

การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับ
งานทางวิศวกรรม

นายอนุรัตน์ ภูวนคำ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-533-503-7

**DEVELOPMENT OF Al_2O_3 -MULLITE- ZrO_2
COMPOSITE FOR ENGINEERING APPLICATIONS**

Anurat Poowancum

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the

Degree of Master of Engineering in Ceramic

Suranaree University of Technology

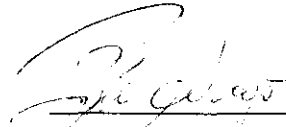
Academic Year 2005

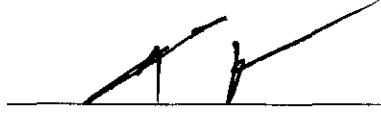
ISBN 974-533-503-7

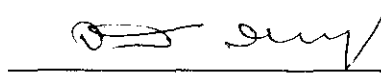
การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับงานทางวิศวกรรม

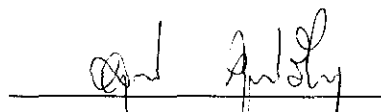
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาโทบริหารบัณฑิต

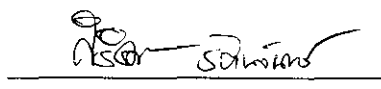
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

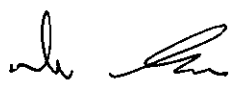

(อ. ดร. วีระยุทธ ลอประยูร)
ประธานกรรมการ

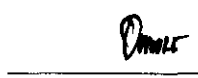

(อ. ดร. สุขเกษม กังวานตระกูล)
กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)


(รศ. ดร. จรัสศรี ลอประยูร)
กรรมการ


(รศ. ดร. สุทิน คูหาเรืองรอง)
กรรมการ


(อ. ดร. ศิริรัตน์ รัตนจันทร์)
กรรมการ


(รศ. ดร. เสาวณีย์ รัตนพานิช)
รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ


(รศ. น.อ. ดร. วรพจน์ จำพิศ)
คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

อนุรัตน์ ภูวานคำ : การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับงาน
ทางวิศวกรรม (DEVELOPMENT OF Al_2O_3 -MULLITE- ZrO_2 COMPOSITE FOR
ENGINEERING APPLICATIONS) อาจารย์ที่ปรึกษา : ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล,
119 หน้า. ISBN 974-533-503-7

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือการปรับปรุงความเหนียวของอะลูมินา ด้วยการเติมเซอร์คอน โดยการทดลองตอนที่ 1 เป็นการศึกษาผลกระทบของเซอร์คอนต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย และหาปริมาณของเซอร์คอนที่เหมาะสม การทดลองตอนที่ 2 เป็นการศึกษาผลกระทบของ ซีเรียมออกไซด์ และ/หรือ โครเมียมออกไซด์ ต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ และการทดลองตอนที่ 3 เป็นการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลกระทบของการเผาผนึกแบบหนึ่งขั้นตอน ที่ $1575^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กับ การเผาผนึกแบบสองขั้นตอน โดยการเผาที่ $1300^{\circ}C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น $1575^{\circ}C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ผลการทดลองพบว่า วัสดุเชิงประกอบจะมีความแข็งแรงและความเหนียวที่ดีขึ้น เมื่อเติมเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนักโดยวัสดุเชิงประกอบจะมีความแข็งแรง 453 ± 4 MPa และความเหนียว 5.16 ± 0.28 MPa·m^{0.5} การใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์และการใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ โดยการเติมซีเรียมออกไซด์จะทำให้วัสดุเชิงประกอบที่มีความเหนียวสูงสุด 7.28 ± 0.2 MPa·m^{0.5} ในขณะที่การเติมซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์จะทำให้วัสดุเชิงประกอบที่มีความแข็งแรงสูงสุด 492 ± 1.6 MPa การเผาผนึกแบบสองขั้นตอนไม่สามารถลดปริมาณรูพรุนภายในวัสดุเชิงประกอบ ใดๆก็ตามตามความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจะมีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาจึงส่งผลให้ วัสดุเชิงประกอบซึ่งเติมซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเป็น 519 ± 14 MPa ซึ่งเป็นค่าความแข็งแรงสูงสุดในงานวิจัยนี้

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
ปีการศึกษา 2548

ลายมือชื่อนักศึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ANURAT POOWANCUM : DEVELOPMENT OF Al_2O_3 -MULLITE- ZrO_2
COMPOSITE FOR ENGINEERING APPLICATIONS. THESIS ADVISOR :
SUKASEM KANGWANTRAKOOL, Ph.D., 119 PP. ISBN 974-533-503-7

ALUMINA-MULLITE/ALUMINA-ZIRCONIA/COMPOSITES/TOUGHNESS
ALUMINA/ALUMINA-MULLITE-ZIRCONIA COMPOSITE

The purpose of this investigation was to improve the toughness of alumina by the addition of zircon. The first part of the experiment was to study the effects of zircon on the properties of Al_2O_3 -mullite-zirconia composite and to determine the optimum amount of zircon. In the second part of the experiment, the effects of CeO_2 and/or Cr_2O_3 additions on the properties of composites were examined. The addition, the effects of different sintering processes on their properties were investigated. The comparison of the mechanical properties between one step of sintering processes at 1575°C for 2 hr and two steps of sintering for 1 hr at 1300°C following with 1 hr at 1575°C was studied.


As a result, the good flexural strength of 453 ± 4 MPa and fracture toughness, 5.16 ± 0.28 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ were obtained with the addition of zircon 20wt%. The CeO_2 and CeO_2 - Cr_2O_3 additives have shown strong influence on the mechanical properties of composites. The maximum value of toughness, 7.28 ± 0.2 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ was obtained with CeO_2 addition while the highest strength, 492 ± 1.6 MPa could be achieved with the mixture of CeO_2 and Cr_2O_3 addition. The sintering process with two steps could not reduce the porosity of composite. However, the strength of composite was increased

due to the smaller grain size of alumina, whereas the strength of $\text{CeO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ added composite was enhanced up to 519 ± 14 MPa to obtain the highest strength in this study.

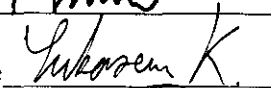
School of Ceramic Engineering

Academic Year 2005

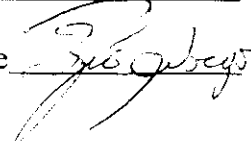
Student's Signature



Advisor's Signature



Co-advisor's Signature



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจาก ผู้วิจัยได้รับกำลังใจและความช่วยเหลือจากผู้มีพระคุณทุกท่านดังต่อไปนี้

- 1) คุณพ่อพิชัย ภูวานคำ และ คุณแม่ภัทรจิตรา ภูวานคำ ผู้ให้การเลี้ยงดู อบรมสั่งสอน ให้โอกาสทางการศึกษา และ เป็นผู้ที่ยกย่องชื่นชมในความสำเร็จของผู้วิจัยมาโดยตลอด
 - 2) อ.ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ที่ให้คำปรึกษาและคอยแนะนำในสิ่งที่เป็นประโยชน์กับผู้วิจัย
 - 3) อ.ดร.วิระยุทธ ลอประยูร และ รองศาสตราจารย์ ดร.จรัสศรี ลอประยูร ผู้ให้คำแนะนำ และคอยให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ กับผู้วิจัยทั้งเรื่องทางวิชาการและเรื่องส่วนตัว
 - 4) รองศาสตราจารย์ ดร.สุทิน ภูหาเรืองรอง อ.ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก และ อ.ดร.ศิริรัตน์ รัตนจันทร์ ผู้ที่ให้คำแนะนำทางด้านวิชาการที่เป็นประโยชน์แก่ผู้วิจัย
 - 5) คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ผู้ที่คอยให้การช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในด้านงานเอกสารแก่ผู้วิจัย
 - 6) สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี หน่วยงานที่สนับสนุนเงินทุนในการวิจัย
 - 7) คุณจีระพา ฐานะ คุณภัทรพล ภูวานคำ และ คุณณรงค์ฤทธิ์ ภูวานคำ กลุ่มคนที่คอยดูแล และให้กำลังใจในการทำงานจนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี
- ท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลท่านอื่นที่ไม่ได้เอยนาม เช่น พี่ประจำศูนย์เครื่องมือต่างๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

อนุรัตน์ ภูวานคำ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 อะลูมินา.....	4
2.2 เซอร์โคเนีย.....	6
2.3 รูปแบบเสถียรรูปของเซอร์โคเนีย.....	6
2.3.1 Partially stabilised zirconia.....	7
2.3.2 Tetragonal Zirconia Polycrystals (TZP).....	8
2.3.3 Partially stabilised zirconia in a non zirconia matrix.....	10
2.4 มวลไลท์.....	10
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
2.6 โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมจากการเกิดปฏิกิริยา ระหว่างอะลูมินา และเซอร์คอน.....	15
2.7 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในมวลไลท์.....	17

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.7.1	ปริมาณของ t-ZrO ₂ ในวัสดุเชิงประกอบ.....	18
2.7.2	ผลของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนวัฏภาค.....	19
2.7.3	ขนาดวิกฤติสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย.....	20
2.7.4	การเปลี่ยนวัฏภาคโดยความเค้นที่เกิดจากความร้อน	20
2.8	กระบวนการเกิดความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ZTM.....	21
2.8.1	กระบวนการเกิดความเหนียว โดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย.....	21
2.8.2	กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค.....	22
2.9	สมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้อง.....	23
2.9.1	ผลขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบต่อสมบัติเชิงกล.....	24
2.9.2	ผลของกระบวนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบที่ต่างกันต่อสมบัติเชิงกล.....	27
2.9.3	ผลของลักษณะของขอบเกรน ต่อ สมบัติเชิงกล.....	28
2.10	สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ ZTM ที่ อุณหภูมิต่างๆ.....	29
2.11	ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบ ZTM.....	29
2.11.1	ความเค้นที่เกิดจากความร้อน.....	30
2.11.2	ผลขององค์ประกอบที่ต่างกันของวัสดุเชิงประกอบ ต่อ ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน.....	31
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	32
3.1	อุปกรณ์การทดลอง.....	32
3.2	วัสดุและสารเคมี.....	33
3.2.1	ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder).....	33
3.2.2	ผงเซอร์โคเนียซิลิเกต (Zirconium Silicate Powder).....	33
3.3	วิธีการทดลอง.....	34
3.3.1	การออกแบบการทดลอง.....	35
3.3.2	การเตรียมผงตัวอย่าง.....	35

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	36
3.3.3.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง.....	36
3.3.3.2 การตรวจวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเฟส.....	36
3.3.4 การขึ้นรูป.....	37
3.3.4.1 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง.....	37
3.3.4.2 การอัดขึ้นรูปแบบให้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง.....	37
3.3.5 การเผาผนึก.....	38
3.3.6 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง.....	39
3.3.7 การหาปริมาณของ t-ZrO ₂ และ มูลโลท โดยประมาณ	39
3.3.8 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	40
3.3.9 การทดสอบความแข็งแรงจุลภาค.....	42
3.3.10 การหาค่าความเหนียว.....	43
3.3.11 การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากความร้อนของตัวอย่าง	44
3.3.12 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	44
3.3.13 การวัดขนาดอนุภาคและเกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	45
3.3.14 การทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน.....	45
3.3.15 การหารูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ	47
4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	49
4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	49
4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	49
4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์คอน.....	53
4.2 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลโลท-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	56
4.2.1 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน.....	56

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.2	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค.....	58
4.2.3	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย.....	62
4.2.4	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อโครงสร้างจุลภาค.....	63
4.2.5	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและความแข็ง.....	65
4.2.6	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์ การขยายตัวเนื่องจากความร้อน.....	68
4.2.7	ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลง อุณหภูมิโดยนับปล้นของวัสดุเชิงประกอบ.....	69
4.3	ผลของสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	72
4.3.1	ผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน.....	72
4.3.2	ผลของสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค.....	75
4.3.3	ผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา.....	76
4.3.4	ผลของสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค.....	79
4.3.5	ผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและความแข็ง.....	81
4.3.6	ผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน.....	86
4.3.7	ผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยนับปล้นของวัสดุเชิงประกอบ.....	88
4.4	ผลของการเผาผนึกต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึก.....	89
4.4.1	ผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น.....	89
4.4.2	ผลของการเผาผนึกต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน.....	90
4.4.3	ผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินา.....	91
4.4.4	ผลของการเผาผนึกต่อโครงสร้างจุลภาค.....	92

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.4.5 ผลของการเผาผลาญต่อความทนต่อการตัดโค้งความเหนียวและความแข็ง.....	94
4.4.6 ผลของการเผาผลาญต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน.....	97
4.4.7 ผลของการเผาผลาญต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบ.....	99
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	101
รายการอ้างอิง.....	103
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก การกระจายขนาดอนุภาคเซอร์ของโคเนียน และ การกระจายขนาดเกรนของอะลูมินา.....	106
ภาคผนวก ข XRD แพทเทิร์นของ เซอร์คอน อะลูมินา มุลไลต์ $t\text{-ZrO}_2$ และ $m\text{-ZrO}_2$	113
ประวัติผู้เขียน.....	119

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงสมบัติของอะลูมินา.....	4
2.2 แสดงผลวิเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนียหลังผ่านการเผาผนึก.....	18
2.3 แสดงผลของการเผาผนึกต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย.....	27
3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	32
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	33
3.3 แสดงองค์ประกอบที่ต่างกันของตัวอย่าง.....	35
4.1 แสดงลักษณะเฉพาะที่วัดได้ของผงอะลูมินา.....	49
4.2 แสดงลักษณะเฉพาะของผงเซอร์คอน.....	53
4.3 แสดงลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	56
4.4 แสดงปริมาณของวัฏภาค t-ZrO ₂ และมูลไลท์โดยประมาณ.....	60
4.5 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย.....	62
4.6 แสดง ค่าความทนต่อการดัดโค้ง (Bending strength) ความเหนียว และความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลไลท์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	65
4.7 แสดงผลของเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบในช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C.....	68
4.8 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยจับปล้นของวัสดุเชิงประกอบ.....	70
4.9 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น และ ปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ.....	72
4.10 แสดงปริมาณของวัฏภาค t-ZrO ₂ และมูลไลท์โดยประมาณ.....	76
4.11 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา.....	76

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.12	แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ..... 81
4.13	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบในช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C 86
4.14	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ลดลง หลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับปล้น 88
4.15	แสดงผลของการเผาผนึกต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ..... 90
4.16	แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ 91
4.17	แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ 94
4.18	แสดงผลของการเผาผนึกต่อสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบ ในช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C 97
4.19	แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ หลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับปล้น 99

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	แสดงโครงสร้างของอะลูมินา.....5
2.2	แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของ เซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่างๆ..... 6
2.3	แสดงลักษณะของ โครงสร้างจุลภาค ของ เซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ.....7
2.4	แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO ₂8
2.5	แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ Y ₂ O ₃ ใน ZrO ₂9
2.6	แสดงผลของปริมาณ สารสร้างความเสถียร กับขนาด Critical grain size..... 10
2.7	แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซิลิกา..... 12
2.8	แสดงกระบวนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน..... 16
2.9	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Ms กับ ปริมาณ Y ₂ O ₃ 19
2.10	แสดงการเปรียบเทียบการเผาปรกติ กับ การทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว..... 20
2.11	แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค..... 22
2.12	แสดงกลไกการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค..... 23
2.13	แสดงผลของอุณหภูมิต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย..... 24
2.14	แสดงผลของอุณหภูมิต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย..... 25
3.1	แสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง..... 34
3.2	แสดงเครื่อง Cold isostatic press..... 38
3.3	แสดงลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน..... 43
3.4	แสดงการวัดขนาดอนุภาคหรือเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เร็ด..... 45
3.5	แสดงเครื่องเป่าลมเย็น..... 46
3.6	แสดงการเรียงและการทดสอบตัวอย่าง..... 46
4.1	แสดง XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา..... 50
4.2	แสดงรูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... 51

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา.....	52
4.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของผงเซอร์คอน.....	54
4.5 รูปไมโครกราฟของผงเซอร์คอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	55
4.6 แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคเซอร์คอน.....	55
4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณรูพรุนกับปริมาณเซอร์คอน.....	57
4.8 แสดงวัฏภาคของระบบ อะลูมินา ซิลิกา และ เซอร์โคเนีย.....	57
4.9 แสดง XRD แพทเทิร์นของชิ้นงานผ่านการเผาผนึกประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก.....	58
4.10 แสดง XRD แพทเทิร์น ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ โดยน้ำหนัก และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	59
4.11 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย เซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	61
4.12 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย	62
4.13 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	65
4.14 แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ.....	66
4.15 แสดงความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย.....	67
4.16 แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ.....	68
4.17 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ.....	69
4.18 แสดงผลของเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน.....	71
4.19 แสดงรอยร้าวเริ่มต้นบริเวณขอบเกรนของเซอร์โคเนีย.....	71
4.20 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ.....	73
4.21 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์.....	74
4.22 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์.....	74
4.23 แสดง XRD แพทเทิร์นของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งที่ต่างกัน.....	75

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา.....	77
4.25 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง.....	77
4.26 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งเป็น ซีเรียมออกไซด์.....	78
4.27 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	81
4.28 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ.....	82
4.29 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ.....	84
4.30 แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบ.....	85
4.31 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ	85
4.32 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของ วัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน.....	87
4.33 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบ.....	88
4.34 แสดงผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น ของวัสดุเชิงประกอบ.....	89
4.35 แสดงผลของการเผาผนึกต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ.....	90
4.36 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนอะลูมินา.....	92
4.37 แสดงรูปโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกแบบที่ 2.....	94
4.38 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ.....	95
4.39 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ.....	96
4.40 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ	97
4.41 แสดงผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน.....	98
4.42 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ หลังการทดสอบการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน.....	99

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันอุตสาหกรรมต่างๆ ไม่ว่าจะเป็น อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมโลหะ อุตสาหกรรมเคมี เป็นต้น มีความต้องการวัสดุทางวิศวกรรมที่มีศักยภาพในการใช้งานที่สูงมากขึ้นกว่าในอดีต ซึ่งวัสดุทางวิศวกรรมที่อุตสาหกรรมเหล่านี้ต้องการคือ ต้องมีความคงทนต่อสภาวะการใช้งานในรูปแบบต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสภาวะการใช้งานที่อุณหภูมิสูง การใช้งานที่ต้องทนต่อการกัดกร่อนทางเคมีอย่างรุนแรง และ/หรือ สภาวะการใช้งานที่ต้องทนต่อการเสียดสีตลอดเวลา อะลูมินา (Alumina) เป็นวัสดุหนึ่งซึ่งสามารถตอบสนองความต้องการเหล่านี้ได้ เนื่องจาก อะลูมินามีสมบัติที่โดดเด่นทางด้านความแข็ง (Hardness) ความแข็งแรง (Strength) จุดหลอมเหลวที่สูง (High melting point) ความสามารถในการทนต่อการขีดสี และ ความสามารถในการทนต่อการกัดกร่อนทางเคมีได้ดีจึงทำให้อะลูมินาถูกนำไปใช้งานอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างกว้างขวาง

