วศ วฟซ
19

เอกสารผลงานวิจัย

เรื่อง

การวิจัยและพัฒนาสีเซรามิกชนิดสปิเนลสีน้ำตาล และสีชมพู

ของ

นางวรรณา ต.แสงจันทร์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

กลุ่มวิจัยและพัฒนา
ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานวิจัย

เรื่อง

การวิจัยและพัฒนาสีเซรามิกชนิดสปิเนลสีน้ำตาล และสีชมพู

ของ

นางวรรณา ต.แสงจันทร์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

เลขหมู่ วศ ถพช
19
เลขทะเบียน 11584
วันที่ 16 / ธ.ค. / 46

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วศ.

กลุ่มวิจัยและพัฒนา
ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การศึกษาวิจัยนี้ เป็นการสังเคราะห์สีเซรามิกชนิดสปิเนลสีน้ำตาล (zinc iron chromite brown spinel) จากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, เหล็กออกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ และสีชมพู (chrome alumina pink spinel) จากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, โครเมียมออกไซด์ และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และศึกษาผลกระทบของระดับอุณหภูมิเผาต่อปฏิกิริยาการเกิดสปิเนล รวมทั้งความเข้มของสีทั้งในสภาพสีผงและสีในเคลือบ

ส่วนผสมของสีผงและอุณหภูมิเผาที่เหมาะสมจะให้ปฏิกิริยาการเกิดเป็นสปิเนลในปริมาณมาก คือ ส่วนผสมที่มีซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 34.3 เหล็กออกไซด์ร้อยละ 27.1 และโครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 38.6 เผาที่อุณหภูมิ 1300°ซ. จะให้สีน้ำตาล และส่วนผสมที่มีซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 31.3 โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 11.7 อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 41.6 และกรดบอริก ร้อยละ 9.1 เผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1300°ซ. จะให้สีชมพู สีเซรามิกสปิเนลทั้งสองชนิดสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมเซรามิกได้

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก กรมวิทยาศาสตร์บริการ ผู้บังคับบัญชาทุกท่าน ข้าราชการ และเจ้าหน้าที่ฝ่ายต่าง ๆ ที่ได้ให้การสนับสนุนและความร่วมมืออย่างดียิ่งในการศึกษาวิจัยและจัดทำรายงานฉบับนี้

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	
บทคัดย่อ	
สารบัญตาราง	**ก**
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย	1
1.2 ข้อมูลเบื้องต้นจากเอกสารทางวิชาการ	1
1.3 วัตถุประสงค์	5
1.4 ขอบเขตของการวิจัยและพัฒนา	6
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ	6
1.6 ระยะเวลาดำเนินการ	6
บทที่ 2 การสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล	7
2.1 วิธีดำเนินการ	7
2.1.1 วัตถุดิบ เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้	7
2.1.2 ขั้นตอนการทดลอง	8
2.1.2.1 สูตรและส่วนผสมที่ใช้ทดลอง	8
2.1.2.2 การสังเคราะห์สีน้ำตาล	8
2.1.2.3 การเตรียมเคลือบสี	9
2.1.2.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่	9
2.1.2.5 การวัดสี	10
2.2 ผลการทดลอง	11
2.2.1 ผลการสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล	11
2.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่	11
2.2.3 ผลการวัดสี	11
2.2.4 ผลการทดสอบเคลือบสี	11
2.3 วิจารณ์ผลการทดลอง	14
2.4 สรุปผลการทดลอง	14

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนล	16
3.1 วิธีดำเนินการ	16
3.1.1 วัตถุดิบ เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้	16
3.1.2 ขั้นตอนการทดลอง	17
3.1.2.1 สูตรและส่วนผสมที่ใช้ทดลอง	17
3.1.2.2 การสังเคราะห์สีชมพู	17
3.1.2.3 การเตรียมเคลือบสี	18
3.1.2.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่	18
3.1.2.5 การวัดสี	18
3.2 ผลการทดลอง	18
3.2.1 ผลการสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนล	18
3.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่	18
3.2.3 ผลการวัดสี	18
3.2.4 ผลการทดสอบเคลือบสี	18
3.3 วิจารณ์ผลการทดลอง	21
3.4 สรุปผลการทดลอง	21
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัยและพัฒนา	23
เอกสารอ้างอิง	24
ภาคผนวก	
ก แผนภาพแสดงวิธีการวิจัยและพัฒนา	26
ข ภาพสีผง และเคลือบที่เตรียมจากสีผง	27 - 28
ค ภาพเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีผง	29 - 34
ง ภาพแสดงค่า L, a, b ในระบบ HunterLab ของสีผง และเคลือบสีที่เตรียมจากสีผง	35 - 46

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	จำแนกชนิดของสีเซรามิก	2-4
2	สูตรที่ใช้ทดลองในการสังเคราะห์สีน้ำตาล	8
3	ส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละที่ใช้ในการสังเคราะห์สีน้ำตาล	8
4	ลักษณะทั่วไปของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้	12
5	ผลวิเคราะห์องค์ประกอบสำคัญทางวิทยาแร่ของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้	12
6	ผลการวัดค่าสี L, a, b ของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้	13
7	ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้	13
8	ผลการวัดค่าสี L, a, b ของเคลือบสีที่เตรียมจากสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้	13
9	สูตรที่ใช้ทดลองในการสังเคราะห์สีชมพู	17
10	ส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละที่ใช้ในการสังเคราะห์สีชมพู	17
11	ลักษณะทั่วไปของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้	19
12	ผลวิเคราะห์องค์ประกอบสำคัญทางวิทยาแร่ของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้	19
13	ผลการวัดค่าสี L, a, b ของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้	20
14	ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีชมพูที่สังเคราะห์ได้	20
15	ผลการวัดค่าสี L, a, b ของเคลือบสีที่เตรียมจากสีชมพูที่สังเคราะห์ได้	20

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย

สีเซรามิก (ceramic colors) เป็นวัสดุที่สำคัญชนิดหนึ่งในอุตสาหกรรมเซรามิก ใช้ในการตกแต่งลวดลายเพื่อเพิ่มมูลค่าและสีสันให้แก่ผลิตภัณฑ์ ทำให้ผลิตภัณฑ์มีความสวยงามน่าใช้ยิ่งขึ้น ปัจจุบันประเทศไทยยังไม่มีการผลิตสีเซรามิกในเชิงอุตสาหกรรม ต้องนำเข้าจากต่างประเทศในราคาแพง ดังนั้น ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก กรมวิทยาศาสตร์บริการ จึงได้ทำการศึกษาวิจัยและพัฒนาสีเซรามิกขึ้น เพื่อให้ได้ความรู้และเทคโนโลยีในการทำสีเซรามิก ซึ่งจะช่วยสนับสนุนอุตสาหกรรมเซรามิกไทยให้เข้มแข็งขึ้น สามารถพึ่งตนเองได้ อีกทั้งยังทำให้มีเทคโนโลยีการผลิตเซรามิกครบวงจรในประเทศ สามารถลดต้นทุนการผลิต ทำให้สินค้าเซรามิกส่งออกไปแข่งขันในตลาดต่างประเทศได้ นำรายได้เข้าประเทศเพิ่มมากขึ้น

โดยทั่วไปแล้วสีเซรามิกที่ใช้กันในอุตสาหกรรมมีหลายชนิด เช่น ชนิดสปิเนล (spinel), ชนิดเซอร์คอน (zircon), ชนิดสฟีน (sphene), ชนิดการ์เนต (garnet) ฯลฯ ซึ่งแต่ละชนิดก็จะให้สีที่แตกต่างกันไป และเหมาะกับเคลือบต่างชนิดกัน สำหรับการศึกษาวิจัยนี้เป็นการศึกษาวิจัย การทำสีเซรามิกชนิดสปิเนล สีน้ำตาลและสีชมพู สีชนิดนี้สามารถทนความร้อนสูง ไม่สลายตัวง่าย และมีการละลายต่ำในเคลือบที่หลอม จึงนิยมใช้กันมากในอุตสาหกรรมเซรามิก

1.2 ข้อมูลเบื้องต้นจากเอกสารทางวิชาการ

สีเซรามิก คือ สีที่ได้จากการนำวัตถุดิบมาบดผสมและเผา (calcine) ให้อยู่ในรูปของสีผงที่มีโครงสร้างผลึกแน่นอน เมื่อนำไปใส่ในเคลือบจะให้สีที่สม่ำเสมอและถูกต้อง ทำให้สะดวกในการใช้งานและควบคุมกระบวนการผลิต ส่วนใหญ่แล้วผลึกจะอยู่ในรูปของออกไซด์ เนื่องจากผลึกออกไซด์มีความเสถียรในแก้วที่หลอมได้ดีกว่า (Burgyan, 1983)

สีเซรามิกจำแนกตามโครงสร้างผลึก (Eppler, 2000) แสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 จำแนกชนิดของสีเซรามิก

Crystal class, name (i.e., category)	Basic chemical formula
Baddeleyite	
-Zirconium vanadium yellow baddeleyite	$(Zr, V)O_2$
Borate	
-Cobalt magnesium red-blue borate	$(Co, Mg)_2B_2O_5$
Corundum-hematite	
-Chrome alumina pink corundum	$(Al, Cr)_2O_3$
-Manganese alumina pink corundum	$(Al, Mn)_2O_3$
-Chromium green-black hematite	Cr_2O_3
-Iron brown hematite	Fe_2O_3
Garnet	
-Victoria green garnet	$3\ CaO.Cr_2O_3.3\ SiO_2$
Olivine	
-Cobalt silicate blue olivine	Co_2SiO_4
-Nickel silicate green olivine	Ni_2SiO_4
Periclase	
-Cobalt nickel gray periclase	(Co, Ni)O
Phenacite	
-Cobalt zinc silicate blue phenacite	$(Co, Zn)_2SiO_4$
Phosphate	
-Cobalt violet phosphate	$Co_3(PO_4)_2$
-Cobalt lithium violet phosphate	$CoLiPO_4$
Priderite	
-Nickel barium titanium primrose priderite	$2\ NiO.3\ BaO.\ 17\ TiO_2$
Pyrochlore	
-Lead antimonate yellow pyrochlore	$Pb_2Sb_2O_7$

ตารางที่ 1 จำแนกชนิดของสีเซรามิก (ต่อ)

Crystal class, name (i.e., category)	Basic chemical formula
Rutile-cassiterite	
-Nickel antimony titanium yellow rutile	$(Ti, Ni, Sb)O_2$
-Nickel niobium titanium yellow rutile	$(Ti, Ni, Nb)O_2$
-Chrome antimony titanium buff rutile	$(Ti, Cr, Sb)O_2$
-Chrome niobium titanium buff rutile	$(Ti, Cr, Nb)O_2$
-Chrome tungsten titanium buff rutile	$(Ti, Cr, W)O_2$
-Manganese antimony titanium buff rutile	$(Ti, Mn, Sb)O_2$
-Titanium vanadium antimony gray rutile	$(Ti, V, Sb)O_2$
-Tin vanadium yellow cassiterite	$(Sn, V)O_2$
-Chrome tin orchid cassiterite	$(Sn, Cr)O_2$
-Tin antimony gray cassiterite	$(Sn, Sb)O_2$
-Manganese chrome antimony titanium brown	$(Ti, Mn, Cr, Sb)O_2$
-Manganese niobium titanium brown rutile	$(Ti, Mn, Nb)O_2$
Sphene	
-Chrome tin pink sphene	$CaO.SnO_2.SiO_2.Cr_2O_3$
Spinel	
-Cobalt aluminate blue spinel	$CoAl_2O_4$
-Cobalt tin blue-gray spinel	Co_2SnO_2
-Cobalt zinc aluminate blue spinel	$(Co, Zn)\ Al_2O_4$
-Cobalt chromite blue-green spinel	$Co(Al, Cr)O_4$
-Cobalt chromite green spinel	$CoCr_2O_4$
-Cobalt titanate green spinel	Co_2TiO_4
-Chrome alumina pink spinel	$Zn(Al, Cr)_2O_4$
-Iron chromite brown spinel	$Fe(Fe, Cr)_2O_4$
-Iron titanium brown spinel	Fe_2TiO_4
-Nickel ferrite brown spinel	$NiFe_2O_4$
-Zinc ferrite brown spinel	$(Zn, Fe)Fe_2O_4$

ตารางที่ 1 จำแนกชนิดของสีเซรามิก (ต่อ)

Crystal class, name (i.e., category)	Basic chemical formula
-Zinc iron chromite brown spinel	$(Zn, Fe)(Fe, Cr)_2O_4$
-Copper chromite black spinel	$CuCrO_4$
-Iron cobalt black spinel	$(Fe, Co)Fe_2O_4$
-Iron cobalt chromite black spinel	$(Co, Fe)(Fe, Cr)_2O_4$
-Manganese ferrite black spinel	$(Fe, Mn)(Fe, Mn)_2O_4$
-Chrome iron manganese brown spinel	$(Fe, Mn)(Fe, Cr, Mn)_2O_4$
-Cobalt tin alumina blue spinel	$CaAl_2O_4/Co_2SnO_4$
-Chromium iron nickel black spinel	$(Ni, Fe)(Cr, Fe)_2O_4$
-Chromium manganese zinc brown spinel	$(Zn, Mn)Cr_2O_4$
Zircon	
-Zirconium vanadium blue zircon	$(Zr, V)SiO_4$
-Zirconium praseodymium yellow zircon	$(Zr. Pr)SiO_4$
-Zirconium iron pink zircon	$(Zr. Fe)SiO_4$

สีเซรามิกชนิดสปิเนล เป็นสีที่นิยมใช้กันมาเป็นเวลานานแล้ว เป็นกลุ่มสีที่มีโครงสร้างเป็น AB_2O_4 โดยที่ A เป็น divalent metal หรือส่วนผสมของ divalent metal เช่น แมกนีเซียม, เหล็ก (II), สังกะสี, แมงกานีส, โคบอลต์, แคลเซียม, ทองแดง และนิเกิล ส่วน B เป็น trivalent metal เช่น อะลูมิเนียม, เหล็ก (III) และโครเมียม สีที่สังเคราะห์ได้ขึ้นอยู่กับชนิดของ divalent metal หรือ trivalent metal จึงทำให้ได้สีหลากหลาย เช่น สีน้ำตาล, สีชมพู, สีดำ, สีน้ำเงิน และสีเขียว สีชนิดนี้นิยมใช้เป็นสีในเคลือบ (in glaze) และสีใต้เคลือบ (under glaze color)

สีน้ำตาล ชนิด zinc iron chromite brown spinel เป็นสีที่นิยมใช้กันมากในอุตสาหกรรมเซรามิก เนื่องจากสีชนิดนี้เมื่อนำไปใช้ในกระบวนการผลิต สามารถควบคุมให้ผลิตภัณฑ์มีสีสม่ำเสมอได้ง่าย เตรียมได้จากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ โครเมียมออกไซด์ และเหล็กออกไซด์เผาที่อุณหภูมิประมาณ 1250°– 1300°ซ. เพื่อให้เกิดโครงสร้างสปิเนล ซิงค์ออกไซด์จะอยู่ตรง tetrahdral และโครเมียมออกไซด์จะอยู่ตรง octahedral ส่วนเหล็กออกไซด์จะอยู่ทั้งบริเวณ tetrahedral และ/หรือ octahedral เพื่อให้ได้โครงสร้างที่เสถียร สีน้ำตาลชนิดสปิเนลส่วนใหญ่แล้วมีส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 30-35, เหล็กออกไซด์ร้อยละ 30-35 และโครเมียมออกไซด์ร้อย

ละ 30-35 (Marquis, 1961) การปรับส่วนผสมทำให้สามารถได้สีเฉดต่าง ๆ เช่น การเติมนิเกิลออกไซด์จะได้สีน้ำตาลเข้ม แมงกานีสออกไซด์จะได้สีน้ำตาลเหลือง ได้มีการพัฒนาสีน้ำตาลชนิดนี้ให้มีสมบัติดีขึ้น ในเรื่องของความสามารถในการทนความร้อนและไม่สลายตัว โดยการเติมอะลูมินาเข้าไป ทำให้ได้สีน้ำตาลที่สามารถทนความร้อนดีขึ้น มีส่วนผสมดังนี้ คือ โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 12-16, เหล็กออกไซด์ ร้อยละ 12-16, ซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 40-45 และอะลูมินา ร้อยละ 25-30 ใช้กับเคลือบที่มีปริมาณซิงค์และอะลูมินาสูง แคลเซียมออกไซด์ต่ำ (Marquis, 1961) Kato ได้สังเคราะห์สีน้ำตาลจากส่วนผสมของเหล็กออกไซด์ 80 ส่วน โครเมียมออกไซด์ 76.2 ส่วน และซิงค์ออกไซด์ 194.4 ส่วน (Kato, 1983)

