



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมแบเรียมไททานตเซรามิกด้วยการใช้แบเรียม
ไททานตโซลเป็นตัวเชื่อม

โดย ดร.สุพิน ต่างวิวัฒน์

กันยายน 2545



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมแบเรียมไททาเนตเซรามิกด้วยการใช้แบเรียม ไททาเนตซิลเป็นตัวเชื่อม

โดย ดร.สุพิน ต่างวิวัฒน์

วันที่	- 4 ส.ย. 2546
เลขทะเบียน	00020
เลขเรียกหนังสือ	PDF 44

๐๐๐๙

กันยายน 2545

สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
ชั้น 14 อาคาร เอส เอ็ม ทาวเวอร์
เลขที่ 974/17-21 ถนนพหลโยธิน แขวงสามเสนใน
เขตพญาไท กรุงเทพมหานคร 10400
โทรศัพท์ : 02-2544455 โทรสาร : 02-2544476
เว็บไซต์ : <http://www.srtr.or.th>
E-mail : srtr@srtr.or.th



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมแบเรียมไททาเนตเซรามิกด้วยการใช้แบเรียม
ไททาเนตโซลเป็นตัวเชื่อม

ดร.สุพิณ ต่างวิวัฒน์ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาฯ

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

โครงการนี้เป็นโครงการที่ได้รับทุนวิจัยหลังปริญญาเอกจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ผู้วิจัยขอขอบคุณทุกท่านที่มีส่วนเกี่ยวข้องในงานวิจัยนี้โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Dr. Steve J Milne ที่ให้คำแนะนำและคำปรึกษาตลอดช่วงการทำวิจัยที่ผ่านมา ขอขอบคุณเจ้าของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ ที่ช่วยเหลือในเรื่องเทคนิคต่างๆ ทั้งด้านการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยเฉพาะคุณสิริพรรณ นิลโพธิ์ ที่ให้คำปรึกษาในเรื่องการวิเคราะห์ผลการหัดตัวของชิ้นงานหลังการเผา และเจ้าที่สกว. ที่ให้ความกระจ่างในด้านการบริหารโครงการ

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยที่ให้การสนับสนุนในเรื่องค่าใช้จ่ายในการดำเนินโครงการ

บทคัดย่อ

Project Code : PDF/08/2544

Project Title : การเตรียมแบบเรียบไททาเนตเซรามิกด้วยการใช้แบบเรียบไททาเนตโซลเป็นตัวเชื่อม

Investigators : ดร. สุพิน ต่างวิวัฒน์ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาฯ

E-mail Address : supin.t@chula.ac.th

Project Period : 1 ปี ตั้งแต่วันที่ 1 กรกฎาคม 2544 ถึง 30 มิถุนายน 2545

Objectives : เพื่อศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการใช้แบบเรียบไททาเนตโซลเป็นตัวเชื่อมสำหรับการขึ้นรูปผงแบบเรียบไททาเนตด้วยการอัดแบบทิศทางเดียว และศึกษาถึงผลพลอยได้จากการใช้แบบเรียบไททาเนตโซล เช่น ช่วยเรื่องจุดศูนย์กลางของชิ้นงานโดยดูจากความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิก

Methodology : ขอบเขตของการวิจัยอยู่ภายใต้สมมติฐานที่ว่า การใช้โซลเป็นตัวเชื่อมควรให้ผลที่แตกต่างไปจากการใช้สารประกอบพอลิเมอร์ซึ่งเป็นตัวเชื่อมที่ใช้กันอยู่ทั่วไปในการขึ้นรูปเซรามิก โดยงานวิจัยนี้ทำให้ทราบถึงข้อดีของการใช้โซลเป็นตัวเชื่อม ส่วนการดำเนินการจนได้ข้อมูลนั้น ทำได้โดยการทดลองในห้องปฏิบัติการตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียมโซลจนถึงการวิเคราะห์ลักษณะของชิ้นงานที่ได้

Results : จากสมมติฐานที่ตั้งไว้ในตอนต้นว่าโซลควรให้ผลดีกว่าพอลิเมอร์ในบางประการนั้น จากผลการทดลองพบว่าข้อดีของโซลหรือสิ่งที่ค้นพบใหม่คือ ตัวอย่างที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมแสดงผลในการขึ้นเคอร์ริง ที่อุณหภูมิต่ำได้มากกว่าตัวอย่างที่ใช้พอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อม นอกจากนี้ยังให้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงกว่า ในขณะที่ชิ้นงานมีการหดตัวน้อยกว่าหลังการเผา

Discussion Conclusion : งานวิจัยนี้เป็นการพิสูจน์ให้เห็นว่าโซลสามารถใช้แทนพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นตัวเชื่อมได้และให้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงกว่าแต่การหดตัวน้อยกว่า การทดลองครั้งนี้แม้ว่ามีวิธีการทดลองหรือหลักการเดียวกับงานที่ผู้วิจัยเคยทำมาแล้วในอดีต แต่สิ่งที่แตกต่างกันคือวัสดุที่ใช้และการศึกษาเพิ่มเติมในเรื่องแรงที่ใช้อัดและพฤติกรรมของการหดตัวของชิ้นงาน ในแง่ของวัสดุที่ต่างกันนั้นทั้งเลดเซอร์โคเนตไททาเนตและแบบเรียบไททาเนตต่างมีลักษณะเฉพาะและปัญหาที่ต่างกัน แต่ปัญหาของสารประกอบทั้งสองชนิดแก้ไขได้เมื่ออุณหภูมิการเผาชิ้นงานต่ำ ซึ่งชิ้นงานที่ใช้โซลแสดงให้เห็นว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่ำชิ้นงานดังกล่าวมีความหนาแน่นสูงกว่าชิ้นงานที่ใช้พอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อม ซึ่งสารประกอบทั้งสองชนิดให้ผลที่สอดคล้องกัน ส่วนการทดลองเรื่องการหดตัวของชิ้นงานหลังเผา เป็นการแสดงถึงข้อดีของโซลอีกประการหนึ่ง

Further Implication :

1. ทำการทดลองในลักษณะเดียวกันนี้กับเทคนิคการขึ้นรูปแบบ cold isostatic press
2. ลองใช้โซลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการอื่น โดยเลือกโซลที่สูญเสียน้ำหนักในการเผาได้ สารประกอบอินทรีย์น้อยที่สุดหรือโซลที่ไม่มีแบบเรียบคาร์บอนเนตซึ่งเป็น intermediate เกิดขึ้น

Abstract

Project Code : PDF/08/2544

Project title : Preparation of Barium Titanate Ceramics : The Use of Barium Titanate Sol as a Binder

Investigator : Dr. Supin Tangwiwat Metallurgy and Materials Science Research Institute, Chulalongkorn University

E-mail Address : supin.t@chula.ac.th

Project Period : 1 year From 1 July 2001 to 30 June 2002

Objectives : To study possibly to use barium titanate sol as a binder for barium titanate ceramic fabrication by uniaxial die pressing and to study advantages of sol binder such as acting as sintering aid.

Methodology : The scope of this research based on assumption that sol binder could show different results from using polymer binder. Advantages of sol binder would be investigated. The research was performed in a laboratory starting from sol preparation to ceramic characterization.

Results : From assumption we expected that sol could give some advantages. The experiment showed that sol could assist sintering especially for low temperature. Furthermore the samples using sol binder showed higher density and less shrinkage after firing.

Discussion Conclusion : This research proved that sol could be used as a binder instead of polymer when the ceramics showed higher density and less shrinkage. Although the experiment has the same concept and process as our previous work, the different points were raw materials and other studies i.e. the effect of pressure for forming and thermal expansion behavior. In terms of raw materials, both lead zirconate titanate and barium titanate have their own characteristics and problems. However the problems could be solved when the samples are sintered at low temperature. Using sol binder, the samples showed higher density than the samples using polymer. In accordance with our previous work, BT sample using sol binder showed higher density. Less shrinkage after firing is another advantage of sol binder.

Further Implication :

1. Using cold isostatic press to form green bodies
2. Using sol prepared by other routes especially for sol which consists of small content of organic components or sol which does not have BaCO_3 intermediate.

