

### บทที่ 3

## วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของ สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง เพื่อเตรียมแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ และแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน รวมถึงขั้นตอนที่ใช้ในการวิเคราะห์ชิ้นงานแก้ว ได้แก่ วิเคราะห์ความหนาแน่น และการวิเคราะห์ทางความร้อน (thermal analysis) รวมถึงการวิเคราะห์ชิ้นงานแก้วเซรามิก ได้แก่ สมบัติทางกายภาพ คือ การหดตัว ความหนาแน่นและความพรุน ศึกษาวิวัฒนาการของเฟสที่เกิดขึ้นเมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของสาร CaO และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเฟสและรูพรุน ศึกษาถึงสมบัติเชิงกล และ ศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลง pH ของแก้วเซรามิกในน้ำกลั่นไว้ประจุ

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ตาราง 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	ผู้ผลิต	ความบริสุทธิ์
ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ((NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	Fluka	98%
แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO <sub>3</sub> )	Riedel-de Haën	98.5%
โซเดียมคาร์บอเนต (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	Riedel-de Haën	99.8%
การบุง	-	>95%
เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol)	Merck	99.5%
น้ำกลั่นไว้ประจุ (deionized)	-	-
ซิลิกาเจล (Silica gel blue)	-	-

### 3.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ตาราง 3.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือ	ผู้ผลิต	รุ่น
ชิ้นตัดสารเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel)	-	-
บีกเกอร์ขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร	Duran	-
ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) พร้อมฝาปิด	-	-
แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate)	-	-
แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)	-	-
อุปกรณ์ป้องกันอันตรายจากความร้อน ประกอบด้วย ถุงมือหนัง หน้ากาก ร่องเท้า เสื้อคลุม และอุปกรณ์ คิปลิ้วอะลูมินาจากเตาหลอมแก้ว	-	-
ปากคีบ (forceps) เหล็กกล้าไร้สนิม	-	-
โกร่งบดสารขนาดเล็ก (agate mortar)	-	-
กระปุกพลาสติกสำหรับใส่สารแบบผง	-	-
กล่องพลาสติกสำหรับใส่เม็ดสาร	-	-
แผ่นอะลูมินา	-	-
จานเพาะเชื้อ	-	-
โถดูดความชื้น (desiccators)	-	-
แม่พิมพ์ (mold) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร	-	-
เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก	CARVER	Carver 3853-0
กระดาษทรายเบอร์ 600, 800, 1000 และ 1200	-	-
ผงขัดอะลูมินาขนาด 0.1 ไมครอน	-	-
แท่งทองเหลือง (stub)	-	-
เทปคาร์บอน (carbon tape)	-	-
หลอดแก้วเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร พร้อมจุก	-	-
กระดาษชั่งสาร (paper weight)	-	-
ขวดบีบสำหรับใส่ เอทิลแอลกอฮอล์	-	-

อุปกรณ์และเครื่องมือ	ผู้ผลิต	รุ่น
กระดาษทิชชู	-	-
ขวดแก้วจำเพาะ (ขวด ถ.พ.)	Duran	-
เครื่องชั่งระบบดิจิทัล (ความละเอียด 0.0001 กรัม)	AND	HM-300
เครื่องชั่งระบบดิจิทัล (ความละเอียด 0.0001 กรัม) ที่ประกอบด้วยอุปกรณ์วัดค่าความหนาแน่น	AND	HM-300
เวอร์เนียร์คาลิเปอร์ระบบดิจิทัล ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร	-	-
เครื่องบดไฟฟ้า	Retsch	-
เครื่องขัดไฟฟ้า	Struers	-
เตาอบไฟฟ้าอุณหภูมิ 120°C	Memmert	UE-300
เตาเผาไฟฟ้า (furnace) สำหรับหลอมแก้ว	-	-
เตาเผาไฟฟ้า (furnace) สำหรับเผาผนึก	SYBRON	Type 46100
Universal tensile mechain	Instron	Model 55R4502
เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer)	Bruker AXS	D8 ADVANCE
เครื่อง High Temperature DTA Cell Adaptor	Stanton redcroft	DTA model 673-4
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM) ชนิด Low vacuum	JEOL	JSM 5910LV
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM) ชนิด Low vacuum	Nano-eye	SNE-3000M
เครื่อง sputtering	JEOL	JFC-1100E