อย่างไรก็ตาม ในปัจจุบันอะลูมินายังมีข้อจำกัดต่อการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรมที่สำคัญคือ สมบัติทางด้านความเหนียว (Toughness) และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน (Thermal shock) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่ออะลูมินาถูกใช้กับงานในลักษณะที่ต้องอยู่ใน สภาวะที่รับแรงกระแทก (Impact force) และ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน ตัวอย่างเช่น ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ใช้ทำลูกบิดและผนังกรูหม้ออบค เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ (Cutting tool) วัสดุยานยนต์ ชิ้นส่วนลดอันตรายจากกระสุน ตลอดจนชิ้นส่วนของอวัยวะทดแทนในทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น ดังนั้น เพื่อให้ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีความคงทนต่อการใช้งานในลักษณะที่ต้องรับแรงกระแทกและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน เราจึงมีความจำเป็นต้องทำการวิจัยและปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียว และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของอะลูมินาให้ดีขึ้น เพื่อยืดอายุการใช้งานให้ยาวนานขึ้น อีกทั้งยังเป็นการเพิ่มขีดความสามารถของการใช้งาน (Application) อะลูมินาให้กว้างขึ้นอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียวและความทนต่อการแตกหัก เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของอะลูมินาโดยใช้ เซอร์โคเนีย (Zirconia) และ มุลไลต์ (Mullite) เป็นวัสดุเสริมสมบัติ

1.2.2 เพื่อศึกษาหารูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย (Alumina-Mullite-Zirconia composites) เพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของสารเติมแต่ง (Additive) ซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และ โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ต่อการเกิดมุลไลต์และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

1.2.4 เพื่อศึกษาปริมาณของสัดส่วนอะลูมินาต่อเซอร์คอน (Zircon) ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

1.2.5 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ได้แก่ องค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) วัฏภาค (Phase) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) และสมบัติทางกายภาพ (Physical properties)

1.2.6 เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติเชิงกล (Mechanical properties) ได้แก่ ความเหนียว ความแข็ง ความสามารถทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน และความแข็งแรง ระหว่างวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาที่เติมเซอร์คอน และ ที่ไม่เติมเซอร์คอน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ เช่น องค์ประกอบทางเคมี วัฏภาค สมบัติทางกายภาพต่างๆ เป็นต้น ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน

1.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน

1.3.3 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล เช่น ความเหนียว ความแข็ง ความแข็งแรง ความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมของอะลูมินาร้อยละ 40 – 60 โดยน้ำหนัก

1.3.4 ศึกษาอุณหภูมิ และ รูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสม เพื่อสร้างกราฟควบคุมการเผา สำหรับการผลิตวัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

1.3.5 ศึกษาผลของสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และ โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ต่อการเกิดมูลไลท์ และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลไลท์-เซอร์โคเนีย

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลไลท์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน

1.4.2 ทำให้ทราบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลไลท์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน เพื่อการเลือกใช้งานทางวิศวกรรม

1.4.3 ทำให้ทราบรูปแบบการเผาที่ที่เหมาะสมในกระบวนการผลิต

1.4.4 ทำให้ทราบผลของสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และ โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ต่อการเกิดมูลไลท์และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มูลไลท์-เซอร์โคเนีย

1.4.5 ทำให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม เพื่อการเลือกใช้งานทางวิศวกรรม

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมินา

อะลูมินาจัดว่าเป็นวัสดุที่มีมูลค่าสูงเนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายด้าน เช่น มีจุดหลอมเหลวที่สูง มีความแข็งแรงสูง และมีเสถียรภาพทางเคมีที่สูง ดังแสดงในตารางที่ 2.1

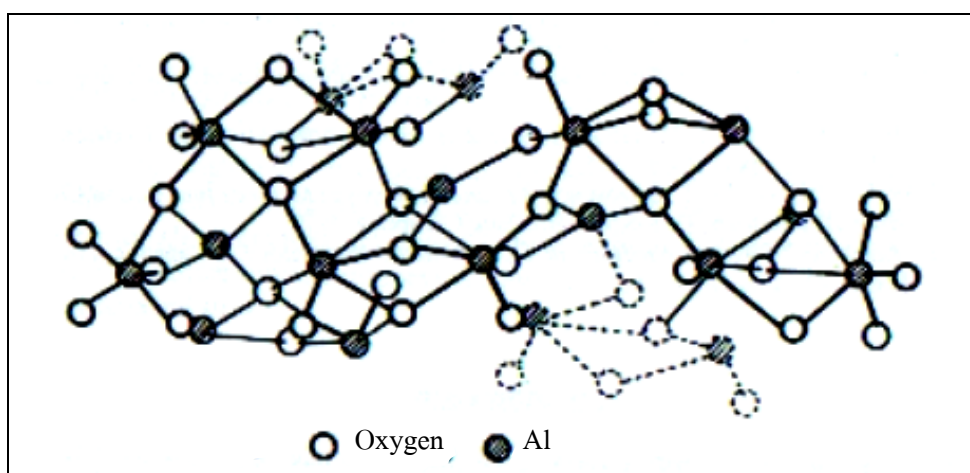
ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติของอะลูมินา (Nicholas P.Cheremisinoff, 1990)

	α -Al ₂ O ₃
Density, g/cm ³	3.96
Melting temperature, °C	2054
Elastic modulus, GPa	520
Coefficient of thermal expansion (25-1000°C), 10 ⁻⁶ /°C	8.5
Indentation hardness, GPa	20

ไพลิน (Sapphire) คือ อะลูมินาซึ่งอยู่ในรูปผลึกเดี่ยว (Single crystal) ซึ่งเป็นอะลูมินาที่มีมูลค่าสูงมาก เนื่องจากถูกนำไปใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องประดับ ส่วนอะลูมินาที่อยู่ในรูปโครงสร้างผลึกที่ซับซ้อน (Polycrystalline) นั้นจะมีราคาที่ถูกกว่า แต่เป็นวัสดุที่มีความทนทานอย่างมากในอุตสาหกรรมต่างๆ โดยเฉพาะอุตสาหกรรมที่ต้องการใช้งานที่อุณหภูมิสูง อะลูมินาถูกนำไปใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างหลากหลายเช่น ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ใช้ทำลูกบิดและผนังกรูหม้ออบเครื่องมือตัดแต่งวัสดุ วัสดุยานยนต์ ชิ้นส่วนลดอันตรายจากกระสุน ตลอดจนชิ้นส่วนของอวัยวะทดแทนในทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น(David W.Richerson, 2000)

อะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูป อัลฟาอะลูมินา (α -Al₂O₃) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนเรียงตัวกันแบบเฮกซาโกนอล และมีอะลูมิเนียม

ที่มีขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะสี่คอรอล 2 ใน 3 ส่วนของช่องทั้งหมด ดังแสดงในรูปที่ 2.1 อะลูมินาซึ่งอยู่วัฏภาคที่อยู่ในสถานะอุปเสถียร (Metastable) จะเกิดเมื่ออะลูมินาถูกเตรียมโดยกระบวนการ ซึ่งต้องทำให้อะลูมินาอยู่ในรูปของสารละลาย หรือ อยู่ในรูปไฮเดรตอะลูมินา (Hydrated alumina) เช่น โบห์ไมต์ (Boehmite) ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ซึ่งสารประกอบเหล่านี้จะถูกทำให้สูญเสียน้ำโดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 1000°C ณ อุณหภูมิที่สูงกว่า 1000°C วัฏภาคซึ่งอยู่ในสถานะอุปเสถียรจะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของอัลฟาอะลูมินา



รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของอะลูมินา (W.E. Worrall, 1986)

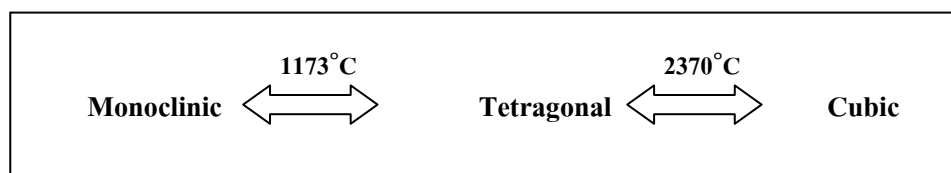
สมบัติโดยทั่วไปของอะลูมินาจะขึ้นอยู่กับสิ่งเจือปน (Impurity) ที่มากับอะลูมินา โดยส่วนใหญ่แล้วสิ่งเจือปนที่มากับอะลูมินาจะได้แก่ ซิลิกา (SiO_2) แคลเซียม (Calcium) แมกนีเซียม (Magnesium) และ โพแทสเซียม (Potassium) ออกไซด์เหล่านี้ จะหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่าอะลูมินา และจะมีสถานะเป็นของเหลว ระหว่างกระบวนการเผาพูนิก ของเหลวเหล่านี้จะส่งผลให้วัสดุมีความหนาแน่นที่สูงขึ้น แต่จะส่งผลให้ความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูงและความทนต่อการคืบ (Creep resistance) ของวัสดุลดลง

การคืบคือ การเปลี่ยนแปลงรูปร่างอย่างช้าๆของวัสดุภายใต้อุณหภูมิสูง โดยทั่วไปแล้วสิ่งเจือปนที่เป็น ซิลิกา และ ออกไซด์ตัวอื่นๆ จะเปลี่ยนสภาพเป็นแก้วในระหว่างการทำให้วัสดุเย็นตัว แก้วเหล่านี้จะแยกตัวไปอยู่บริเวณขอบเกรน (Grain boundary) และสามารถไหลตัว (Flow) ได้เมื่อวัสดุได้รับความร้อนสูงซึ่งเป็นการส่งเสริมการเกิดการคืบ ดังนั้นปริมาณสิ่งเจือปนที่ติดมากับอะลูมินาจะแสดงถึงความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างหรือการคืบ ที่อุณหภูมิสูงของอะลูมินา

2.2 เซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนียที่เกิดตามธรรมชาติโดยทั่วไปจะพบอยู่ในรูปของแร่แบดเดอไลต์ (Baddeleyite) หรือเซอร์คอน ($ZrSiO_4$) ซึ่งการที่จะได้เซอร์โคเนียที่บริสุทธิ์นั้น จะต้องทำการแยกสิ่งเจือปนที่ไม่ต้องการออก โดยผ่านกรรมวิธีการผลิตที่ซับซ้อนและทันสมัย

เซอร์โคเนีย บริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในวัฏภาคแบบโมนอคลินิก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้อง และจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และ ลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้ (R. Stevens, 1986)



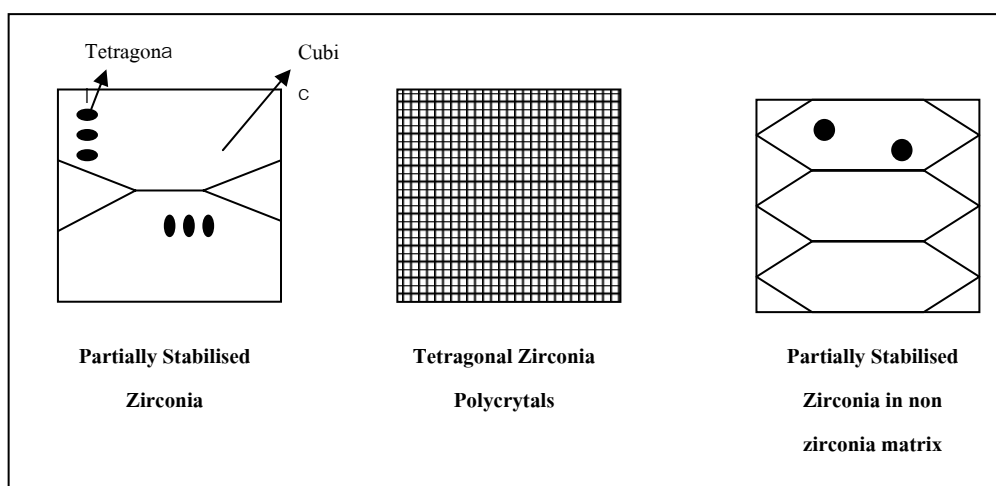
รูปที่ 2.2 แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของ เซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่างๆ (K.K. Chawla, 1993)

แต่ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรดังกล่าวนี้ก็จุดเด่นพิเศษของเซอร์โคเนีย ที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้โดยการเติมสารบางตัวที่เรียกว่าสารสร้างความเสถียร (Stabilizer) เมื่อเติมสารดังกล่าวแล้ว เซอร์โคเนียจะสามารถนำมาใช้งานที่อุณหภูมิห้องได้และยังเกิดสมบัติพิเศษที่สำคัญประการหนึ่งคือ ความเหนียว

2.3 รูปแบบเสถียรรูปของเซอร์โคเนีย

ดังได้กล่าวในเบื้องต้นแล้วว่า เซอร์โคเนียไม่สามารถนำมาใช้งานได้ตามลำพังที่อุณหภูมิห้องจำเป็นต้องเติมสารสร้างความเสถียรบางตัวเข้าไป โดยสารที่นิยมใช้โดยทั่วไปได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) อิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยสารดังกล่าวนี้จะทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะไปทำให้โครงสร้างของ เซอร์โคเนียเสถียรในรูปเตตระโกนอลหรือลูกบาศก์ การเติมสารสร้างความเสถียรที่ต่างชนิดและปริมาณที่ต่างกันจะทำให้ได้ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะความต่างของโครงสร้างจุลภาค ได้เป็น 3 ลักษณะคือ

1. Partially stabilised zirconia
2. Tetragonal zirconia polycrystals
3. Partially stabilised zirconia in a non zirconia matrix



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะของ โครงสร้างจุลภาค ของ เซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ (Richard H.J. Hannink, Patrick M. Kelly and Barry C. Muddle, 2000)

ซึ่งจากลักษณะของโครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน จึงทำให้เกิดชื่อเรียก และ สัญลักษณ์ของ เซอร์โคเนียแตกต่างกันออกไปเช่น

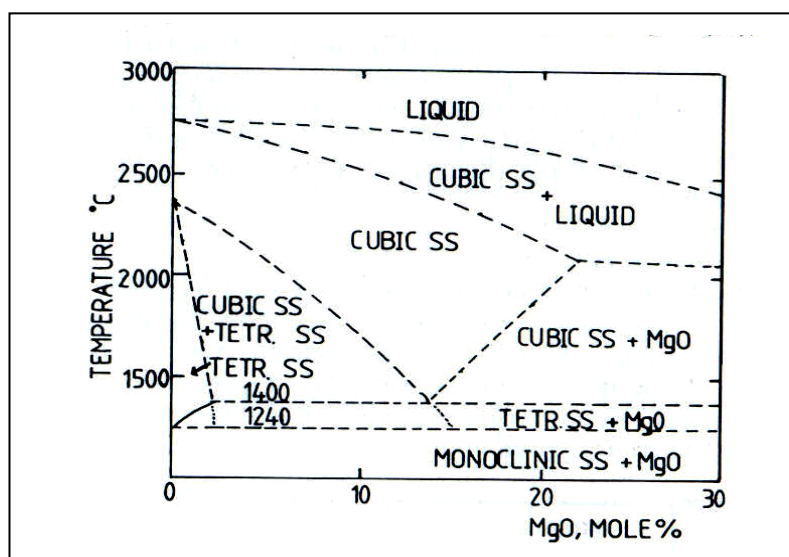
TZP	Tetragonal zirconia polycrystals
PSZ	Partially stabilised zirconia
FSZ	Fully stabilised zirconia
TTC	Transformation toughened ceramics
ZTA	Zirconia toughened alumina
TTZ	Transformation toughened zirconia

2.3.1 Partially stabilised zirconia

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนเสถียร (Stable) ในวัฏภาคเตตระโกนอล แล้วกระจายอยู่ในวัฏภาคลูกบาศก์ โดยทั่วไปการทำให้เกิดโครงสร้างลักษณะนี้จะใช้ MgO , CaO เป็นสารสร้างความเสถียร โดยหากพิจารณาจากแผนภูมิวัฏภาค ในรูปที่ 2.4 ในระบบของ ZrO_2 และ MgO เมื่อเราพิจารณาปริมาณของ MgO ในช่วง $6\%mol-8\%mol$ จะพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ $2000^{\circ}C-$

2450°C เกิดสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ในวัฏภาคลูกบาศก์ หากทำให้สารละลายของแข็งนี้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (Quench) มาอยู่ในบริเวณที่เกิดสารละลายของแข็ง วัฏภาคลูกบาศก์ และวัฏภาคเตตระโกนอล ในบริเวณนี้จะเกิดนิวเคลียสของสารละลายของแข็งวัฏภาคเตตระโกนอล ซึ่งสามารถควบคุมขนาดของนิวเคลียสได้ โดยการคุมอัตราการลดอุณหภูมิ (Cooling Rate) จากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวมาที่อุณหภูมิห้อง

จากกระบวนการดังกล่าวจะได้ PSZ ซึ่งผลึกของ $t\text{-ZrO}_2$ นี้จะสามารถเปลี่ยนรูปเป็นโมโนคลินิกเซอร์โคเนีย ($m\text{-ZrO}_2$) ได้เมื่อมีแรงจากภายนอกมากระทำ ซึ่งเป็นกระบวนการการเกิดความเหนียวที่สำคัญกระบวนการหนึ่ง ซึ่งจะกล่าวถึงในรายละเอียดต่อไป

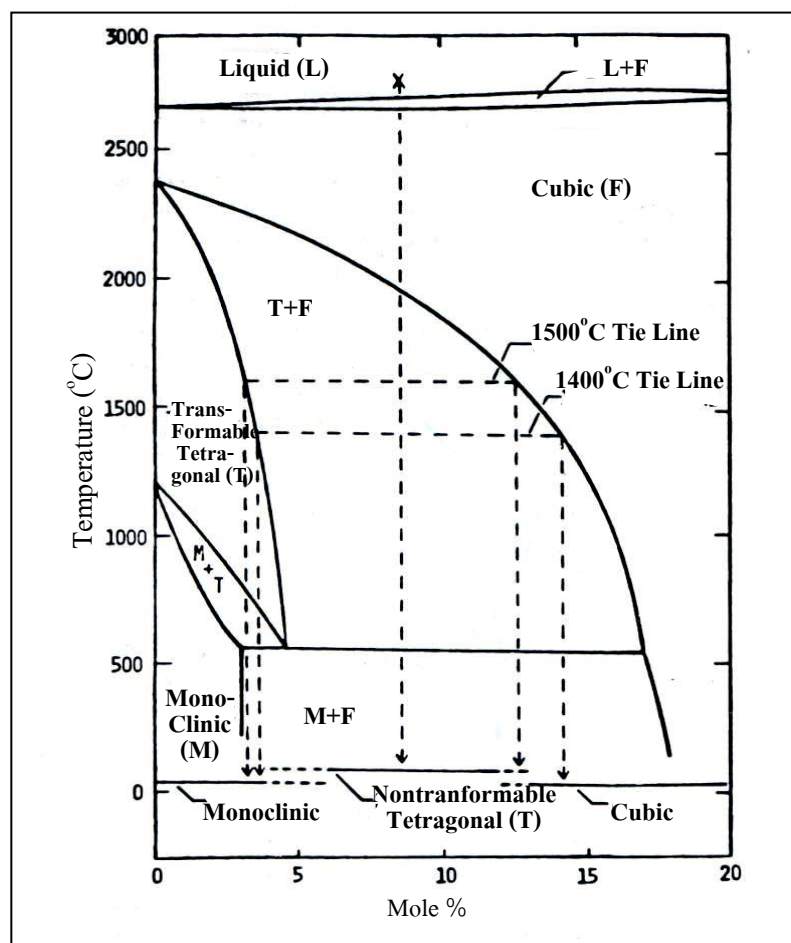


รูปที่ 2.4 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO₂ (Grain C.F., 1967)