สีชมพู ชนิด chrome alumina pink spinel เป็นสีที่มีโครงสร้างผลึกและสมบัติเหมือนสีน้ำตาลชนิด zinc iron chromite brown spinel ต่างกันตรงที่สีชมพูไม่มีส่วนผสมของเหล็กออกไซด์ สังเคราะห์ได้จากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ อะลูมินาและโครเมียมออกไซด์ Watts ได้ทดลองสังเคราะห์สีชมพูสปิเนลจากส่วนผสมของอะลูมินา ร้อยละ 81.3, โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 8.7 และซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 10 (Watts, 1911) Rao ได้ทดลองสังเคราะห์สีชมพูสปิเนล โดยใส่ร้อยละ 3 ของโปแตสเซียมไดโครเมตในส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 40, อะลูมินาร้อยละ 20, บอริกออกไซด์ร้อยละ 40 เผาที่อุณหภูมิ 1300°ซ. (Rao, 1960) เคลือบที่ใช้กับสีชนิดนี้ควรปราศจากแคลเซียมออกไซด์ และมีปริมาณของตะกั่วและบอริกออกไซด์ต่ำ มีปริมาณของซิงค์ออกไซด์และอะลูมินาสูง เพื่อป้องกันการสูญเสียซิงค์ออกไซด์จากสีเซรามิก (Hawks,1961) ส่วน Kato ได้ทดลองสังเคราะห์สีชมพู จากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 31.8, อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 47.3, โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 11.8 และ กรดบอริก ร้อยละ 9.1 เผาที่อุณหภูมิ 1200°ซ. พบว่าส่วนผสมที่มีปริมาณของโครเมียมออกไซด์เพิ่มขึ้น จะให้โทนสีเหลืองเพิ่มขึ้น และการใส่กรดบอริกทำให้ได้สีชมพูเข้มขึ้น (Kato, 1983)

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อทดลองหาส่วนผสมและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สีเซรามิกชนิดสปิเนลสีน้ำตาลและสีชมพู ศึกษาผลกระทบของระดับอุณหภูมิเผาสังเคราะห์ต่อปฏิกิริยาการเกิดสปิเนลและความเข้มของสี

1.4 ขอบเขตการวิจัยและพัฒนา

1.4.1. ทดลองหาส่วนผสมและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนลจากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, เหล็กออกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ โดยการเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° – 1300°ซ.

1.4.2. ทดลองหาส่วนผสมและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนลจากส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, โครเมียมออกไซด์ และอะลูมินา โดยการเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° – 1300°ซ.

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.5.1. ทำให้มีเทคโนโลยีการทำสีเซรามิกสีน้ำตาลชนิดสปิเนล และสีชมพู สำหรับเผยแพร่สู่ผู้ประกอบการ ปัจจุบันประเทศไทยยังไม่มีการผลิตสีเซรามิกในเชิงอุตสาหกรรม การมีเทคโนโลยีทำสีเซรามิกได้เอง จะช่วยสนับสนุนให้เกิดอุตสาหกรรมแขนงนี้ขึ้นในประเทศ ส่งผลให้อุตสาหกรรมเซรามิกมีวัตถุดิบราคาถูกใช้ มีต้นทุนการผลิตลดลง ขายสินค้าแข่งขันในตลาดต่างประเทศได้ดียิ่งขึ้น

1.5.2. เป็นการสร้างฐานความรู้ และทักษะในการทำสีเซรามิกให้กับนักวิจัยในประเทศ ทำให้ความรู้เกี่ยวกับการทำสีเซรามิกขยายกว้างออกไป นักวิจัยสามารถให้คำปรึกษาแนะนำ และข้อมูลแก่ผู้ประกอบการได้ตลอดเวลาอีกด้วย

1.6 ระยะเวลาดำเนินการ

พ.ศ. 2539 – 2541

บทที่ 2

การสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล

การศึกษาทดลองนี้เป็นการสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล (zinc iron chromite brown spinel) มีสูตร คือ $Zn(Fe,Cr)_2O_4$ หรือ $ZnO\ (Fe, Cr)_2O_3$ โดยกำหนดให้ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) คงที่ คือ 1 โมล แปรเปลี่ยนจำนวนโมลของเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) และโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) โดยมีสูตรที่ทำการทดลองดังนี้ คือ

$$ZnO\ (0.4\text{-}0.6\ Fe,\ 0.4\text{-}0.6\ Cr)_2O_3$$

เผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° -1300°ซ.

เคลือบที่ทดลองใช้กับสีที่สังเคราะห์ได้ เป็นชนิด lime-zinc และเผาที่อุณหภูมิ 1200°ซ.

2.1 วิธีดำเนินการ

2.1.1 วัตถุดิบ เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

<u>วัตถุดิบที่ใช้</u>

ซิงค์ออกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.
เหล็กออกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.
โครเมียมออกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.

<u>เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้</u>

อุปกรณ์เครื่องแก้ว

เบ้าดินเผาพร้อมฝาปิด

หม้อบดความเร็วสูง

เครื่องบดอัตโนมัติ ครกและสากทำด้วย agate

เครื่องชั่งไฟฟ้า

เตาอบ

เตาเผาไฟฟ้า

เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-rey diffractomater)

เครื่องวัดสี (UV/VIS spectrophotometer)

2.1.2 **ขั้นตอนการทดลอง**

2.1.2.1 **สูตรและส่วนผสมที่ใช้ทดลอง** สูตรที่ทดลองในการสังเคราะห์สีน้ำตาล แสดงในตารางที่ 2 และส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 2 สูตรที่ใช้ทดลองในการสังเคราะห์สีน้ำตาล

ตัวอย่าง	สูตร
ZB1	ZnO (0.4 Fe, 0.6 Cr)$_2$O$_3$
ZB2	ZnO (0.5 Fe, 0.5 Cr)$_2$O$_3$
ZB3	ZnO (0.6 Fe, 0.4 Cr)$_2$O$_3$

ตารางที่ 3 ส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละ ที่ใช้ในการสังเคราะห์สีน้ำตาล

วัตถุดิบ	ส่วนผสม (ร้อยละ)		
	ZB1	ZB2	ZB3
ซิงค์ออกไซด์	34.3	34.2	34.1
เหล็กออกไซด์	27.1	33.8	40.4
โครเมียมออกไซด์	38.6	32.0	25.5

2.1.2.2 **การสังเคราะห์สีน้ำตาล** สังเคราะห์สีครั้งละ 50 กรัม มีขั้นตอนดังนี้

ก. การบดส่วนผสม นำตัวอย่างที่ชั่งเรียบร้อยแล้วมาบดแห้งให้เข้ากันในเครื่องบดอัตโนมัติ ประมาณ 5 นาที

ข. การเผาสังเคราะห์ นำตัวอย่างที่บดผสมเข้ากันดีแล้วมาเทใส่เบ้าดินเผา ปิดฝาให้มิดชิด เผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ. โดยใช้อัตราเร่ง 200°ซ. / ชั่วโมง และยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 1 ชั่วโมง

ค. การบดและล้าง นำสีผงที่ได้จากการเผาสังเคราะห์ มาบดแห้งในเครื่องบดอัตโนมัติประมาณ 15 นาที จะได้สีผงละเอียดนำมาล้างด้วยน้ำร้อนประมาณ 5 ครั้ง เพื่อกำจัดเกลือส่วนเกินที่ละลายน้ำ กรองแยกผงสีด้วยกระดาษกรอง นำไปอบให้แห้งในเตาอบอุณหภูมิประมาณ 80°ซ. แล้วนำมาบดให้ละเอียดอีกครั้งด้วยเครื่องบดอัตโนมัติประมาณ 2 นาที จะได้สีผงที่พร้อมนำไปใช้งาน และทดสอบสมบัติต่อไป

2.1.2.3 **การเตรียมเคลือบสี** นำสีผงที่สังเคราะห์ได้มาทดลองใช้กับเคลือบเพื่อดูสี โดยใช้เคลือบชนิด lime-zinc ซึ่งมีส่วนผสมดังนี้

แร่ฟันม้า	ร้อยละ	35.24
หินปูน	ร้อยละ	13.61
ซิงค์ออกไซด์	ร้อยละ	6.80
ดินขาว	ร้อยละ	11.11
ควอรตซ์	ร้อยละ	28.53
ทัลค์	ร้อยละ	4.7

บดเปียกส่วนผสมเคลือบข้างต้น และสีผงร้อยละ 5 ในหม้อบดความเร็วสูง 30 นาที นำมาเคลือบบนแผ่นดินเผาเนื้อพอร์ซเลน ขนาด 3x3 ซม. โดยวิธีจุ่ม และเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1200^{o}ซ. โดยใช้อัตราเร่ง 200^{o}ซ. / ชั่วโมง ยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 30 นาที

2.1.2.4 **การวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่**

นำสีผงที่ผ่านการล้างให้สะอาดและอบแห้งมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางวิทยาแร่ (mineralogical compositions) ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (Cullity, 1967) เพื่อศึกษาปฏิกิริยาการเกิดเป็นสีสปิเนล ใช้คลื่นรังสีคอปเปอร์ กระทำที่มุม 2θ : 10° – 70° ความเร็ว 0.05°/ วินาที ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแสร์ 30 มิลลิแอมแปร์ จำนวนนับเต็มสเกล 10,000 counts

เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ใช้หลักการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก ซึ่งเกิดขึ้นตามกฎของ Bragg

สมการของ Bragg คือ

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (Cu K_{α} = 1.54250 Å)

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

θ คือ มุมที่รังสีเอกซ์กระทำกับระนาบผลึก

คำนวณหาค่า d ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารจากสมการของ Bragg นำค่า d และค่าความเข้มของรังสีที่เลี้ยวเบนกับระนาบผลึกมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางวิทยาแร่ ทำให้ศึกษาปฏิกิริยาการเกิดเป็นสปิเนลได้

2.1.2.5 **การวัดสี**

นำตัวอย่างสีผงที่ได้จาการสังเคราะห์ และที่นำไปทดลองใช้กับเคลือบเซรามิกมาวัดดูความเข้มของสี แม้สายตามนุษย์จะสามารถจำแนกความแตกต่างของสีได้ แต่การที่มนุษย์ใช้สายตาเป็นเครื่องวัดสีจะมีจุดอ่อนหลายอย่าง เช่น อิทธิพลของสิ่งแวดล้อมที่ล้อมรอบวัตถุที่มองเห็นจะทำให้มนุษย์เราบอกค่าสีแตกต่างไป หรือความสามารถในการรับรู้สีของมนุษย์ต่างกัน ก็จะทำให้บอกค่าสีแตกต่างกันไป ดังนั้นจึงต้องมีเครื่องมือเพื่อใช้ในการวัดสี (color measurement) และการกำหนดค่าเป็นตัวเลข เพื่อใช้บอกถึงความแตกต่างของสี (Billmeyer, 1981 และ Khan, 1982)

Commission Internationale d' Eclairage (CIE) ได้กำหนดค่าในการวัดสีขึ้นมาเพื่อใช้บอกความแตกต่างของสีที่มองเห็น และใช้สัญลักษณ์ X,Y,Z แทนค่าสัดส่วนของสีต่าง ๆ โดยที่ X แสดงสัดส่วนของสีแดง Y แสดงสัดส่วนของสีเขียว Z แสดงค่าสัดส่วนของสีน้ำเงิน ความสัมพันธ์ของค่า X,Y,Z สามารถแสดงออกมาในรูป 3 มิติ แต่ค่อนข้างเข้าใจยาก จึงได้มีการกำหนดค่า x, y, z ขึ้นมา ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่า X,Y,Z ดังนี้

$$x = \frac{X}{X+Y+Z}$$

$$y = \frac{Y}{X+Y+Z}$$

และ $$z = 1-x-y$$

ค่า x, y นี้ สามารถกำหนดตำแหน่งลงใน CIE Chromaticity diagram เพื่อบอกค่าของสีทุกชนิดที่มีอยู่ ต่อมาได้มีการนำหลักการของ CIE Chromaticity diagram ไปดัดแปลงให้ใช้งานได้สะดวกขึ้น จึงทำให้เกิดระบบการวัดสีที่เรียกว่า CIE LAB ขึ้นมา ซึ่งเป็นระบบที่นิยมใช้กันมากในยุโรป และระบบ HunterLab ซึ่งนิยมใช้ในอเมริกา สำหรับการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ได้ใช้ระบบ HunterLab ในการวัดค่าสีที่สังเคราะห์ได้

ระบบ HunterLab เป็นระบบการวัดสีระบบหนึ่ง ค่าที่วัดได้จะอยู่ในรูป L, a, b โดยแปลงมาจากค่า X, Y, Z และมีความสัมพันธ์กันดังนี้

$$L = 10.0\sqrt{Y}$$

$$a = \frac{17.5\,(1.02\,X-Y)}{Y}$$

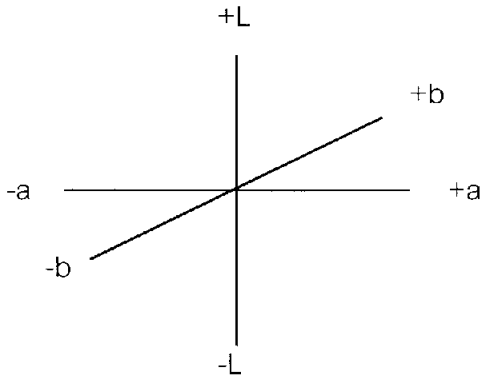
$$b = \frac{7\,(Y - 0.8422)}{\sqrt{Y}}$$

โดยที่ L แสดงความขาว (+L) และความมืด (-L) ของสี

a แสดงปริมาณของสีแดง (+a) และสีเขียว (-a)

b แสดงปริมาณของสีเหลือง (+b) และสีน้ำเงิน (-b)

ความสัมพันธ์ของค่า L, a, b ในระบบ 3 แกนเท่า แสดงในภาพที่ 1



ภาพที่ 1 ความสัมพันธ์ของค่า L, a, b ในระบบ 3 แกนเท่า

ในการทดลองครั้งนี้ใช้เครื่อง UV/VIS spectrophotometer (Lamda 6) เป็นเครื่องมือในการวัดสีผงที่สังเคราะห์ได้ และเคลือบสีที่เตรียมจากสีผงที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งจะวัดเป็นค่า L, a, b ตามระบบ HunterLab

2.2 ผลการทดลอง

2.2.1 ผลการสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล ลักษณะทั่วไปของสีผง ZB1, ZB2, ZB3 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1000o , 1100o , 1200o และ 1300oซ. แสดงในตารางที่ 4 และภาพในภาคผนวก ข

2.2.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ แสดงในตารางที่ 5 และภาพในภาคผนวก ค

2.2.3 ผลการวัดค่าสี L, a, b ตามระบบ HunterLab ด้วยเครื่องวัดสี (UV/VIS spectrophotometer) แสดงในตารางที่ 6 และภาพในภาคผนวก ง

2.2.4 ผลการทดสอบเคลือบสี ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้ แสดงในตารางที่ 7 และผลการวัดค่าสี L, a, b แสดงในตารางที่ 8 และภาพในภาคผนวก ง

ตารางที่ 4 ลักษณะทั่วไปของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, $^{\circ}$ ซ.	ลักษณะทั่วไปของสี		
	ZB1	ZB2	ZB3
1000	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน
1100	สีน้ำตาล สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาล สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน
1200	สีน้ำตาล สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาล สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน
1300	สีน้ำตาลเข้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลเข้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีน้ำตาลอมส้ม สีสม่ำเสมอ ร่วน

ตารางที่ 5 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบสำคัญทางวิทยาแร่ของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, $^{\circ}$ ซ.	องค์ประกอบสำคัญทางแร่วิทยา					
	ZB1		ZB2		ZB3	
	Z1	Z2	Z1	Z2	Z1	Z2
1000	5.0*	5.8	6.5	5.2	6.0	4.5
1100	9.6	-	10	-	8.0	-
1200	10	-	10	-	10	-
1300	10	-	10	-	10	-