Executive Summary

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

Barium Titanate (BaTiO_3) เป็นเซรามิกในกลุ่มเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) ซึ่งถูกใช้อย่างกว้างขวาง สำหรับเป็น capacitor โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Multilayer Ceramic Capacitors (MLCCS) เนื่องจาก มีค่า Dielectric Constant ที่สูง จากข้อมูลทางสถิติรายงานว่า อุตสาหกรรมเซรามิก capacitor ในปี 1998 มีการใช้เซรามิกในกลุ่ม BaTiO_3 ถึง 10,000 ตัน ซึ่งคิดเป็นร้อยละ 90 ของปริมาณการใช้ capacitor ทั้งหมด ในภาคอุตสาหกรรมมีการคาดการณ์ถึงการใช้ capacitor เป็นอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการใช้กับ อุตสาหกรรมการสื่อสารแบบไร้สาย (Venigalla, 2000) ดังนั้น BaTiO_3 จึงเป็นเซรามิกตัวหนึ่งในกลุ่มเฟอร์โรอิเล็กทริกที่น่าสนใจในการศึกษาและพัฒนา ซึ่งนอกเหนือไปจากการวิจัยและพัฒนาในการทำให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าเป็นไปตามที่ต้องการแล้ว การวิจัยในเชิงกระบวนการผลิตก็เป็นอีกแนวทางหนึ่งที่จะช่วยให้ BaTiO_3 เซรามิกมีสมบัติที่ดีได้ เช่น ความหนาแน่นของชิ้นงานสูง หรือมีความเป็นรูพรุนต่ำ ซึ่งสิ่งเหล่านี้มีผลต่อค่าไฟฟ้าเช่นกัน

ในการผลิตเซรามิกขั้นต้นหนึ่งคือการผสม binder ลงใน powder ก่อนนำของผสมระหว่าง binder กับ powder ไปขึ้นรูป จากอดีตจนถึงปัจจุบันสารที่ใช้เป็น binder ส่วนใหญ่เป็นพวกพอลิเมอร์ ซึ่งเมื่อเผาไล่ binder ออกจากชิ้นงานก่อน sintering ชิ้นงานนั้นจะประกอบด้วย powder ที่จับตัวกันตามลักษณะของชิ้นงานที่ถูกเตรียมขึ้น และช่องว่างภายในชิ้นงาน เนื่องจากพอลิเมอร์สลายตัวไป และช่องว่างเหล่านี้ถือเป็นปัจจัยหนึ่งในการรบกวนการ sintering ของชิ้นงาน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเป็นการทดลองใช้ binder อีกกลุ่มหนึ่ง คือ Inorganic binder เนื่องจากมีองค์ประกอบที่เหมือนกับ powder เหลืออยู่ในช่องว่างของชิ้นงาน ทำให้การ sintering ดีขึ้น และอาจช่วยในเรื่องการลดอุณหภูมิในการ sintering เป็นการลดต้นทุนการผลิตในเชิงการประหยัดพลังงาน (Tangwiwat, 2000)

เอกสารอ้างอิง

Venigalla S.: Advanced Materials & Powder. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 79, [6], 45 – 48 (2000).

Tangwiwat, S.: *Investigation of Sol-Gel Binder System for the Fabrication of Lead Zirconate*

Titanate Ceramics PhD thesis, Department of Materials, University of Leeds. (2000).

2. วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการใช้ BaTiO_3 Sol เป็น Binder สำหรับการขึ้นรูป BaTiO_3 powder ด้วยเทคนิค Uniaxial Die Pressing รวมถึงผลพลอยได้จากการใช้ BaTiO_3 Sol เช่น การเผาไล่ (binder burnout) ง่ายกว่า organic binder และช่วยให้การ sintering ง่ายขึ้น ซึ่งดูได้จากผลของความหนาแน่นของชิ้นงาน

5. ผลงาน / หัวข้อเรื่องที่คาดว่าจะตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติในแต่ละปี

ปีที่ 1 : ชื่อเรื่องที่คาดว่าจะตีพิมพ์ : Expansion study of sol-gel binder system for the fabrication of barium titanate ceramics

ชื่อวารสารที่คาดว่าจะตีพิมพ์ : Journal of Materials Science

6. งบประมาณโครงการ (ตามระยะเวลาโครงการที่ได้เสนอรับทุน)

รายการ	งบประมาณที่เสนอขอ (บาท)
1. หมวดค่าใช้สอย	
- ค่าทดสอบทางกายภาพ	10,000
- ค่าทดสอบทางไฟฟ้า	10,000
- ค่าทดสอบทางเคมี	7,000
- ค่าพาหนะ	1,000
- ค่าไปรษณีย์ โทรเลข โทรศัพท์	1,000
- ค่าจัดทำรายงาน	3,000
- ค่าถ่ายเอกสาร หนังสือ	3,000
รวม	<u>35,000</u>
2. หมวดค่าตอบแทน	120,000
รวม	<u>120,000</u>
3. หมวดค่าวัสดุ	
- ค่าวัสดุวิทยาศาสตร์	10,000
- ค่าสารเคมี	25,000
- ค่าวัสดุสำนักงาน	4,000
- ค่าวัสดุทางกลและไฟฟ้า	2,000
- ค่าวัสดุก่อสร้าง	2,000
- ค่าฟิล์ม ล้างรูป	2,000
รวม	<u>45,000</u>
รวมทั้งสิ้น	200,000

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
Abstract	iii
Executive Summary	iv
สารบัญ	vii
สารบัญรูป	ix
สารบัญตาราง	xi

บทที่ 1 บทนำ

บทที่ 2 วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมีที่ใช้	3
2.2 การวิเคราะห์หารขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททาเนต	3
2.3 การเตรียมแบเรียมไททาเนตโซล	3
2.4 การหำน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจดและผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จาก แบเรียมไททาเนตโซล	3
2.5 การวิเคราะห์หาการสลายตัวของตัวเชื่อม	3
2.6 การวิเคราะห์วัฏภาคผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจด	4
2.7 การวิเคราะห์หาคาร์บอนไดออกซอนที่เหลืออยู่ในผงแบเรียมไททาเนต	4
2.8 การเตรียมชิ้นงานแบเรียมไททาเนตเซรามิก	4
2.9 การหาความหนาแน่นของชิ้นงาน	4
2.10 การศึกษาพฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา	4

บทที่ 3 ผลการทดลอง

3.1 การวิเคราะห์ลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ใช้	5
3.2 การตรวจสอบการสลายตัวของตัวเชื่อม	6
3.3 การตรวจสอบวัฏภาคและลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผา แบเรียมไททาเนตเจด	7
3.4 การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา	12
3.5 การศึกษาถึงความหนาแน่นของชิ้นงาน	14
3.6 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการเผา	19

บทที่ 4 บทวิจารณ์	20
เอกสารอ้างอิง	22
Output	24
ภาคผนวก	25

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 3.1 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงแบเรียมไททาเนต	5
รูปที่ 3.2 กราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงแบเรียมไททาเนต	5
รูปที่ 3.3 กราฟแสดงการสลายตัวของ PVB	6
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการสลายตัวของแบเรียมไททาเนตเจส	7
รูปที่ 3.5 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผา แบเรียมไททาเนตเจสที่ 800 °C	8
รูปที่ 3.6 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผา แบเรียมไททาเนตเจสที่ 900 °C	8
รูปที่ 3.7 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจส ที่ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	9
รูปที่ 3.8 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจส ที่ 900°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	9
รูปที่ 3.9 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจส ที่ 1000°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	10
รูปที่ 3.10 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจส ที่ 1100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	10
รูปที่ 3.11 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแบเรียมไททาเนตเจส หลังเผาที่ 1100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	11
รูปที่ 3.12 Dilatometric curve ของชิ้นซึ่งอัดที่ความดันตั้งแต่ 100 ถึง 200 MPa : (a) %displacement curve และ (b) derivative of % displacement	12
รูปที่ 3.13 กราฟแสดงผลของการใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	14
รูปที่ 3.14 กราฟแสดงผลของการใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่เวลาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1150°C	15
รูปที่ 3.15 กราฟแสดงผลของความดันในการอัดชิ้นงานต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน หลังเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	16
รูปที่ 3.16 กราฟแสดงผลของปริมาณโซลที่ใช้ต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน : (a) ตัวอย่างก่อนเผาหลังการอัดที่ 200 MPa ; (b) หลังการเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	17

- รูปที่ 3.17** โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบเรียมไททาเนตซึ่งใช้โซลเป็นตัวเชื่อม
(ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจล) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa
และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 96 % 19
- รูปที่ 3.18** โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบเรียมไททาเนตซึ่งใช้ PVB เป็นตัวเชื่อม
(ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 95% 19

สารบัญตาราง**หน้า**

ตารางที่ 3.1	ค่าการหดตัวของแบบเรียบไททานิตเซรามิกหลังการเผา	13
ตารางที่ 3.2	แสดงปริมาณสารประกอบอินทรีย์ในเจลแห้งที่สูญเสียไปจากชิ้นงานหลังการเผา	18

บทที่ 1

บทนำ

แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) เป็นหนึ่งในวัสดุที่สำคัญในกลุ่มของเพียโซอิเล็กทริกเรรามิกเนื่องจากการนำไปใช้เป็นตัวเก็บประจุหรือทรานสดิวเซอร์ (1) ซึ่งคุณภาพของผงแบเรียมไททาเนตเป็นปัจจัยหนึ่งในการกำหนดลักษณะของแบเรียมไททาเนตเรรามิกที่ได้ ดังนั้นงานวิจัยหลายงานจึงมุ่งเน้นที่การผลิตผงแบเรียมขนาดเล็กซึ่งมีความบริสุทธิ์สูงและซินเทอริงได้ง่าย (2) เนื่องจากการเตรียมแบเรียมไททาเนตแบบดั้งเดิมคือ การผสมสารตั้งต้นที่เป็นผงเข้าด้วยกัน (mixed oxide route) มีข้อเสียอยู่หลายประการ เช่น ขนาดผงค่อนข้างใหญ่ (1-2 ไมครอน) มีสิ่งปนเปื้อนสูง และต้องการอุณหภูมิในการเผาสูง (3) ดังนั้นวิธีการเตรียมผงแบบอื่นๆจึงนำมาใช้เพื่อเตรียมผงที่มีละเอียดกว่า มีความบริสุทธิ์สูงกว่า เช่น กระบวนการโซลเจล, ไมโครอิมัลชัน (micro emulsion) (4), ไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) (5-7) หรือ mechanical activation (8) แต่ละเทคนิคมีข้อดีข้อเสียต่างกันโดยเฉพาะอย่างยิ่งกับลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในแง่ของขนาดผงและความบริสุทธิ์ ยิ่งไปกว่านั้นบางเทคนิคต้องการเครื่องมือพิเศษ เช่น เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล แม้ว่าวิธีไมโครอิมัลชันจะให้ผงที่ละเอียดมากและกล่าวถึงข้อเสียเปรียบของกระบวนการโซลเจลว่าต้องใช้สารตั้งต้นที่มีราคาแพง กระบวนการโซลเจลยังมีข้อได้เปรียบบางประการที่เฉพาะตัวคือการผลิตได้ทั้งในลักษณะของแก้ว การผลิตผง การผลิตฟิล์มบางและการผลิตเส้นใย (9) นอกจากนี้ยังมีการนำโซลไปใช้ประโยชน์ได้อีกลักษณะหนึ่งคือ การใช้เป็นตัวเชื่อม