2.3.2 Tetragonal Zirconia Polycrystals (TZP)

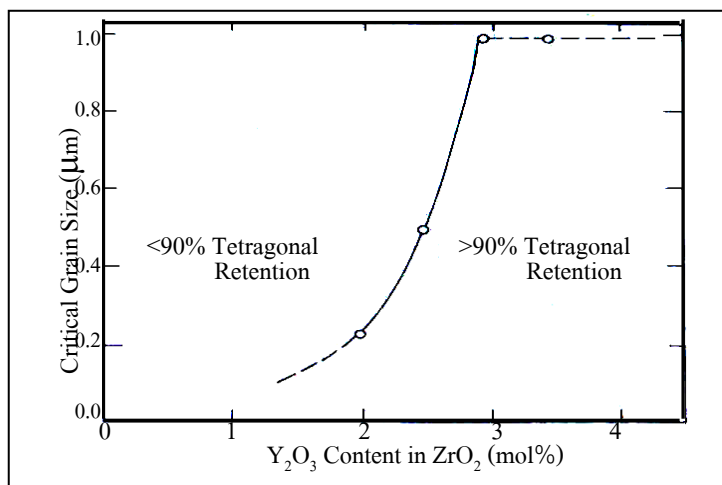
คือ เซอร์โคเนียที่เสถียรอยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลทั้งหมด โดยทั่วไปจะเกิดจากการใช้ Y₂O₃ เป็นสารสร้างความเสถียร หากพิจารณาแผนภูมิวัฏภาคในระบบ ZrO₂ – Y₂O₃ (รูปที่ 2.5) บริเวณ 0% mole-5% mole ของ Y₂O₃ จะพบว่าในช่วงอุณหภูมิประมาณ 1300°C ถึง 1650°C เซอร์โคเนียจะอยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลเกือบ 100% ซึ่งหากทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสภาพดังกล่าวเย็นตัวอย่างรวดเร็วมาที่อุณหภูมิห้อง จะได้เซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปของ TZP

จากการศึกษาสมบัติระหว่างความแข็งแรงกับขนาดอนุภาคของTZP พบว่าเมื่อขนาดของอนุภาคใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต (Critical size) (แสดงในรูปที่ 2.6) โครงสร้างเตตระโกนอลจะสามารถเปลี่ยนวิถุภาคได้เองตามธรรมชาติ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวิถุภาคนี้จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลง (R. Stevens)



รูปที่ 2.5 แสดงแผนภูมิวิถุภาคของ Y₂O₃ ใน ZrO₂ (Miller R.A., Smialek R.G. and Garlick, 1981)

จากที่กล่าวเบื้องต้นว่าขนาดของเกรน (Grain size) ของTZP มีผลต่อค่าความแข็งแรง ดังนั้นจึงมีการศึกษาหาขนาดวิกฤตที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิถุภาคของเซอร์โคเนียพบว่า ขนาดวิกฤตขึ้นอยู่กับปริมาณของสารสร้างความเสถียร ที่เติมลงไป ดังรูปที่ 2.6 (R. Stevens)



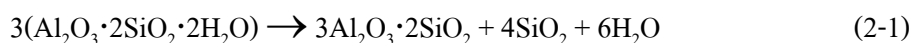
รูปที่ 2.6 แสดงผลของปริมาณ สารสร้างความเสถียร กับขนาด Critical grain size (R.stevens)

2.3.3 Partially stabilised zirconia in a non zirconia matrix

คือ เซอร์โคเนียที่มีความละเอียดระดับไมครอนกระจายอยู่ในเนื้อหลัก(Matrix) อื่นที่ไม่ใช่เซอร์โคเนียเช่น อะลูมินา หรือ มุลไลต์ หากกระจายอยู่ในเนื้อหลักที่เป็นอะลูมินา โดยทั่วไปจะเรียกว่า Zirconia toughened alumina (ZTA) หรือ หากเซอร์โคเนียถูกกระจายอยู่ในเนื้อหลักซึ่งเป็นมุลไลต์ก็จะถูกเรียกว่า Zirconia toughened mullite (ZTM)

2.4 มุลไลต์

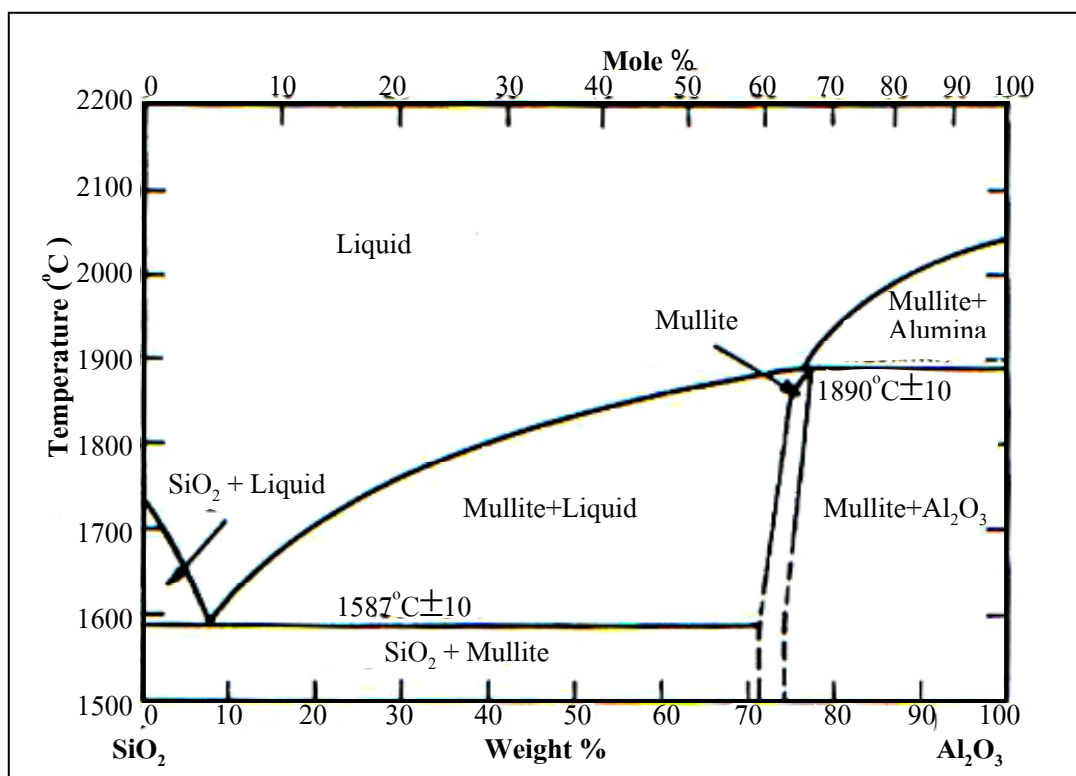
มุลไลต์เป็นสารที่มีความเสถียรที่สุดในระบบ อะลูมินา-ซิลิกา (N.K. Mitra, S. Maitra, D. Gnanabharathi, T.K. Parya and R. Dey, 2001) มุลไลต์ถูกนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ หรือในงานที่ต้องการใช้งานที่อุณหภูมิสูง โดยปกติแล้วแร่ธรรมชาติ เช่น เคโอลิน (Kaolin) หากได้รับความร้อนก็จะสามารถเกิดเป็นมุลไลต์ได้ดังสมการ (2-1)



ซึ่งเคโอลินจะมีสิ่งเจือปนที่ปะปนมาเป็นจำนวนมากได้แก่ เหล็ก ออกไซด์ของแอลคาไล (Alkali) และ แอลคาไลเอิร์ธ (Alkaline earth) ดังนั้นมุลไลต์ซึ่งเตรียมจากเคโอลินจะเป็นมุลไลต์ซึ่งไม่บริสุทธิ์ และเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของเคโอลินจะเหลือซิลิกา ซิลิกาเหล่านี้จะเปลี่ยนเป็นแก้วซึ่งสามารถเกิดการไหลตัวได้เมื่อวัสดุได้รับความร้อนเกิน 1200°C นั่นคือข้อจำกัดของการเตรียมมุลไลต์จากแร่ธรรมชาติ

การเตรียมมุลไลต์เพื่อให้มีความหนาแน่นสูงโดยการทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก ซิลิกาและอะลูมินานั้นทำได้ยากมาก โดยทั่วไปแล้วผลิตภัณฑ์ที่ได้จะประกอบไปด้วยรูพรุนและ วัฏภาคแก้ว (Glassy phase) จำนวนมาก วิธีการเตรียมมุลไลต์ที่ได้ความหนาแน่นที่สูงคือการเตรียม ด้วยกระบวนการโซลเจล (Sol-gel) ซึ่งมุลไลต์ที่เตรียมด้วยกระบวนการดังกล่าว แสดงสมบัติที่ดี มากในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง และจากรายงานการเตรียมมุลไลต์ด้วยกระบวนการอื่นๆ เพื่อให้ได้ มุลไลต์ที่มีสมบัติที่ดีนั้นยังคงเป็นเพียงการคาดหวังเท่านั้น (Chen, C.Y., Lan, G.S., and Tuan, 2000) อย่างไรก็ตามไม่ว่าจะเป็นเตรียมมุลไลต์ ด้วยกระบวนการใด จำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องอาศัยแผนภูมิ วัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซิลิกา (ดังแสดงในรูปที่ 2.7) เพื่อให้ได้มุลไลต์ที่บริสุทธิ์และมีความ หนาแน่นสูง

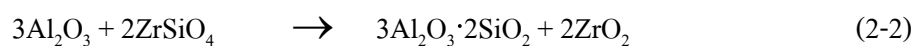
มุลไลต์มีโครงสร้างหลักแบบออโรธอมบิก (Orthorhombic) ที่ซับซ้อนมากโดยสามารถ เขียนสูตรโครงสร้างได้เป็น $Al_{(4+2x)}Si_{(2-2x)}O_{(10-x)}$ เมื่อ x คือจำนวนของช่องว่างเตตระฮีดรอล (Tetrahedral site) ของออกซิเจนต่อหนึ่งเซลล์ ซึ่งในโครงสร้างของมุลไลต์นี้อะตอมของอะลูมิเนียม (Aluminum) และ ซิลิคอน (Silicon) สามารถเคลื่อนที่เข้าไปในตำแหน่งของช่องว่างเตตระฮีดรอล ที่ว่างอยู่ในโครงสร้างได้ จึงเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้มุลไลต์มีโครงสร้างที่ต่างกัน โดยหากปริมาณ x อยู่ในช่วง 0.25-0.4 จะทำให้เกิด มุลไลต์-อะลูมินา โดยเกิดในรูปสารละลายของแข็งด้วยอัตราส่วน อะลูมินาต่อซิลิกาเป็น 3:2 จนไปถึง 2:1 ซึ่งจะเป็นสถานะที่ทนทานต่อสภาพความเป็นกรดของน้ำ เหล็กและก๊าซต่างๆที่อุณหภูมิสูงได้ดี ยิ่งไปกว่านี้มุลไลต์ยังมีการขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่ต่ำ มาก ซึ่งส่งผลให้มุลไลต์สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันได้ดี (Nicholas P.Chremisinoff)



รูปที่ 2.7 แสดงแผนภูมิวิภาคระหว่างอะลูมินาและซิลิกา (M.I. Osendi, P.Miranzo and J.S. Moya, 1985)

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอนจะดำเนินไปตามสมการที่ (2-2)



โดยการเกิดปฏิกิริยาจะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ 1.ขั้นตอนการแตกตัวของเซอร์คอน โดยเซอร์คอนจะเกิดการแตกตัวให้เซอร์โคเนียและซิลิกา 2.ขั้นตอนการเกิดมุลไลต์ การเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวนี้จะเกิดขึ้นได้ยากหากปราศจากสารเติมแต่ง (Nicholas P.Cheremisinoff)

การแตกตัวของเซอร์คอนที่ปราศจากสารเติมแต่งจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 1360°C หลังเกิดการแตกตัวแล้ว ซิลิกาที่ได้จากการแตกตัวจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาใน 2 ลักษณะคือ 1.ซิลิกาจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาและเกิดมุลไลต์ในสภาพไม่เป็นผลึก (Noncrystalline Mullite) ออกมาก่อน จากนั้นจึงค่อยๆ กลายเป็นมุลไลต์ในที่สุด และ 2.อสัณฐานซิลิกา (Amorphous SiO₂) จะ

เปลี่ยนไปอยู่ในรูปคริสโตบาลิต (Cristobalite) ก่อนจากนั้นจึงเกิดปฏิกิริยากับอะลูมินา ที่อุณหภูมิประมาณ 1420°C จากรายงานของ Rodriso และ Boch ยืนยันว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกของ อะลูมินาและซิลิกา อัดแน่นซิลิกาจะเปลี่ยนรูปเป็นผลึก (Recrystallized) ก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยา กับอะลูมินา

กระบวนการการเกิดปฏิกิริยาระหว่างเซอร์คอนและอะลูมินา จะเริ่มจากบริเวณส่วนเนค (Neck) ของอนุภาคอะลูมินาและเซอร์คอน โดยจะเกิดเป็นชั้นของมุลไลต์ขึ้นก่อน ณ บริเวณนี้ จากนั้นอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะลดลงหรืออาจหยุดลง จนกระทั่งอนุภาคได้รับพลังงานเพิ่มถึงระดับหนึ่งกระบวนการแตกตัวของเซอร์คอนจึงจะเริ่มขึ้น จากนั้น อัดแน่นซิลิกา ซึ่งอยู่ในวัฏภาคของเหลว (Liquid phase) ที่มีความหนืดสูง จะเป็นตัวช่วยส่งเสริมการแพร่ (Diffusion) ของสารตั้งต้นทำให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปได้

เนื่องจากสารตั้งต้น (เซอร์คอน) มีความหนาแน่นสูงกว่าผลิตภัณฑ์ (มุลไลต์) ดังนั้นการดำเนินไปของปฏิกิริยาจึงส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีแนวโน้มที่จะมีขนาดเพิ่มขึ้น ในทางกลับกันการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงานมีแนวโน้มทำให้ขนาดของชิ้นงานลดลง ซึ่งผลของการขยายตัวดังกล่าวทำให้ผลิตภัณฑ์ ที่เกิดขึ้นกลายเป็นตัวขัดขวางการหดตัวของชิ้นงาน ซึ่งเป็นสาเหตุของการหยุดกระบวนการเกิดความหนาแน่นของ (Dedensification) ส่งผลให้รูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงานไม่สามารถเคลื่อนที่ออกไปได้

จากเหตุผลดังกล่าว Claussen และทีมงานได้เสนอว่าในการเผาผนึกเซอร์คอนและอะลูมินา นั้นควรแบ่งการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอน โดยแบ่งเป็น ขั้นตอนการเผาผนึกและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา โดยการให้อุณหภูมิแก่ชิ้นงานในช่วงแรกจะให้อุณหภูมิที่ 1450°C แล้วทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงให้อุณหภูมิเพิ่มเป็น 1575°C พบว่าในขั้นตอนแรกของการเผาผนึก วัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีความหนาแน่นทางทฤษฎี (Theoretical density) 95% และ ในขั้นที่สองความหนาแน่นทางทฤษฎีเพิ่มขึ้นเป็น 98% และ คณะผู้วิจัยยังพบอีกว่าวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่ผ่านการเผาผนึกโดยให้อุณหภูมิช่วงต้น 1440°C แล้วทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง จากนั้นให้อุณหภูมิเพิ่มเป็น 1600°C แล้วทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง วัสดุเชิงประกอบที่ได้จะมีความสามารถทนต่อการดัดงอ (Bending strength) $400 \pm 35 \text{ MPa}$ และมีความเหนียว $4.5 \pm 0.3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ ตามลำดับ

อย่างไรก็ตาม Boch และ Giry ไม่ประสบผลสำเร็จจากการแบ่งการเผาออกเป็น 2 ขั้นตอน เนื่องจากกระบวนการเกิดความหนาแน่นไม่สามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิใกล้ๆ 1450°C และ กระบวนการการเกิดปฏิกิริยานั้นก็ไม่สามารถหลีกเลี่ยงได้ที่อุณหภูมิเดียวกัน ในทางกลับกันจากการสังเกตพบว่ากระบวนการการเกิดปฏิกิริยาและการเผาผนึก ไม่สามารถแยกออกจากกันได้และเป็นการยากมากที่จะทำการควบคุม เนื่องจากจะเกิดปฏิกิริยาควบคู่กัน ในขณะที่การเกิดปฏิกิริยาและการเกิดความหนาแน่น

ปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างเซอร์คอนและอะลูมินาซึ่งปราศจากสารเติมแต่ง กระบวนการหลักของการเกิดปฏิกิริยาคือการแพร่ในสถานะของแข็ง (Solid state diffusion) ของสารตั้งต้น ซึ่งหมายความว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยานั้นจะเกิดได้ช้า และต้องใช้อุณหภูมิสูงสำหรับการเกิดปฏิกิริยา (ประมาณ 1600°C) ซึ่งการเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยานั้นทำได้โดยการลดขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นให้เล็กลง Boch (1990) ได้ทำการศึกษาดูแปรต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่า ความสามารถในการเผาไหม้ (Sinterability) จะเพิ่มขึ้นถ้าขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นมีขนาดเล็ก และ ยังพบอีกว่าสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลต์-เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราส่วนระหว่าง อะลูมินาต่อซิลิกา โดยชิ้นงานที่มีอะลูมินาในปริมาณ 68 mol% จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด ในขณะที่ชิ้นงานที่มีอะลูมินาในปริมาณ 74 mol% จะมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำที่สุด และจากรายงานของ Khor และ Li (1998) ซึ่งศึกษาผลของเวลาการบดต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง เซอร์คอนและอะลูมินา พบว่าเมื่อใช้เวลาในการบดที่นานขึ้นจะส่งผลให้อุณหภูมิที่ใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยามูลไลต์ลดลง โดย ณ เวลาบด 40 ชั่วโมง อุณหภูมิสำหรับการเกิดปฏิกิริยาจะเท่ากับ 1421°C ในขณะที่เวลาบด 30 ชั่วโมง อุณหภูมิที่ใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยาเป็น 1529°C

การลดอุณหภูมิการเกิดมูลไลต์ นอกจากการใช้สารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กแล้วยังสามารถทำได้โดยการเติมอนุภาคมูลไลต์ขนาดเล็กลงไป Zhao, Huang, Huang, Wang, และ Guo (2003a) ศึกษากระบวนการเกิดมูลไลต์ โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาไหม้ของอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่าการเติมอนุภาคของมูลไลต์ขนาดเล็กลงไป จะช่วยให้อุณหภูมิการเกิดมูลไลต์ลดลงประมาณ 50°C

การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน จะดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัดหากมีการเติมสารเติมแต่งเข้าไป เช่น MgO , CaO , TiO_2 , Y_2O_3 etc ซึ่งสารเติมแต่งเหล่านี้จะไปรวมตัวกับ วัฏภาคของเหลวที่อยู่ในสภาวะชั่วคราว/หรือถาวร และ สารเติมแต่งเหล่านี้จะเกิดเป็นสารละลายของแข็งกับเซอร์โคเนียและมูลไลต์ การเติมสารเติมแต่งไม่เพียงแต่ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเท่านั้น หากยังเป็นการเปลี่ยนกระบวนการเผาไหม้ไปด้วย

วัฏภาคของเหลวในสภาพชั่วคราวนั้น โดยส่วนใหญ่จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิค่อนข้างแน่นอน โดยอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 1400°C - 1425°C ขึ้นอยู่กับชนิดของสารเติมแต่งที่ใช้ วัฏภาคของเหลวชั่วคราวนี้ไม่เพียงแต่เป็นตัวช่วยเพิ่มอัตราการแพร่ของสารตั้งต้นเท่านั้น แต่ยังมีผลต่อการจัดเรียงตัวของอนุภาค ซึ่งจะส่งผลต่ออัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนและอัตราการเกิดปฏิกิริยาก็มีค่าที่สูงขึ้นตามไปด้วย