Z1 = $Zn(Fe, Cr)_2O_4$ Spinel

Z2 = $ZnCr_2O_4$

* ความสูงของ peak บนสเกล 10 หน่วย

ตารางที่ 6 ผลการวัดค่าสี L, a, b ของสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, °ซ.	ค่าสีระบบ HunterLab								
	ZB1			ZB2			ZB3		
	L	a	b	L	a	b	L	a	b
1000	42.54	7.73	13.05	40.90	8.83	12.91	43.19	7.60	13.69
1100	37.96	7.75	10.78	37.12	7.42	9.49	39.64	7.37	11.20
1200	35.93	6.67	7.92	34.28	5.88	7.11	38.64	9.95	11.29
1300	34.19	4.59	5.92	33.94	5.50	6.22	36.05	8.79	9.10

ตารางที่ 7 ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, °ซ.	ลักษณะทั่วไปของสี		
	ZB1	ZB2	ZB3
1000	สีน้ำตาลอมส้ม เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาลอมส้ม เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาลอมส้ม เคลือบผิวมัน
1100	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาลอมส้ม เคลือบผิวมัน
1200	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน
1300	สีน้ำตาลเข้ม เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาลเข้ม เคลือบผิวมัน	สีน้ำตาล เคลือบผิวมัน

ตารางที่ 8 ผลการวัดค่าสี L, a, b ของเคลือบสีที่เตรียมจากสีน้ำตาลที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, °ซ.	ค่าสีระบบ HunterLab								
	ZB1			ZB2			ZB3		
	L	a	b	L	a	b	L	a	b
1000	42.22	9.91	15.94	42.08	10.91	16.16	43.15	10.34	16.60
1100	36.70	11.75	13.45	37.14	9.65	12.21	39.87	10.44	14.46
1200	31.87	10.65	9.98	30.75	7.92	9.29	34.35	8.86	11.18
1300	28.02	3.84	5.48	29.12	5.25	6.96	33.07	7.08	9.29

2.3 วิจารณ์ผลการทดลอง

จากการทดลองสังเคราะห์สีน้ำตาลชนิดสปิเนล โดยใช้ส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, โครเมียมออกไซด์ และเหล็กออกไซด์ ตามส่วนผสมที่แสดงในตารางที่ 3 และเผาที่ระหว่างอุณหภูมิระหว่าง 1000° – 1300°ซ. ยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 1 ชั่วโมง ปรากฏว่าได้สีผงเป็นสีน้ำตาล เมื่อนำสีผงที่สังเคราะห์ได้ไปทดลองใช้เป็นสีในเคลือบ (in glaze) กับเคลือบเซรามิกชนิด lime-zinc อุณหภูมิ 1200°ซ. ได้เคลือบเป็นสีน้ำตาล จากการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการเผาระหว่าง 1000° -1300°ซ. ต่อปฏิกิริยาการเกิดสปิเนลของ zinc iron chromite spinel และความเข้มของสีน้ำตาลทั้งในสภาพสีผงและสีเคลือบ สรุปผลได้ดังนี้

การเกิดสปิเนล จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่ของสีผงซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000°-1300°ซ. ในตารางที่ 5 จะเห็นว่าตัวอย่าง ZB1, ZB2 และ ZB3 สามารถเกิดสปิเนลของ $Zn(Fe,Cr)_2O_4$ ตั้งแต่อุณหภูมิการเผา 1000°ซ. แต่มีปริมาณของ $ZnCr_2O_4$ เกิดขึ้นด้วย และปริมาณสปิเนล จะเกิดมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น จนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 1200°ซ. สามารถเกิดสปิเนลได้เต็มที่

ความเข้มของสี จากการดูลักษณะทั่วไปของสีผงและสีในเคลือบในตารางที่ 4 และ 7 พบว่าสีผง ZB1, ZB2 และ ZB3 เผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000°ซ. จะมีสีน้ำตาลอมส้ม เนื่องจากมีปริมาณของ $ZnCr_2O_4$ ปนอยู่ และเมื่อนำไปใช้เป็นสีในเคลือบจะทำให้ได้เคลือบสีน้ำตาลส้ม แต่เมื่ออุณหภูมิเผาสังเคราะห์สูงขึ้น จะได้สีผงเป็นสีน้ำตาลยกเว้น ZB3 เนื่องจากไม่มีปริมาณของ $ZnCr_2O_4$ ปนอยู่ และปริมาณสปิเนลเกิดมากขึ้น เมื่อนำไปใช้ในเคลือบก็จะได้เคลือบสีน้ำตาล และสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามอุณหภูมิเผาสังเคราะห์ที่สูงขึ้น

เมื่อพิจารณาผลการวัดค่าสี L, a, b ตามระบบ HunterLab ในตารางที่ 6 และ 8 พบว่าสีผง ZB1, ZB2 และ ZB3 มีค่าความขาวสว่าง (L), ค่าสีแดง (a) และค่าสีเหลือง (b) ลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แสดงว่าเมื่ออุณหภูมิเผาสังเคราะห์สูงขึ้น จะให้สีผงเป็นสีน้ำตาลเข้มขึ้น

2.4 สรุปผลการทดลอง

ผลการศึกษาการสังเคราะห์สีน้ำตาล ชนิดสปิเนล (zinc iron chromite brown spinel) ซึ่งมีส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, เหล็กออกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ และเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° - 1300°ซ. พบว่าสีผงที่ให้สีน้ำตาลเข้มที่สุดคือ ZB1 ซึ่งมีสูตรดังนี้ คือ

ซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 34.3

เหล็กออกไซด์ ร้อยละ 27.1

โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 38.6

ระดับอุณหภูมิการเผา 1300°ซ.

สีผงที่ได้มีปริมาณสปิเนลของ $Zn(Fe, Cr)_2O_4$ เกิดมาก และที่ค่าสีแดง (a) และสีเหลือง (b) ต่ำสุด สีผง และเคลือบที่ได้มีสีน้ำตาลเข้มสุด

ถรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทที่ 3

การสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนล

การศึกษาทดลองนี้เป็นการสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนล (chrome alumina pink spinel) มีสูตร คือ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ หรือ $ZnO(Al, Cr)_2O_3$ กำหนดให้ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) คงที่ 1 โมล และแปรเปลี่ยนจำนวนโมลของอะลูมินา (Al_2O_3) และโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) สูตรที่ทำการทดลองมีดังนี้ คือ

$$ZnO\ (0.7\text{-}0.9\ Al,\ 0.1\text{-}0.3\ Cr)_2O_3$$

ในการทดลองนี้ได้ใช้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$) เป็นวัตถุดิบให้อะลูมินา และใส่สารเติมแต่งกรดบอริก (H_3BO_3) เพื่อทำหน้าที่ในการเพิ่มความเข้มของสี

เผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° -1300°ซ.

เคลือบที่ทดลองใช้กับสีที่สังเคราะห์ได้เป็นชนิด Lime-zinc และเผาที่อุณหภูมิ 1200°ซ.

3.1 วิธีดำเนินการ

3.1.1 วัตถุดิบเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

<u>วัตถุดิบที่ใช้</u>

ซิงค์ออกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.
โครเมียมออกไซด์	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.
กรดบอริก	ใช้เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก บ.เซอร์นิค จก.

<u>เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้</u>

อุปกรณ์เครื่องแก้ว

เบ้าดินเผาพร้อมฝาปิด

หม้อบดความเร็วสูง

เครื่องบดอัตโนมัติ ครกและสากทำด้วย agate

เครื่องชั่งไฟฟ้า

เตาอบ

เตาเผาไฟฟ้า

เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)

เครื่องวัดสี (UV/VIS spectrophotometer)

3.1.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.1.2.1 สูตรและส่วนผสมที่ใช้ทดลอง สูตรที่ทดลองในการสังเคราะห์สีชมพู แสดงในตารางที่ 9 และส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 10 ใส่สารเติมแต่งกรดบอริก ร้อยละ 9.1 ในทุกสูตร

ตารางที่ 9 สูตรที่ใช้ทดลองในการสังเคราะห์สีชมพู

ตัวอย่าง	สูตร
CA1	$ZnO(0.9\ Al,\ 0.1\ Cr)_2O_3$
CA2	$ZnO(0.8\ Al,\ 0.2\ Cr)_2O_3$
CA3	$ZnO(0.7\ Al,\ 0.3\ Cr)_2O_3$

ตารางที่ 10 ส่วนผสมคิดปริมาณเป็นร้อยละที่ใช้ในการสังเคราะห์สีชมพู

วัตถุดิบ	ส่วนผสม (ร้อยละ)		
	CA1	CA2	CA3
ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	31.3	31.3	31.4
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$)	53.8	47.9	42.0
โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3)	5.8	11.7	17.5
กรดบอริก (H_3BO_3)	9.1	9.1	9.1

3.1.2.2 การสังเคราะห์สีชมพู สังเคราะห์สีครั้งละ 50 กรัม โดยมีขั้นตอนดังนี้

ก. การบดส่วนผสม นำตัวอย่างที่ชั่งเรียบร้อยแล้วมาบดแห้งให้เข้ากันในเครื่องบดอัตโนมัติ ประมาณ 5 นาที

ข. การเผาสังเคราะห์ นำตัวอย่างที่บดผสมเข้ากันดีแล้วมาเทใส่เบ้าดินเผา ปิดฝาให้มิดชิด เผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ. โดยใช้อัตราเร่ง 200°ซ. / ชั่วโมง และยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 1 ชั่วโมง

ค. การบดและล้าง นำสีผงที่ได้จากการเผาสังเคราะห์ มาบดแห้งในเครื่องบดอัตโนมัติประมาณ 15 นาที จะได้สีผงละเอียดนำมาล้างด้วยน้ำร้อนประมาณ 5 ครั้ง เพื่อกำจัดเกลือส่วนเกินที่ละลายน้ำ กรองแยกผงสีด้วยกระดาษกรอง นำไปอบให้แห้งในเตาอบอุณหภูมิประมาณ 80°ซ. แล้วนำมาบดให้ละเอียดอีกครั้งด้วยเครื่องบดอัตโนมัติประมาณ 2 นาที จะได้สีผงที่พร้อมนำไปใช้งาน และทดสอบสมบัติต่อไป

3.1.2.3 **การเตรียมเคลือบสี**

นำสีผงที่สังเคราะห์ได้มาทดลองใช้กับเคลือบเพื่อดูสี โดยใช้เคลือบชนิด lime-zinc ซึ่งมีส่วนผสมดังนี้

แร่ฟันม้า	ร้อยละ	54.0
หินปูน	ร้อยละ	9.0
ซิงค์ออกไซด์	ร้อยละ	9.0
ดินขาว	ร้อยละ	12.0
ควอรตซ์	ร้อยละ	15.0
ทัลค์	ร้อยละ	1.0

บดเปียกส่วนผสมเคลือบข้างต้น และสีผงร้อยละ 5 ในหม้อบดความเร็วสูง 30 นาที นำมาเคลือบบนแผ่นดินเผาเนื้อพอร์ซเลน ขนาด 3x3 ซม. โดยวิธีจุ่มและเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1200°ซ. โดยใช้อัตราเร่ง 200°ซ. / ชั่วโมง ยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 30 นาที

3.1.2.4 **การวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่**

เหมือนการสังเคราะห์สีน้ำตาล ในข้อ 2.1.2.4

3.1.2.5 **การวัดสี**

เหมือนการสังเคราะห์สีน้ำตาล ในข้อ 2.1.2.5

3.2 ผลการทดลอง

3.2.1 ผลการสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนล ลักษณะทั่วไปของสีผง CA1, CA2 และ CA3 ซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ. แสดงในตาราง ที่ 11 และภาพในภาคผนวก ข

3.2.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ แสดงในตารางที่ 12 และภาพในภาคผนวก ค

3.2.3 ผลการวัดค่าสี L, a, b ตามระบบ HunterLab ด้วยเครื่องวัดสี (UV/VIS spectrophotometer) แสดงในตารางที่ 13 และภาพในภาคผนวก ง

3.2.4 ผลการทดสอบเคลือบสี ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีชมพูที่สังเคราะห์ได้ แสดงในตารางที่ 14 และผลการวัดค่าสีระบบ HunterLab แสดงในตารางที่ 15 และภาพในภาคผนวก ง

ตารางที่ 11 ลักษณะทั่วไปของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, °ซ.	ลักษณะทั่วไปของสี		
	CA1	CA2	CA3
1000	สีเทา สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีเทาเขียว สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีเขียว สีสม่ำเสมอ ร่วน
1100	สีชมพูอ่อน สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพูเทา สีสม่ำเสมอ ร่วน
1200	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน
1300	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน	สีชมพู สีสม่ำเสมอ ร่วน

ตารางที่ 12 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบสำคัญทางวิทยาแร่ของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, °ซ.	องค์ประกอบสำคัญทางแร่วิทยา								
	CA1			CA2			CA3		
	C	Zn	Zc	C	Zn	Zc	C	Zn	Zc
1000	2.5*	2.0	1.5	2.1	2.5	2.3	2.4	3.0	1.5
1100	3.8	-	-	2.8	-	-	2.5	-	-
1200	4.2	-	-	3.5	-	-	3.0	-	-
1300	4.5	-	-	4.0	-	-	3.5	-	-

C = $Zn(Al, Cr)_2O_4$ Spinel

Zn = ZnO

Zc = $ZnCr_2O_4$

* ความสูงของ peak บนสเกล 10 หน่วย

ตารางที่ 13 ผลการวัดค่าสีระบบ Hunter L, a, b ของสีชมพูที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, ° ซ.	ค่าสีระบบ Hunter Lab								
	CA1			CA2			CA3		
	L	A	B	L	a	b	L	a	b
1100	79.47	0.17	4.80	74.01	-0.57	5.55	70.26	-2.62	6.78
1200	79.93	3.17	3.91	74.36	3.25	4.86	70.86	1.96	5.84
1300	76.96	6.19	3.58	70.85	6.23	4.93	66.98	5.09	6.15

ตารางที่ 14 ลักษณะทั่วไปของเคลือบสีที่เตรียมจากสีชมพูที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, ° ซ.	ลักษณะทั่วไปของเคลือบสี		
	CA1	CA2	CA3
1100	สีชมพูอมส้ม เคลือบผิวมัน	สีชมพูอมส้ม เคลือบผิวมัน	สีชมพูอมส้ม เคลือบผิวมัน
1200	สีชมพู เคลือบผิวมัน	สีชมพู เคลือบผิวมัน	สีชมพู เคลือบผิวมัน
1300	สีชมพู เคลือบผิวมัน	สีชมพู เคลือบผิวมัน	สีชมพู เคลือบผิวมัน

ตารางที่ 15 ผลการวัดค่าสี L, a, b ของเคลือบสีที่เตรียมจากสีชมพูที่สังเคราะห์ได้

ระดับอุณหภูมิการเผา, ° ซ.	ค่าสีระบบ Hunter L, a, b								
	CA1			CA2			CA3		
	L	A	b	L	a	b	L	a	b
1100	72.30	6.62	13.70	65.61	8.48	13.85	61.27	7.32	13.59
1200	76.03	9.57	10.85	67.71	11.72	11.95	64.49	9.89	13.43
1300	75.18	8.45	11.30	64.37	13.79	12.04	58.76	12.07	12.15

3.3 วิจารณ์ผลการทดลอง

จากการทดลองสังเคราะห์สีชมพูชนิดสปิเนลโดยใช้ส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ มีกรดบอริกเป็นสารเติมแต่ง ตามส่วนผสมที่แสดงในตารางที่ 10 และเผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° –1300°ซ. ยืนไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 1 ชั่วโมง เมื่อนำสีผงที่สังเคราะห์ได้ไปทดลองใช้เป็นสีในเคลือบ (in glaze) กับเคลือบเซรามิกชนิด lime-zinc อุณหภูมิ 1200°ซ. ได้เคลือบเป็นสีชมพู จากการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการเผาระหว่าง 1000° -1300°ซ. ต่อปฏิกิริยาการเกิดสปิเนลของ chrome alumina pink ($Zn(Al,Cr)_2O_4$) และความเข้มของสีชมพูทั้งในสภาพสีผงและสีเคลือบ สรุปผลได้ดังนี้

การเกิดเป็น spinel จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางวิทยาแร่ของสีผงซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° - 1300°ซ. ในตารางที่ 12 จะเห็นว่าสีผง CA1, CA2 และ CA3 ที่อุณหภูมิเผาสังเคราะห์ 1000°ซ. สามารถเกิดเป็นสปิเนลของ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ ได้แล้ว แต่เกิดในปริมาณน้อยมาก นอกจากนั้นแล้วยังมี $ZnCr_2O_4$ เกิดขึ้นด้วย และมี ZnO เหลืออยู่เมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น คือ 1100°, 1200° และ 1300°ซ. สีผงจะมีปริมาณของ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น และไม่มีปริมาณของ $ZnCr_2O_4$ และ ZnO

ความเข้มของสี จากการศึกษาดูลักษณะทั่วไปของสีผงและสีในเคลือบในตารางที่ 12 และ 14 พบว่าสี CA1, CA2 และ CA3 ที่อุณหภูมิการเผา 1000°ซ. ยังไม่เกิดเป็นสีชมพู เนื่องจากมีปริมาณของ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ เกิดขึ้นน้อยมากและ Cr^{3+} ยังไม่สามารถเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของ $Zn(Al,Cr)_2O_4$ ได้มากนัก เพราะว่าเกิดเป็น $ZnCr_2O_4$ บางส่วน แต่เมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้นคือ 1100° – 1300°ซ. สีผงที่สังเคราะห์ได้จะมีสีชมพู เนื่องจากมีปริมาณสปิเนลของ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ เกิดมากขึ้น และไม่มี $ZnCr_2O_4$ ปนมา เมื่อนำไปใช้เป็นสีในเคลือบก็จะได้เคลือบสีชมพูด้วย และเมื่อพิจารณาจากค่าสี L, a, b ที่วัดได้ตามระบบ HunterLab ในตารางที่ 13 และ 15 พบว่าค่าสีแดง (a) จะเพิ่มมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาสังเคราะห์สูงขึ้น แสดงว่าสีชมพูจะเข้มขึ้นตามอุณหภูมิเผาสังเคราะห์ที่สูงขึ้นทั้งในสีผงและในเคลือบ

3.4 สรุปผลการทดลอง

ผลการทดลองสังเคราะห์สีชมพูสปิเนล (chrome alumina pink spinel) ซึ่งมีส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์ โครเมียมออกไซด์ และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000°-1300°ซ. พบว่าสีผงที่ให้สีชมพูเข้มที่สุดคือ CA2 ซึ่งมีสูตรดังนี้ คือ

ซิงค์ออกไซด์	ร้อยละ	31.3
โครเมียมออกไซด์	ร้อยละ	11.7
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	ร้อยละ	47.9
กรดบอริก	ร้อยละ	9.1

ระดับอุณหภูมิการเผา 1300°ซ.