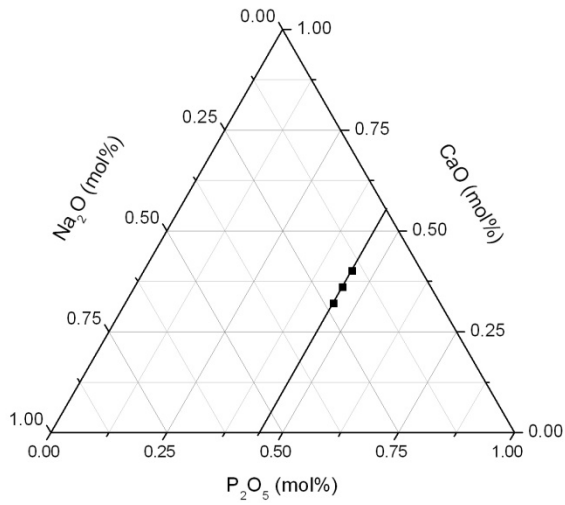
### 3.3 วิธีการทดลอง

วิธีการทดลอง จะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนหลักคือ ขั้นตอนการเตรียมแก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ และ ขั้นตอนการเตรียมแก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ให้เป็นแก้วเซรามิกชีวรูปนซึ่งในบทนี้จะอธิบายวิธีการทดลองพร้อมกับการวิเคราะห์หาสมบัติและลักษณะของชิ้นงานแก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ และ แก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูปน

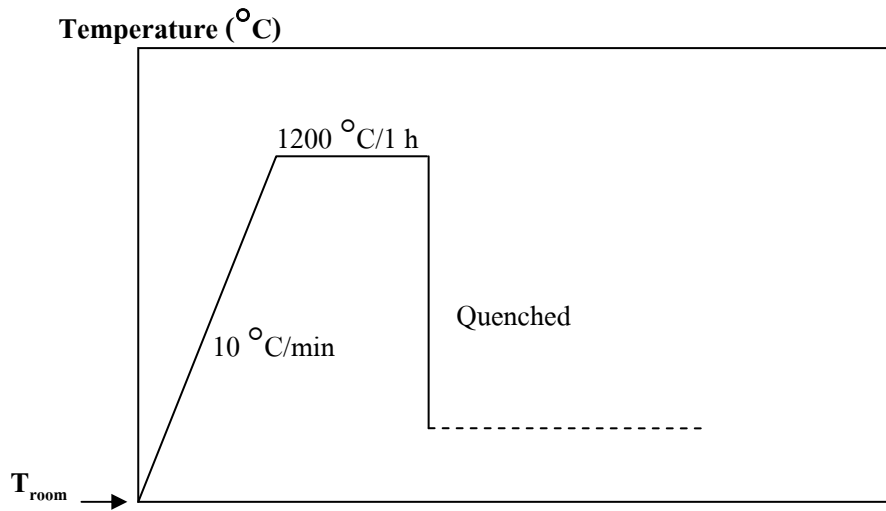
#### 3.3.1 การเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง