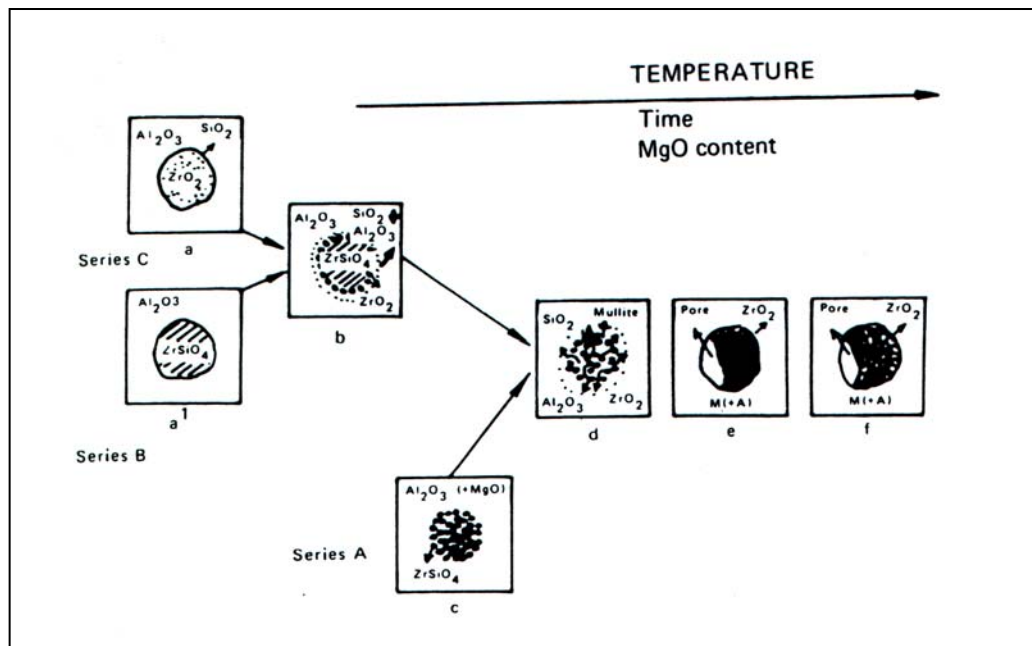
ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยานอกจากจะขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค และ การเติมสารเติมแต่งแล้วปริมาณของเซอร์คอนยังส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาด้วย Zhao et al. (2003b) ได้ศึกษา

เกี่ยวกับความสามารถในการเผาผลาญของอะลูมินาและเซอร์คอน โดยการทดลองทำโดยเตรียมตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกา ในสัดส่วน 65:35 71.8:28.2 และ 80:20 โดยน้ำหนัก แล้วนำไปเผาผลาญที่อุณหภูมิต่างๆ ผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิก่อนปฏิกิริยาการเกิดมุลไลท์จะเริ่มขึ้น อัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกา 65:35 โดยน้ำหนัก ให้ผลในการเผาผลาญที่ดีกว่าอัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก เนื่องจากตัวแปรที่ส่งผลต่อการเผาผลาญในช่วงอุณหภูมิก่อนปฏิกิริยาการเกิด มุลไลท์ คือ ผิวสัมผัสระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน ซึ่งตัวอย่างที่มีอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 65:35 โดยน้ำหนัก จะมีผิวสัมผัสระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน มากกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วน อะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก และเมื่อปฏิกิริยาการเกิดมุลไลท์เกิดขึ้นเกือบสมบูรณ์พบว่าที่อัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก ให้ผลในการเผาผลาญที่ดีกว่าอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก เนื่องจากตัวแปรที่ส่งผลต่อการเผาผลาญในช่วงอุณหภูมิหลังปฏิกิริยาการเกิดมุลไลท์ คือ ปริมาณของอะลูมินา โดยตัวอย่างที่มีอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก มีปริมาณ อะลูมินามากกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก จึงทำให้ตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก ให้ผลในการเผาผลาญในช่วงอุณหภูมิหลังปฏิกิริยาการเกิดมุลไลท์ดีกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก

2.6 โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน

โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลท์-เซอร์โคเนีย ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผลาญนั้น จะขึ้นอยู่กับสมบัติของเซอร์คอนที่เป็นสารตั้งต้น โดยส่วนใหญ่รูพรุนจะถูกปิดล้อมโดยอนุภาค หรือการรวมกลุ่มกันของอนุภาค (Agglomerate) ระหว่างการเผาผลาญเซอร์คอนจะแตกตัวให้ซิลิกาอิสระ (Free silica) ซึ่งกระบวนการนี้จะทิ้งรูพรุน (Pore) เอาไว้ขนาดของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับขนาดตั้งต้นของอนุภาค หรือขนาดของการรวมกลุ่มกันของอนุภาคเซอร์คอนในทางกลับกันหากสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผลาญ มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวที่ดี ซิลิกาที่เกิดขึ้นจะสามารถทำปฏิกิริยากับอะลูมินาได้โดยทันที ซึ่งจะส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคปราศจากรูพรุน

รูปที่ 2.8 แสดงให้เห็นถึงกระบวนการการเกิดปฏิกิริยา โดยเปรียบเทียบระหว่างของผสมที่แตกต่างกัน 3 ชนิด และโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากการดำเนินไปของปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน 3 แบบ โดยมีสิ่งที่เหมือนกันคือ ซิลิกาจะแยกตัวออกจากเซอร์คอนโดยทิ้งรูพรุนเอาไว้ จากนั้นจึงไปทำปฏิกิริยากับอะลูมินา อนุภาคของเซอร์คอนจะเกาะกลุ่มกันอยู่อีกด้านหนึ่งของรูพรุนที่เกิดขึ้น



รูปที่ 2.8 แสดงกระบวนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน (F. Cambier, C. Bavdin, De La Lastra, P. Pilate and A. Leriche, 1984)

ในการเกิดปฏิกิริยาสมบัตินึ่งหนึ่งของโครงสร้างจุลภาคที่ไม่สามารถหลีกเลี่ยงได้คือ การเชื่อมต่อกันของเกรนมุลไลต์ (Crosslink) ซึ่งสามารถแบ่งการเชื่อมต่อนี้ได้เป็น 3 รูปแบบ ตามลักษณะของอนุภาคเซอร์โคเนีย

แบบที่ 1 เรียกว่า intragranular คือ ลักษณะที่อนุภาคของเซอร์โคเนียถูกเกรนมุลไลต์ปิดล้อมเอาไว้ภายใน โดยทั่วไปอนุภาคเซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปแบบนี้จะมีขนาดเล็กและกลม

แบบที่ 2 เรียกว่า intergranular ลักษณะของอนุภาคของเซอร์โคเนียที่เกิดในรูปแบบนี้จะมีขนาดใหญ่และปลายคม โดยจะอยู่บริเวณขอบเกรนของมุลไลต์

แบบที่ 3 เป็นลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนอยู่ภายในและบางส่วนอยู่ที่ขอบเกรนของมุลไลต์

ลักษณะทั้ง 3 อย่างนี้จะส่งผลที่แตกต่างกันในการเกิดปฏิกิริยา, การเผาผนึก รวมไปถึงการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

สำหรับการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก อะลูมินาและเซอร์คอนนี้ โดยส่วนใหญ่จะไม่สามารถทำซ้ำให้ได้ผลเหมือนเดิม เนื่องจากระบบนี้ค่อนข้างไว (Sensitive) ต่อลักษณะของสารตั้งต้นมาก ซึ่งจะส่งผลให้เกิดความไม่สมบูรณ์ของการเกิดปฏิกิริยา

และการเกิดวิฤภาคของเหลว โดยส่วนใหญ่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะให้สมบัติที่ไม่คงที่เช่นเดียวกับ โครงสร้างจุลภาค

Ebadzadeh และ Ghasemi (2000) ทำการศึกษาผลของสารตั้งต้นต่างๆ ต่อปฏิกิริยาการเผา ผนึกของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนีย โดย Ebadzadeh และ Ghasemi ทดลองใช้สารตั้งต้น ที่ต่างกัน 3 ประเภทคือ 1.อะลูมินา 2.อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Aluminium hydroxide) 3.อะลูมิเนียมไนเตรต (Aluminium nitrate) โดยสารตั้งต้นทั้งสามจะถูกเตรียมด้วยกระบวนการที่ ต่างกัน ก่อนนำมาผสมกับเซอร์คอน สิ่งที่พบคือ การเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ที่สุดเกิดจากการทำ ปฏิกิริยาระหว่าง อะลูมิเนียมไนเตรตกับเซอร์คอน ที่อุณหภูมิ 1600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ ปริมาณของ t-ZrO₂ พบมากที่สุดโดยสารตั้งต้นที่เป็นอะลูมิเนียมไนเตรตเช่นเดียวกัน เนื่องจาก ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียที่ได้จากสารตั้งต้นที่เป็นอะลูมิเนียมไนเตรตนี้มีขนาดเล็กที่สุด และ จาก รายงานของ Chen, Lan, และ Tuan (2000) ซึ่งกล่าวถึงการเตรียมมูลไลท์จากสารตั้งต้นซึ่งเป็น อะลูมินา และ เคโอลิไนต์ (Kaolinite) กล่าวว่า ถึงแม้วิธีการเตรียมมูลไลท์จากสารตั้งต้นดังกล่าว เป็นวิธีการที่มีราคาถูก แต่มีข้อเสียคืออุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาจะสูง โดยก่อนถึงอุณหภูมิ 1200°C อะลูมินาจะไม่ทำปฏิกิริยาใดๆ ทั้งสิ้นกับเคโอลิไนต์ และปฏิกิริยาการเกิดมูลไลท์จะเริ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 1300°C และข้อเสียที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือ ชิ้นงานที่ได้จากการเตรียมด้วย วิธีการดังกล่าว จะมีความหนาแน่นและความแข็งแรงต่ำ

2.7 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิฤภาคของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในมูลไลท์

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่า การเกิดความเหนียวในระบบที่มีเซอร์โคเนียเป็นองค์ประกอบ นั้น ส่วนหนึ่งของกระบวนการเกิดความเหนียวคือ การเปลี่ยนวิฤภาคของเซอร์โคเนีย จาก t-ZrO₂ เป็น m-ZrO₂ ซึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิฤภาคนั้นมีมากมาย ไม่ว่าจะเป็นปริมาณของ เซอร์โคเนียที่อยู่ในระบบ ปริมาณของสารเติมแต่ง ขนาดของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในวัสดุ เชิงประกอบ ฯลฯ ซึ่งองค์ประกอบต่างๆ เหล่านี้ล้วนส่งผลต่อพฤติกรรมของการเปลี่ยนวิฤภาคของ เซอร์โคเนีย

2.7.1 ปริมาณของ t-ZrO₂ ในวัสดุเชิงประกอบ

การเปลี่ยนวิฤภาคของเซอร์โคเนียจาก t-ZrO₂ เป็น m-ZrO₂ ก่อนข้างเฉพาะเจาะจง ในวิฤภาคหลัก (Matrix) ที่แตกต่างกันออกไป และสิ่งสำคัญอีกประการคือ กระบวนการเตรียมวัสดุ เชิงประกอบ โดยทั่วไปแล้วการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผา ผนึกนั้น จะเหลือ t-ZrO₂ อยู่น้อยกว่าร้อยละ 60 ของปริมาณเซอร์โคเนียทั้งหมด (Nicholas P. Cheremisinoff) ถึงแม้ว่าปริมาณของเซอร์โคเนียจะคงที่แต่ด้วยกระบวนการ และลักษณะเฉพาะ

ของโครงสร้างจุลภาค เช่น ขนาดของเกรน ลักษณะการกระจายตัวของเซอร์โคเนีย เป็นต้น จะทำให้ปริมาณของ t-ZrO₂ แตกต่างกันไป

ตารางที่ 2.2 แสดงผลวิเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึก (S. Prochazka, J.S. Wallace and N. Claussen, 1983)

ZrO ₂ addition (Vol%)	Fired density (g/cm ³)	t-ZrO ₂ (%)		Grain size(μm)		Ms* Temp (°C)
		As-fired	Machined surface	Mullite	ZrO ₂	
0	3.12	-	-	2.10	-	-
10	3.38	65	26	1.17	0.68	565
15	3.53	37	11	1.20	0.80	660
20	3.64	16	9	1.28	1.03	745
25	3.77	11	6	n.d.	n.d.	n.d.

* อุณหภูมิที่เซอร์โคเนียเริ่มเกิดการเปลี่ยนวิญภาคในระหว่างการลดอุณหภูมิ

โดยทั่วไปแล้วเมื่อปริมาณของเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ t-ZrO₂ ลดลง และจะส่งเสริมให้ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนียโตขึ้นดังแสดงในตารางที่ 2.2 ซึ่งเป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่า เซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคใหญ่จะเกิดการเปลี่ยนวิญภาคได้ง่าย ในขณะที่เซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะมีเสถียรรูปที่ดีกว่า Prochazka (1983, quoted in Schneider et al. 1994, p.169) ทำการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย โดยการผสมมุลไลต์กับผงเซอร์โคเนีย พบว่าผลของการเพิ่มเซอร์โคเนียจาก 10% เป็น 25% โดยปริมาตร ส่งผลให้ปริมาณของ t-ZrO₂ ลดลงจาก 65% เป็น 11% โดยปริมาตร ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดของเซอร์โคเนียที่โตขึ้น

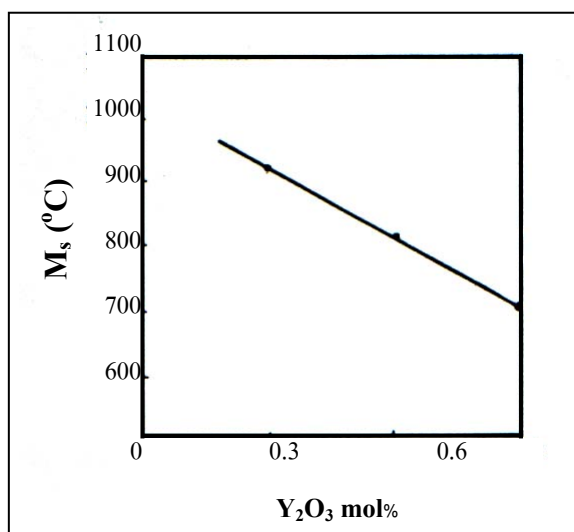
ยิ่งไปกว่านั้น การใช้อุณหภูมิที่สูงและเวลาในการเผาผนึกที่ยาวขึ้นยังส่งผลให้ขนาดของเซอร์โคเนียโตขึ้นด้วย เช่น ในตัวอย่างที่เปลี่ยนอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1575°C เป็น 1650°C ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียจะเพิ่มจาก 1.5 เป็น 4 ไมครอนและปริมาณของ t-ZrO₂ จะลดลงจาก 88% เป็น 49%

2.7.2 ผลของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนวิญภาค

วิธีที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการศึกษาการเปลี่ยนวิญภาคของเซอร์โคเนียคือ การใช้เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงขนาดระหว่างการเผาขึ้นงาน (Dilatometer) โดยการสังเกตความชันของกราฟที่เปลี่ยนไปเราสามารถบอกได้ว่า อุณหภูมิที่เซอร์โคเนียเริ่มเกิดการเปลี่ยนวิญภาคในระหว่างการลดอุณหภูมิ (Ms) และ อุณหภูมิที่เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนวิญภาคโดยสมบูรณ์ระหว่างการลด

อุณหภูมิ (M_f) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิเท่าไร M_s เป็นตัวแปรที่ขึ้นโดยตรงกับขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย ซึ่งกระจายอยู่ในวัฏภาคหลัก M_s จะมีค่าลดลงเมื่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียลดลง และในทางกลับกันการเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียและการใช้อุณหภูมิการเผาผนึกที่สูง จะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียโตขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้ M_s มีค่าเพิ่มขึ้น

M_s ของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในวัสดุเชิงประกอบจะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างมากหากมีการเติมสารสร้างความเสถียรเช่น Y_2O_3 จากรูปที่ 2.9 แสดงให้เห็นว่า M_s จะมีค่าลดลงตามลำดับเมื่อมีปริมาณของ Y_2O_3 เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่า อะลูมินาและซิลิกาจะไม่จัดอยู่ในกลุ่มของสารสร้างความเสถียรแต่พบว่า สารทั้งสองตัวมีผลทำให้ M_s ของเซอร์โคเนียลดลง



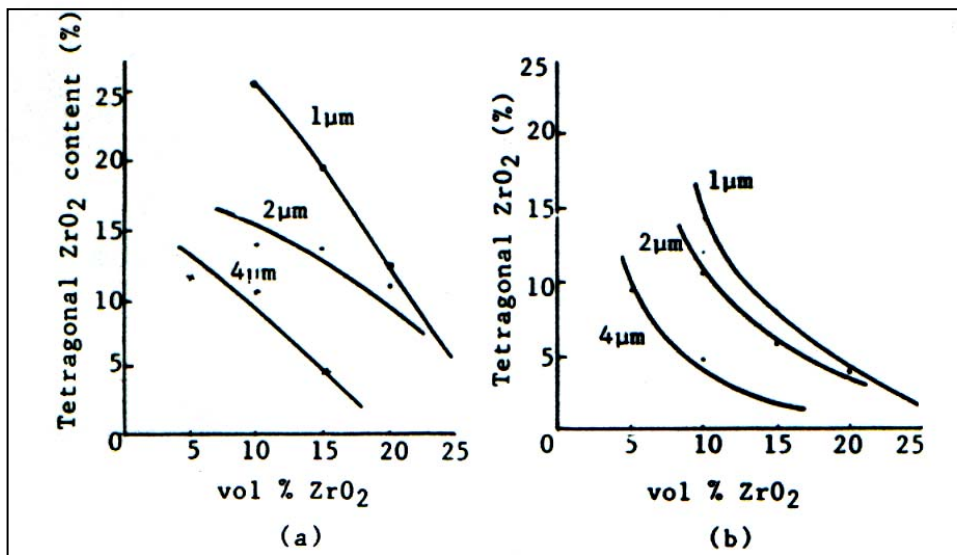
รูปที่ 2.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง M_s กับ ปริมาณ Y_2O_3 (Nicholas P.Cheremisinoff)

2.7.3 ขนาดวิกฤติสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

สมบัติอย่างหนึ่งของการเปลี่ยนวัฏภาคตามธรรมชาติของเซอร์โคเนีย คือการเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีขนาดอนุภาคโตเกินกว่าขนาดวิกฤติ ซึ่งขนาดวิกฤตินี้มีความสัมพันธ์กับ M_s โดยการศึกษาของ Claussen และทีมงาน ในระบบของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมจากการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก พบว่าขนาดของอนุภาคที่ทำให้ M_s ลดลงมาอยู่ที่อุณหภูมิห้องคือ 1.2 ไมครอน ซึ่งผลของขนาดวิกฤติที่เพิ่มขึ้นนี้อาจมาจากการที่ อะลูมินาและซิลิกาที่อยู่ในระบบเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) กับเกรนของเซอร์โคเนีย

2.7.4 การเปลี่ยนวัฏภาคโดยความเค้นที่เกิดจากความร้อน (Thermal Stress)