สีผงที่ได้มีปริมาณสปิเนลของ $Zn(Al, Cr)_2O_4$ เกิดมาก และที่ค่าสีแดง (a) สูงสุด สีผงและเคลือบที่ได้มีสีชมพูเข้ม

บทที่ 4

สรุปผลการวิจัย

จากผลการศึกษาการสังเคราะห์สีเซรามิกชนิดสปิเนลสีน้ำตาล (zinc iron chromite brown spinel) ซึ่งมีส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, เหล็กออกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ เผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000° - 1300°ซ. และสีชมพู (chrome alumina pink spinel) ซึ่งมีส่วนผสมของซิงค์ออกไซด์, โครเมียมออกไซด์ และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เผาที่อุณหภูมิระหว่าง 1000°-1300°ซ. พบว่าส่วนผสมที่ให้ผลดี สามารถให้ปฏิกิริยาการเกิดเป็นสปิเนลในปริมาณมาก คือให้สีน้ำตาลเข้มและสีชมพูเข้ม สรุปผลได้ดังนี้ คือ

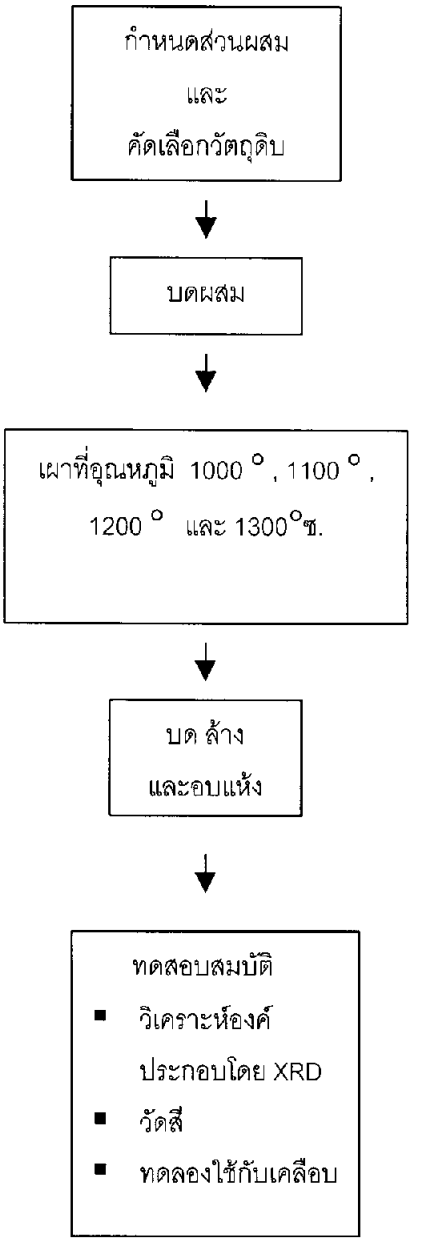
สีน้ำตาล	ซิงค์ออกไซด์	ร้อยละ	34.3
	เหล็กออกไซด์	ร้อยละ	27.1
	โครเมียมออกไซด์	ร้อยละ	38.6
	ระดับอุณหภูมิการเผา 1300°ซ.		
สีชมพู	ซิงค์ออกไซด์	ร้อยละ	31.3
	โครเมียมออกไซด์	ร้อยละ	11.7
	อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์	ร้อยละ	47.9
	กรดบอริก	ร้อยละ	9.1
	ระดับอุณหภูมิการเผา 1300°ซ.		

เอกสารอ้างอิง

1. Billmeyer, F.W. and Saltzman, M., **"Principle of color Technology"**, 2nd ed. New York: John Wiley and Sons, Inc., 1981.
2. Burgyan, A and Eppler, R.A, "Classification of Mixed Metal-Oxide Inorganic Pigments, **Am. Ceram.Soc.Bull.**, 62 (9) pp. 1001-1003, 1983.
3. Cullity, B.D, **"Element of X-ray Diffraction.** 3rd ed. Massachusetts : Addison-Wesley Publishing Company. Inc., 1967.
4. Eppler, R.A, "Ceramic Colorants", **Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.**, Fifth, Completely Revised Edition Vol.A5, pp. 545-556, 1986.
5. Eppler, R.A and Eppler, D.R, **"Glaze and Glass Coatings"**, Published by The American Ceramic Society, Westerville, Ohio, pp. 139-141, 2000.
6. Hawks, R.L, "Chrome-Alumina Pink at Various Temperatures, **Am.Ceram.Soc.Bull.**, 40 (1) pp.7-8, 1961.
7. Kato, E. **"The Fundamentals of the Glaze Preperation, Treatises on Opaque Glazes"**, Nagoya International Training Center, Japan International Cooperation Agency, 1983.
8. Khan, M. and Schejbal, F., "Some Aspects for Color Measurement in Ceramics", **Interceram**, NR.1, pp. 17-20, 1982.
9. Marquis, J.E. and Carpenter, R.E., "Plant Control Problems with Whiteware Glazes Containing Brown and Tan Stains", **Am.Ceram.Soc.Bull.**, 40 (1) pp. 19-24, 1961.
10. Rao, N.S.Gopala., "Chrome Alumina pink ceramic colors", **Central Glass & Ceram. Research Inst.Bull.** (India) 5(1) pp. 25-28, 1958.
11. Watts, A.S., "Note on Chrome-Alumina Colors", **Trans.Am.Ceram.Soc.** 13 pp. 301-305, 1911.

ภาคผนวก

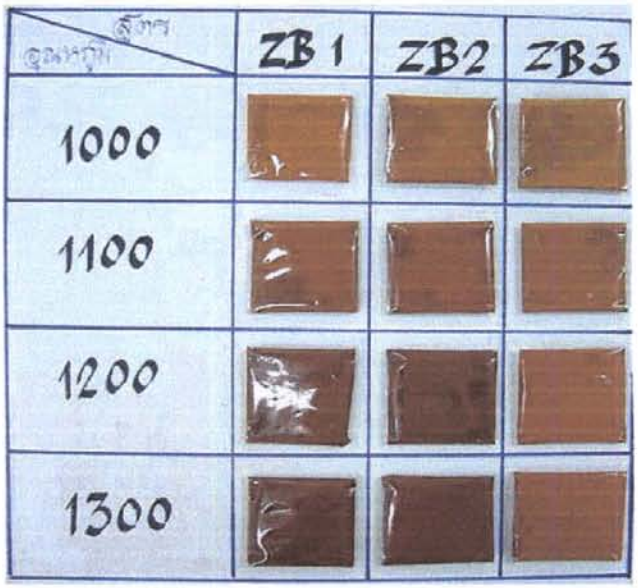
ภาคผนวก ก

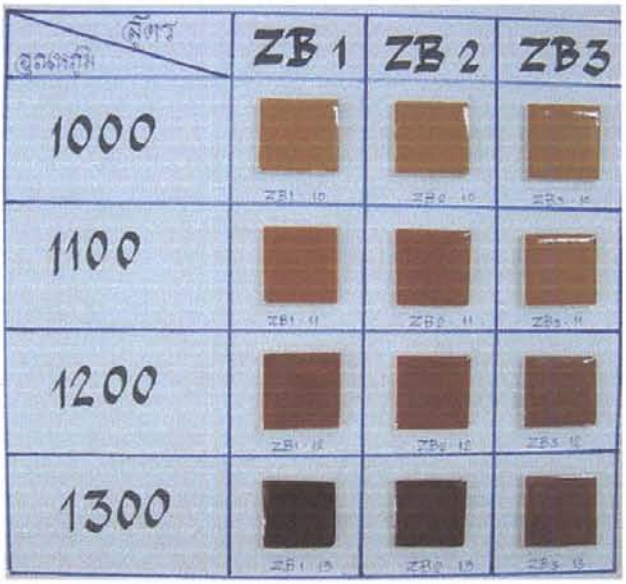


แผนภาพแสดงวิธีการวิจัยและพัฒนา

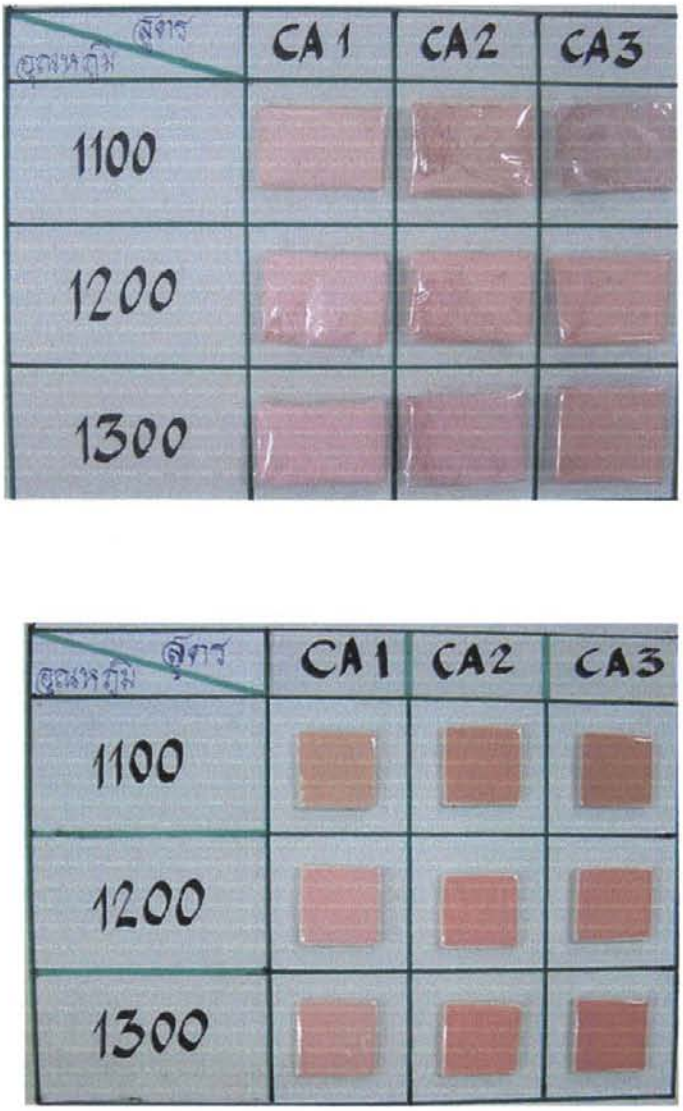
ภาคผนวก ข

ภาพสีผงสีและเคลือบที่เตรียมจากสีผง





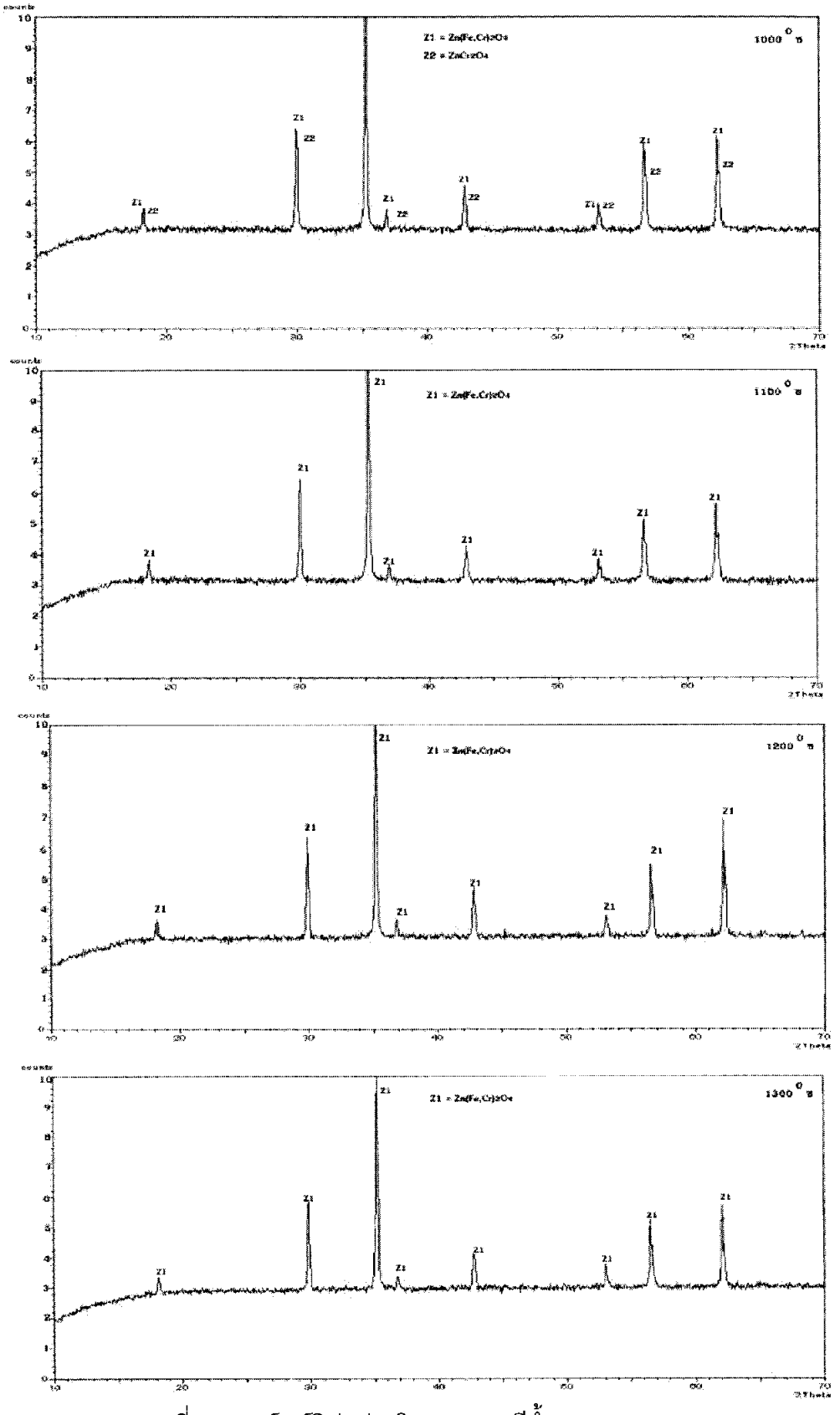
ภาพที่ 1 สีผงสีน้ำตาล และเคลือบที่เตรียมจากสีผงสีน้ำตาล