ในช่วง 10 ปีที่ผ่านมา ยังไม่มีการนำตัวเชื่อมที่เป็นสารอนินทรีย์ (Inorganic binder) มาใช้ในงานวิจัยกันอย่างกว้างขวางนัก ดังนั้นการวิจัยในเชิงดังกล่าวยังเป็นเรื่องที่น่าสนใจที่จะศึกษากันต่อไปในอนาคต

Kindl et al. (10) ได้ทดลองใช้อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โซล ในกระบวนการเตรียมอลูมินาเรรามิก และพบว่าโซลมีสมบัติในการเป็นสารช่วยการกระจายตัว (dispersing agent) ที่ดีและยังช่วยในเรื่องการซินเทอริง ซึ่งสิ่งเหล่านี้ยืนยันได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) และการทดสอบความแข็ง (Microhardness Test) ในทำนองเดียวกัน Kumar et al. (11) ใช้โบฮีไมต์ (Boehmite, AlOOH) เป็นตัวเชื่อม สำหรับ extrusion ของอลูมินาเรรามิก ผลจากการทดลองพบว่าอลูมินาเรรามิกมีความหนาแน่นสูง เนื่องจาก Boehmite ซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตรเคลือบอยู่บนผิวของผงอลูมินาช่วยในเรื่องของ diffusion reaction

Petroff et al. (12) ศึกษาเกี่ยวกับเซอร์โคเนียไฮโดรเจล ซึ่งช่วยในเรื่องของการกระจายตัวและลดผลกระทบของเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead Zirconate Titanate, PZT) ในน้ำ และนอกจากนี้ยังมีพฤติกรรมในการเป็นตัวเชื่อม สำหรับการเทแบบ (casting) ผลการทดลองพบว่าการใช้เซอร์โคเนียไฮโดรเจลให้ค่าของความแข็งแรงก่อนเผา (green strength) ที่สูง โดยไม่จำเป็นต้องใช้สารเติมแต่ง (organic additive)

การใช้ตัวเชื่อมที่เป็นสารอนินทรีย์อีกระบบหนึ่งได้จากการตกตะกอนของไฮดรอกไซด์ออกไซด์ (hydrated metal oxide) บนผงซึ่งสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อม ได้โดยให้ประสิทธิภาพในการสูญเสียตัวเชื่อม น้อยมาก สิ่งที่ถูกเสียออกไปจึงเป็นเพียงน้ำเท่านั้น ดังนั้นถือว่าเป็นระบบที่ปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม ตัวอย่างเช่น อลูมินาเซอร์โคเนียคอมโพสิต เตรียมได้จากการตกตะกอนของไฮดรอกไซด์เซอร์โคเนีย (hydrated zirconia) ลงบนผงอลูมินา (13) ในทำนองเดียวกันซิลิกอนไนไตรต์ถูกเคลือบด้วยไฮดรอกไซด์อลูมินา (hydrated alumina) (14)

คณะผู้วิจัยเคยศึกษาถึงการใช้เลดเซอร์โคเนตไททานีตโซลเป็นตัวเชื่อม เปรียบเทียบกับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ในการขึ้นรูปเลดเซอร์โคเนตไททานีตเซรามิก พบว่าเลดเซอร์โคเนตไททานีตเซรามิกที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อม ให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่สูงกว่า หรืออาจกล่าวได้ว่าเลดเซอร์โคเนตไททานีตโซลสามารถทำหน้าที่เป็นทั้งตัวเชื่อมและสารช่วยการขึ้นเตอรริง (15)

แบบเรียบไททานีตโซลเตรียมได้จากสารตั้งต้นหลายชนิด มีโซลอย่างน้อย 7 กลุ่มที่เตรียมได้จากไทเทเนียมอัลคอกไซด์และสารตั้งต้นแบบเรียบชนิดต่างๆ ได้แก่ กลุ่มที่ 1 : โลหะแบบเรียบ (16) กลุ่มที่ 2 : แบบเรียบอัลคอกไซด์ (2, 17-20) กลุ่มที่ 3 แบบเรียบอะซิเตต (21-23) กลุ่มที่ 4 แบบเรียบไฮดรอกไซด์ (24-25) กลุ่มที่ 5 แบบเรียบเมททอกซีเอทานอล (26) กลุ่มที่ 6 แบบเรียบคลอไรด์ (27) และกลุ่มที่ 7 แบบเรียบไนเตรต (27)

วัตถุประสงค์ของการวิจัยนี้เพื่อศึกษาถึงพฤติกรรมการขึ้นเตอรริงและความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อใช้แบบเรียบไททานีตโซลเป็นตัวเชื่อม การเตรียมโซลด้วยสารตั้งต้นพวกลไดอัล (diol) ถูกเลือกใช้ในการทดลองนี้เนื่องจาก titanium diisopropoxide bisacetyl acetonate (TIAA) ซึ่งเป็นสารที่ปรับเปลี่ยนมาจากอัลคอกไซด์ (modified alkoxide precursor) และถูกใช้เป็นสารตั้งต้นนั้นไวต่ออากาศน้อยกว่าไทเทเนียมอัลคอกไซด์ ดังนั้นการเตรียมโซลจึงทำได้ในบรรยากาศปกติ

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมีที่ใช้

Barium acetate (Aldrich, purity > 99%)

Acetic acid (J.T. Baker, purity > 99.9%)

Titanium diisopropoxide bisacetyl acetate หรือ TIAA , 75 wt% in isopropanol (Aldrich)

1,3 propanediol (Aldrich, purity > 98%)

Barium titanate powder (Aldrich, purity > 99%)

Poly(vinyl butyral-co-vinyl alcohol-co-vinyl acetate) 80 wt.% vinyl butyral หรือ PVB (Aldrich)

2.2 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททาเนต

ขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททาเนตวิเคราะห์ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

(Scanning electron microscope, SEM) Philips XL30CP และด้วยเครื่องวิเคราะห์หาขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) ของ Sympatec HELOS

2.3 การเตรียมแบเรียมไททาเนตโซล

1. ชวดก้นกลมที่ 1 ละลายแบเรียมอะซิเตตในกรดอะซิติก แล้วรีฟลักซ์เป็นเวลา 90 นาที
2. ชวดก้นกลมที่ 2 เป็นสารผสมระหว่าง titanium diisopropoxide bisacetylacetate (TIAA) กับ 1,3 propanediol ในอัตราส่วน 1:1 mol ของ titanium ต่อ diol รีฟลักซ์สารผสมนี้เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นจึงกลั่นที่อุณหภูมิประมาณ 80 °C
3. ผสมสารละลายแบเรียมอะซิเตตจากชวดที่ 1 กับสารละลาย TIAA จากชวดที่ 2 ด้วยอัตราส่วน 1:1 โมล ของ Ba ต่อ Ti รีฟลักซ์ส่วนผสมเป็นเวลา 60 นาที

2.4 การหาน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจลและผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากแบเรียมไททาเนตโซล

1. ชั่งแบเรียมไททาเนตโซล 5 กรัม ใส่ในอตุภูมิน้ำครุจีเปิด
2. ทำแบเรียมไททาเนตโซลให้เป็นแบเรียมไททาเนตเจลแห้ง โดยการให้ความร้อนครุจีเปิดด้วย hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C
3. บดแบเรียมไททาเนตเจลแห้งให้ละเอียด แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งและบันทึกน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจลแห้งหลังการอบ
4. นำแบเรียมไททาเนตเจลแห้งจากข้อ 3 ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งและบันทึกน้ำหนักของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้

2.5 การวิเคราะห์ลักษณะการสลายตัวของตัวเชื่อม

การสลายตัวของแบเรียมไททาเนตเจลและ PVB วิเคราะห์ด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA) จากอุณหภูมิ 0 °C ถึง 900 °C ด้วยเครื่อง Netzsch STA 409 C อัตราเร็วในการให้ความร้อน 5 °C/นาที อัตราเร็วในการไหลของบรรยากาศ (อากาศ/ไนโตรเจน : 50/50) ที่ใช้เท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที

2.6 การวิเคราะห์วัฏภาคผลึกภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแบบเร็วไหมโททานิตเจด