จากการศึกษา ความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิโดยฉับพลันของ วัสดุเชิงประกอบมอดไลต์-เซอร์โคเนีย (ZTM) พบว่าการทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็วนั้นมีผลทำให้เตตระโกนอลเซอร์โคเนีย ($t\text{-ZrO}_2$) สามารถเปลี่ยนไปอยู่ในรูปโมโนคลินิก ($m\text{-ZrO}_2$) ซึ่งจากรูปที่ 2.10 จะพบว่า การทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็วส่งผลให้เกิดแรงเค้นขึ้นในชิ้นงานแรงเค้นที่เกิดขึ้น ทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปร่างที่ผิดปกติซึ่งทำให้ง่ายต่อการเกิดนิวเคลียสของอนุภาค $m\text{-ZrO}_2$ ดังนั้นจึงเป็นเหตุผลให้ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนมาอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งจากเหตุผลดังกล่าว จึงสามารถกล่าวได้ว่า ความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันนั้น ส่งผลให้สมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิปานกลางเปลี่ยนแปลงไป



รูปที่ 2.10 แสดงการเปรียบเทียบการเผาปรกติ (a) กับ การทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (b)

(Y.Qi-Ming, T.Jia-Qi and J.Zheng-Guo, 1985)

2.8 กระบวนการเกิดความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ZTM

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าการนำอนุภาคของเซอร์โคเนียไปกระจายอยู่ในมอดไลต์สามารถทำให้สมบัติเชิงกลของมอดไลต์ดีขึ้นได้ ซึ่งการแยกแยะความแตกต่างของสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้นนั้น โดยทั่วไปจะพิจารณาจากการ มี/หรือไม่มี $t\text{-ZrO}_2$ และโครงสร้างจุลภาคที่ มี/หรือไม่มี รอยร้าวระดับจุลภาค (Microcrack)

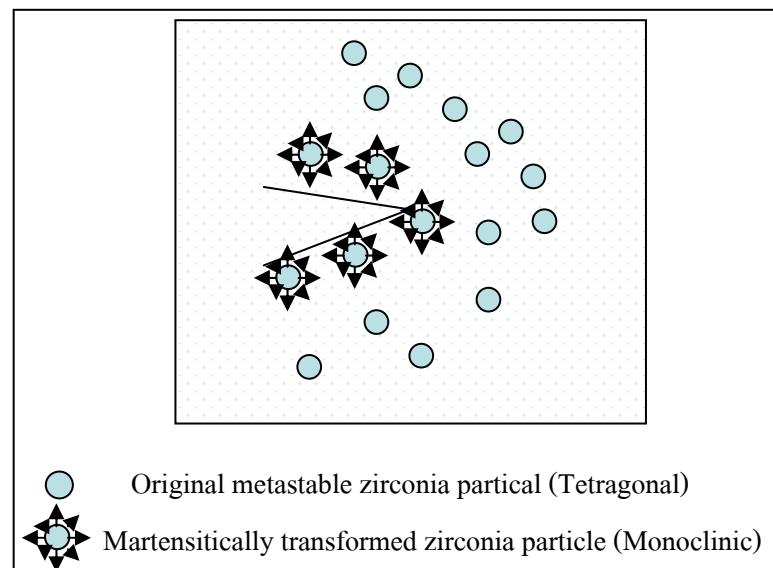
อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าจะมีทฤษฎีต่างๆที่ใช้อธิบายการเกิดความเหนียว ไม่ว่าจะเป็นการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยร้าวระดับจุลภาค หรือการเปลี่ยนวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$ และอื่นๆ ก็ตาม แต่กระบวนการ การเกิดความเหนียวก็ยังไม่สามารถอธิบายได้อย่างชัดเจน ซึ่งกระบวนการการเกิดความเหนียวในระบบ ZTM ที่จะกล่าวถึงต่อไปนี้เป็นเพียงความรู้พื้นฐานที่ใช้สำหรับอธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเพียงเบื้องต้นเท่านั้น

2.8.1 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

คือการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ โดยทั่วไปแล้วเมื่อทำการลดอุณหภูมิหลังจากการเผาผนึก เซอร์โคเนียจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ที่อุณหภูมิประมาณ 1200°C อย่างไรก็ตามเซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคเล็ก หรือ ถูกบังคับโดยวัฏภาคหลัก (เช่น เซอร์โคเนียที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของอะลูมินา) เซอร์โคเนียเหล่านี้จะสามารถคงตัวอยู่ในสถานะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ ได้ กระบวนการการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวัฏภาคนี้จะเริ่มขึ้นเมื่อ มีรอยร้าวเกิดขึ้นภายในชิ้นงาน รอยร้าวที่เกิดขึ้นนี้จะส่งผลทำให้บริเวณที่มีรอยร้าวเกิดแรงเค้น ซึ่งพลังงานส่วนนี้จะทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสถานะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนกลับไปอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้จะทำให้ เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตร โดยจะขยายตัวประมาณ 3% ส่งผลให้เกิดแรงกดบริเวณปลายของรอยร้าว จึงทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้

ตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการเกิดความเหนียวนี้คือ ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เซอร์โคเนียจะมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคเนื่องจากแรงเค้นที่เกิดโดยรอยร้าวขนาดหนึ่งเท่านั้น ซึ่งจะเรียกขนาดนี้ว่าขนาดวิกฤต (Critical size) ถ้าอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กไปกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะไม่ยอมเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวขึ้นในชิ้นงาน แต่ถ้า เซอร์โคเนียมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤตเซอร์โคเนียจะเปลี่ยนวัฏภาคเองโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดวิกฤตนี้จะถูกกำหนดโดย การบังคับของวัฏภาคหลัก และธรรมชาติของเซอร์โคเนียเอง (R.Stevens)

จากกระบวนการดังกล่าวข้างต้นอาจกล่าวได้ว่า ความเหนียวของชิ้นงานขึ้นอยู่กับ ปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ หากชิ้นงานมี $t\text{-ZrO}_2$ มาก ชิ้นงานก็มีแนวโน้มที่จะมีความเหนียวเพิ่มขึ้น (R.W. Cahn, P.Haasen and E.J.Kramer, 1993,)

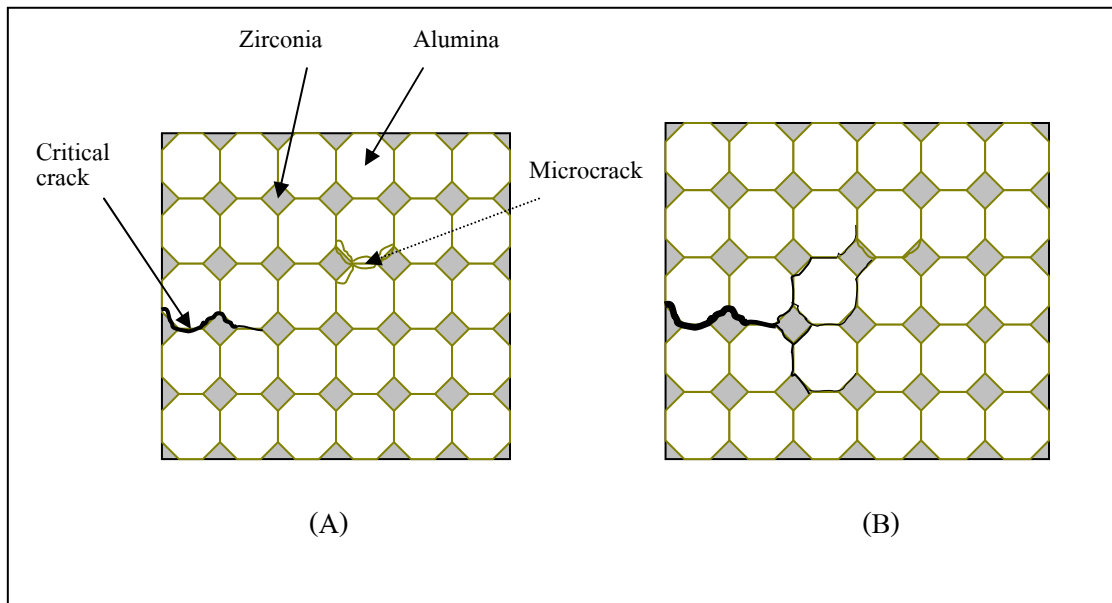


รูปที่ 2.11 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค (R. Stevens)

2.8.2 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค

วัสดุที่อยู่ในโครงสร้างปรากฏรอยแตกระดับจุลภาค อาจเตรียมได้โดยการกระจายผลึกเซอร์โคเนียที่ละเอียดระดับไมครอนในเนื้อของเซรามิกอื่น เช่น อะลูมินา หรือ มุลไลต์ ในระหว่างที่ชิ้นงานเย็นตัวผ่านอุณหภูมิที่ผลึกเซอร์โคเนียเหล่านั้นเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ เซอร์โคเนียจะเกิดการขยายตัว ซึ่งในขณะที่เซอร์โคเนียพยายามจะขยายตัว วัฏภาคหลักซึ่งอยู่รอบๆ เซอร์โคเนียจะต้านทานไว้จึงส่งผลให้บริเวณรอบผลึกเซอร์โคเนียเกิดความเค้นขึ้น วิธีหนึ่งที่จะลดความเค้นที่เกิดขึ้นบริเวณนั้นคือ การเกิดรอยแตกที่เล็กระดับจุลภาค ซึ่งขยายออกจากผลึกเซอร์โคเนียในทิศทางตามแนวของเกรนของผลึกที่ล้อมรอบอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.12a

เมื่อชิ้นงานเกิดรอยแตก และรอยแตกขยายตัวผ่านมาถึงบริเวณที่มีผลึกเซอร์โคเนียอยู่รอยแตกนั้นจะเปลี่ยนทิศทาง ความเค้นที่อยู่ปลายสุดของรอยแตกจะกระจายและถูกดูดกลืนโดยรอยแตกระดับจุลภาค ดังแสดงในรูปที่ 2.12b และนั่นส่งผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุสูงขึ้น



รูปที่ 2.12 แสดงกลไกการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค
(สุทธิ วัฒนศิริเวช, 2541)

สมบัติของการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค เป็นตัวแปรที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ กล่าวคือ รอยแตกระดับจุลภาคนี้จะไม่หายไปแม้ว่าจะมีการเพิ่มอุณหภูมิให้กับชิ้นงานก็ตาม (ซึ่งต่างไปจากการเกิดการเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$)

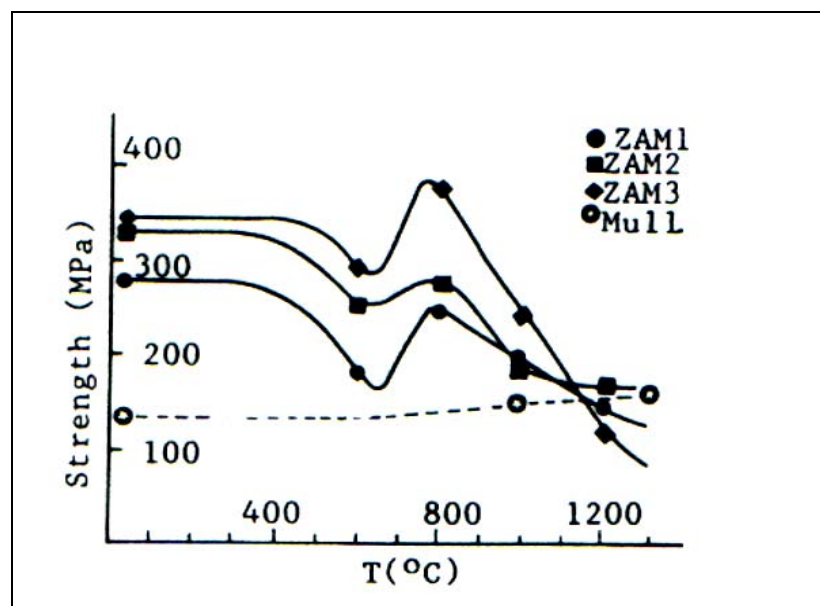
ผลที่ตามมาจากความเหนียวที่เพิ่มขึ้นโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาคคือ ค่าความแข็งแรงซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะมีค่าคงที่หรือลดลงเล็กน้อยขณะที่ความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่ปรากฏการณ์ดังกล่าวนี้ไม่พบในระบบของมุลไลต์-เซอร์โคเนีย (ปรากฏการณ์ดังกล่าว จะเกิดกับระบบเซอร์โคเนีย-อะลูมินา) ซึ่งหมายความว่าในระบบของ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย นั้นค่าความแข็งแรงและความเหนียวจะเกิดขึ้นพร้อมๆกัน

2.9 สมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้อง

ค่าความแข็งแรงและความเหนียวของมุลไลต์ที่อุณหภูมิห้องนั้น โดยทั่วไปแล้วจะมีค่าต่ำ ซึ่งวิธีหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มค่าความแข็งแรงและความเหนียวของมุลไลต์ได้คือ การทำให้อยู่ในรูปของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งคุณลักษณะของสมบัติเชิงกลของระบบดังกล่าวจะได้กล่าวถึงในหัวข้อต่อไป

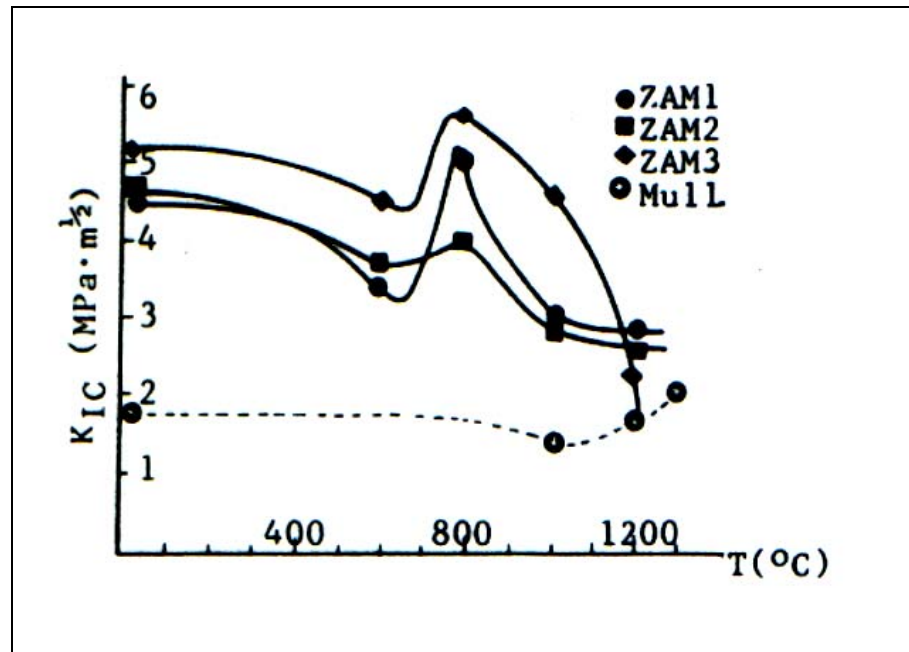
2.9.1 ผลขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบต่อสมบัติเชิงกล

ค่าความแข็งแรงสูงสุดของส่วนผสมระหว่าง อะลูมินาและเซอร์คอนที่มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 97% และมีปริมาณเซอร์คอน 30% อยู่ที่ประมาณ 310 MPa ซึ่งในความเป็นจริงแล้วค่าความแข็งแรงดังกล่าวยังมีค่าที่ต่ำอยู่เมื่อเทียบกับค่าที่กระทำงานของ Wallace เตรียมได้ซึ่งค่าที่วัดได้คือ 500 MPa โดยทั่วไปแล้วค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนีย นั้นจะมีค่าสูงกว่าอะลูมินาหรือมูลไลท์เดี่ยวๆ ซึ่งเป็นผลมาจากกระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยน วัฏภาค สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนีย จะลดลงเมื่ออัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกาน้อยกว่า 3:2 เนื่องจากหากมีปริมาณของซิลิกามากเกินไป ปริมาณของซิลิกาที่เกินมานี้จะเข้าไปรวมกับเซอร์โคเนียกลับไปอยู่ในรูปของเซอร์คอนอีกครั้ง หรือหากไม่ไปรวมกับเซอร์คอนก็จะเหลือเป็นซิลิกาอิสระ ซึ่งจะส่งผลให้ปริมาณของเซอร์โคเนียลดลงและยังทำให้สมบัติเชิงกลลดลงด้วย ดังนั้นจึงเป็นเหตุผลที่ดีว่าการเตรียมวัสดุเชิงประกอบในระบบนี้ควรใช้อัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกาอยู่ที่ 3:2



รูปที่ 2.13 แสดงผลของอุณหภูมิต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย โดย ZAM1, ZAM2, ZAM3 คือ วัสดุเชิงประกอบที่ปราศจากอะลูมินา, วัสดุเชิงประกอบที่มีอะลูมินา 26 vol% และ วัสดุเชิงประกอบที่มีอะลูมินา 72 vol% ตามลำดับ (G. Orange, et al., 1985)

เมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างอะลูมินาบริสุทธิ์ กับ อะลูมินาที่อยู่ในระบบ ZTM พบว่า เมื่ออะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZTM ค่าความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้นจาก 270 เป็น 330 MPa และ ค่าความเหนียวจะเพิ่มจาก $4.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ เป็น $5.25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ เมื่อมีปริมาณอะลูมินา 72% โดยปริมาตร ดังแสดงในรูปที่ 2.13 และ 2.14



รูปที่ 2.14 แสดงผลของอุณหภูมิต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย

(G. Orange, et al. , 1985)

มีการใช้สารเติมแต่งหลายชนิด เพื่อช่วยส่งเสริมการเผาพูนิกและเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยสารเติมแต่งที่ใช้โดยส่วนใหญ่สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิดคือ 1. สารเติมแต่งที่เมื่อเติมแล้วจะทำให้เกิดวัฏภาคของเหลว เช่น MgO , CaO ฯลฯ และ 2. สารเติมแต่งที่เมื่อเติมแล้วจะทำให้เกิด วัฏภาคของแข็ง เช่น TiO_2 , Y_2O_3 , ฯลฯ การใช้สารเติมแต่งชนิดที่ 1 จะทำให้เกิดวัฏภาคแก้ว (Glass phase) ซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะเป็นสาเหตุทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุลดลง ในทางกลับกันการใช้สารเติมแต่งชนิดที่ 2 จะหลีกเลี่ยงการเกิดวัฏภาคที่ก่อให้เกิดปัญหาพร้อมยังช่วยให้ปฏิกิริยาที่ดำเนิน ไปในระหว่างการเผาพูนิกเกิดได้ดีขึ้น จึงส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุไม่ลดลงหรือลดลงในปริมาณที่น้อย

Das และ Banerjee (2000) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมจากการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกอะลูมินา และ เซอร์คอนโดยสารเติมแต่งที่ใช้ คือ ดิสโพรเซีย (Dysprosia) พบว่าดิสโพรเซียมีบทบาท 2 ประการ คือ 1.ส่งเสริมให้เกิดความหนาแน่นโดยการเกิดวัฏภาคของเหลว 2. เป็นตัวสร้างเสถียรรูปให้กับ $t\text{-ZrO}_2$ โดยเกิดเป็นสารละลายของแข็งระหว่าง ไคสเปอร์ไซต์ เซอร์โคเนีย และ มุลไลต์ โดยปริมาณของไคสเปอร์ไซต์ที่เหมาะสมที่สุดคือ 2.5 mol%

Rincon(1986, quoted in Schneider et al. 1994, p.175) ศึกษาผลการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ลงในวัสดุเชิงประกอบเซอร์โคเนีย-มุลไลต์ พบว่า TiO_2 บางส่วนจะไปรวมตัว (Incorporate) กับมุลไลต์และเซอร์โคเนีย และ/หรือ จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปสารประกอบ Al_2TiO_5 ต่อมาภายหลัง Ebadzaden และ E.Ghasemi (2002) ทำการศึกษาผลของ TiO_2 ต่อเสถียรรูป (Stability) ของ $t\text{-ZrO}_2$ ในวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย พบว่าตัวอย่างที่เติม TiO_2 สามารถตรวจพบ $t\text{-ZrO}_2$ ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิการเผาผนึก นอกจากนี้ TiO_2 ยังช่วยลดอุณหภูมิการแตกตัวของเซอร์คอนและลดอุณหภูมิการเกิดมุลไลต์ด้วยเช่นกัน

