

หัวข้อคุณนิพนธ์ ปัจจัยที่มีผลต่อการตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำของแก้วเคลือบไรต์แก้วที่เจือด้วย
เฟอร์ริกออกไซด์

ผู้เขียน นางสาวศุภากร ศีลาเกษ

ปริญญา วิทยาศาสตร์คหณบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษา ผศ. ดร. อภินันท์ นันทิยา อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
 อ. ดร. อนุชา วรณก้อง อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
 อ. ดร. วรพงษ์ เทียมสอน อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ เพื่อศึกษาการเตรียมเคลือบผลึกเซรามิกไร้ตะกั่วที่เจือด้วยเฟอร์ริก ออกไซด์ โดยเผาที่อุณหภูมิต่ำ (1100 องศาเซลเซียส) โดยปัจจัยที่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดผลึกในเคลือบ ได้แก่ ความเข้มข้นและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเฟอร์ริกออกไซด์ อุณหภูมิในการเย็นตัว และระยะเวลาในการเผาแซ่ และการศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของเคลือบผลึก ได้แก่ ความต้านทานการสึกหรอ ความแข็ง และความต้านทานการกัดกร่อนจากสารเคมี ตามลำดับ ซึ่งการวิเคราะห์คุณลักษณะของผลึก ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการวิเคราะห์สมบัติความแตกต่างทางความร้อน เป็นต้น จากผลการทดลอง สรุปได้ว่าการเจือเฟอร์ริกออกไซด์ในเคลือบเซรามิก ทำให้เกิดผลึกที่สำคัญ 3 ชนิด ได้แก่ ลิเทียมสปิเนล ลิเทียมซิงก์เฟอร์ไรต์ (Li-Zn Ferrite ; $\text{Li}_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_{2+x}\text{O}_4$ เมื่อ $x = 0.05-0.20$) ไตรคลีนิก อะนอร์ไทต์ ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) และ รอมโบฮีดรัล ฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ความเข้มข้นของเฟอร์ริกออกไซด์ มีอิทธิพลที่สำคัญที่สุดต่อพฤติกรรมการเกิดผลึกเหล่านี้ในเคลือบ ซึ่งจากการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ พบว่าที่ความเข้มข้นของเฟอร์ริกออกไซด์ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดผลึกลิเทียมซิงก์เฟอร์ไรต์ และที่ความเข้มข้นของเฟอร์ริกออกไซด์ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดผลึกอะนอร์ไทต์ และ ฮีมาไทต์ นอกจากนี้ปริมาณผลึกเฟสจะเพิ่มขึ้นเมื่อลดขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเฟอร์ริกออกไซด์ลง โดยปริมาณลิเทียมซิงก์เฟอร์ไรต์สูงสุด เมื่อเติมเฟอร์ริกออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 7.11 ไมโครเมตร และมีความเข้มข้นของเฟอร์ริกออกไซด์ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะที่ปริมาณอะนอร์ไทต์และฮีมาไทต์สูงสุด เมื่อเติมเฟอร์ริกออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5.57

ไมโครเมตร และมีความเข้มข้นของเฟอร์ริกออกไซด์ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การศึกษาผลของอุณหภูมิในการเย็นตัวของกระบวนการเผาในช่วงอุณหภูมิ 1080-1000 องศาเซลเซียส ซึ่งขึ้นอยู่กับความหนืดของเคลือบหลอมเป็นสำคัญ พบว่าเคลือบหลอมที่มีความหนืดต่ำ จะให้ช่วงอุณหภูมิในการเย็นตัวสำหรับการเกิดผลึกที่กว้าง ขณะที่เคลือบหลอมที่มีความหนืดสูง จะปรากฏในช่วงอุณหภูมิที่แคบ นอกจากนี้ ณ ขั้นตอนการเผาโดยการลดอุณหภูมิเย็นตัวที่ 1080 องศาเซลเซียส และ เผาแซ่เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะปรากฏปริมาณของผลึกเหล่านี้สูงที่สุด

สำหรับการทดสอบสมบัติเชิงกลของเคลือบผลึก พบว่าเคลือบผลึกที่เติมเฟอร์ริกออกไซด์ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5.57 ไมโครเมตร และมีความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีปริมาตรการสึกหรอน้อยที่สุด เท่ากับ 0.038×10^{-8} ลูกบาศก์มิลลิเมตร และมีค่าความแข็งสูงที่สุด เท่ากับ 1467 วิเอชเอ็น นอกจากนี้เคลือบผลึกทั้งหมดไม่ถูกทำลายด้วยสารละลายกรดและเบส ในการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนจากสารเคมี



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Dissertation Title	Factors Affecting Low Temperature Crystallization of Ferric Oxide-doped Lead Free Glaze	
Author	Miss Supakorn Silakate	
Degree	Doctor of Philosophy (Materials Science)	
Advisory Committee	Asst. Prof. Dr. Apinon Nuntiya	Advisor
	Dr. Anucha Wannagon	Co-advisor
	Dr. Worapong Thiemsorn	Co-advisor

ABSTRACT

The objective of the research aims to study the preparation of lead free crystalline glaze by doping with ferric oxide in a low temperature firing process (1000 °C). The factors affecting on the crystallization behavior of the crystalline glaze such as the concentration and the average particle size of ferric oxide, the soaking temperature, the soaking time were investigated. Moreover, the mechanical properties such as wear test, micro vickers hardness and chemical resistance of the crystalline glaze were also studied. The crystalline phases were characterized by the x-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy analysis, scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive spectroscopy (EDS) and differential thermal analysis (DTA). The results revealed that the crystalline glaze doping with ferric oxide can produce three types of crystalline phases, cubic spinel lithium zinc ferrite (Li-Zn Ferrite; $\text{Li}_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_{2+x}\text{O}_4$ where $x = 0.05-0.20$), triclinic anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) and rhombohedral hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), respectively. The concentration of ferric oxide has a strong influence on the crystallization behavior for these crystalline glazes. The XRD result showed that the ferric oxide content 15 wt% provides the crystal of Li-Zn Ferrite, while the ferric oxide content 25 wt% provides the crystals of anorthite and hematite. Additionally, the amount of crystalline phases increased with the decreasing of the average particle size of ferric oxide. The highest Li-Zn Ferrite was achieved by doping with the 7.11 μm of ferric oxide 15 wt%, while the highest anorthite and hematite were attained by doping

with the 5.57 μm of ferric oxide 25 wt%. The soaking temperature of firing process was at temperatures ranging from 1080 to 1000 $^{\circ}\text{C}$, which depended upon the viscosity of the glaze melt. The low viscosity glaze melt provides a wide range of the soaking temperature for crystallization of crystal. While a high viscosity glaze, a crystal occurs within a narrow range of temperature. In addition, at a firing step with the soaking temperature of 1080 $^{\circ}\text{C}$ and a soaking time of 3 h, the highest amount of these crystalline phases occurred.

For the mechanical properties testing, the crystalline glaze by doping with 5.57 μm of ferric oxide 25 wt% has lowest disk volume loss at $0.038 \times 10^{-8} \text{ mm}^3$ and the highest micro vickers hardness value was 1467 VHN. Additionally, all the crystalline glazes were not attacked by the acid and alkali solutions of the chemical resistance testing.