การวิเคราะห์วัฏภาคของสารตัวอย่างทำได้โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ของ Philips PW3710 ($\text{CuK}\alpha$ 0.02° $2\theta \text{ sec}^{-1}$)

2.7 การวิเคราะห์หาคาร์บอนไอออนที่เหลืออยู่ในผงแบบเร็วไหมโททานิต

การวิเคราะห์หาคาร์บอนไอออนทำได้โดยใช้เครื่อง Fourier Transform Infrared (FTIR) ของ Perkin Elmer รุ่น 1760X

2.8 การเตรียมชิ้นงานแบบเร็วไหมโททานิตเซรามิก

1. ละลายแบบเร็วไหมโททานิตโรลในตัวทำละลายผสมระหว่างกรดอะซิติกและเอทานอล (กรดอะซิติก : เอทานอล = 1 : 4) แบบเร็วไหมโททานิตโรลถูกใช้ในปริมาณต่างๆ ที่มีค่าเทียบเท่ากับเจดแห้งที่ได้จากโรลดังนี้คือ ร้อยละ 5, 6, 7 และ 8 โดยน้ำหนักของแบบเร็วไหมโททานิตเจดแห้งในการผสมกับผงแบบเร็วไหมโททานิต
2. ผสมผงแบบเร็วไหมโททานิตลงในสารละลายแบบเร็วไหมโททานิตโรล กวนให้เข้ากันด้วย magnetic stirrer จากนั้นจึงอบของผสมที่ 100°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
3. ของผสมระหว่างผงแบบเร็วไหมโททานิตกับสารละลายแบบเร็วไหมโททานิตโรล ถูกทำให้แห้งบน hot plate stirrer โดยการให้ความร้อนประมาณ 100°C
4. บดของผสมที่แห้งแล้วด้วยโม่ร่งและร่อนผ่านตะแกรงซึ่งทำด้วยโพลีเอสเตอร์ที่มีขนาด 300 ไมครอน
5. นำส่วนผสมที่แห้งและร่อนแล้วไปขึ้นรูปด้วยเทคนิคการอัดแบบทิศทางเดียว (uniaxial die pressing) โดยอัดขึ้นรูปที่ 100 MPa เป็นเวลา 30 วินาที ด้วยแบบที่ทำด้วยเหล็กขนาด 13×37.5 มิลลิเมตร โดยชิ้นงานมีความหนาประมาณ 6 มิลลิเมตร
6. ในกรณีของ PVB ละลาย PVB ในเอทานอลโดยให้ความร้อนเล็กน้อยจน PVB ละลายอย่างสมบูรณ์แล้วจึงผสมผงแบบเร็วไหมโททานิต ด้วยความเข้มข้นของ PVB ที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เมื่อผงแบบเร็วไหมโททานิตถูกผสมให้เข้ากันดีกับสารละลาย PVB แล้วจึงทำส่วนผสมให้แห้งโดยทำตามขั้นตอนในข้อที่ 3-5

2.9 การหาความหนาแน่นของชิ้นงาน

ทั้งชิ้นงานที่ยังไม่ได้เผาและชิ้นงานที่เผาแล้ว วิเคราะห์หาความหนาแน่นได้โดยการวัดขนาดของชิ้นงานและชั่งน้ำหนัก จากนั้นจึงนำมาคำนวณหาความหนาแน่นด้วยสมการ $D = M/V$

2.10 การศึกษาพฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา

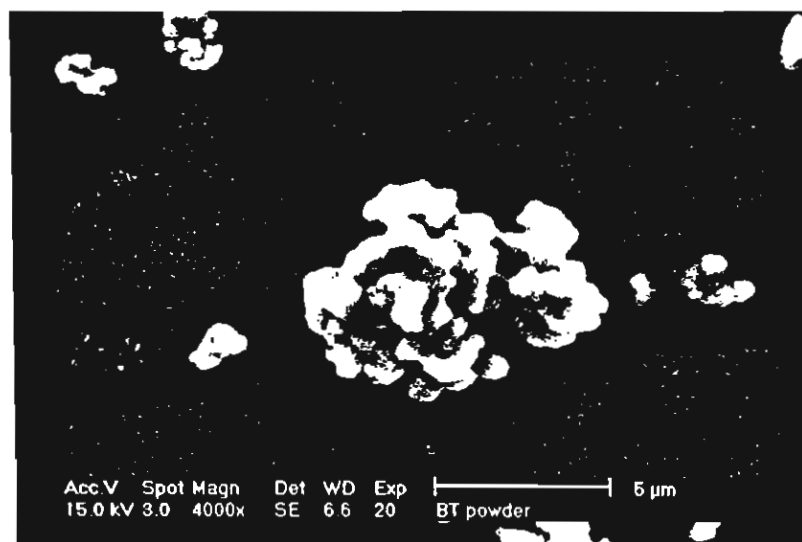
ชิ้นงานที่เตรียมได้ในข้างต้นมีขนาด $13 \times 37.5 \times 6$ มิลลิเมตร ซึ่งอัดที่ความดันต่างๆดังนี้คือ 100, 150 และ 200 MPa ถูกตัดให้มีขนาดประมาณ $13 \times 5 \times 6$ มิลลิเมตร จากนั้นจึงนำไปหาจุดจีนเตอร์ริงและพฤติกรรมการหดตัวหลังการเผาด้วยเครื่อง dilatometer แบบแนวตั้งของ SETARAM DHT2400K ด้วยอัตราเร็วของการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ที่ 10°C ต่อนาที

บทที่ 3

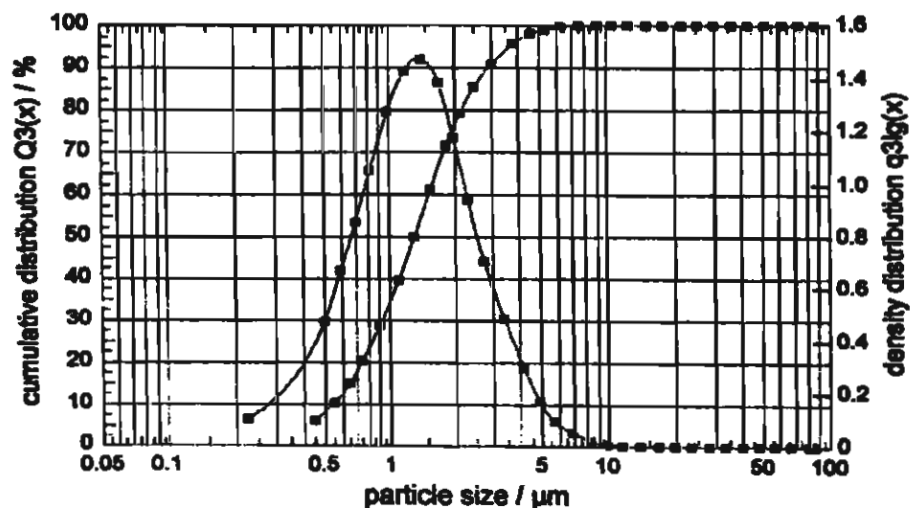
ผลการทดลอง

3.1 การวิเคราะห์ลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้

จากข้อมูลของผู้ผลิตรายงานว่าผงแบเรียมไททาเนตนั้นมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 3 ไมครอน เมื่อวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูปที่ 3.1 พบว่า ขนาดของอนุภาคเบื้องต้นมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน แต่อนุภาคที่จับตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่มีขนาดถึง 5 ไมครอน และเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคดังรูปที่ 3.2 พบว่า ผงแบเรียมไททาเนตมีขนาดอนุภาคที่ d_{50} เท่ากับ 1.31 ไมครอน และ d_{90} เท่ากับ 2.94 ไมครอน



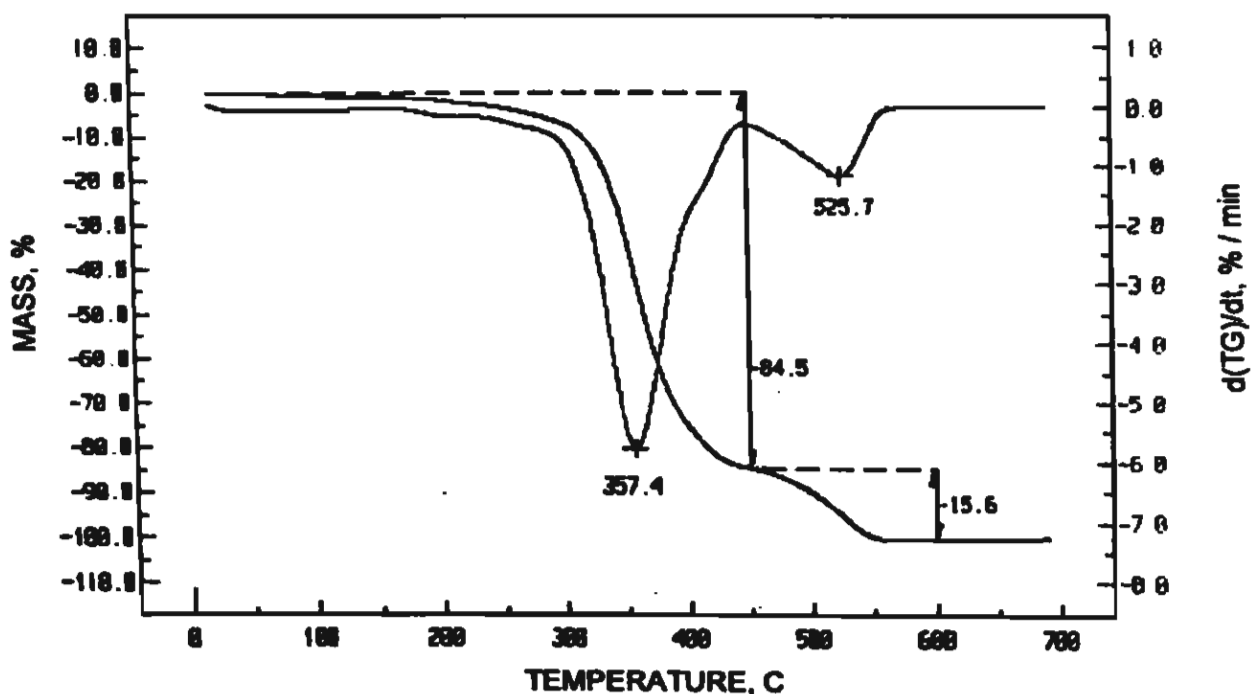
รูปที่ 3.1 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงแบเรียมไททาเนต



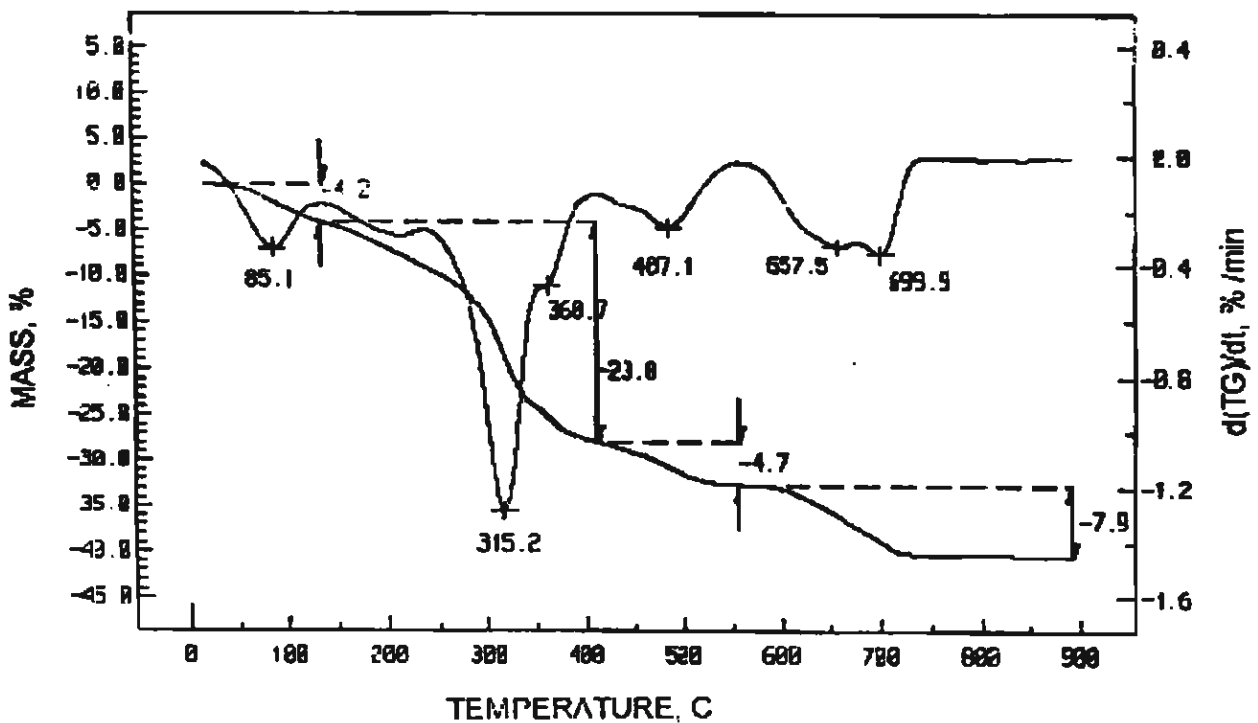
รูปที่ 3.2 กราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงแบเรียมไททาเนต

3.2 การตรวจสอบการสลายตัวของตัวเชื่อม

การวิเคราะห์การสลายตัวของ PVB ด้วยเทคนิค TGA พบว่าการสลายตัวของ PVB อยู่ในช่วง 200°C ถึง 550°C น้ำหนักที่สูญเสียไป 100% โดยน้ำหนัก อยู่ที่ 550°C ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ในกรณีของแบบเรียบมโหฬารเนตเจสแห่งพบว่าสารอินทรีย์ในเจสเริ่มสลายตัวที่ 80°C น้ำหนักที่สูญเสียไปทั้งหมดเท่ากับ 40% โดยน้ำหนัก การสูญเสียน้ำหนักหยุดที่ 700°C ดังรูปที่ 3.4 ทั้ง PVB และแบบเรียบมโหฬารเนตเจสแสดงถึงการสูญเสียน้ำหนักอย่างมากในช่วงเดียวกันคือ 300°C ดังนั้นในขั้นตอนการเผาไล่ตัวเชื่อมของตัวอย่างทั้งสองประเภทคือ ตัวอย่างที่มีแบบเรียบมโหฬารเนตเจสเป็นตัวเชื่อม และตัวอย่างที่มี PVB เป็นตัวเชื่อม การเผาไล่ตัวเชื่อมจึงทำให้สภาพจะเดียวกันได้คือเผาที่ 700°C เมื่อเปรียบเทียบกับงานของนักวิจัยท่านอื่น(21-22) ซึ่งใช้แบบเรียบอะซิเตดและโทเทเนียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโพลีเมอร์ ผลจาก TGA พบว่าเจสที่ทำให้แห้งแล้วสลายหมดที่ 700°C และน้ำหนักที่สูญเสียทั้งหมดอยู่ที่ประมาณ 38 % โดยน้ำหนัก หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งว่าโพลีเมอร์ที่ใช้แบบเรียบอะซิเตดเป็นสารตั้งต้นนั้นส่วนของสารอินทรีย์ในเจสสลายตัวหมดที่ประมาณ 700°C และน้ำหนักที่สูญเสียทั้งหมดประมาณ 40 % โดยน้ำหนัก นอกจากนี้โพลีเมอร์ที่ได้จากแบบเรียบโมโนแคโรตและบิวทิลโหฬารเนตโมโนเมอร์การสูญเสีย น้ำหนักทั้งหมดที่ 700°C เช่นกัน (28)



รูปที่ 3.3 กราฟแสดงการสลายตัวของ PVB

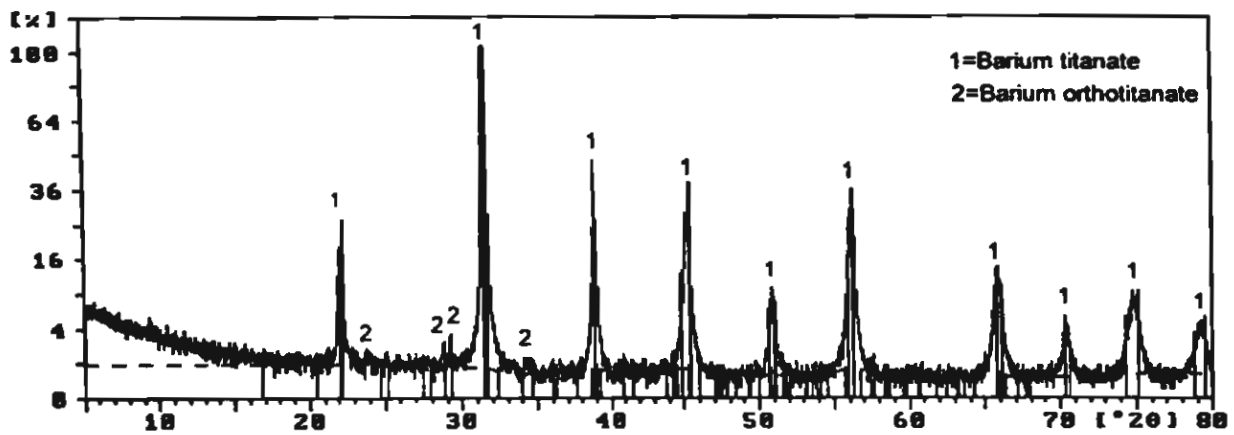


รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการสลายตัวของแบเรียมไททาเนตเจด