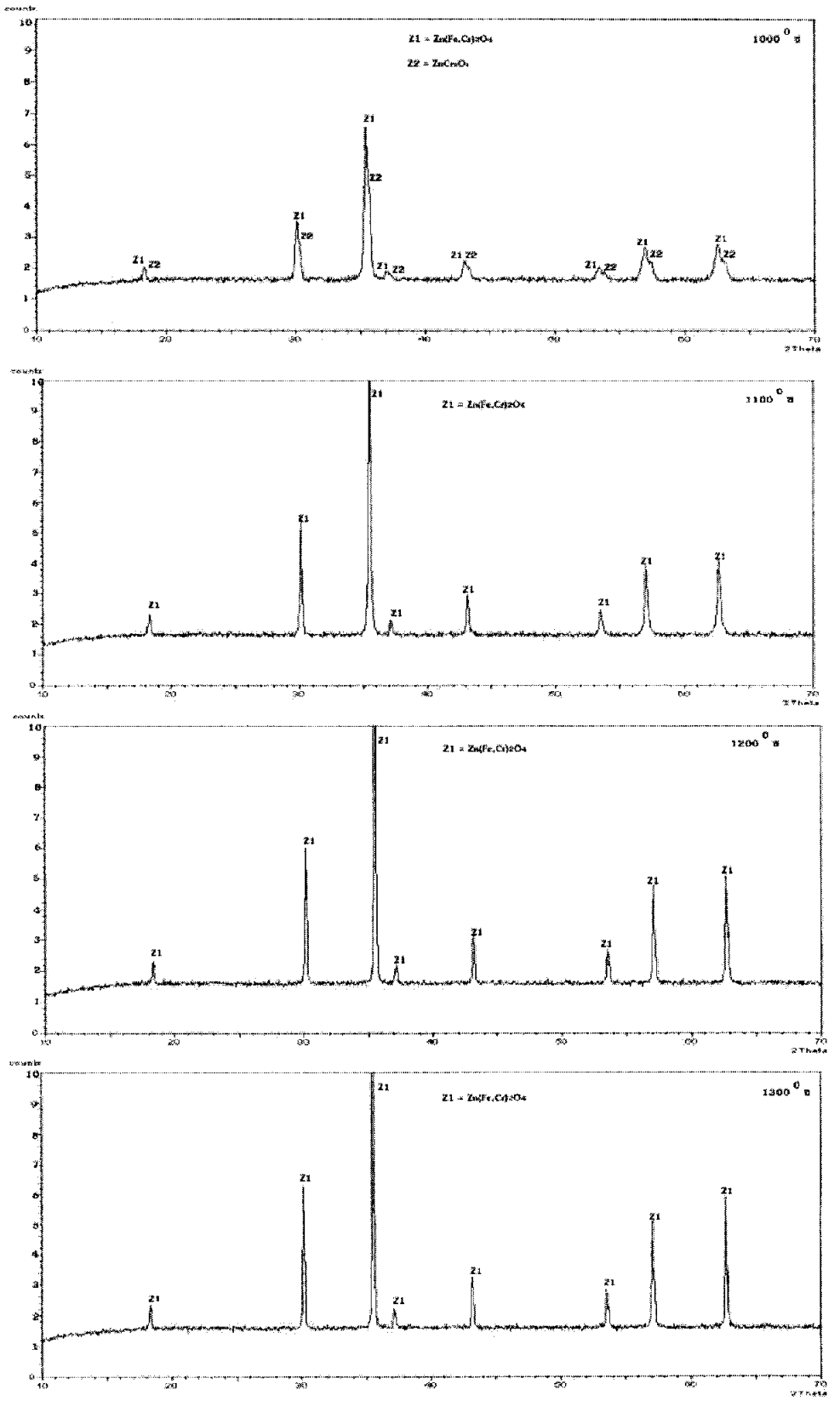
ภาพที่ 2 สีผงสีชมพู และเคลือบที่เตรียมจากสีผงสีชมพู

ภาคผนวก ค

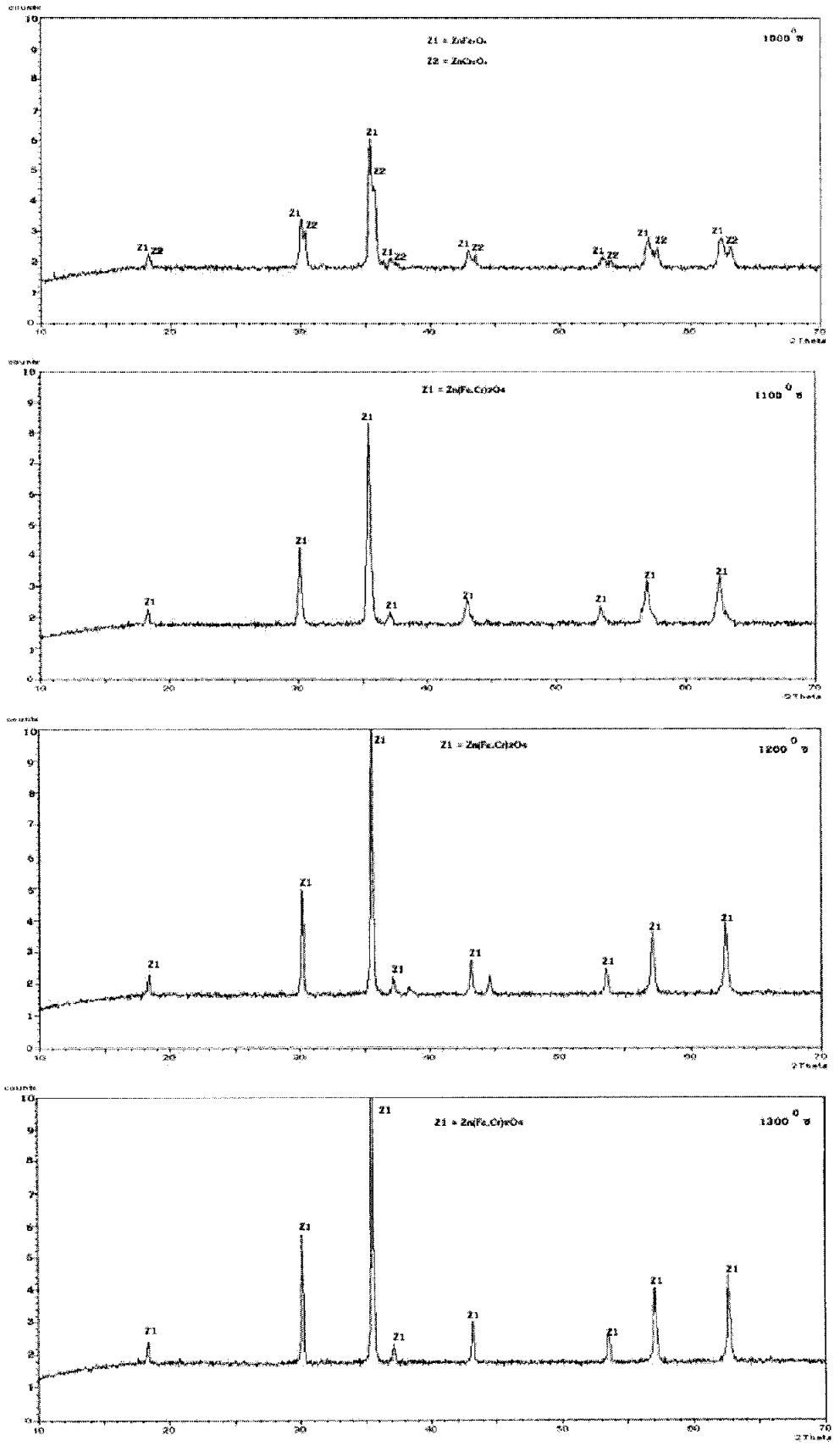
ภาพเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีน้ำตาล และสีชมพู



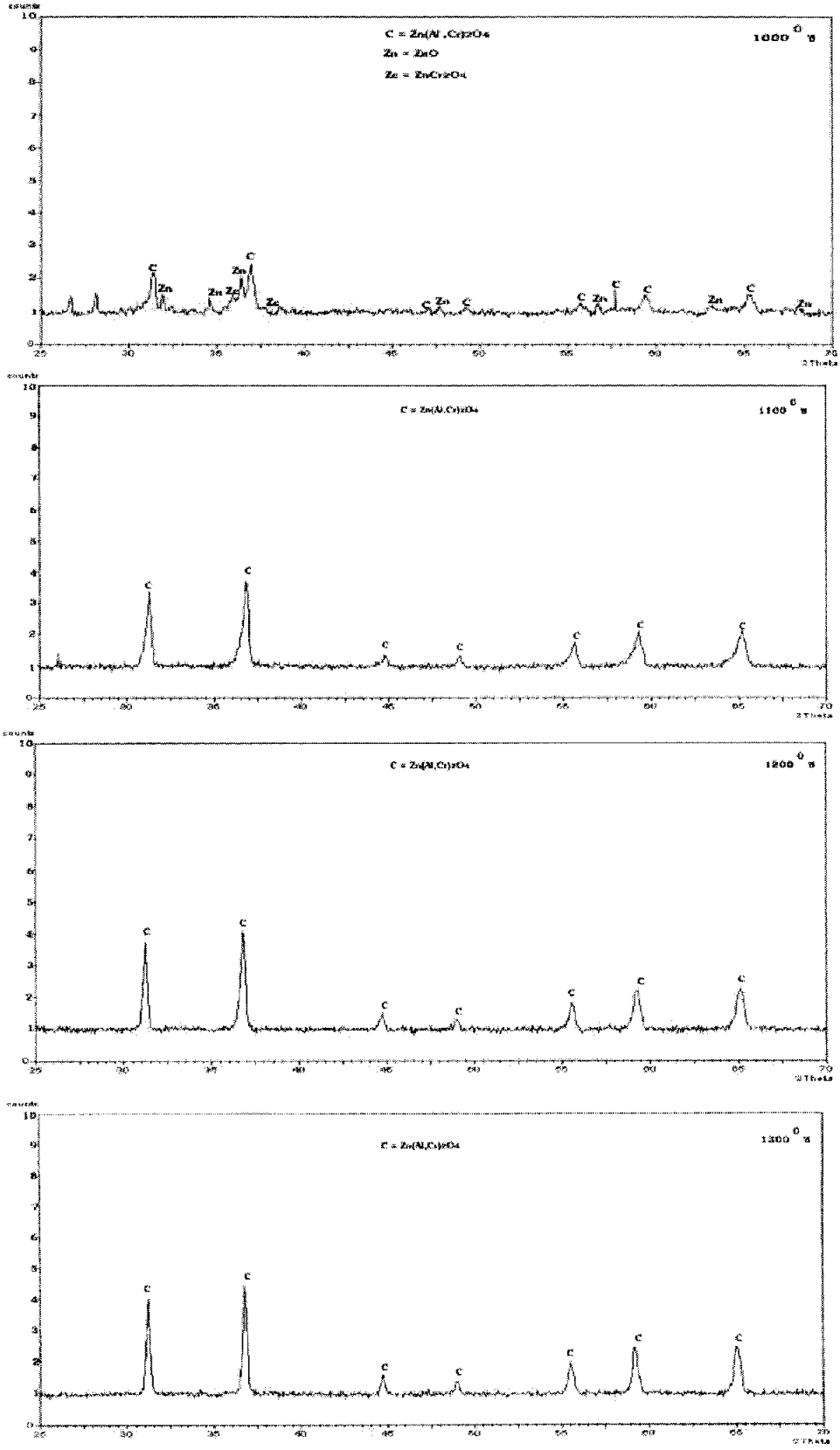
ภาพที่ 1 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีน้ำตาล ZB1



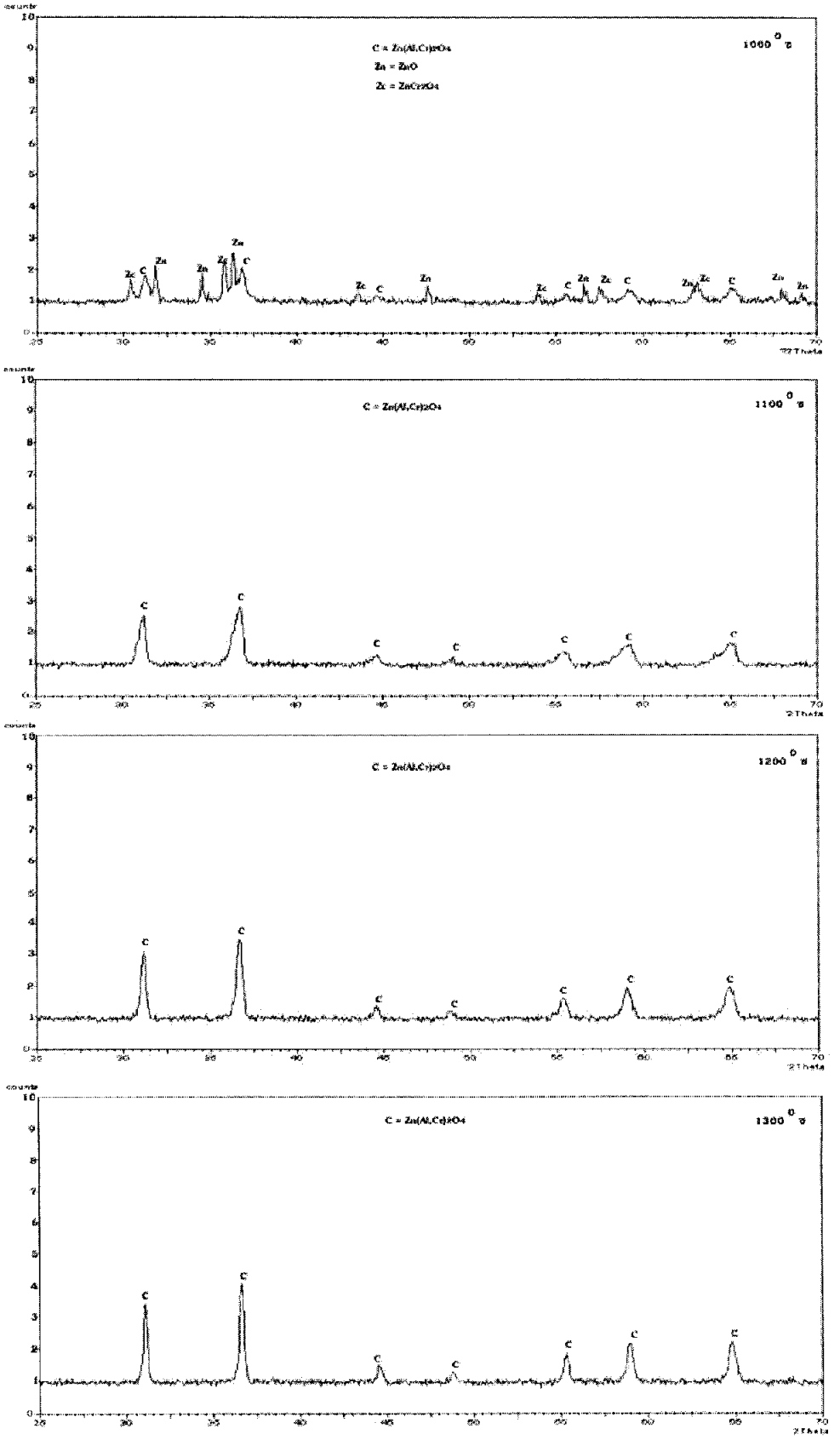
ภาพที่ 2 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีน้ำตาล ZB2