##### 3.3.1.1 การเตรียมแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ ( $P_2O_5$ -CaO- $Na_2O$ glass system)

ในการเตรียมแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ ด้วยวิธีการหลอมแก้วแบบดั้งเดิม (conventional melt quenching method) โดยเริ่มจากการผสมสารตั้งต้น คือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $(NH_4)_2HPO_4$ ) แคลเซียมคาร์บอเนต ( $CaCO_3$ ) และโซเดียมคาร์บอเนต ( $Na_2CO_3$ ) เข้าด้วยกัน โดยจะเตรียมทั้งหมด 3 สูตรคือ  $(45P_2O_5-32CaO-23Na_2O)$   $(45P_2O_5-36CaO-19Na_2O)$  และ  $(45P_2O_5-40CaO-15Na_2O)$  ในอัตราส่วนร้อยละโดยโมล (mol%) แสดงดังรูปที่ 3.1 จากนั้นนำผงผสมที่ได้มาทำการหลอมที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}C$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ คือ  $10^{\circ}C/min$  ตามแผนผังแสดงเงื่อนไขการหลอมดังรูปที่ 3.2 ในถ้วยหลอมอะลูมินา ( $Al_2O_3$  crucible) จากนั้นทำให้สารหลอมเหลวเย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว (quenched) โดยการเทน้ำแก้วลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate) แล้วกดทับอย่างรวดเร็ว แล้วจึงนำแก้วที่ได้ไปบดเป็นผงเพื่อนำไปวิเคราะห์ทางความร้อนด้วย เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบอนุพันธ์ (differential thermal analysis : DTA) และตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) ตามลำดับ เพื่อหาเงื่อนไขของอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูปนต่อไป



รูป 3.1 อัตราส่วนของแก้วระบบ  $P_2O_5$ -CaO- $Na_2O$  ที่แสดงด้วย Ternary phase diagram



รูป 3.2 แผนผังแสดงเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการหลอมแก้วระบบ  $P_2O_5$ -CaO- $Na_2O$



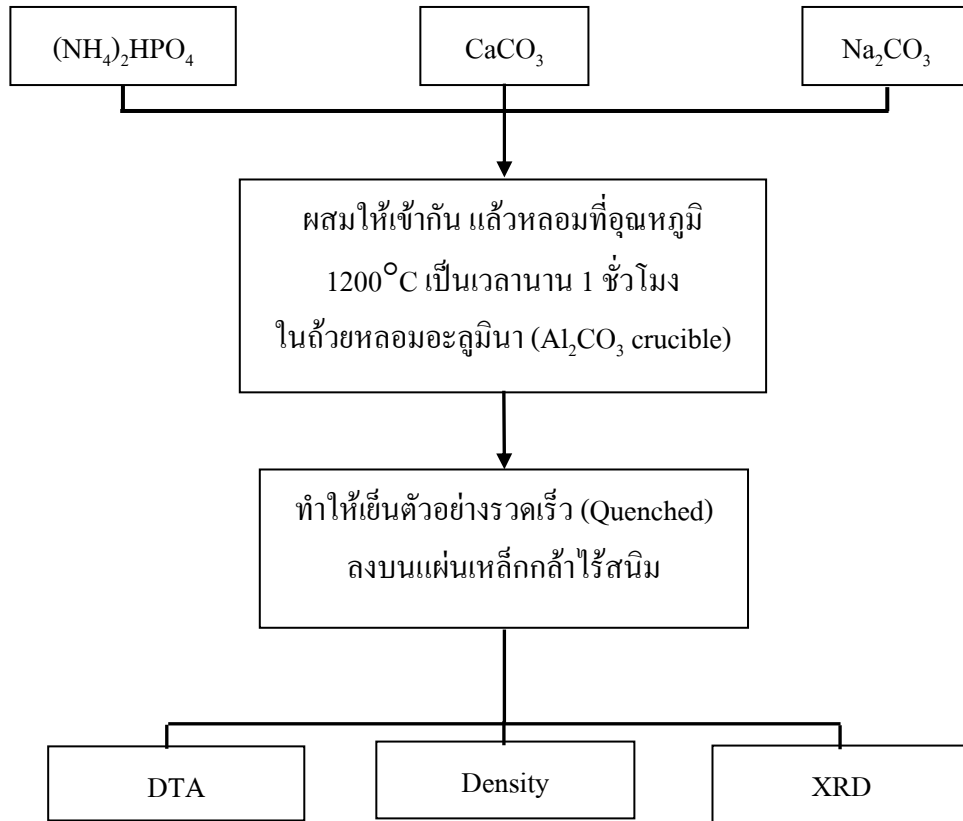
รูป 3.3 ถ้วยหลอมอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  crucible)



รูป 3.4 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate) สำหรับคดทับน้ำแก้ว