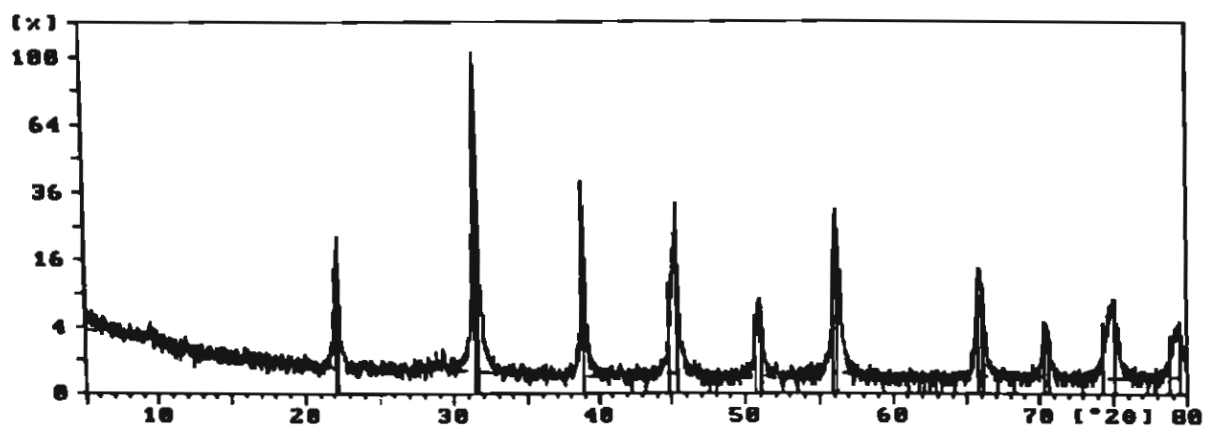
3.3 การตรวจสอบวัฏภาคและลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจด

หลังจากที่แบเรียมไททาเนตเจดแห้ง ถูกเผาที่ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าผงแบเรียมไททาเนตแสดง 2 วัฏภาคคือ วัฏภาคของแบเรียมไททาเนตและวัฏภาคของแบเรียมอโทไททาเนต (Ba_2TiO_4) และไม่พบวัฏภาคของแบเรียมคาร์บอเนตเหลืออยู่ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และเมื่อให้อุณหภูมิการเผาสูงขึ้นถึง 900°C XRD แสดงวัฏภาคของแบเรียมไททาเนตเพียงวัฏภาคเดียว ดังรูปที่ 3.6 แต่อย่างไรก็ตามผลจาก FTIR พบว่า แบเรียมไททาเนตเจดที่ถูกเผาที่ $800^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$ ยังพบพีคคาร์บอเนต ที่ 1433 cm^{-1} ดังรูปที่ 3.7 - 3.9 ซึ่งพีคของคาร์บอเนตจะหายไปเมื่อแบเรียมไททาเนตเจดถูกเผาที่ 1100°C ดังรูปที่ 3.10 จาก XRD และ IR นอกจากแบเรียมไททาเนตแล้วยังมีสารอีก 2 ชนิดที่พบคือ แบเรียมคาร์บอเนตและแบเรียมอโทไททาเนต พบเมื่อเจดที่แห้งแล้วถูกเผาที่ 800°C กรณีของ Ba_2TiO_4 คาดว่าเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TiO_2 และ BaCO_3 และเมื่อ Ba_2TiO_4 ทำปฏิกิริยากับ TiO_2 จะได้เป็น BaTiO_3 ในที่สุด (3)

รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจดที่ 1100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นั้นมีขนาดอนุภาคเบื้องต้นเล็กกว่า 1 ไมครอน ส่วนอนุภาคที่จับตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่มีขนาดประมาณ 8 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 3.11

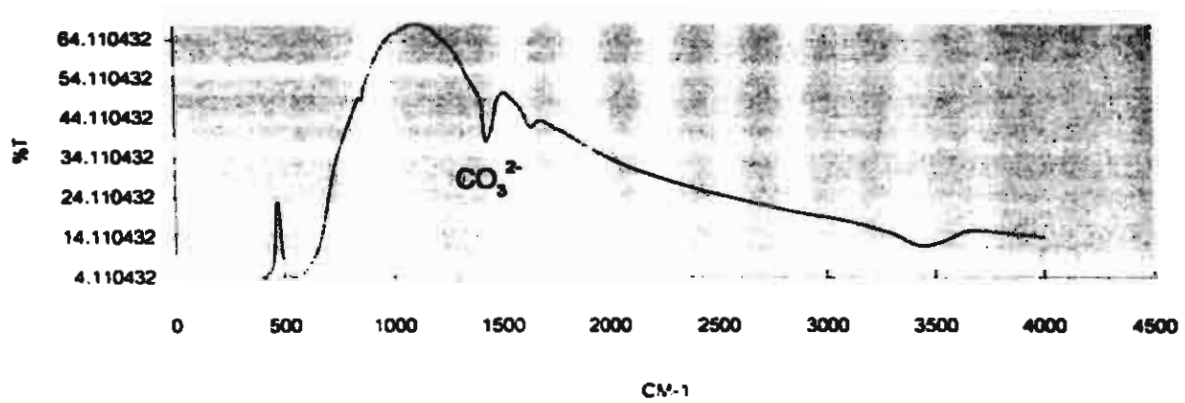


รูปที่ 3.5 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจือที่ 800 °C



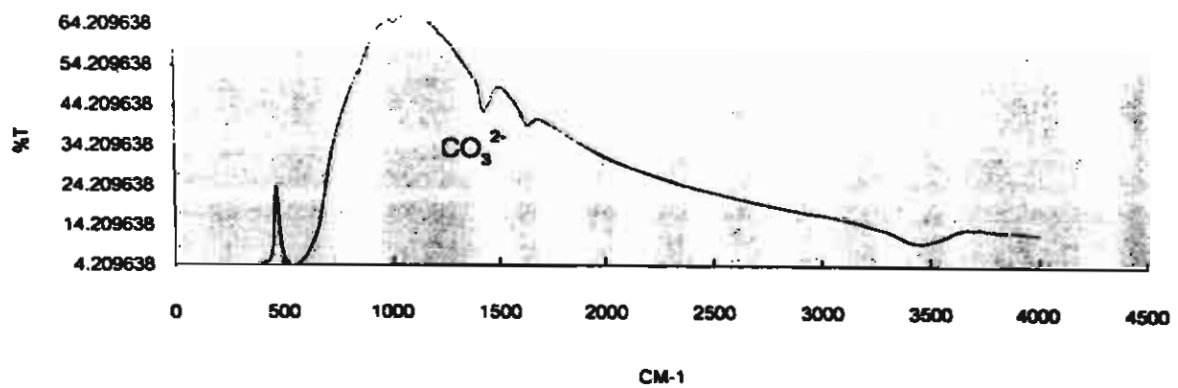
รูปที่ 3.6 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจือที่ 900 °C

Data set 1



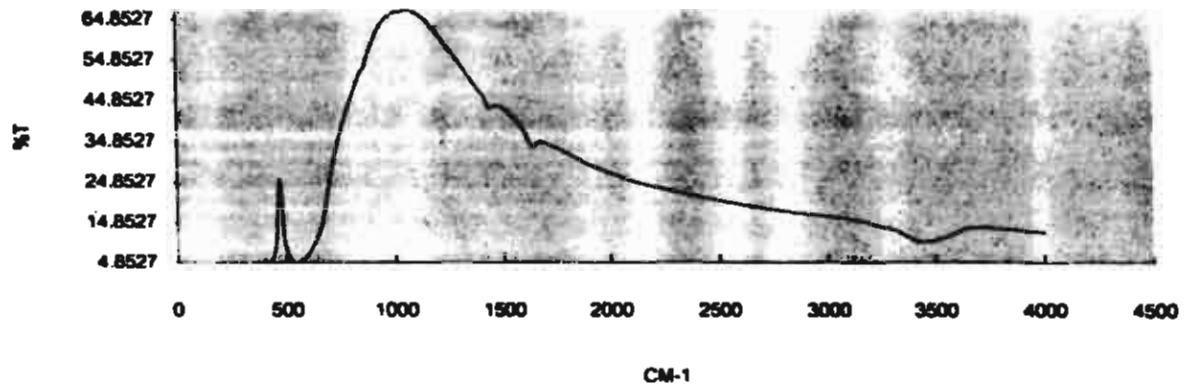
รูปที่ 3.7 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจลที่ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

Data set 1



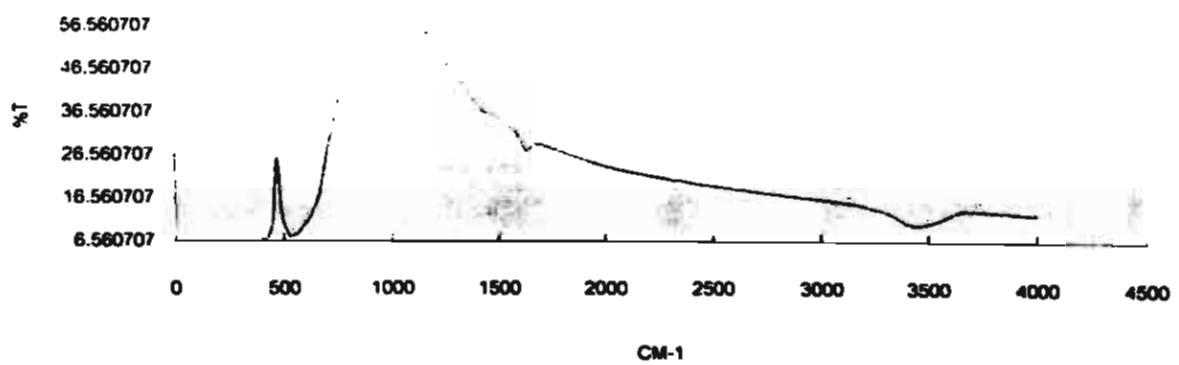
รูปที่ 3.8 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเผาแบเรียมไททาเนตเจลที่ 900°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