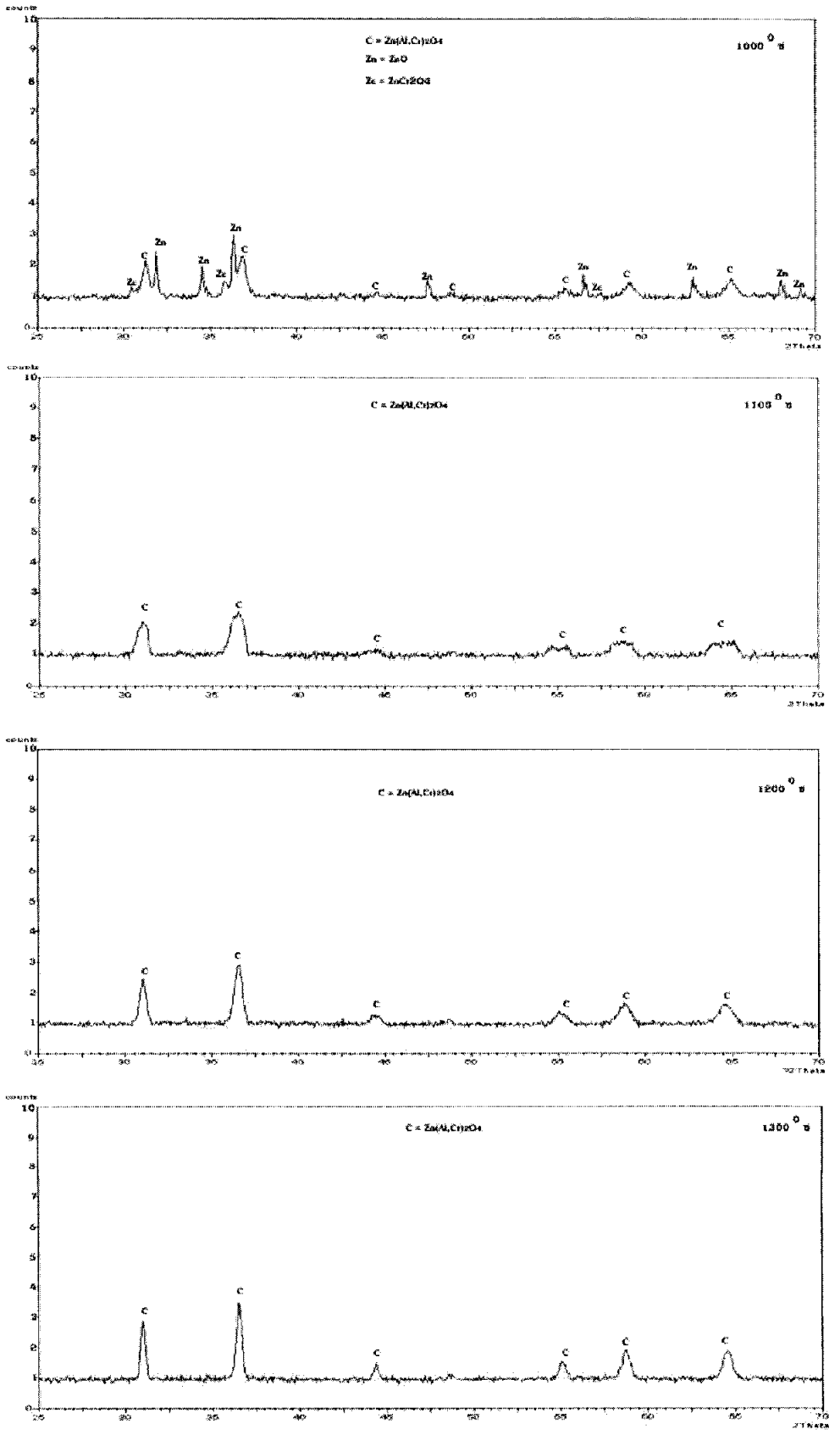
ภาพที่ 3 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีน้ำตาล ZB3



ภาพที่ 4 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีชมพู CA1



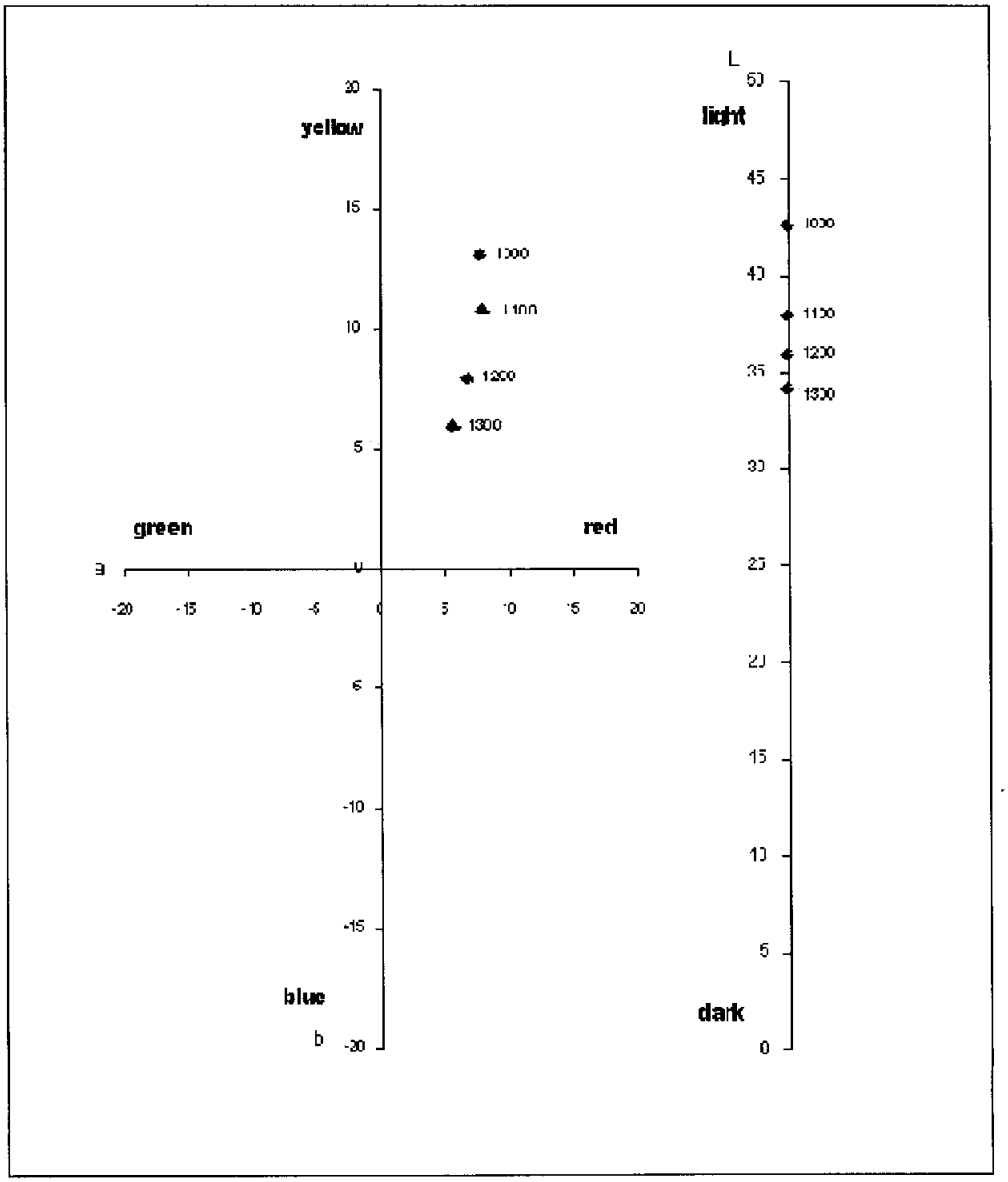
ภาพที่ 5 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีชมพู CA2



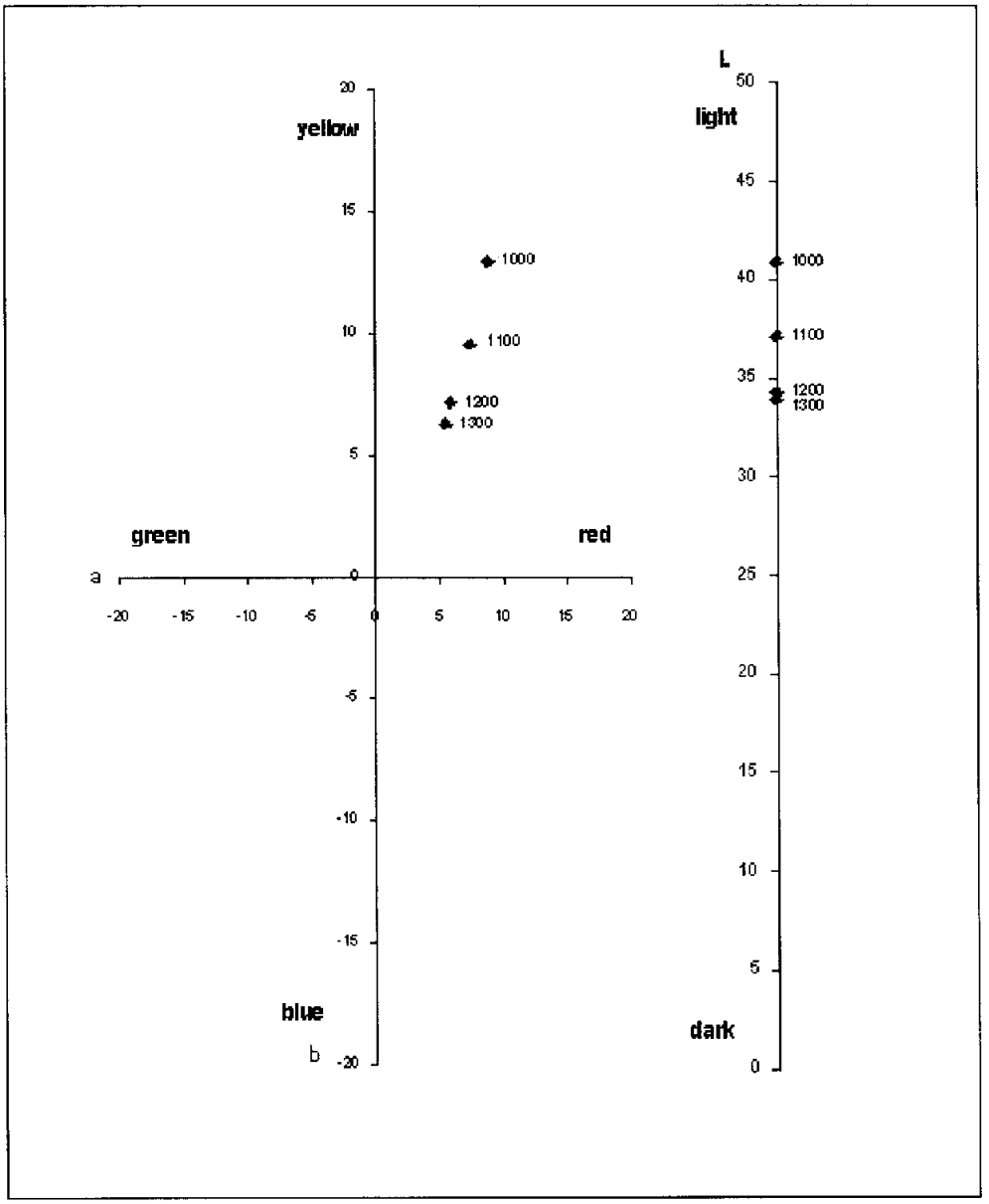
ภาพที่ 6 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมของสีชมพู CA3

ภาคผนวก ง

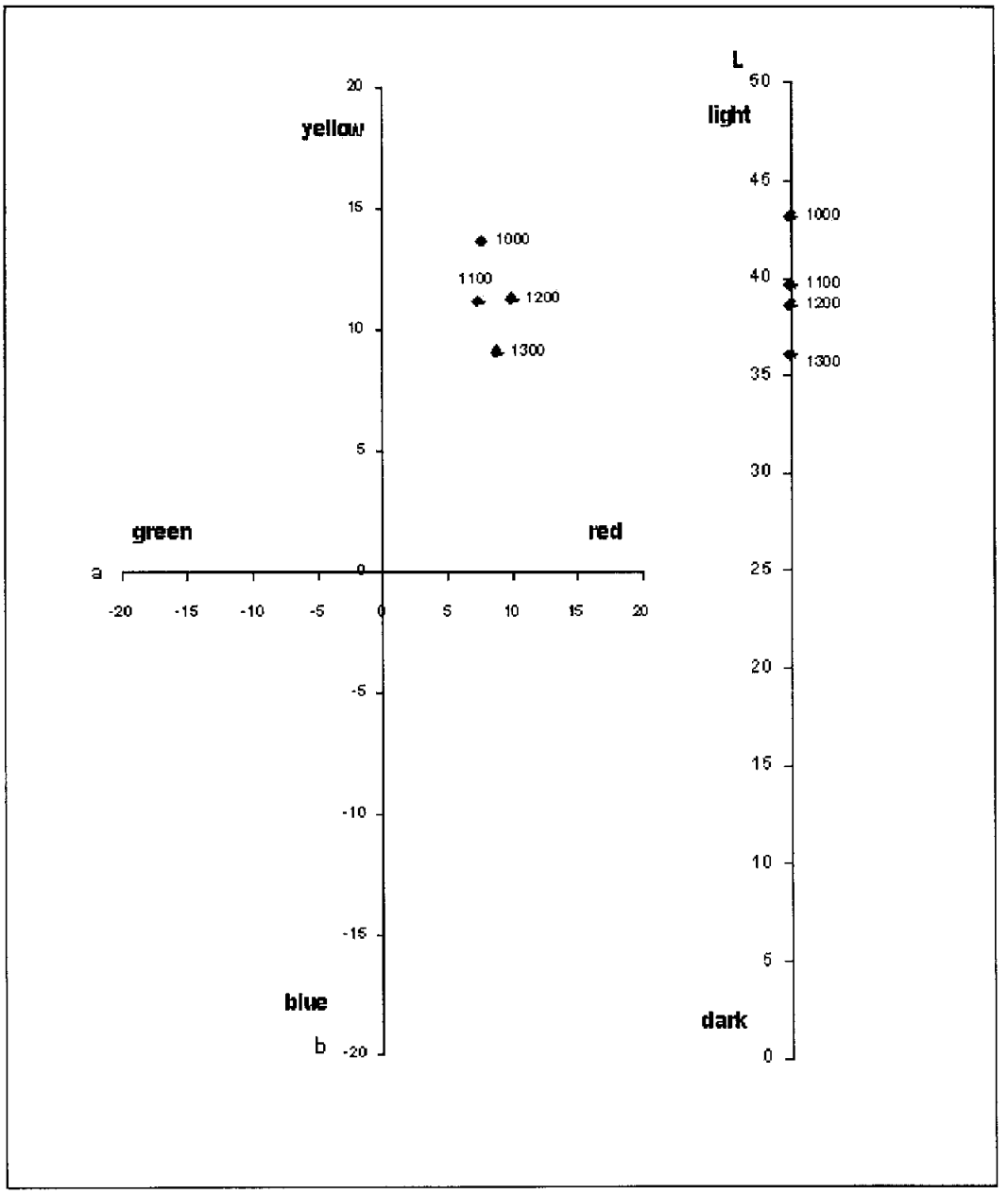
ภาพแสดงค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผงและเคลือบสีที่เตรียมจากสีผง



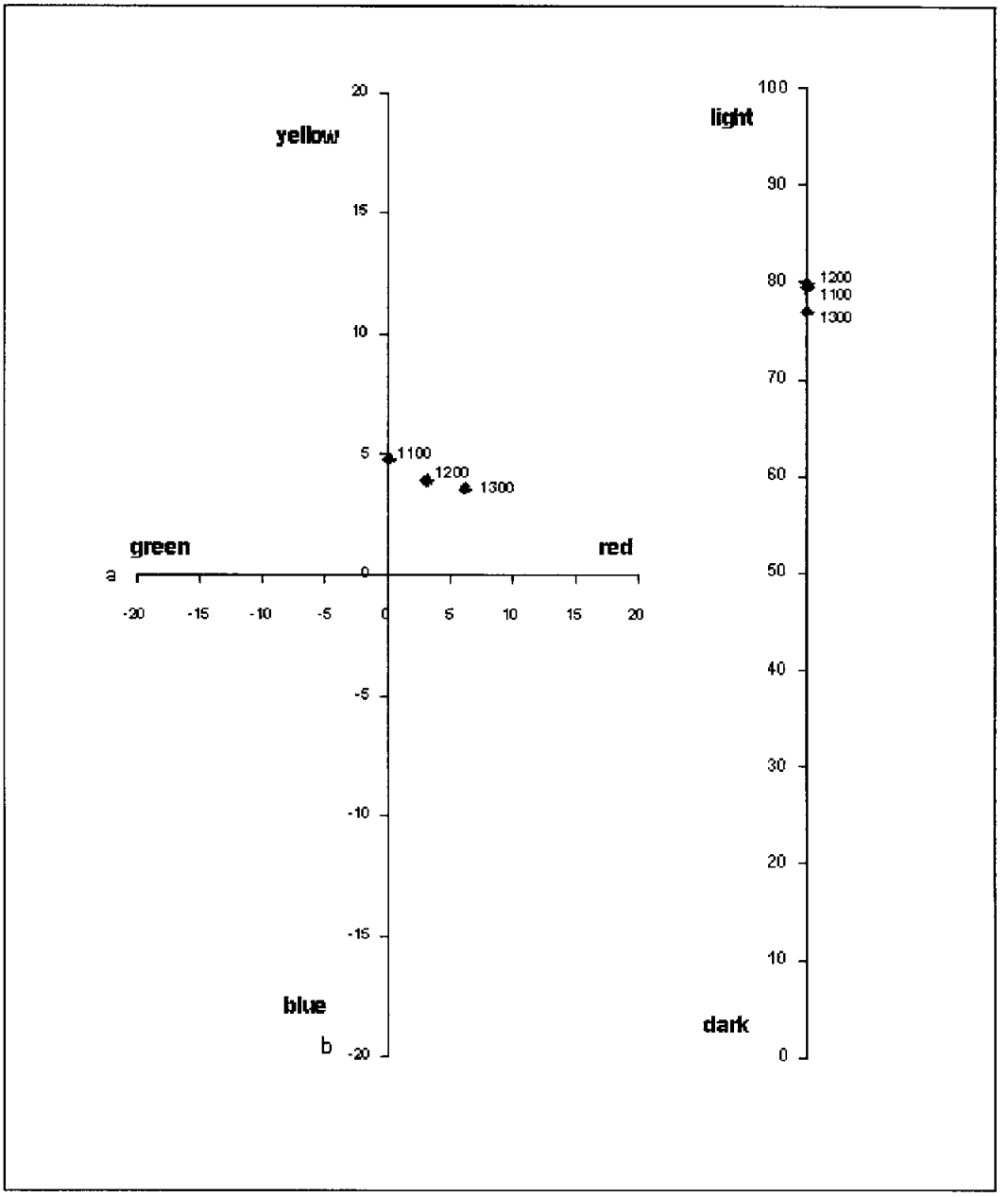
ภาพที่ 1 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง ZB1 เผาที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