รูป 3.5 เตาเผาไฟฟ้า (furnace) สำหรับหลอมแก้ว

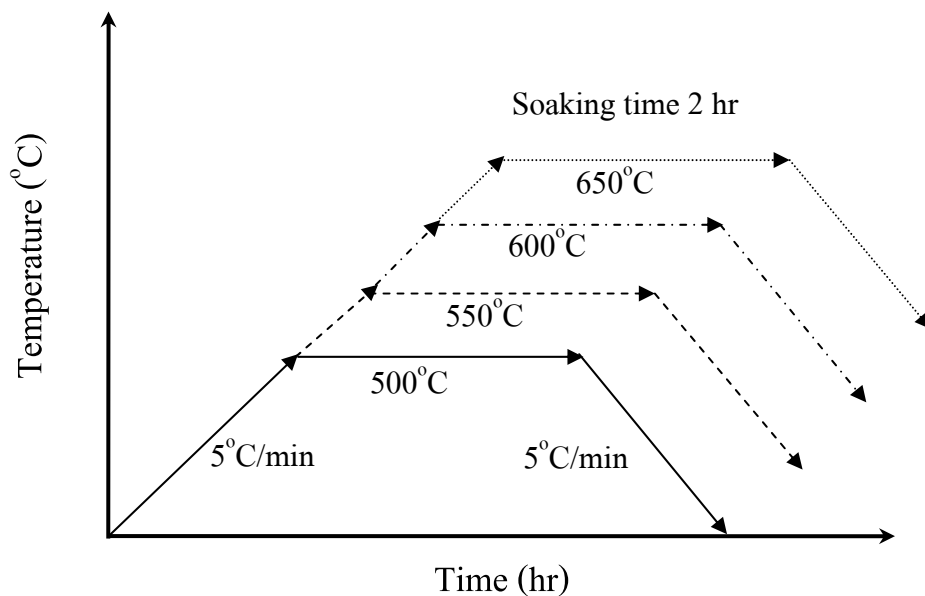


รูป 3.6 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมแก้วระบบ P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-CaO-Na<sub>2</sub>O

### 3.3.1.2 การเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน

การเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน จะเริ่มจากนำแก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ ไปบดจนละเอียดด้วยเครื่องบดไฟฟ้า Retsch เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และนำผงแก้วที่ได้มาผสมกับการบดในอัตราส่วนดังตารางที่ 3.3 จากนั้นนำไปขึ้นรูปเป็นเม็ดหนัก 1 กรัม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร เมื่อได้เม็ดสารแล้วก็นำไปเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิ 500 550 600 และ 650°C ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิ คือ 5°C/min และ 5°C/min จากนั้นนำชิ้นงานเซรามิกมาทำการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD และสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และ โครงสร้างทางจุลภาค ตามลำดับ

ในตารางที่ 3.3 จะกำหนดชื่อให้เม็ดสารตัวอย่างตามเงื่อนไข (condition) ต่างๆ ที่ระบุไว้ในตาราง เพื่อสะดวกสบาย และง่ายต่อการจดจำ



รูป 3.7 แผนผังแสดงเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกแก้วที่ผ่านการหลอมด้วยถ้วยหลอมอะลูมินา



ตาราง 3.3 แสดงเงื่อนไขของเม็ดสารตัวอย่าง ซึ่งประกอบไปด้วย อัตราส่วนร้อยละโดยน้ำหนัก ระหว่างผงแก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ กับผงการบูร และ อุณหภูมิเผา ผนึก (sintering temperature)