Data set 1

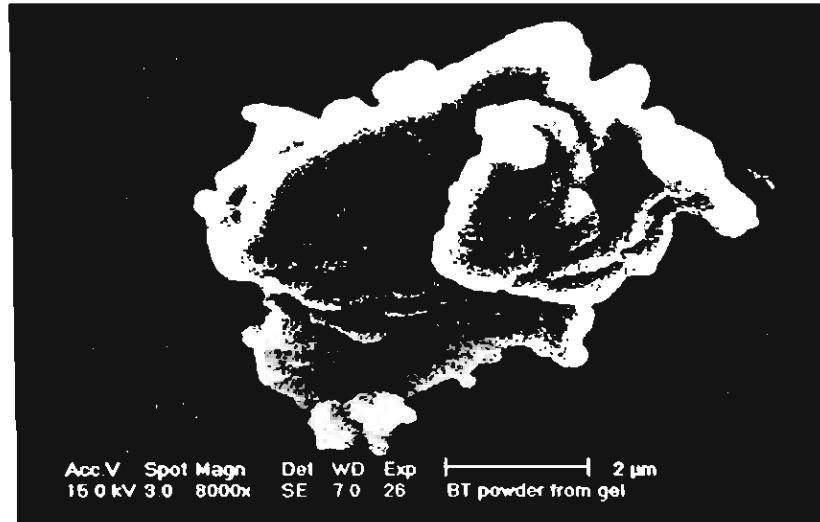


รูปที่ 3.9 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากผงแบเรียมไททาเนตเจลที่ 1000°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

Data set 1



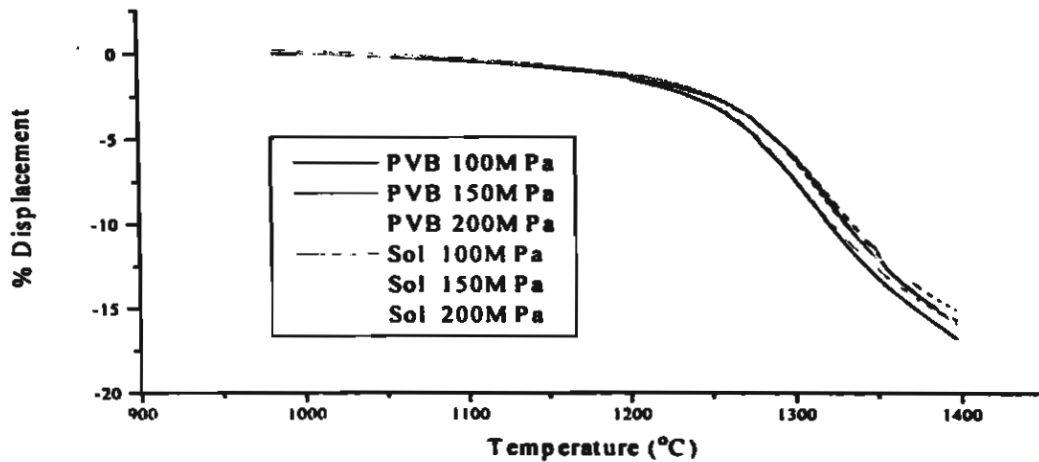
รูปที่ 3.10 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากผงแบเรียมไททาเนตเจลที่ 1100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



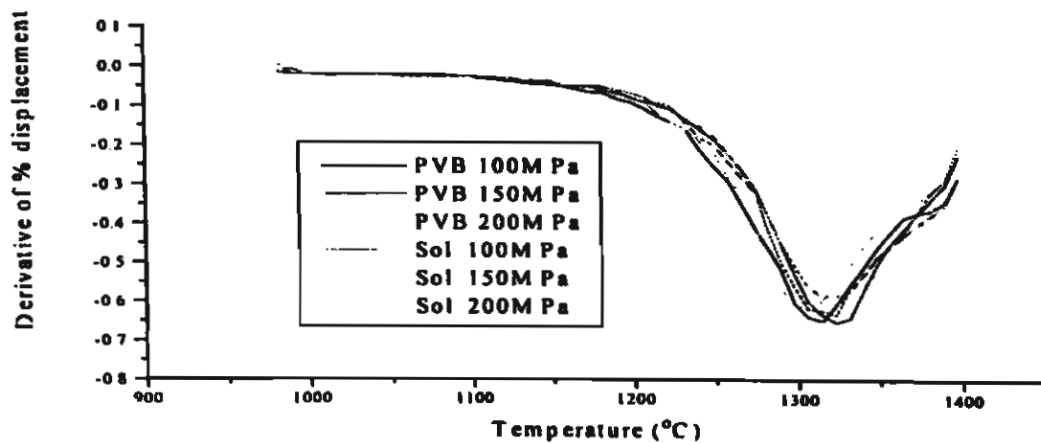
รูปที่ 3.11 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแบเรียมไททาเนตเจลแห้งเผาที่ 1100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4 การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา

ชิ้นงานซึ่งใช้ตัวเชื่อมเป็น PVB 3% โดยน้ำหนัก และที่ใช้ตัวเชื่อมเป็นเจล 5% โดยน้ำหนัก อัตราความดันต่างๆ ดังนี้คืออัตราที่ 100, 150 และ 200 MPa และตัดเป็นชิ้นให้มีขนาดที่นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง dilatometer ได้ แสดงผล dilatometric curve และ derivative ดังรูปที่ 3.12(a) และ 3.12 (b) จาก derivative peak แสดงให้เห็นว่าจุดขึ้นเตอรืงของทุกตัวอย่างอยู่ระหว่าง 1300-1350°C



(a)



(b)

รูปที่ 3.12 Dilatometric curve ของชิ้นซึ่งอัตราที่ความดันตั้งแต่ 100 ถึง 200 MPa : (a) %displacement curve และ (b) derivative of % displacement

ค่า α หรือสัมประสิทธิ์การขยายตัวของตัวอย่างทั้งสองชนิดมีค่ามากขึ้น (คิดลบน้อยลง) ซึ่งแสดงถึงการหดตัวน้อยลงเมื่อตัวอย่างถูกอัดที่ความดันสูงขึ้น ค่า α สูงที่สุดเมื่อตัวอย่างถูกอัดที่ 200 MPa ดังแสดงได้ในตารางที่ 3.1

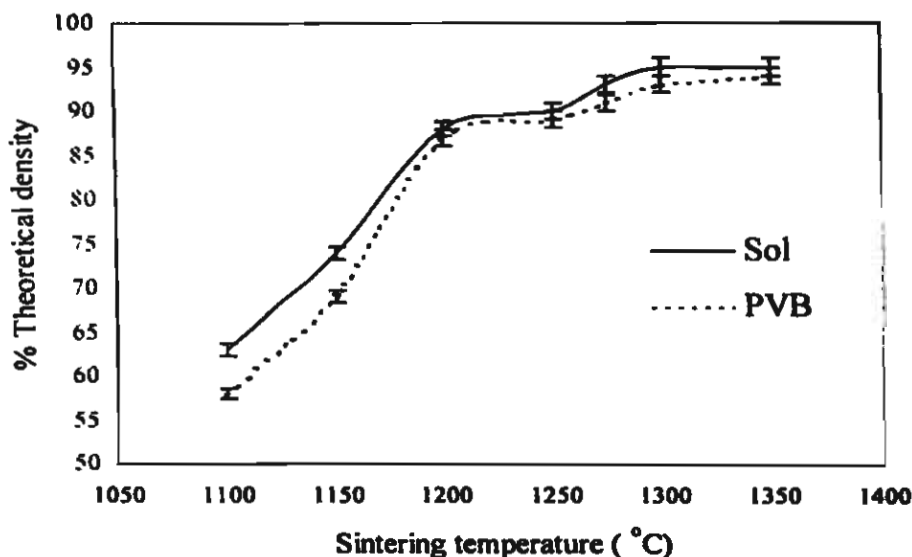
ตารางที่ 3.1 ค่าการหดตัวของแบบเรียบมโหฬารเนตเซรามิกหลังการเผา

ตัวอย่าง	ตัวเชื่อม	ความดัน(MPa)	ค่า α
1	3 wt% PVB	100	$-417.5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
2	3 wt% PVB	150	$-399.9 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
3	3 wt% PVB	200	$-369.1 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
4	5 wt% gel	100	$-391.8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
5	5 wt% gel	150	$-389.3 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
6	5 wt% gel	200	$-357.8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$

จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าเมื่อความดันสูงขึ้นการอัดตัวของชิ้นงานยอมแน่นขึ้นดังนั้นการหดตัวจึงน้อยลง ดังจะเห็นได้ว่าตัวอย่างซึ่งอัดที่ 200 MPa มีการหดตัวน้อยที่สุด ค่า α ของตัวอย่างที่ใช้เจลเป็นตัวเชื่อมมีค่าสูงกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมเมื่อตัวอย่างทั้งสองชนิดอัดที่ความดันเดียวกัน ตัวอย่างเช่นที่ความดัน 200 MPa ค่า α ของตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมมีค่าเท่ากับ $-369.1 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ในขณะที่ตัวอย่างที่ใช้เจลเป็นตัวเชื่อมมีค่าเท่ากับ $-357.8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ เป็นไปได้ว่าอย่างน้อย 60% โดยน้ำหนักของเจลแห้ง จะกลายเป็นผงแบบเรียบมโหฬารเนตในที่สุด ดังผลที่แสดงใน TGA คือเจลแห้งสูญเสียน้ำหนักไปประมาณ 40% ผลที่ตามมาคือทุกส่วนที่มีเจลแห้งอยู่จะกลายเป็นช่องว่างเพียง 40% และผงแบบเรียบมโหฬารเนตที่ได้จากเจลทำหน้าที่หนุนโครงสร้างของชิ้นงานไว้ จากการศึกษาด้วย TEM ซึ่งเป็นงานวิจัยซึ่งผู้ทำวิจัยได้เคยทำไว้ในอดีต พบว่า มีเจลแทรกตัวอยู่ระหว่างอนุภาค (29) เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมนั้น เมื่อ PVB สลายตัวไปส่วนที่เคยมี PVB จะกลายเป็นช่องว่างทั้งหมด ดังนั้นระยะห่างระหว่างอนุภาคจึงมากกว่า เมื่อซินเตอร์ริงชิ้นงานจึงหดตัวมากกว่า