Wu และ Lin (1991, quoted in Schneider et al. 1994, p.175) ศึกษาผลการเติมซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) ลงในวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมโดยการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่า CeO_2 จะช่วยในการส่งเสริมการเกิดมุลไลต์และช่วยเพิ่มปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ และยังพบว่าวัสดุเชิงประกอบที่เติม CeO_2 มีความเหนียวสูงกว่าวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนียตัวอื่นๆ นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยอีกชิ้นหนึ่งที่มีการศึกษาในลักษณะคล้ายกับงานวิจัยของ Wu และ Lin โดย Wen-Cheng, Wei, และ Kao (1996) ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคและเกรนที่โตขึ้นของวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย โดยส่วนหนึ่งของการทดลองคือการศึกษาการเติม CeO_2 ลงในวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย พบว่า CeO_2 สามารถช่วยให้ปริมาณ $t\text{-ZrO}_2$ ในชิ้นงานเพิ่มขึ้นแต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจนถึง 1450°C พบว่าปริมาณ CeO_2 ที่เพิ่มขึ้นกลับทำให้ปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ ลดลง

Maitra, Pal, Nath, Pandey, และ Lodha (2002) ศึกษาบทบาทของ MgO และโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย โดยคณะผู้วิจัยเตรียมวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย จากสารละลายของเซอร์โคเนียออกซิดคลอไรด์ (zirconia oxychloride) อะลูมิเนียมไนเตรด (aluminium nitrate) และ โซเดียมซิลิเกต (sodium silicate) พบว่า MgO จะช่วยให้ตัวอย่างมีความหนาแน่น (bulk density) และความถ่วงจำเพาะ (specific gravity) ดีขึ้น และจากการทดลองยังพบว่าตัวอย่างที่เติม MgO จะมีปริมาณ $t\text{-ZrO}_2$ สูงสุด ส่วนตัวอย่างที่เติมทั้ง MgO และ Cr_2O_3 พบว่ามีความแข็งแรงดีที่สุด

Das และ Banerjee (1998) ทำการศึกษาผลของ อิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) ต่อ สมบัติเชิงกล, สมบัติด้านความร้อน, และโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย โดยการทดลองจะเติม Y_2O_3 ในปริมาณ 3 mol%, 5 mol%, 7 mol% และทำการเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิ 1400°C ถึง 1650°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากผลการทดลองพบว่าในตัวอย่างที่เติม Y_2O_3 ปริมาณ 3 mol% กระบวนการการแตกตัวของเซอร์คอนและกระบวนการการเกิดมูลไลท์จะสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1550°C ในขณะที่ตัวอย่างที่ไม่เติม Y_2O_3 กระบวนการการแตกตัวของเซอร์คอนและกระบวนการการเกิดมูลไลท์จะสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1600°C และพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ Y_2O_3 ปริมาณของเซอร์โคเนียที่เกิดขึ้นก็จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ และจะลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกสูงขึ้นมากกว่า 1550 °C ขึ้นไป และ จากผลการทดลองยังพบว่าที่อุณหภูมิ 1550°C การเติม Y_2O_3 จะช่วยทำให้ความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ในขณะที่อุณหภูมิ 1600°C ความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงเมื่อมีปริมาณ Y_2O_3 มากกว่า 3 mol%

2.9.2 ผลของกระบวนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบที่ต่างกันต่อสมบัติเชิงกล

โครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลท์-เซอร์โคเนีย ที่เตรียมโดยกระบวนการที่แตกต่างกัน 2 กระบวนการคือ 1 การเผาแบบปกติ(Ordinary sintering) เป็นการเผาผนึกระหว่าง มูลไลท์และเซอร์โคเนีย ที่ไม่ต้องการให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผา และแบบที่ 2 คือการเผาผนึกที่เกิดปฏิกิริยาขึ้นพร้อมกับการเผาผนึก (Reaction sintering) เช่นการเผาผนึกระหว่าง อะลูมินาและเซอร์คอน ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก ดังได้อธิบายไว้ในตอนต้น ผลที่ได้นั้นแตกต่างกันโดยสิ้นเชิง จากตารางที่ 2.3 แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าการเผาแบบที่ 2 ให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าแบบที่ 1 อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่า เหตุผลของความแตกต่างของสมบัติเชิงกลที่ต่างกันของกระบวนการที่ต่างกันอย่างนี้ยังไม่สามารถเข้าใจได้อย่างแน่ชัด แต่ความแตกต่างระหว่างขนาดของเกรน ลักษณะของโครงสร้างจุลภาค การกระจายตัวของเซอร์โคเนีย และรูปร่างของเซอร์โคเนีย สิ่งที่แตกต่างกันเหล่านี้อาจเป็นเหตุผลที่ทำให้สมบัติเชิงกลของกระบวนการทั้งสองต่างกัน

ตารางที่ 2.3 แสดงผลของการเผาผนึกต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบมูลไลท์-เซอร์โคเนีย (P. Miranzo, M.I. Osendi and J.S. Moya, 1986)

Sample	K_{IC} (MPa·m ^{0.5})	σ_F (MPa)
MZ1*	3.2 ± 0.1	280 ± 20
MZ2**	4.4 ± 0.1	354 ± 23

* MZ1 คือ การเผาแบบ Ordinary sintering

** MZ2 คือ การเผาแบบ Reaction sintering

Koyama et al. (1996) ศึกษาการเตรียมวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์เซอร์โคเนีย จากปฏิกิริยาการเผาผนึกระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอนภายใต้สภาวะการเผาผนึกแบบต่างๆ โดยแบ่งออกเป็น

1) การเผาแบบ Ordinary โดยการเผาผนึกนั้นจะเริ่มจากการให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน ในอัตรา 15°C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิสูงสุดซึ่งอยู่ในช่วง 1570°C ถึง 1635°C จากนั้นทิ้งไว้ในช่วงเวลา 0 ถึง 156 ชั่วโมง แล้วจึงลดอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิห้อง

2) การเผาแบบ Annealing โดยการเผาจะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนในขั้นตอนที่ 1 จะเผาสารที่อุณหภูมิ 1635°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิห้อง และในขั้นตอนที่ 2 เป็นการ annealing ที่อุณหภูมิ 1570°C และทิ้งไว้ 12-144 ชั่วโมง

3) การเผาแบบ Re-firing การเผาจะแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ในขั้นตอนที่ 1 จะเผาสารที่อุณหภูมิ 1635°C โดยทิ้งไว้ที่อุณหภูมินี้ในช่วงเวลา 12 ถึง 144 ชั่วโมง ขั้นตอนที่ 2 เป็นการ annealing ที่อุณหภูมิ 1570°C จากนั้นทิ้งไว้ที่อุณหภูมินี้ในช่วงเวลา 12 ถึง 144 ชั่วโมง ในขั้นตอนที่ 3 เป็นการนำชิ้นงานกลับมาเผาใหม่อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1635°C เป็นเวลา 12 ถึง 144 ชั่วโมง

4) การเผาแบบ Optimized firing โดยการเผาแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นแรกจะเริ่มจากการเผาชิ้นงานที่ 1570°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1635°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง แล้วในขั้นตอนที่ 2 นั้นเป็นการ Annealing ที่อุณหภูมิ 1570°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ในการเผาแบบที่ 4 นี้ได้มีการแบ่งตัวอย่างออกเป็น 2 กลุ่ม โดยกลุ่มที่ 1 เป็นกลุ่มตัวอย่างที่มีการเติมตัวต่อผลึก (Nucleating agent) ซึ่งเป็นอนุภาคมุลไลต์ขนาดเล็ก และกลุ่มที่ 2 เป็นกลุ่มตัวอย่างที่ไม่มีการเติมตัวต่อผลึก

จากการทดลองพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบ Ordinary มีค่าความทนต่อการดัดงอ (Bending strength) สูงที่อุณหภูมิห้องและจะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบ Annealing มีค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอต่ำกว่าที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากภายในชิ้นงานเกิดการขยายร้าวขนาดเล็กขึ้น ส่วนชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบ Optimized firing พบว่าค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอที่อุณหภูมิห้องเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับการเผาแบบ Annealing แต่ยังคงมีค่าต่ำกว่าการเผาแบบ Ordinary ในการเผาแบบ Optimized firing นั้นพบว่าในชิ้นงานที่เติมตัวต่อผลึกมุลไลต์จะมีค่าความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูงมากกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เติมตัวต่อผลึกมุลไลต์

2.9.3 ผลของลักษณะของขอบเกรน ต่อ สมบัติเชิงกล

สำหรับวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีการเติมสารเติมแต่งนั้น บ่อยครั้งที่พบว่าวัฏภาคแก้วที่เกิดขึ้นบริเวณขอบเกรนจะส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุลดลง การแก้ปัญหาดังกล่าวถูกศึกษาโดยทีมงานของ Yan-zhen โดยคณะทำงานแก้ปัญหาด้วยวิธีการเผาอ่อน (Heat

treatment) โดยใช้อุณหภูมิในช่วง 1000°C ถึง 1160°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าแก้วที่อยู่บริเวณขอบเกรนเกิดการแตกหัก ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น

2.10 สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ ZTM ที่ อุณหภูมิต่างๆ

การเพิ่มสมบัติเชิงกลของ มุลไลต์ เซอร์โคเนีย สามารถทำได้โดยอาศัย $t\text{-ZrO}_2$ และ $m\text{-ZrO}_2$ ดังได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ในทำนองเดียวกันระบบดังกล่าวยังเป็นที่น่าสนใจในการเพิ่มสมบัติเชิงกลสำหรับอุณหภูมิระดับกลางและระดับสูง เนื่องจากมุลไลต์เป็นที่รู้กันดีว่ามีสมบัติเชิงกลที่ดีที่อุณหภูมิสูงโดยการทดสอบของมหาวิทยาลัย Tianjin ระบุว่า ZTM มีการนำความร้อนต่ำใกล้เคียงกับเซอร์โคเนีย และมีการขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ ผลก็คือระบบจะสามารถลดค่าความเค้นที่เกิดจากความร้อนในการใช้งานได้

มีการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อค่าความแข็งแรงและความเหนียวโดยรูปที่ 2.12 และ 2.13 แสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงและความเหนียว ต่อ อุณหภูมิ โดยค่าความแข็งแรงจะคงที่ที่อุณหภูมิ 300°C จากนั้นจะลดต่ำสุดที่ 600°C แล้วจึงเพิ่มขึ้นจนมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิเหนือ 800°C แล้วจึงลดลงอีกครั้ง ส่วนค่าความเหนียวก็มีแนวโน้มในลักษณะเดียวกัน โดยการลดลงของค่าความเหนียวและความแข็งแรงช่วงอุณหภูมิ 600°C อาจมีผลมาจากธรรมชาติของการเกิดความเหนียวโดยสัการเปลี่ยนวิภาคของเซอร์โคเนีย เนื่องจากจะมีการลดแรงขับเคลื่อน (Driving force) สำหรับการเปลี่ยนวิภาคเมื่อมีอุณหภูมิสูงขึ้น สำหรับการเพิ่มขึ้นของค่าความแข็งแรงและความเหนียวที่อุณหภูมิระหว่าง 600°C ถึง 800°C สามารถอธิบายได้ว่าเป็นช่วงที่มีการแยกตัวของวิภาคแก้วบริเวณขอบเกรนเป็นผลให้เกิดการลดแรงเค้นและลดความคมของรอยแตก เช่นเดียวกันที่อุณหภูมินี้เป็นช่วงที่เซอร์โคเนียมีพฤติกรรมเป็นตัวยับยั้งการโตของเกรน และช่วยทำความสะอาดขอบเกรนจากวิภาคแก้วที่เกินมา (Nicholas P. Cheremisinoff)

2.11 ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบ

ZTM

มุลไลต์เป็นวัสดุที่มีการขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ ดังนั้น สมบัติอย่างหนึ่งที่โดดเด่นมากของมุลไลต์ คือ ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน จึงเป็นเหตุผลที่ทำให้ มุลไลต์เหมาะกับการใช้งานที่อุณหภูมิสูง

ทฤษฎีสำหรับความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุที่มีความเปราะโดยเฉพาะเซรามิกนั้นมีอยู่ 2 ทฤษฎีคือ 1 เรียกว่า Thermal elasticity theory กล่าวว่า เมื่อใดก็ตามที่แรงเค้นที่เกิดจากความร้อน (σ_H) มีค่ามากกว่าค่าความแข็งแรงในวัสดุ (σ_F) แล้วการ

แตกก็จะเกิดขึ้น และทฤษฎีที่ 2 เรียกว่า Fracture mechanics theory กล่าวว่าการทำลายจะเกิดขึ้นเมื่อพลังงานในการเปลี่ยนรูปร่าง (Elastic strain energy) มากกว่าพลังงานของรอยแตก (Fracture energy)

2.11.1 ความเค้นที่เกิดจากความร้อน

เมื่อ ZTM เกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็วระหว่างการทำให้เย็นตัว แรงดึงที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (σ_H) จะเกิดขึ้นที่ผิวของวัสดุ ผลที่ตามมาคือการเกิดรอยแตกร้าว โดยค่าแรงดึงที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนอุณหภูมิจะมีความสัมพันธ์ดังสมการ (2-3) (Nicholas P. Cheremisinoff)

$$\sigma_H = \alpha E \Delta T \quad (2-3)$$

เมื่อ σ_H คือแรงดึงที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ α คือสัมประสิทธิ์การขยายตัว เนื่องจากความร้อน E คือค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus) และ ΔT คือความแตกต่างของอุณหภูมิ เนื่องจากหาค่า α และ E มีค่าน้อย แล้วโดยปกติ σ_H ก็จะมีค่าไม่มากพอที่จะทำให้วัสดุแตกหักได้แต่อย่างไรก็ตาม σ_H สามารถมีค่ามากกว่าความแข็งแรงของวัสดุได้ถ้า ΔT มีค่ามากพอ

การศึกษาสมบัติเชิงกล และความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดย รับบลันของวัสดุเชิงประกอบ ZTM นั้นจะทำการศึกษาตัวแปรของการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวิภาค จากการศึกษพบว่าในตัวอย่างที่ผ่านการทำให้เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยรับบลันจำนวน 1 ถึง 3 รอบ พบว่าหลังจากผ่านไป 3 รอบแล้วสมบัติเชิงกลของตัวอย่างกลับมีค่าเพิ่มมากขึ้น อาจเป็นผลมาจากความเค้นที่ยังเหลืออยู่ในชิ้นงาน และ ประกอบกับเซอร์โคเนียที่อยู่ในสภาพที่พร้อมจะเปลี่ยนวิภาคมีอิทธิพลในการดูดซับพลังงานที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง

โดยทั่วไปแล้ว การทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็วนั้นจะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของชิ้นงานลดลง แต่ในเซรามิกที่ภายในมีวิภาคแก้วอยู่นั้น จะสามารถลดความเค้นที่เกิดจากความแตกต่างของอุณหภูมิ และยังยับยั้งการเคลื่อนที่ของรอยแตกที่เกิดขึ้น ผลที่ตามมาคือความแข็งแรงของวัสดุมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น ทีมงานของ Zhang สังเกตพบว่าการทดลองที่มีความแตกต่างของอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 1000°C เป็น 1200°C พบว่าค่าความแข็งแรงและความเหนียวของชิ้นงานมีค่าสูงขึ้นเนื่องจากวิภาคแก้ว ในวัสดุช่วยในการกระจายพลังงานที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน

วัสดุเชิงประกอบที่เตรียมโดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก มักจะมีสมบัติที่สำคัญเกิดขึ้น 2 ประการคือ 1.การขยายตัวเนื่องจากความร้อนจะมีค่าต่ำเนื่องจากมีปริมาณของ

มูลไธท์เกิดขึ้น 2.ความแข็งแรงและความเหนียวที่มีค่ามากขึ้นเนื่องจาก การเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวิฤภาคของเซอร์โคเนีย สมบัติที่เกิดขึ้น 2 อย่างนี้ส่งผลดีต่อความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันในชิ้นงานเซรามิก การพัฒนาความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนอุณหภูมิโดยฉับพลันนั้น สามารถทำได้โดยการทำให้ชิ้นงานเกิดรอยแตกระดับจุลภาคโดยการทำให้เซอร์โคเนียอยู่ในรูปของ โมโนคลินิก และ จากผลการทดลองของ Hennicke พบว่าการกระจายตัวของขนาดของเกรนที่ต่างกัน มีผลในการลดการขยายตัวเนื่องจากความร้อนเพราะขนาดของเกรนที่ต่างกันมีผลทำให้ Ms ต่างกัน ซึ่งเป็นผลดีต่อความสามารถทนการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นอย่างฉับพลันขณะทำการลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว

2.11.2 ผลขององค์ประกอบที่ต่างกันของวัสดุเชิงประกอบ ต่อ ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

การเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของระบบ ไม่เพียงแต่จะส่งผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนและค่าโมดูลัสของยังเท่านั้น แต่ยังส่งผลไปถึงลักษณะของโครงสร้างจุลภาคด้วย

โดยผลดังกล่าวสามารถสังเกตเห็นได้ชัด หากเปรียบเทียบระหว่างตัวอย่างที่มีการเติมและไม่เติมเซอร์โคเนีย ดังที่กล่าวไว้ในเบื้องต้นว่า เซอร์โคเนียไม่เพียงแต่สามารถเพิ่มความเหนียวให้กับชิ้นงาน แต่ยังสามารถช่วยลดการขยายตัวเนื่องจากความร้อนและการลดลงของการขยายตัวเนื่องจากความร้อนนี้ยังเกิดได้ในกรณีของการเกิดรอยแตกระดับจุลภาคด้วย ผลที่ตามมาคือ ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุดีขึ้น (Nicholas P. Cheremisinoff)

สำหรับระบบ ZTM ที่มีปริมาณของอะลูมินาต่างกันพบว่า ในระบบที่ไม่มีอะลูมินา ความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน จะดีกว่าระบบที่มีอะลูมินาโดยอะลูมินาในระบบจะเข้าไปเพิ่มการขยายตัวเนื่องจากความร้อนและเพิ่มค่า E ให้กับระบบ

เช่นเดียวกันเป็นที่รู้กันโดยทั่วไปว่า $Y-ZrO_2$ นั้นมีความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันที่ไม่ดีนัก แต่เมื่อมีการเพิ่มมูลไธท์เข้าไปในระบบเป็นปริมาณ 50% โดยปริมาตร พบว่าความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของ $Y-ZrO_2$ ดีขึ้น

ในปฏิกิริยาการเกิดมูลไธท์หากซิลิกาในปฏิกิริยาเกิดไม่หมด ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันจะมีลักษณะเช่นเดียวกับการเติมสารเติมแต่งที่ทำให้เกิดวิฤภาคของเหลวที่ขอบเกรนกล่าวคือ วิฤภาคของเหลวเหล่านี้สามารถลดแรงเค้นที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ทำให้ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุขึ้น

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
High Temperature Furnace (1600°C)	Labquip	Vecstar/VF2
Cold Isostatic Press (CIP)	Convum Corp	CIP-50x2000
Uniaxial Press	Carver	2702
Microhardness Tester	Galileo	Microscan/Isoscan Ac Plus
Universal Testing Machine	Instron	5565
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6400
Energy Dispersion X-Ray Spectrometre(EDS)	Xford	6209
Particle Size Analyzer	Malvern	Mastersizer S
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Electronic Balance	Denver Instrument	TC-254
Grinder & Polisher Machine	Buehler	Ecomet 5
High Speed Diamond Saw	Buehler	Isomet 1000
Attrition Mill	Akron Electric	Reeves
Dilatometer	Netsch	Dil 402 EP