Name	Composition (wt%)				T <sub>sintered</sub> (°C)
	45P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -32CaO-23Na <sub>2</sub> O	45P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -36CaO-19Na <sub>2</sub> O	45P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -40CaO-15Na <sub>2</sub> O	Camphor	
A1-500	100	-	-	0	500
B1-500	-	100	-	0	500
C1-500	-	-	100	0	500
A1-550	100	-	-	0	550
B1-550	-	100	-	0	550
C1-550	-	-	100	0	550
A1-600	100	-	-	0	600
B1-600	-	100	-	0	600
C1-600	-	-	100	0	600
A1-650	100	-	-	0	650
B1-650	-	100	-	0	650
C1-650	-	-	100	0	650
A2-500	70	-	-	30	500
B2-500	-	70	-	30	500
C2-500	-	-	70	30	500
A2-550	70	-	-	30	550
B2-550	-	70	-	30	550
C2-550	-	-	70	30	550
A2-600	70	-	-	30	600
B2-600	-	70	-	30	600
C2-600	-	-	70	30	600
A2-650	70	-	-	30	650
B2-650	-	70	-	30	650
C2-650	-	-	70	30	650
A3-500	50	-	-	50	500
B3-500	-	50	-	50	500
C3-500	-	-	50	50	500

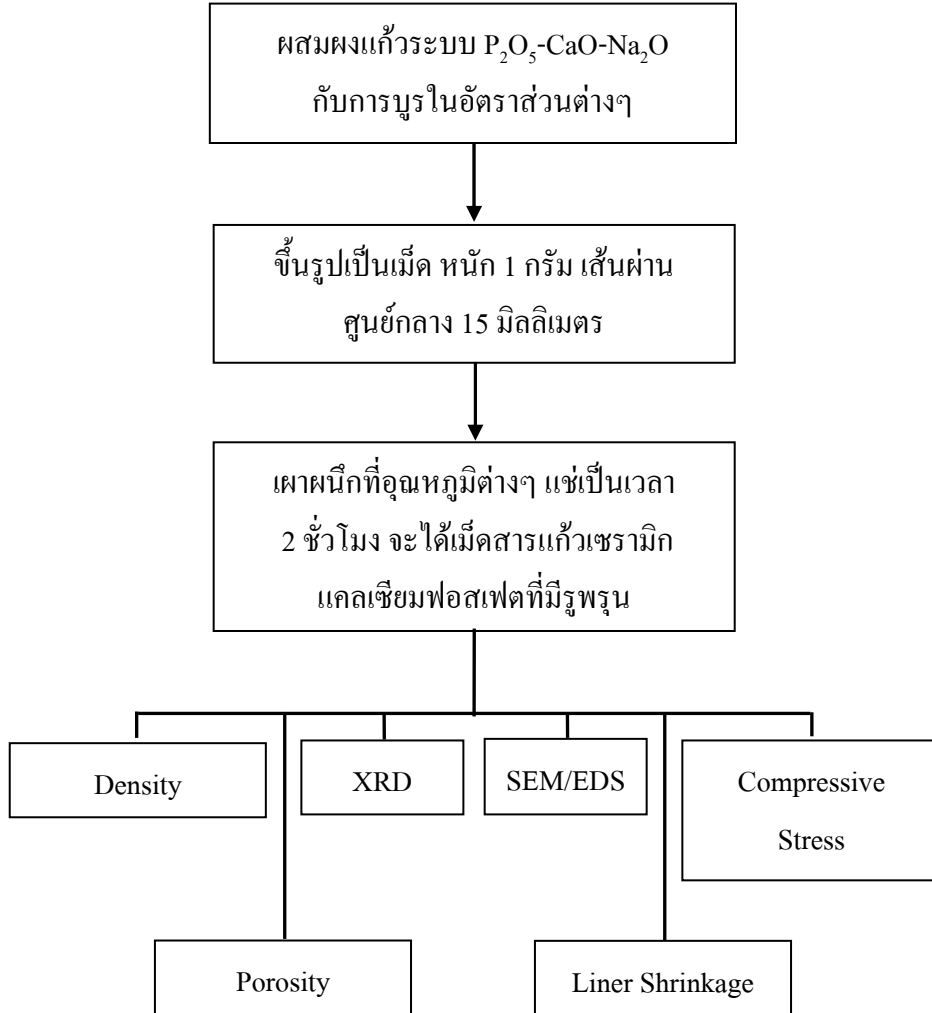
A3-550	50	-	-	50	550
B3-550	-	50	-	50	550
C3-550	-	-	50	50	550
A3-600	50	-	-	50	600
B3-600	-	50	-	50	600
C3-600	-	-	50	50	600
A3-650	50	-	-	50	650
B3-650	-	50	-	50	650
C3-650	-	-	50	50	650



