glaze as sealant for planar ITSOFC. *Journal of Power Sources*. 128: 165-172.

Wang, X., D. Yan, D. Fang, J. Luo, J. Pu, B. Chi and L. Jian. 2013. Optimization of Al_2O_3 -glass composite seals for planar intermediate-temperature solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*. 226: 127-133.