3.5 การศึกษาถึงความหนาแน่นของชิ้นงาน

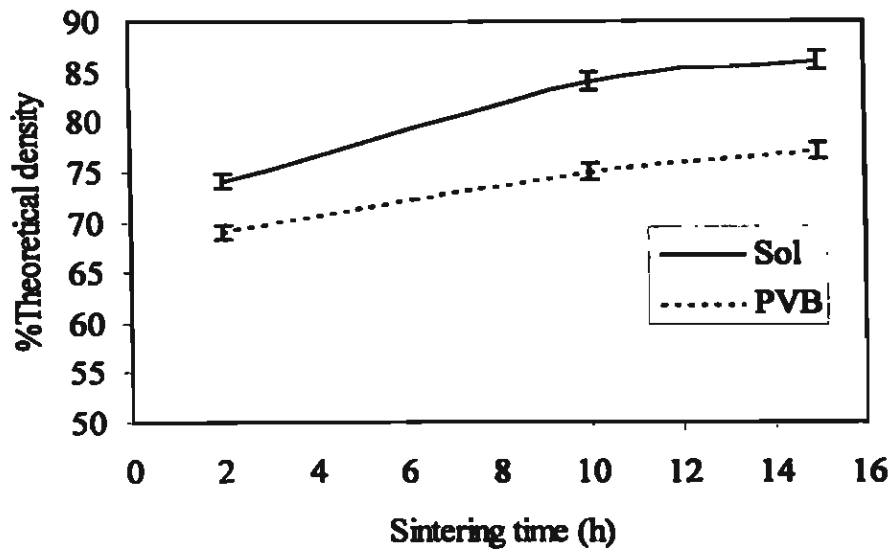
ในตอนต้นของการทดลองได้ลองใช้ PVB ที่น้อยกว่า 3 % โดยน้ำหนัก แต่ลักษณะของของชิ้นงานที่ได้ไม่แข็งแรงซึ่งสังเกตได้จากขอบของชิ้นงานมีการหลุดร่วง ดังนั้นปริมาณที่น้อยที่สุดของ PVB ที่ใช้ตลอดการทดลองนี้จึงกำหนดไว้ที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในทำนองเดียวกันกับตัวอย่างที่ใช้โพลีเอทิลีนเป็นตัวยึดปริมาณที่น้อยที่สุดสำหรับการใช้โพลีเอทิลีนที่เท่ากับร้อยละของเจล 5 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.13 กราฟแสดงผลของการใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การศึกษาความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการเผา ทำภายใต้การเผาที่สภาวะต่างๆ ซึ่งการเปรียบเทียบของชนิดของตัวเชื่อมที่มีต่อความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่ 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C, 1275°C, 1300°C และ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รูปที่ 3.13 แสดงให้เห็นถึงความหนาแน่นของชิ้นงานที่สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น

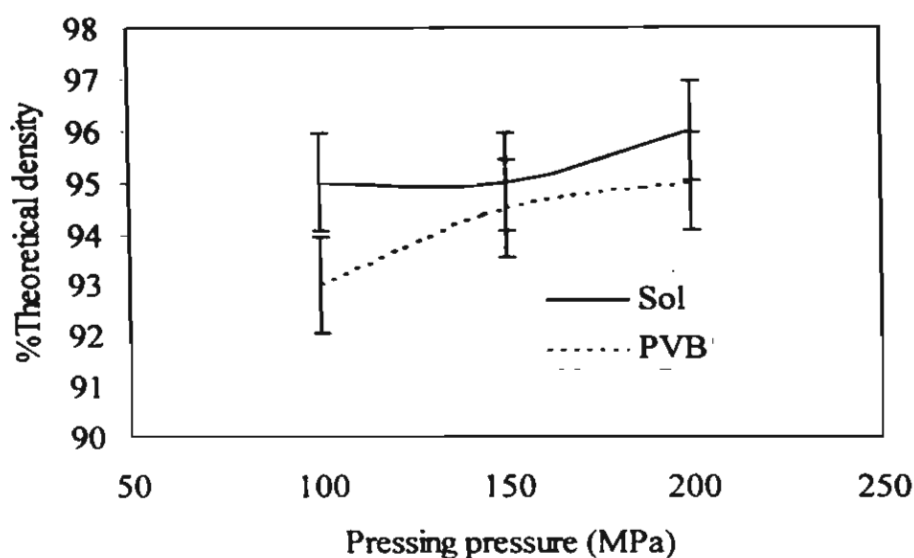
ในช่วง 1100°C-1150°C ความหนาแน่นของชิ้นงานซึ่งใช้โพลีเอทิลีนเป็นตัวยึดสูงกว่าชิ้นงานที่ใช้ PVB ประมาณ 5 % ตัวอย่างเช่น หลังการเผาที่ 1150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตัวอย่างที่ใช้ PVB มีความหนาแน่นเท่ากับ 69 % ส่วนตัวอย่างที่ใช้โพลีเอทิลีนมีความหนาแน่นเท่ากับ 74% และเมื่อตัวอย่างทั้งสองชนิดถูกเผาที่อุณหภูมิ 1200°C หรือสูงกว่า ตัวอย่างที่ใช้โพลีเอทิลีนมีความหนาแน่นของชิ้นงานสูงกว่าประมาณ 1-2%



รูปที่ 3.14 กราฟแสดงผลของการใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่เวลาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1150°C

เมื่อกำหนดอุณหภูมิในการเผาที่ 1150°C และเวลาในการเผามากขึ้น ดังที่แสดงในรูปที่ 3.14 เห็นได้ว่าตัวอย่างที่ใช้เจลเกิดการซินเตอร์ริงที่อุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB ตัวอย่างเช่น หลังการเผาที่ 1150°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตัวอย่างที่ใช้โพลีเมอร์มีความหนาแน่นเท่ากับ 84% ส่วนตัวอย่างที่ใช้ PVB มีความหนาแน่นเท่ากับ 75% เมื่อเผาตัวอย่างนานขึ้นเป็นเวลาถึง 15 ชั่วโมง พบว่า ทั้งตัวอย่างที่ใช้ PVB และตัวอย่างที่ใช้โพลีเมอร์มีความหนาแน่นสูงขึ้นเล็กน้อย จึงกล่าวได้ว่าตัวอย่างที่ใช้เจลแสดงความไวในการซินเตอร์ริงที่อุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB ที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องมาจากผงแบบเตรียมไททาเนตที่ได้จากเจลมีขนาดเล็กจึงไวต่อการซินเตอร์ริง รูปที่ 3.11 แสดงให้เห็นว่าผงจากโพลีเมอร์มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน

การศึกษาถึงผลของความดันที่ใช้ในการอัดที่มีต่อความหนาแน่นของชิ้นงานโดยอัดตัวอย่างที่ความดัน 100, 150 และ 200 MPa จากรูปที่ 3.15 แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างซึ่งอัดที่ 200 MPa ให้ความหนาแน่นหลังการเผาสูงที่สุด ซึ่งผลจาก dilatometric curve แสดงถึงการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผาน้อยที่สุดที่ความดัน 200 MPa เช่นกัน



รูปที่ 3.15 กราฟแสดงผลของความดันในการอัดชิ้นงานต่อความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อศึกษาถึงผลกระทบของปริมาณโซลที่ใช้ต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน โดยใช้โซลที่ปริมาณต่างๆ จนถึง 8 % เจลโดยน้ำหนัก โดยตัวอย่างทั้งหมดถูกอัดที่ 200 MPa พบว่าเมื่อปริมาณของเจลมากขึ้นทั้งตัวอย่างก่อนเผาและตัวอย่างหลังมีความหนาแน่นลดลงดังแสดงในรูปที่ 3.16 (a) และ 3.16 (b) การลดลงของความหนาแน่นของตัวอย่างหลังการเผาเป็นไปได้ว่าเมื่อปริมาณเจลมากขึ้นปริมาณของสารอินทรีย์ในเจลสูงขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งทำให้เกิดช่องว่างหลังการเผามากกว่า โดยข้อมูลที่สนับสนุนข้อสันนิษฐานนี้ แสดงได้ดังตารางที่ 3.2 คือ ผลจากการคำนวณร้อยละของเจลที่หายไป ซึ่งเป็นข้อมูลที่ได้จาก TGA ว่าร้อยละของเจลมีหายไปหลังการเผามีค่าเท่ากับร้อยละ 40