รูป 3.8 เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก



รูป 3.9 เตาเผาไฟฟ้าสำหรับเผาฉนวน



รูป 3.10 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต

### 3.3.2 วิธีการวัดและการตรวจวิเคราะห์หลักเฉพาะของสารตัวอย่าง

#### (Characterization and Measurement Method)

หลังจากที่ได้ทำการเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งได้แก่ แก้วฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ใน 3 อัตราส่วนคือ  $(45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O})$   $(45\text{P}_2\text{O}_5-36\text{CaO}-19\text{Na}_2\text{O})$  และ  $(45\text{P}_2\text{O}_5-40\text{CaO}-15\text{Na}_2\text{O})$  จะนำชิ้นงานที่ได้ไปวิเคราะห์ทางความร้อน สมบัติทางกายภาพ และวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ จากนั้นเมื่อขึ้นรูปเป็นแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ ตรวจสอบชนิดของเฟสองค์ประกอบที่ปรากฏเนื่องจากความร้อน โครงสร้างทางจุลภาคของเฟสที่เกิดขึ้นรวมทั้งโครงสร้างของรูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน และศึกษาสมบัติเชิงกล

#### 3.3.2.1 การวิเคราะห์ทางความร้อน

ในการทดลองนี้ ได้ทำการศึกษาถึงรายละเอียดของพฤติกรรมทางความร้อนของแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ 3 อัตราส่วนคือ  $(45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O})$   $(45\text{P}_2\text{O}_5-36\text{CaO}-19\text{Na}_2\text{O})$  และ  $(45\text{P}_2\text{O}_5-40\text{CaO}-15\text{Na}_2\text{O})$  ซึ่งมีจุดประสงค์ในการตรวจสอบหาสถานะของอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาผนึก (sintering temperature) เพื่อหาช่วงการเกิดเฟสของแก้วทั้ง 3 อัตราส่วน โดยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน (thermal analysis) ที่ใช้ในการทดลองนี้คือ เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบอนุพันธ์ (differential thermal analysis : DTA) ซึ่งเป็นเทคนิคที่เหมาะสมในการใช้ตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของวัสดุที่มีลักษณะเป็นผง ดังนั้นก่อนการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนจะต้องทำการบดชิ้นงานที่ต้องการวิเคราะห์ให้เป็นผงก่อน จากนั้นใช้เครื่อง High Temperature DTA Cell Adaptor (ดังแสดงในรูปที่ 3.10) ทำการตรวจสอบผงที่ได้ โดยใช้เงื่อนไขในการทดสอบดังนี้ คือ ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ  $650^\circ\text{C}$  ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิคือ  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  และใช้ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) เป็นตัวเทียบมาตรฐาน ซึ่งข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีการนี้สามารถนำไปใช้ในการประมาณช่วงของอุณหภูมิที่เหมาะสมของการเผาผนึกเพื่อให้ได้แก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนต่อไป



รูป 3.11 เครื่อง High Temperature DTA Cell Adaptor

### 3.3.2.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของสาร โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึก และมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ ดังนั้น เมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด นอกจากนี้รังสีที่ตรวจจับได้นั้นยังสามารถบอกได้ว่ามาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใดอีกด้วย โดยดูจากค่ามุม (Bragg's angle) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะของโครงสร้าง

สำหรับการตรวจสอบนั้น จะมีขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่างดังต่อไปนี้ คือ

1. นำผงและชิ้นงานที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ในแผ่นบรรจุชิ้นงาน (sample holder) จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นผงให้นำมาบดให้ละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่างก่อน จากนั้นเกลี่ยผงตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์)

2. เริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่  $2\theta$  เท่ากับ  $10$  องศา และมุมสุดท้าย  $2\theta$  เท่ากับ  $60$  องศา
3. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม  $2\theta$  จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสองค์ประกอบและความบริสุทธิ์ของชิ้นงานตัวอย่างที่เกิดขึ้นโดยนำค่ามุม  $2\theta$  ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรค ดังสมการที่ 3.1