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminium Oxide	AM-21	Sumitomo Chemical
	Zirconium Silicate	-	Yong Thai Public
สารปรับปรุงสมบัติ	Chromium Oxide	For analysis	Montedison
	Cerium Oxide	For R&D	Sigma Aldrich
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohols (PVA)	For analysis	Montedison
สารช่วยการกระจายตัว	Ammonium Polyacrylate	-	Amarin Ceramic

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder)

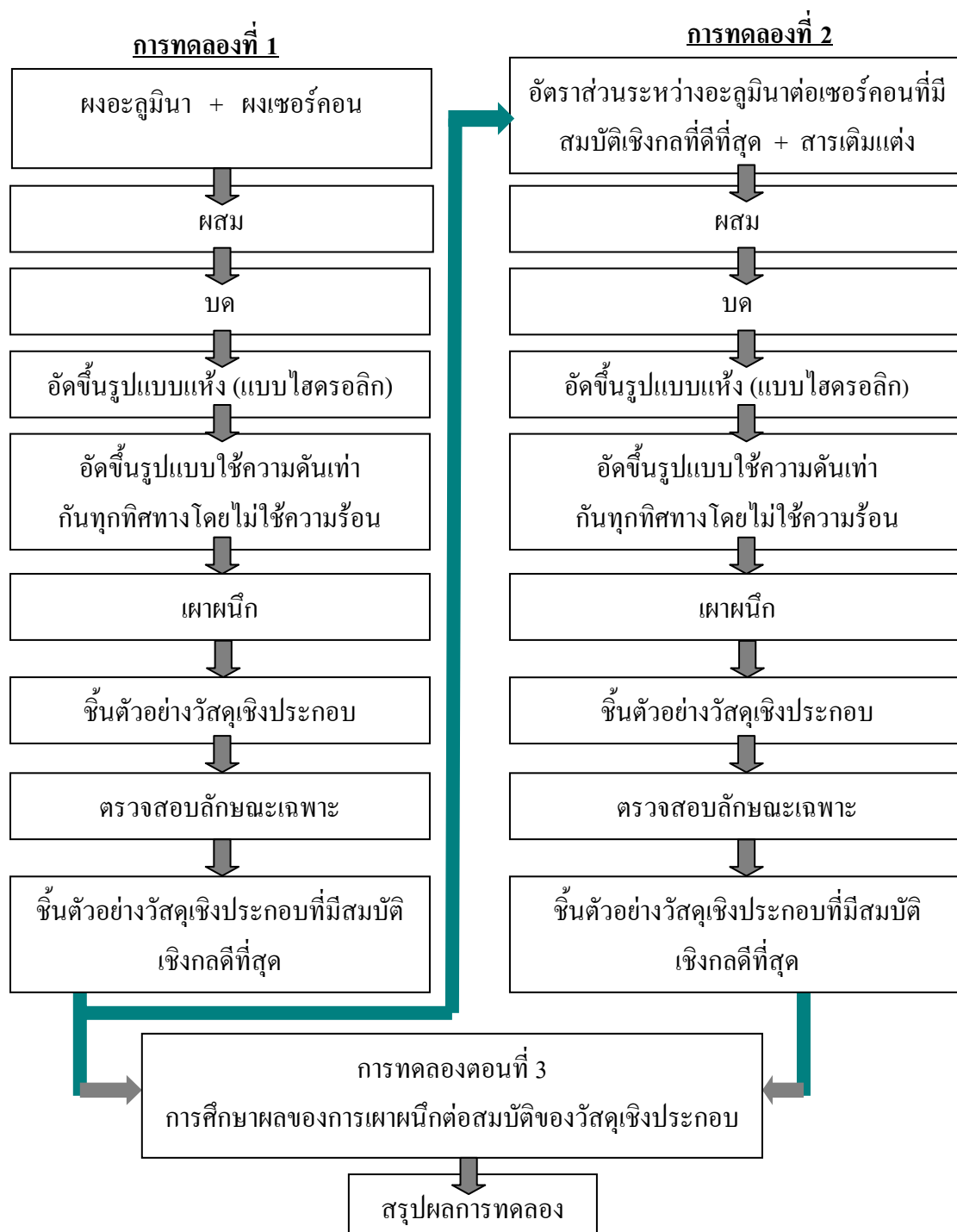
ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al_2O_3 ใช้เกรด AM-21 เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมร้อยละ 0.26 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจากบริษัทเคมีมิน จำกัด)

3.2.2 ผงเซอร์โคเนียมซิลิเกต (Zirconium Silicate Powder)

ผงเซอร์โคเนียมซิลิเกต (เซอร์คอน) สูตรเคมี $ZrSiO_4$ เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงานเซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย เซอร์โคเนียร้อยละ 64.15 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 33.26 โดยน้ำหนัก และมลทินอื่นๆ ร้อยละ 2.59 (ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescent, XRF))

3.3 วิธีการทดลอง

ขั้นตอนและวิธีการทดลอง แสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

จากแผนรูปสามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

การทดลองตอนที่ 1 เป็นการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อเซอร์คอน ที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน โดยตัวแปรคือ ปริมาณของเซอร์คอนที่เติมลงในอะลูมินา ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงองค์ประกอบที่ต่างกันของตัวอย่าง

ลำดับตัวอย่าง	ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณเซอร์คอน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
1	100	0
2	80	20
3	70	30
4	60	40
5	50	50

การทดลองตอนที่ 2 เป็นการทดลองเพื่อหาชนิดของสารเติมแต่ง ที่เหมาะสมที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน โดยการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อเซอร์คอน ที่ทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบดีที่สุดจากการทดลองที่ 1 นำมาเติมสารเติมแต่ง โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และเติมสารเติมแต่งทั้ง 2 ชนิดรวมกันโดยปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้คือ โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก, ซีเรียมออกไซด์ ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก และส่วนผสมของโครเมียมออกไซด์และซีเรียมออกไซด์อย่างละ 1.5% โดยน้ำหนัก

การทดลองตอนที่ 3 เป็นการศึกษาหารูปแบบการเผาที่เหมาะสมในกระบวนการผลิต โดยการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดจากการทดลองที่ 1 และการทดลองที่ 2 นำไปเผาศึกด้วยรูปแบบการเผาศึกแบบต่างๆ

3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง

1) เตรียมส่วนผสมโดยการชั่งอะลูมินาเซอร์คอนในอัตราส่วนตามตารางที่ 3.3 และชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของส่วนผสมทั้งหมดแล้วนำไปละลายในน้ำร้อน

2) บดผสมวัตถุดิบตาม ข้อ 1 โดยบดอะลูมินาและเซอร์คอนก่อนโดยใช้การบดเปียกในน้ำกลั่น ด้วยเครื่องบดแอตทริชัน (Attrition mill) ซึ่งใช้ลูกบดชนิดเซอร์โคเนีย ความเร็วรอบในการบด 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติม PVA แล้วทำการบดต่ออีก 1 ชั่วโมง

3) นำสารละลาย (Slurry) ที่ได้จากการบดมาเติวยวบนภาคร้อนด้วยอุณหภูมิ 80°C จนกระทั่งน้ำระเหยออกเกือบหมด เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการแยกตัวของส่วนผสม

4) นำสารละลายที่ได้จากขั้นตอนที่ 3 ไปอบให้แห้งในตู้อบแห้งที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หรือมากกว่าจนกระทั่งตัวอย่างแห้งสนิท

5) ใช้โกร้งบดตัวอย่างที่ผ่านการอบแห้งแล้ว เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน จากนั้นนำผงที่ได้ร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 325 เมช (Mesh)

3.3.3 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

3.3.3.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ: Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd,

วิธีการทดสอบ

- 1) ชั่งผงตัวอย่างโดยสุ่มปริมาณ 2 กรัม
- 2) เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
- 3) เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือน โดยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป

3.3.3.2 การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (Phase analysis)

การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (Pattern) การเลี้ยวเบนเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

เครื่องมือ: XRD (PW3710 BASED) ของบริษัท Bruker ใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

วิธีการทดสอบ

- 1) โปรยผงตัวอย่างลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (Sample holder)
- 2) ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่างให้เรียบแน่น
- 3) นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator tension	=	40 KV
Generator current	=	40 mA
Start angle	=	10°
End angle	=	60°
Time per step	=	0.4s
Step size	=	0.02°

3.3.4 การขึ้นรูป

3.3.4.1 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง (Dry press)

นำผงที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.2.1 มาชั่งด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม โดยชั่งน้ำหนักเท่ากับ 15 กรัมต่อ 1 ตัวอย่าง บรรจุในแม่แบบเหล็ก (Mold) ขนาด 35 x 35 มิลลิเมตร แล้วทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกเพรสส์ (Hydraulic press)

เครื่องมือ: Hydraulic Press ของบริษัท Carver

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

ความดัน = 15 MPa

เวลาอัดแห้ง = 30 วินาที

ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้ จะมีลักษณะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมจตุรัส ขนาดประมาณ 35.2 x 35.2 x 5.4 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร นำตัวอย่างที่ได้ไปอัดขึ้นรูปแบบใช้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing, CIP)

3.3.4.2 การอัดขึ้นรูปแบบให้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic press, CIP)

นำชิ้นงานจากที่ได้จากข้อ 3.3.4.1 มาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง CIP เพื่อเพิ่มความหนาแน่นและ ความแข็งแรงให้กับชิ้นงานดิบ (Green body)

เครื่องมือ: DR. CIP ของบริษัท Convum Corp



รูปที่ 3.2 แสดงเครื่อง Cold isostatic press

วิธีการทดลอง

- 1) นำชิ้นงานจาก ข้อ 3.3.4.1 มาห่อหุ้มด้วยถุงยางอนามัยชนิดผิวเรียบ เพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานถูกปนเปื้อนจากของเหลวที่อยู่ภายในภาชนะความดันของ CIP
- 2) ทำให้บรรยากาศภายในถุงยางอนามัย ซึ่งห่อหุ้มชิ้นงานอยู่ให้เป็นสุญญากาศ โดยใช้เครื่องมือทำ สุญญากาศ (Vacuum pump)
- 3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง CIP

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

แรงดัน = 120 MPa

เวลาอัดแซ่ = 3 นาที

3.3.5 การเผาผนึก (Sintering)

นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปจากข้อ 3.3.4.2 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูงเพื่อทำให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : High Temperature Furnace (1600°C) ของบริษัท Labquip

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

อุณหภูมิ = 1575 °C

เวลาเผาแซ่ = 120 นาที

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	10 °C/นาที
บรรยากาศ	=	ปกติ

3.3.6 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง

การทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88 (1994)

วิธีการทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน

1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผลาญไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (W_D)

2) นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (W_{SS})

4) นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมิดิเอตในน้ำ (W_S) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาดแล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออก แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน

5) การคำนวณหาความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง

$$\text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} = W_S - W_{SS}$$

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk density)} = W_D / V$$

$$\text{ปริมาตรรูพรุน (Apparent porosity)} = [(W_S - W_D) / V] \times 100$$

3.3.7 การหาปริมาณของ t-ZrO₂ และ มุลไลต์ โดยประมาณ

การหาปริมาณ t-ZrO₂ และ มุลไลต์ โดยประมาณจะคำนวณจากค่าความสูงของพีคจาก XRD แพทเทิร์นของวัสดุเชิงประกอบโดยคำนวณจากสมการ (3-1) และ (3-2)

$$R_{\text{mull}} = \frac{I_{\text{mull}}}{I_{\text{Al}_2\text{O}_3} + I_{\text{mull}}} \times 100\% \quad (3-1)$$

$$R_{\text{t-ZrO}_2} = \frac{I_{\text{t-ZrO}_2}}{I_{\text{t-ZrO}_2} + I_{\text{m-ZrO}_2}} \times 100\% \quad (3-2)$$

เมื่อ

- R_{mull} คือ ปริมาณของมุลไลต์เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของอะลูมินา
- R_{t-ZrO_2} คือ ปริมาณของ t-ZrO₂ เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของเซอร์โคเนียทั้งหมด
- I_{mull} คือ ความสูงของพีคมุลไลต์ที่ตำแหน่ง (hkl) = (210)
- $I_{Al_2O_3}$ คือ ความสูงของพีคอะลูมินาที่ตำแหน่ง (hkl) = (012)
- I_{t-ZrO_2} คือ ความสูงของพีค t-ZrO₂ ที่ตำแหน่ง (hkl) = (111)
- I_{m-ZrO_2} คือ ผลรวมความสูงของพีค m-ZrO₂ ที่ตำแหน่ง (hkl) = (111) กับ (hkl) = (11 $\bar{1}$)

(C. Duran and Y.K. TÜR, 2005; T.Ebadzadeh and E.Ghasemi, 2002; Y. Li and K.A. Khor, 1999)

3.3.8 ทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง (Bending strength)

ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal testing machine)

1) การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

(1) ตัดตัวอย่างทดสอบ ให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 4.3x4.5 x 29 มิลลิเมตร (\pm 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (Low speed diamond saw)

(2) ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการเตรียม

ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว

ความเร็วรอบ = 150 รอบ/นาที

น้ำหนักกดตัด = 150 กรัม

ใช้น้ำมันหล่อเย็นขณะตัด

2) การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

นำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจตุรกรับตัวอย่าง (Bearing) = 2 มิลลิเมตร

ความกว้างของจตุรกรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร

ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร/ นาที
 จำนวนตัวอย่าง = 5 ตัวอย่าง
 ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง
 การคำนวณความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

$$MOR = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (3-3)$$

โดย

MOR = ความทนต่อการตัดโค้งของชิ้นงาน
 P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก
 L = ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง
 b = ความกว้างของตัวอย่าง
 d = ความสูงของตัวอย่าง

การคำนวณค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-4)

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{N} \quad (3-4)$$

โดย

\bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง
 $\sum X$ = ผลรวมของความทนต่อการตัดโค้ง
 N = จำนวนตัวอย่าง

การคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความทนต่อการตัดโค้ง คำนวณได้จาก
 สมการ (3-5)

$$S.D. = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N}} \quad (3-5)$$

โดย

- S.D. = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
 X_i = ค่าความทนต่อการตัดโค้งของตัวอย่าง
 \bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง
 N = จำนวนตัวอย่าง

3.3.9 ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness test)

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM E384-89

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท GALILEO

วิธีทดสอบ

1) เตรียมตัวอย่างโดย การขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยจานขัดเพชรที่มีความละเอียด 15 ไมครอน ด้วย จานขัดแบบก้นหอยติดตั้งกับเครื่องขัดแบบจานหมุน

2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับด้วยจานขัดแบบผ้า

3) ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4) ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

5) สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)

เวลากดแช่ = 15 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 5 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) คำนวณตามสมการ (3-6)

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์} = \frac{0.1891F}{d^2} \quad (3-6)$$

(นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร)

โดย

d = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็น มิลลิเมตร = $(d_1 + d_2) / 2$

F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

3.3.10 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทนชัน ของแอนทิสและคณะ (Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R. and Marshall D.B., 1981) คำนวณได้จากสมการ (3-7)

$$\text{Fracture toughness } K_{IC} \text{ (MPa.m}^{1/2}\text{)} = \xi (E/H)^{1/2} P/C^{3/2} \quad (3-7)$$

โดย

K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว)

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus)

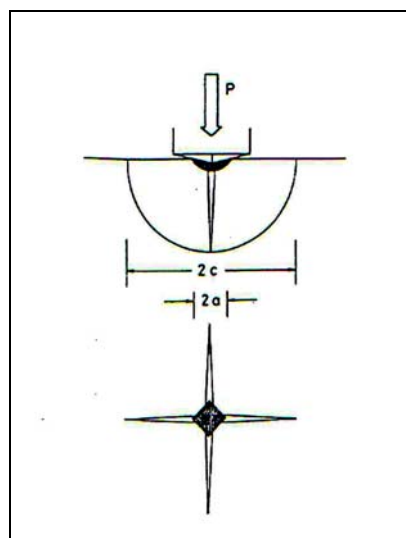
H = ค่าความแข็ง

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทนชัน

C = ความยาวรอยแตก/2

ξ = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทนชันโดยการ ใช้หัดกดแบบวิกเกอร์ของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียว ใช้สภาวะเดียวกันกับการทดสอบความแข็งจุลภาค



รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Ansis et al.)

3.3.11 การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากความร้อนของตัวอย่าง

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ จะทำลักษณะเดียวกันกับ การเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.8.1

เครื่องมือ : Dilatometer ของบริษัท Netzsch รุ่น 402 EP

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

อุณหภูมิเริ่มต้น	30°C
อุณหภูมิสิ้นสุด	1250°C
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	5°C / นาที
เวลาเผาแซ่	ไม่ใช่

3.3.12 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

3.3.12.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

- 1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวด้วยจานขัดเพชรขนาด 15 ไมครอน
- 2) นำตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1 มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
- 3) ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
- 4) ขัดอนุภาคที่เกาะอยู่บนผิวหน้าออก โดยใช้เครื่องสั่นทะเทือนคลื่นความถี่สูง

- 5) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4 มากัดผิวด้วยความร้อน (Thermal etch)

สภาวะที่ใช้ในการกัดผิวหน้าตัวอย่าง

อุณหภูมิที่ใช้	=	1475°C
เวลาแซ่	=	1 ชั่วโมง
อัตราความร้อน	=	10 องศาเซลเซียส/นาที
บรรยากาศ	=	ปกติ

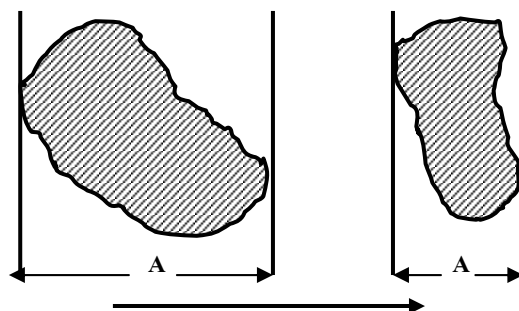
- 6) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 5 ไปฉาบทองจากนั้นจึงนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปถ่าย รูปด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.13 การวัดขนาดอนุภาค และ เกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ จะทำลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.12.1

วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดอนุภาคและเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของอนุภาค หรือเกรนที่ต้องการวัด จากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของอนุภาคหรือเกรนตามทิศทางนั้นตลอด ดังแสดงในรูปที่ 3.4



ทิศทางอ้างอิง

รูปที่ 3.4 แสดงการวัดขนาดอนุภาคหรือเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์

3.3.14 การทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

การเตรียมตัวอย่างจะทำลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.9 (การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบความแข็งจุลภาค)

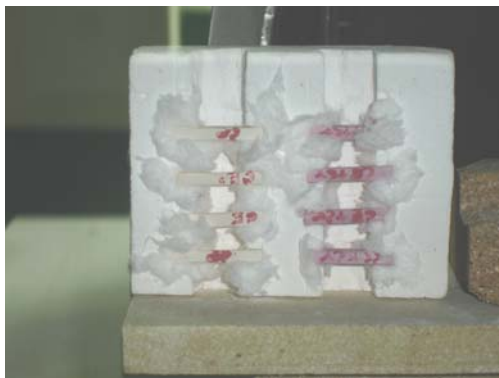
เครื่องมือ : เครื่องเป่าลมเย็น ของบริษัท T.N.Metal Works รุ่น Super Power