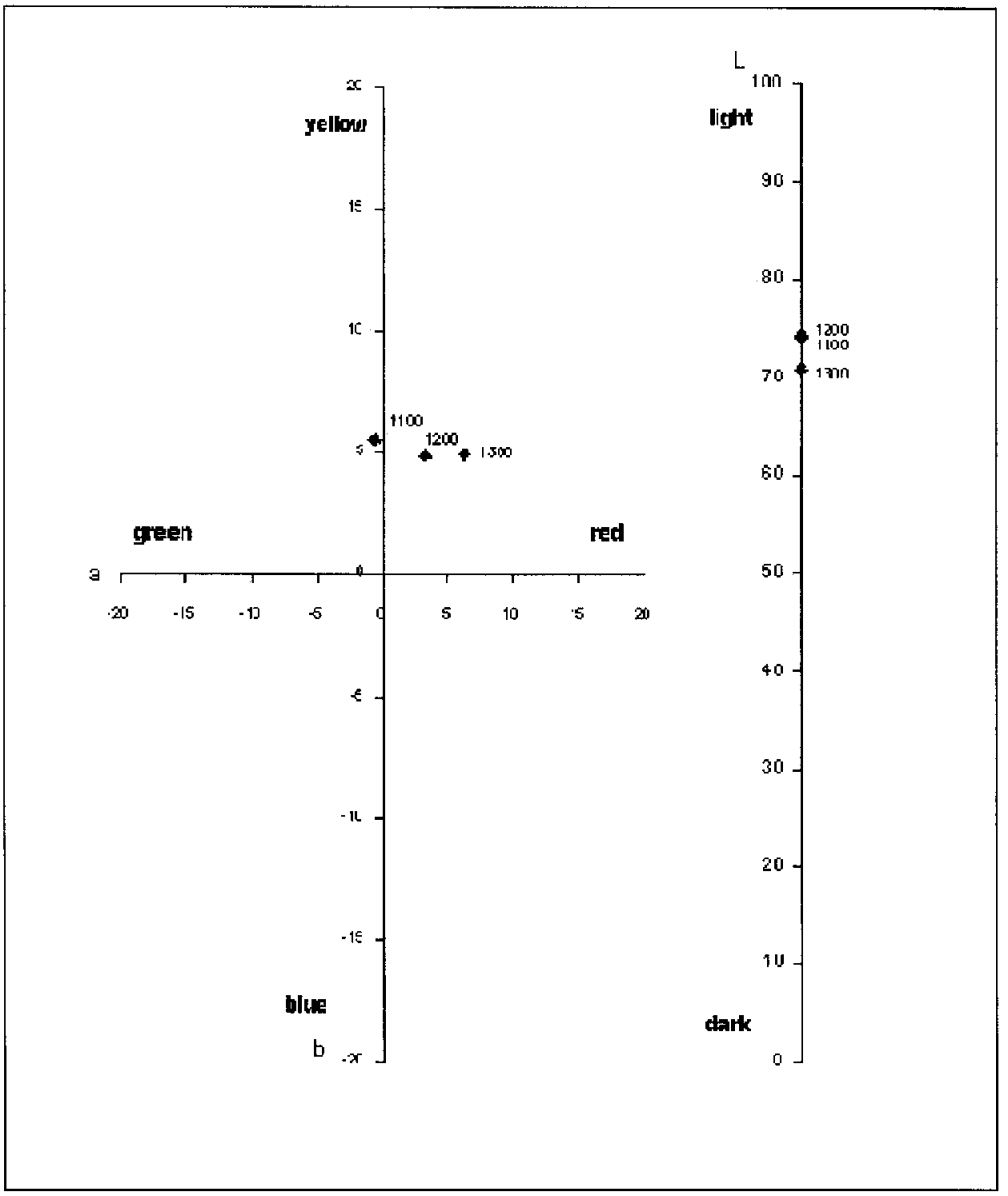
ภาพที่ 2 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง ZB2 เผาที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



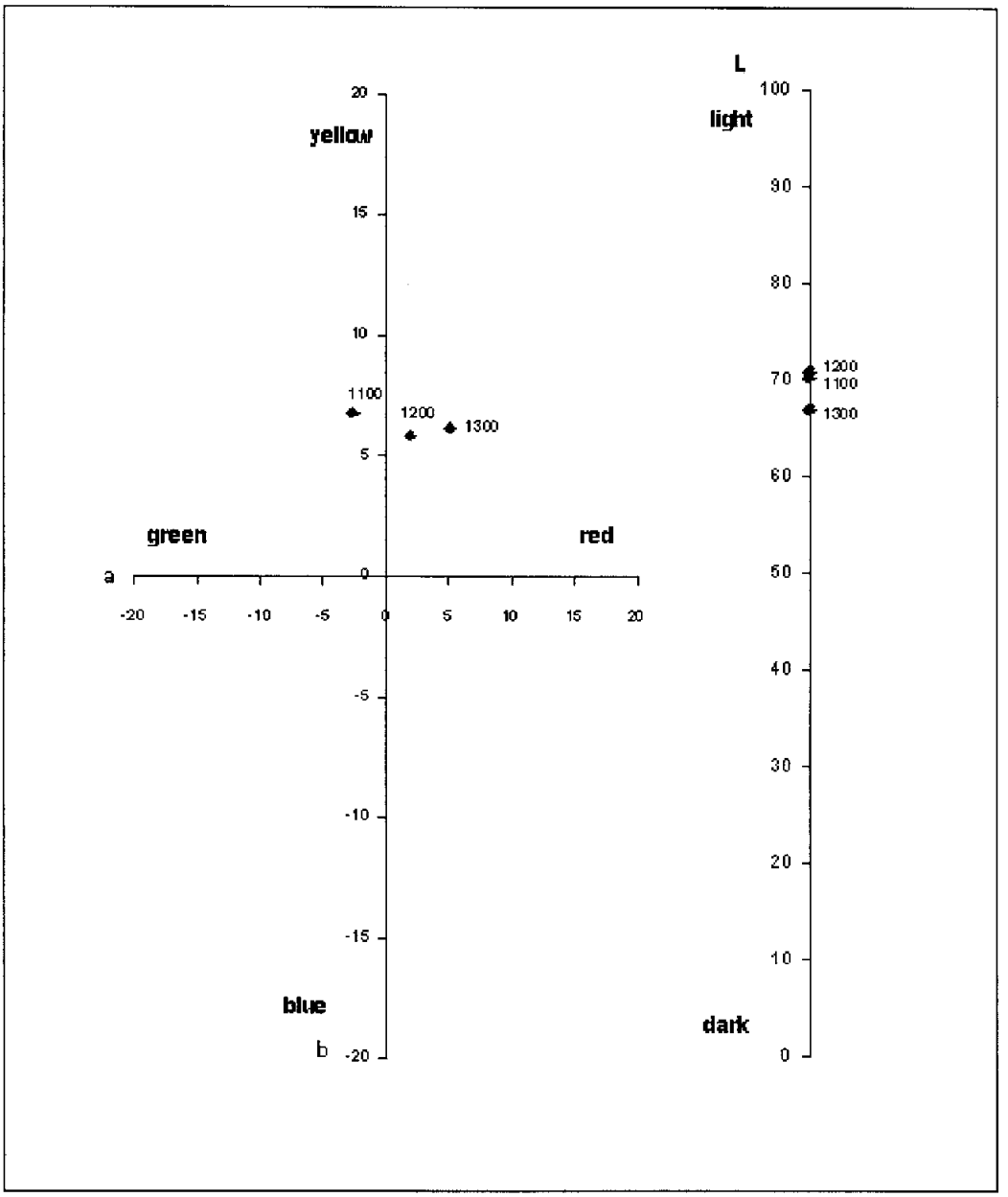
ภาพที่ 3 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง ZB3 เผาที่อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200 และ 1300°ซ.



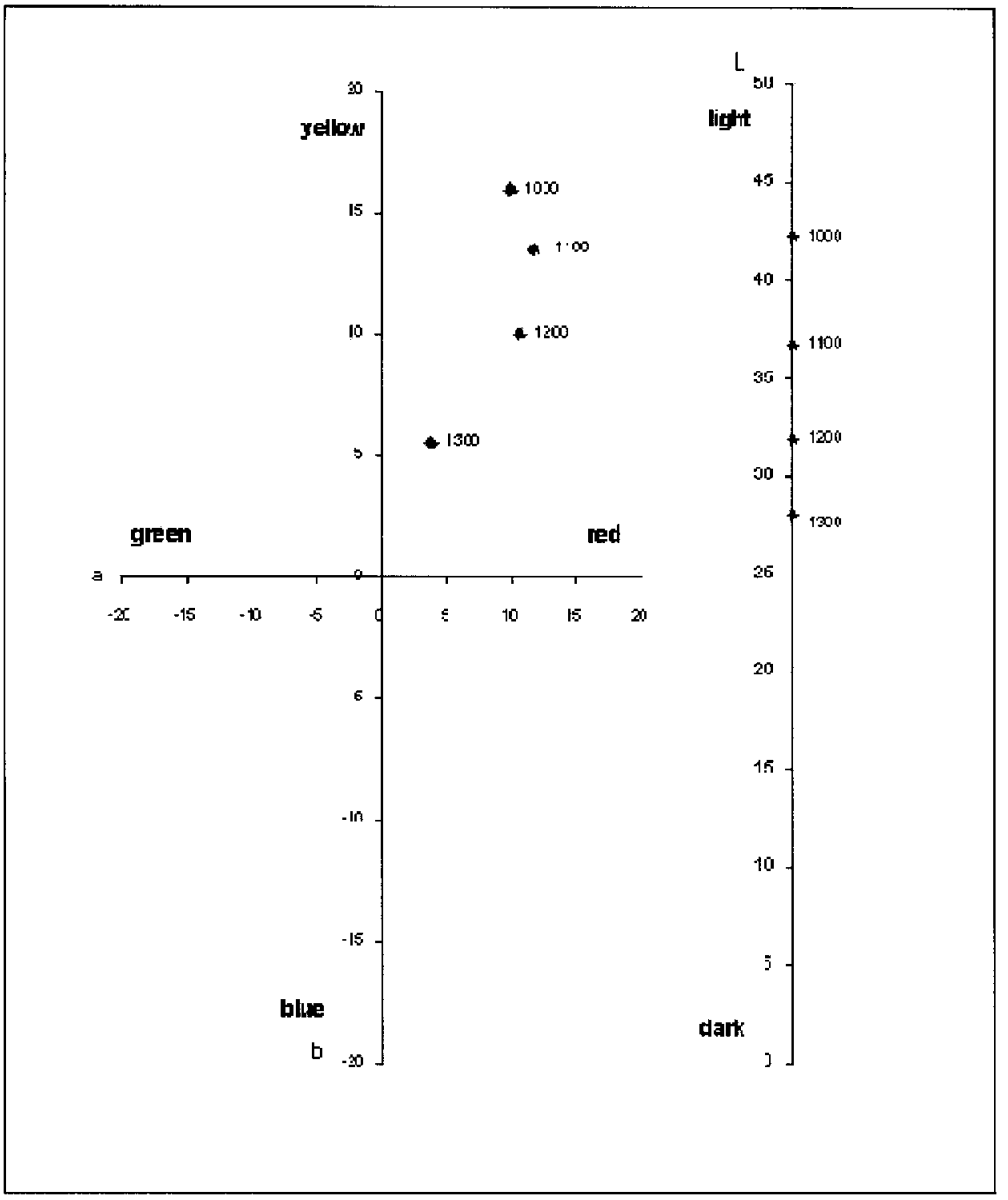
ภาพที่ 4 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง CA1 เผาที่อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



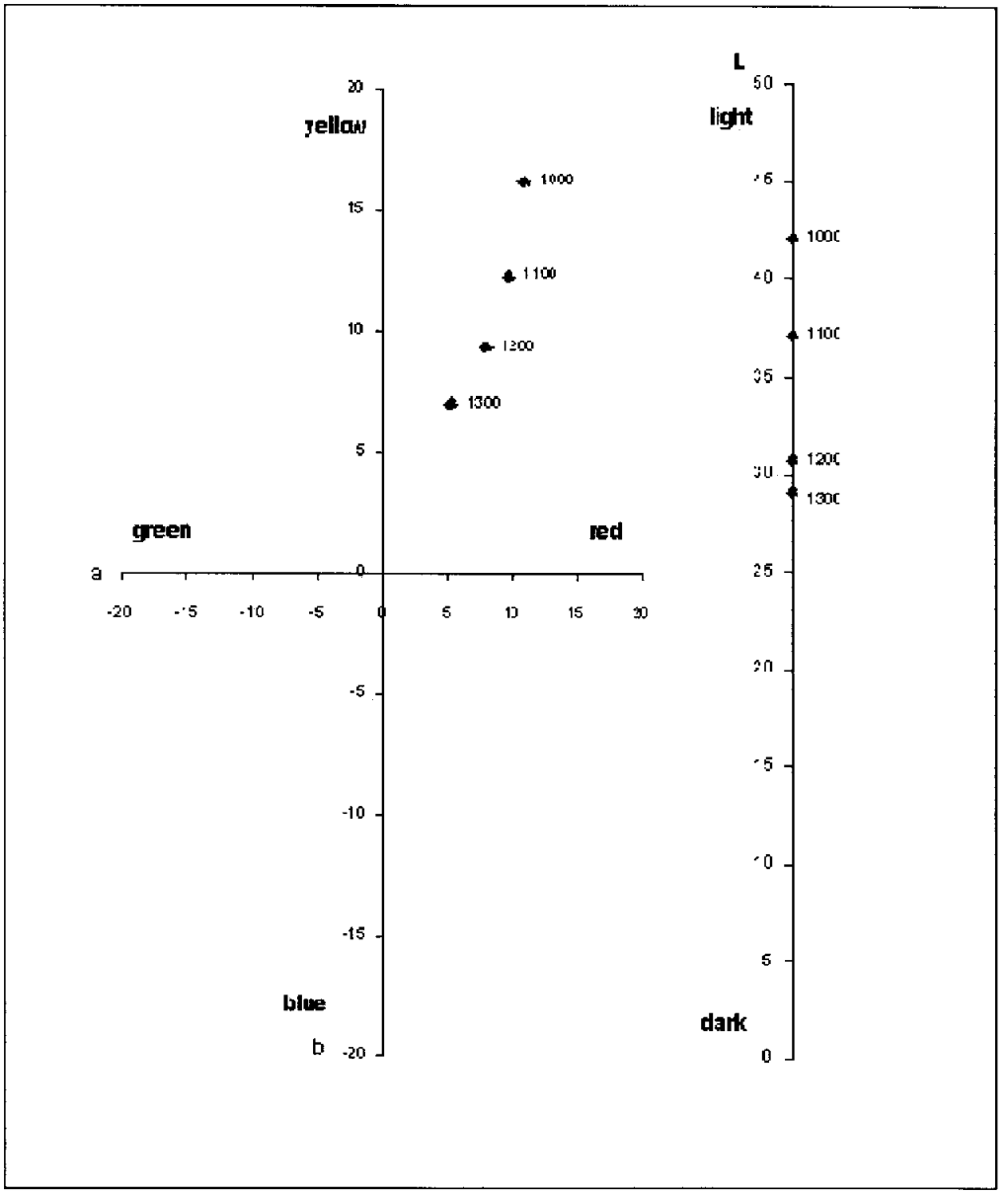
ภาพที่ 5 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง CA2 เผาที่อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