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.1)$$

โดยที่  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ( $\lambda = 1.54439 \text{ \AA}$ )



รูป 3.12 เครื่อง X-ray diffractometer

### 3.3.2.3 การหาค่าความหนาแน่นและความพรุน

การทดลองนี้ ได้ทำการหาความหนาแน่นโดยวิธีขวดจ้วงจำเพาะ (ขวด ถ.พ.) เพื่อหาความหนาแน่นของเอทิลแอลกอฮอล์ เพราะแก้วฟอสฟอรัสเคลือบเซมิโซเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นในการทดลองนี้สามารถละลายได้ในน้ำ ดังนั้นจึงใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นสารมาตรฐานแทน วิธีการนี้อาศัยหลักการ “ความถ่วงจำเพาะของสสารเป็นอัตราส่วนของมวลของสสารนั้นต่อมวลของสารมาตรฐานที่มีปริมาตรเท่ากัน” โดยจะนำขวดมาทำความสะอาด และเป่าให้แห้ง ต่อมาก็ชั่งขวด ถ.พ. พร้อมจุก บันทึกเป็น  $M_1$  จากนั้นเติมน้ำกลั่นให้เต็มขวดปิดจุก นำไปชั่งบันทึกเป็น  $M_2$  และเทน้ำออก แล้วเป่าขวดให้แห้งอีกครั้งหนึ่ง เติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงจนเต็ม บันทึกเป็น  $M_3$  จากนั้นก็คำนวณหาความหนาแน่นของเอทิลแอลกอฮอล์ด้วยสมการ 3.2

$$\rho_s = \frac{M_3 - M_1}{M_2 - M_1} \times \rho_{st} \quad (3.2)$$

เมื่อ  $\rho_s$  และ  $\rho_{st}$  คือ ความหนาแน่นของเอทิลแอลกอฮอล์และน้ำกลั่น ตามลำดับ  
 $M_1$  คือ ขวด ถ.พ.  
 $M_2$  คือ ขวด ถ.พ. ที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่เต็ม  
 $M_3$  คือ ขวด ถ.พ. ที่มีเอทิลแอลกอฮอล์บรรจุอยู่เต็ม

ต่อมา ก็ทำการหาค่าความหนาแน่นและความพรุนของชิ้นงานแก้ว และแก้วเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้หลักการแทนที่ของ Archimedes ซึ่งทำการทดลองโดยนำชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้มาต้มในเอทิลแอลกอฮอล์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยจะต้องคอยควบคุมการต้มตลอดเวลาเพราะแอลกอฮอล์จะระเหยอย่างรวดเร็ว และเดือดที่อุณหภูมิไม่สูง จากนั้นแช่ต่อในเอทิลแอลกอฮอล์ประมาณ 12 ชั่วโมง แล้วจึงนำชิ้นงานตัวอย่างมาชั่งน้ำหนักในเอทิลแอลกอฮอล์ ( $W_3$ ) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการต้มมาชั่งน้ำหนักในอากาศ ( $W_2$ ) แล้วจึงนำในตู้อบอุณหภูมิ  $120^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้ง ก่อนนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้งหนึ่ง ( $W_1$ ) แล้วจึงทำการคำนวณหาความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการที่ 3.3 และคำนวณร้อยละความพรุนที่ปรากฏ (Percentage of apparent porosity) ด้วยสมการที่ 3.4

$$\rho_s = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \times \rho_{st} \quad (3.3)$$

$$\text{Percentage of apparent porosity} = \frac{W_2 - W_1}{W_2 - W_3} \times 100 \quad (3.4)$$

เมื่อ  $\rho_s$  และ  $\rho_{st}$  คือ ความหนาแน่นของชิ้นงานและของเอทิลแอลกอฮอล์ตามลำดับ  
 $W_1$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานหลังจากอบแห้ง  
 $W_2$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศหลังจากต้มในน้ำ  
 $W_3$  คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำหลังจากต้มในน้ำ



รูป 3.13 เครื่องชั่งระบบดิจิทัล สำหรับวัดค่าความหนาแน่น

### 3.3.2.4 การหาค่าการหดตัวหลังเผา

หลังจากการเผาผนึกเซรามิกแล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปแบบของการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาและหลังการเผา และ คำนวณหาค่าดังสมการ 3.5

$$S_L = 1 - \frac{l}{l_o} \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ  $S_L$  คือ ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก  
 $l$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางหลังเผาผนึก  
 $l_o$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางก่อนเผาผนึก



### 3.3.2.5 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาค จะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยชิ้นงานแก้วเซรามิกจะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคในโหมดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) นอกจากนี้ยังได้ทำการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค EDS อีกด้วย เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบการอธิบายถึงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเม็ดสารที่เตรียมได้ รวมถึงลักษณะและเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนในเม็ดสารที่เตรียมได้ โดยมีขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างดังนี้ คือ

1. นำเม็ดสารแก้วเซรามิกที่เตรียมได้มาหักให้ได้ชิ้นงานที่มีพื้นผิวรอยหัก (fracture surface) ที่เรียบและมีขนาดเล็ก จากนั้นนำชิ้นงานไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน เนื่องจากชิ้นงานที่มีรูพรุนจะสามารถดูดความชื้นได้ดีในระหว่างการเตรียม
2. นำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปคาร์บอน ให้บริเวณรอยหัก (fracture surface) วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ จากนั้นก็นำชิ้นงานที่ติดบนแท่งทองเหลืองไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน เนื่องจากชิ้นงานที่มีรูพรุนจะสามารถดูดความชื้นในระหว่างกระบวนการติดชิ้นงานบนแท่งทองเหลืองได้ดี
3. ทำการเคลือบผิวของชิ้นงานที่เตรียมได้ด้วยทองคำ โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 1 นาที ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในโหมดต่างๆ ตามความเหมาะสม เพื่อทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป



รูป 3.14 เครื่อง sputtering รุ่น JFC-1100E



รูป 3.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Low vacuum  
(JEOL JSM 5910LV)

### 3.3.2.6 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบแบบเอนกประสงค์

ในการทดสอบสมบัติเชิงกล จะใช้เครื่องทดสอบแบบเอนกประสงค์ (Universal Testing Machine: UTM) ซึ่งเป็นเครื่องทดสอบแรงประเภท static load test ให้แรงทดสอบคงที่กระทำต่อชิ้นทดสอบ สามารถทดสอบคุณสมบัติทางกลได้ดังนี้

1. ทดสอบแรงกด (Compressive Test)
2. ทดสอบแรงดึง (Tensile Test)
3. ทดสอบแรงบิด (Torsion Test)
4. ทดสอบแรงดัด (Bending Test)
5. ทดสอบแรงเฉือน (Shear test)

ในการทดลองนี้จะใช้โหมคการทดสอบแรงกด โดยจะใช้แผ่นโลหะขนาดบีมัดสารเซรามิกก่อนนำไปทดสอบ ดังรูป 3.17 เพื่อให้แผ่นโลหะรับแรงกดจากเครื่องและส่งต่อให้เม็ดสารเซรามิก เพราะเม็ดเซรามิกที่เตรียมได้ไม่มีรูปร่างที่เหมาะสมสำหรับเครื่องมือ ซึ่งข้อมูลที่ได้จากเครื่องมือนี้คือแรงที่ตกลงไปบนเม็ดสารก่อนการแตกหัก จากนั้นก็นำมาคำนวณหา compressive stress ด้วยสมการ 3.6

$$\text{Compressive stress} = F/A \quad (3.6)$$

เมื่อ  $F$  คือ แรงกดบนชิ้นงาน (N)  
 $A$  คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน ( $m^2$ )



รูป 3.16 เครื่องมือทดสอบแบบอเนกประสงค์ [Universal testing machine (Instron Model 55R4502)]



รูป 3.17 การติดตั้งชิ้นงานบนเครื่องมือทดสอบแบบอเนกประสงค์