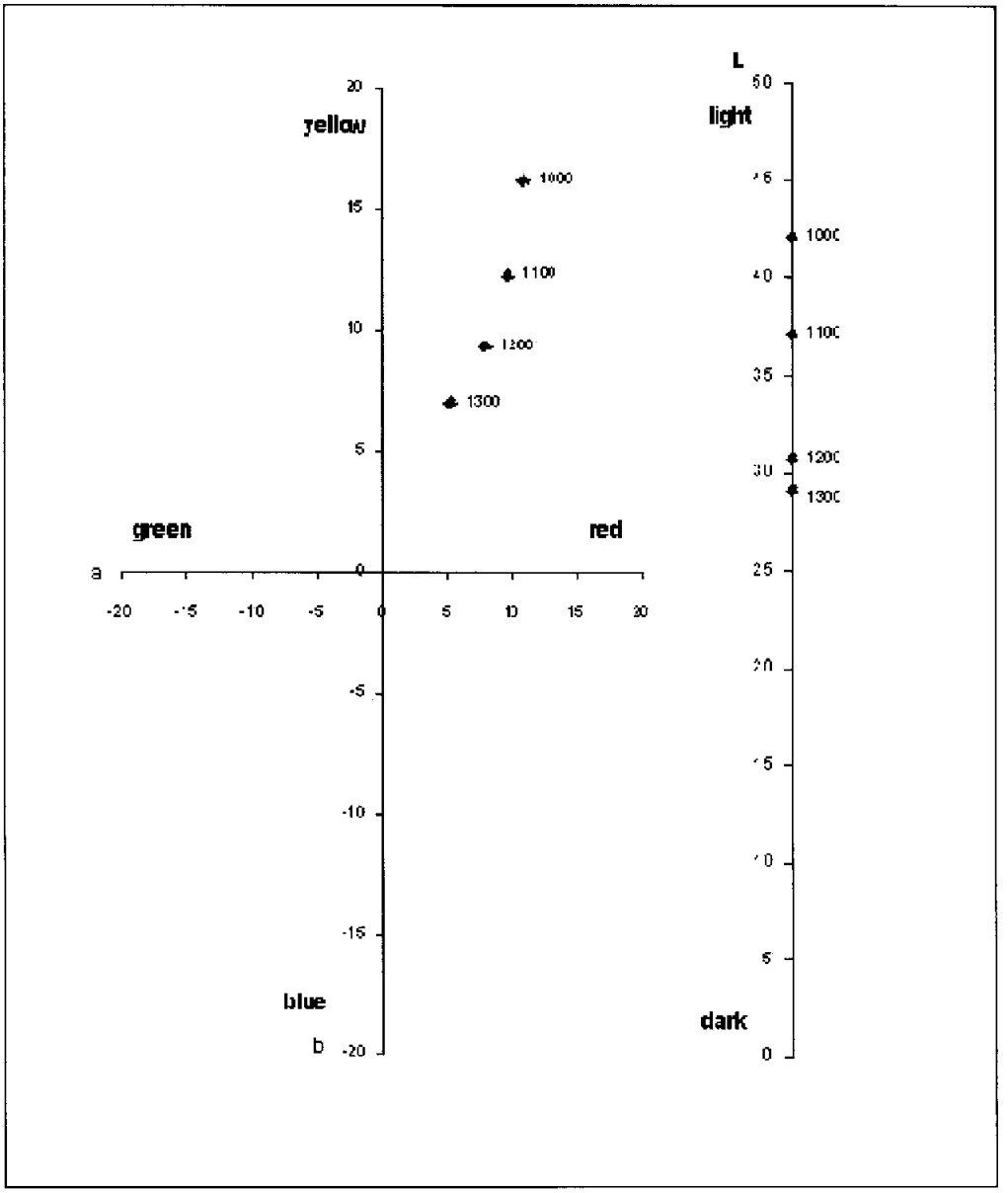
ภาพที่ 6 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของสีผง CA3 เผาที่อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



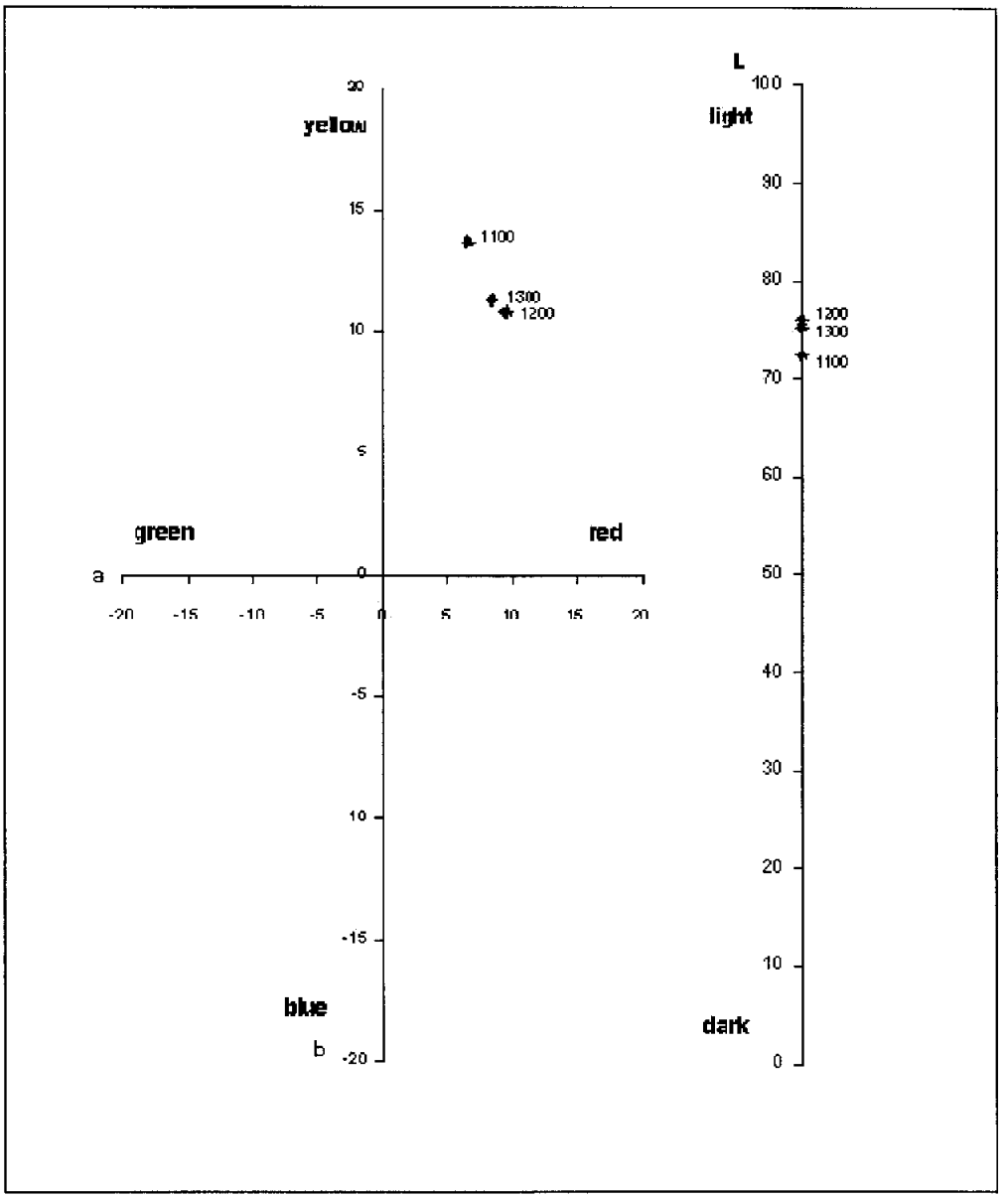
ภาพที่ 7 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง ZB1 เผาที่ อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



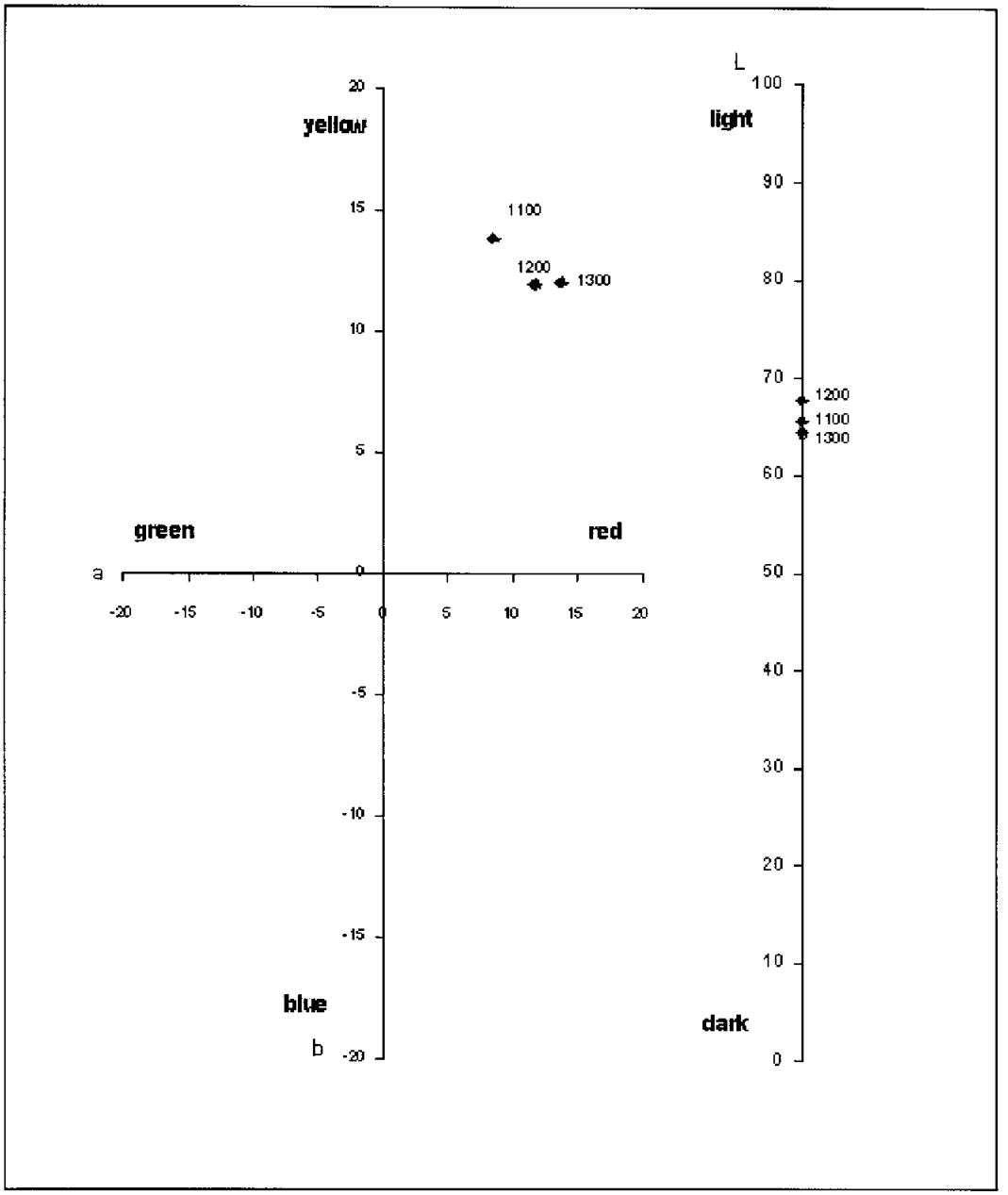
ภาพที่ 8 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง ZB2 เผาที่ อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



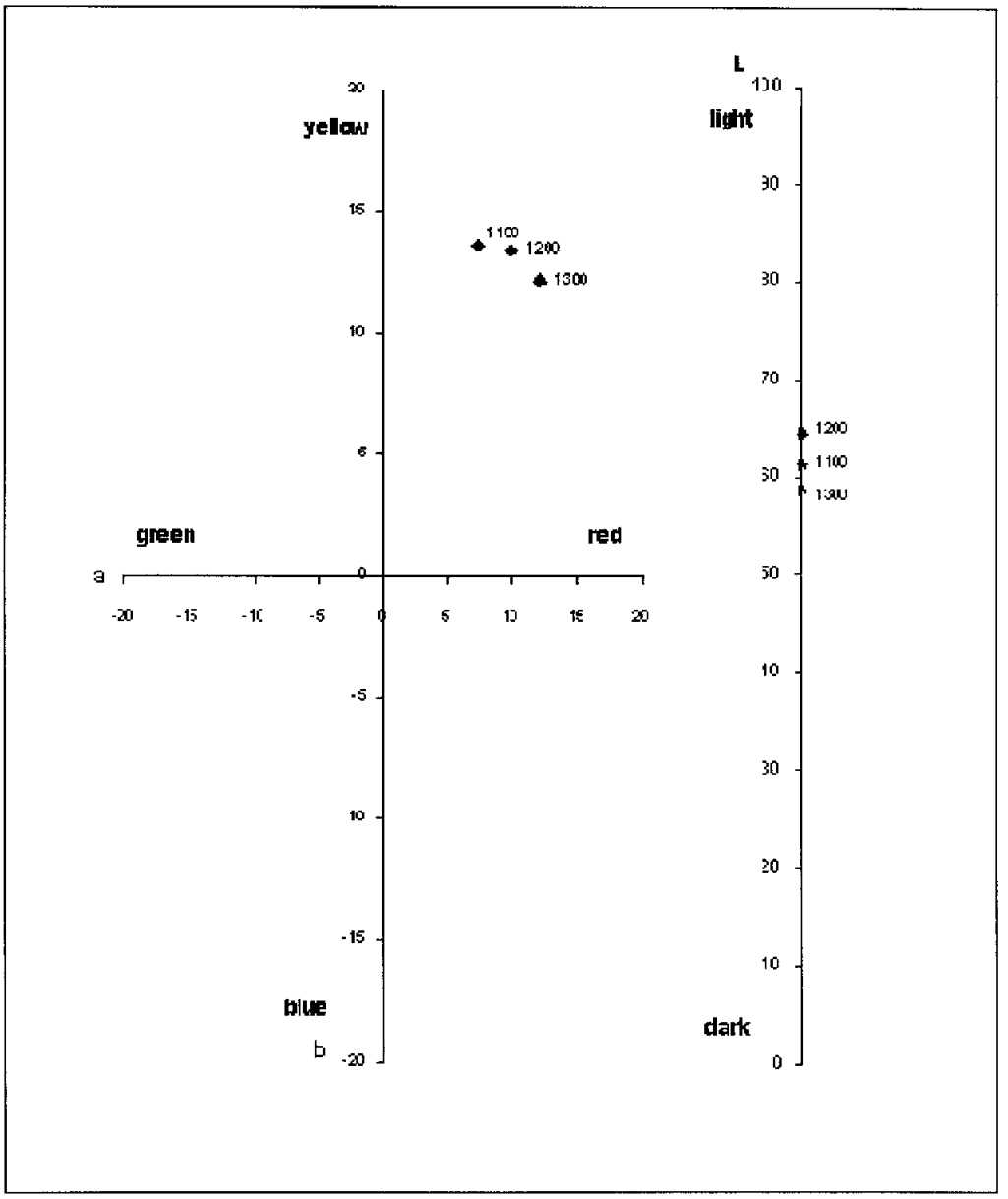
ภาพที่ 9 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง ZB3 เผาที่ อุณหภูมิ 1000° , 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



ภาพที่ 10 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง CA1 เผาที่ อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



ภาพที่ 11 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง CA2 เผาที่ อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.



ภาพที่ 12 ค่า L , a , b ในระบบ HunterLab ของเคลือบที่เตรียมจากสีผง CA3 เผาที่ อุณหภูมิ 1100° , 1200° และ 1300°ซ.