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่องเป่าลมเย็น

การทดสอบ

- 1) นำตัวอย่างที่เตรียมได้ เข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1000°C ทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที
- 2) นำตัวอย่างในข้อที่ 1 ไปเป่าด้วยลมเย็นทันที ทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที
- 3) ทำซ้ำตามข้อที่ 1 และ 2 เป็นจำนวน 30 ครั้ง
- 4) นำตัวอย่างจากข้อที่ 4 ไปทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง
- 5) ทำการเปรียบเทียบค่าความทนต่อการตัดโค้งก่อนและหลัง การทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน



รูปที่ 3.6 แสดงการเรียงและการทดสอบตัวอย่าง

สภาวะการทดสอบ

อุณหภูมิภายในเตาเผา 1000°C

อุณหภูมิลมเย็น 28°C

ความเร็วรอบเครื่องเป่าลมเย็น 1425 รอบต่อนาที

3.3.15 การหารูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ

การหารูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสมจะดำเนินการ โดยการแบ่งการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการเผาผนึกและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งงานวิจัยนี้จะทำการหาอุณหภูมิที่มีอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น (Densification rate) ที่สูง โดยเครื่องมือวัดการหด/ขยายตัว เนื่องจาก ความร้อน (Dilatometer) จากนั้นจึงทำการแบ่งการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอนโดยช่วงที่หนึ่ง จะทำการเผาแซ่ ที่ อุณหภูมิซึ่งมีอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นที่สูงเป็นเวลา 60 นาที จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิต่อไปยังอุณหภูมิ 1575°C แล้วเผาแซ่เป็นเวลา 60 นาที

การเตรียมตัวอย่าง

1) เตรียมส่วนผสมโดยการชั่งอะลูมินาและเซอร์คอน ในอัตราส่วนที่ส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน ซึ่งหาได้จากการทดลองตอนที่ 1

2) ทำการบด ขึ้นรูป ส่วนผสมในข้อ 1 ตามขั้นตอนในหัวข้อ 3.3.2.1 (การเตรียมผงตัวอย่าง) และ หัวข้อ 3.3.3.1 (การอัดขึ้นรูป)

3) ทำการตัดชิ้นงานใน ข้อ 2 ให้ได้ขนาด 4.3 x 4.5 x 33.2 มิลลิเมตร

4) นำชิ้นงานในข้อ 3 ไปทดสอบการหดตัวเนื่องจากความร้อนจากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณ หาอัตราการเผาผนึกตามสมการ (3-8) (M.N. Rahaman)

$$\rho^{\circ} = \left(\frac{1}{\rho}\right) \left(\frac{d\rho}{dt}\right) \quad (3-8)$$

เมื่อ

ρ°	คือ	อัตราการเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงาน
ρ	คือ	ความหนาแน่นเริ่มต้น
$d\rho$	คือ	ความหนาแน่นที่เปลี่ยนไปเมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ
dt	คือ	อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง

ซึ่งความหนาแน่น ณ อุณหภูมิต่างๆ สามารถหาได้จากสมการ (3-9)

$$\rho = \rho_0 / (1 - (\Delta L / L_0))^3 \quad (3-9)$$

เมื่อ

ρ คือ ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิต่างๆ

ρ_0 คือ ความหนาแน่นเริ่มต้น

$(\Delta L / L_0)$ คือ การเปลี่ยนแปลงขนาดเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง

สภาวะการทดสอบ

อุณหภูมิเริ่มต้น 29°C

อุณหภูมิสูงสุด 1300°C

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $5^\circ\text{C} / \text{นาที}$

บทที่ 4

ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.1

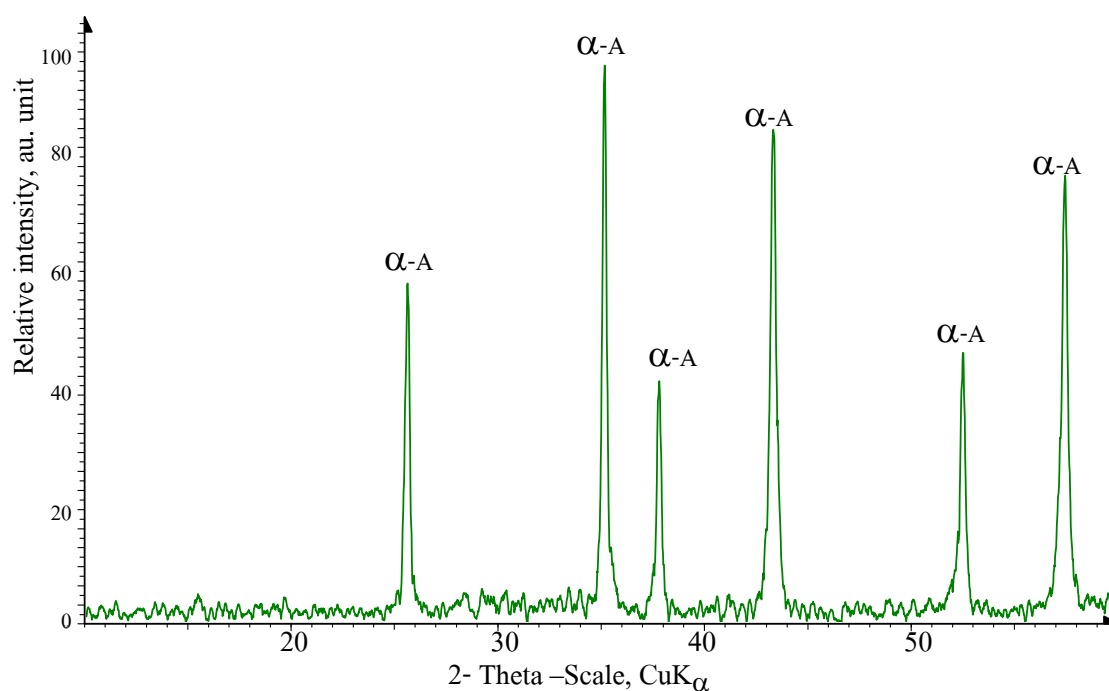
ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะเฉพาะที่วัดได้ของผงอะลูมินา

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.95
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน) - ขนาดที่เล็กกว่า 0.26 - ขนาดที่เล็กกว่า 0.49 - ขนาดที่เล็กกว่า 3.02	ร้อยละ 10 ร้อยละ 50 ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก)* Al ₂ O ₃ Na ₂ O SiO ₂ Fe ₂ O ₃ อื่นๆ	 99.7 0.26 0.02 0.01 0.01
วัฏภาค	α -Al ₂ O ₃

* ข้อมูลจากบริษัทเคมีน จำกัด

4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา

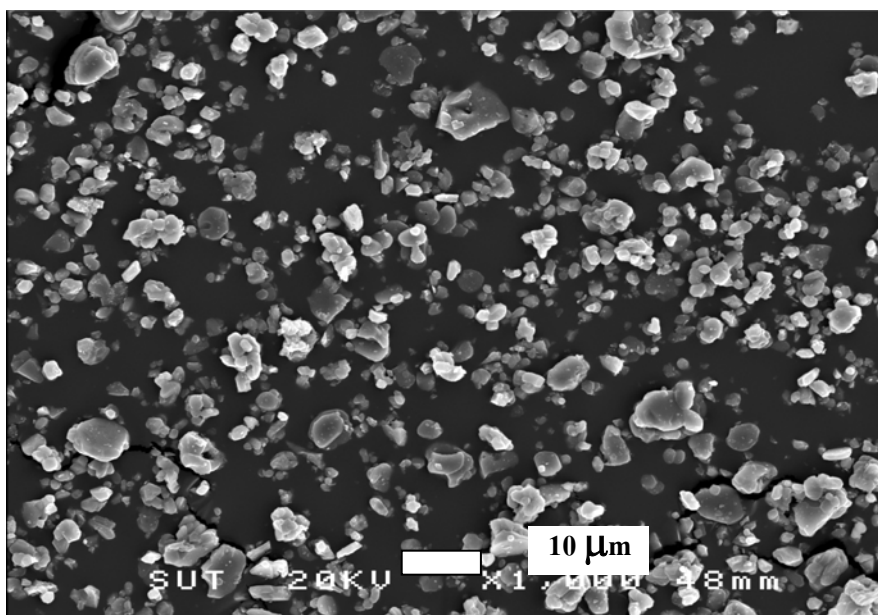
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.15 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 43.35 และ 57.49 องศาตามลำดับ มีวัฏภาคอยู่ในรูป แอลฟา- อะลูมินา (α - Al_2O_3) (Card number 00-010-0173) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.1 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผงอะลูมินา โดย α -A แสดงวัฏภาคแอลฟา-อะลูมินา

4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา

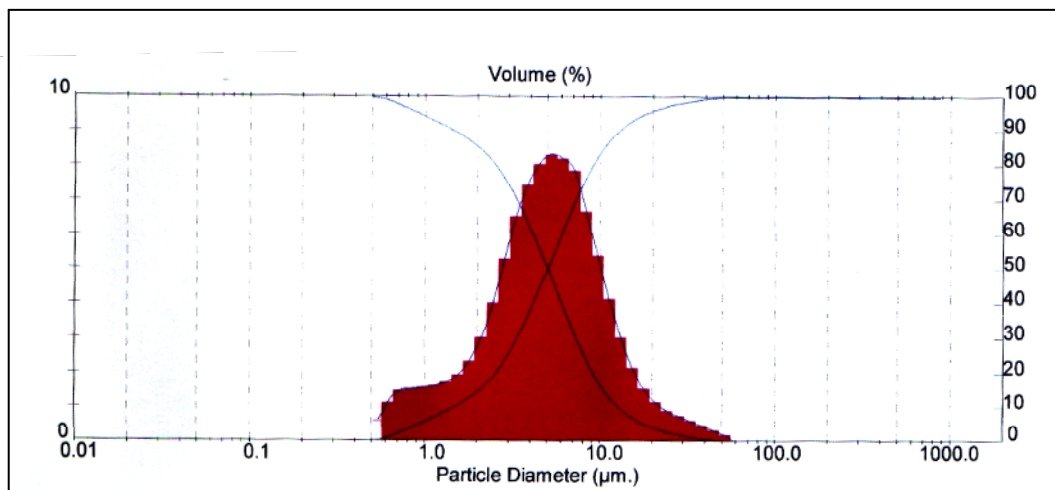
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning electron microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าผงอะลูมินามีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 10 ไมครอน



รูปที่ 4.2 แสดงรูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงใน รูปที่ 4.3 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 5.04 ไมครอน



รูปที่ 4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์คอน

ผลการวิเคราะห์ ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์คอน แสดงในตารางที่ 4.2

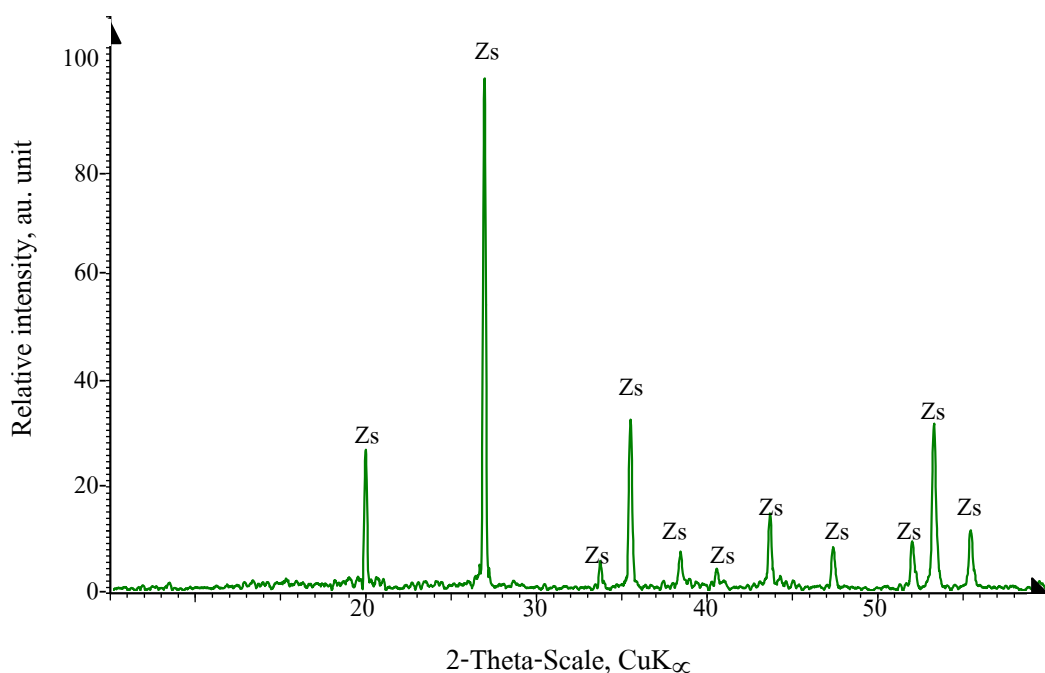
ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะเฉพาะของผงเซอร์คอน

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความต้วงจำเพาะ	4.67
การกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์คอน (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.28	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.50	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 2.75	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)*	
ZrO ₂	64.15
SiO ₂	33.26
HfO ₂	1.18
Na ₂ O	0.24
P ₂ O ₅	0.24
SO ₃	0.21
Al ₂ O ₃	0.20
Fe ₂ O ₃	0.17
TiO ₂	0.15
Cl	0.11
Y ₂ O ₃	0.09
วิฤภาค	ZrSiO ₄

* ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์

4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงเซอร์คอน

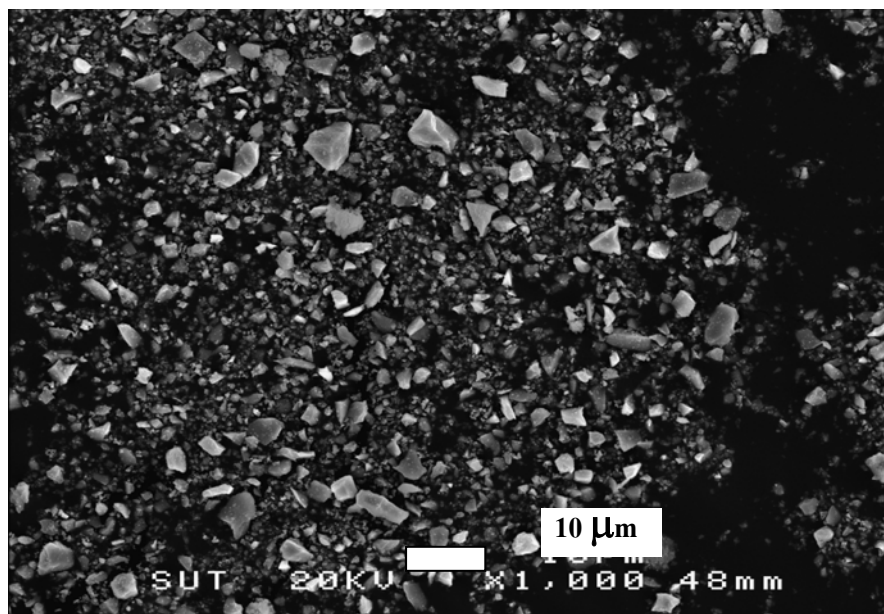
การวิเคราะห์ทางวิทยาด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์นที่แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 26.97 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.62 53.47 และ 20.00 องศา ตามลำดับ มีวิทยาเป็นเซอร์คอนเพียงวิทยาเดียว (Card number 01-071-0991)



รูปที่ 4.4 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผงเซอร์คอน โดย Zs แสดงวิทยาของเซอร์คอน

4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์คอน

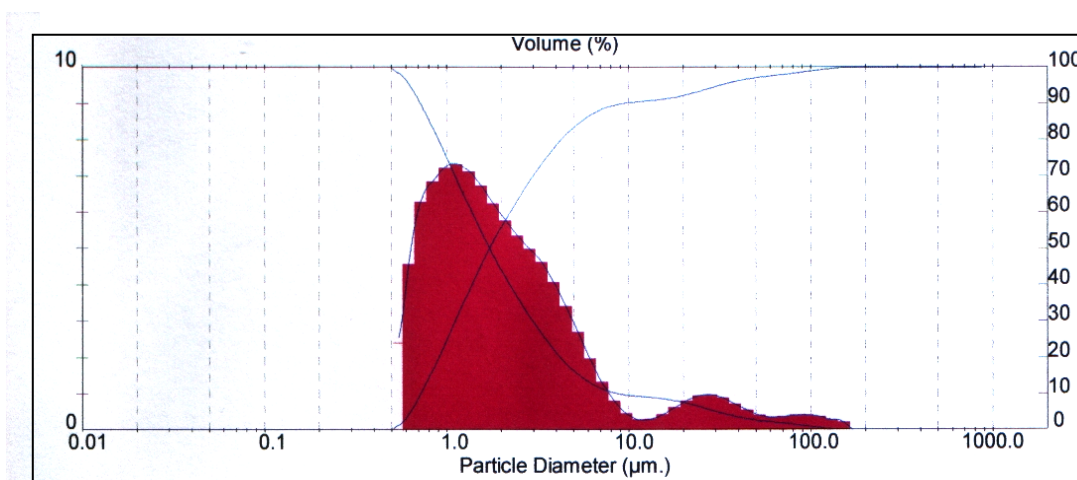
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าผงเซอร์คอนมีรูปร่างแบบไม่สม่ำเสมอ มีอนุภาคขนาดใหญ่กระจายปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 0.25- 10 ไมครอน ซึ่งแสดงลักษณะของการกระจายขนาดที่กว้าง



รูปที่ 4.5 รูปไมโครกราฟของผงเซรามิกจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซรามิก

รูปแบบการกระจายขนาดของอนุภาคเซรามิกจากการศึกษา ด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาคโดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.6 จากรูปพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 1.73 ไมครอน ช่วงการกระจายขนาดมีลักษณะกว้าง



รูปที่ 4.6 แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคเซรามิก

4.2 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2.1 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเซอร์คอนกับความหนาแน่น และปริมาณรูพรุนของชิ้นงานแสดงไว้ในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.7

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C เป็น

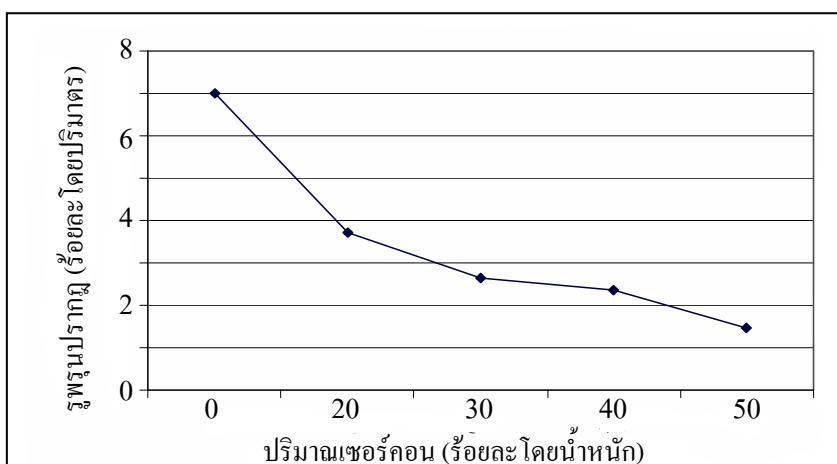
เวลา 2 ชั่วโมง

ตัวอย่าง ที่	ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณเซอร์คอน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์ เซนติเมตร)	ปริมาณรูพรุน (ร้อยละ)
1	100	0	3.66	7.0
2	80	20	3.73	3.7
3	70	30	3.68	2.6
4	60	40	3.64	2.3
5	50	50	3.68	1.5

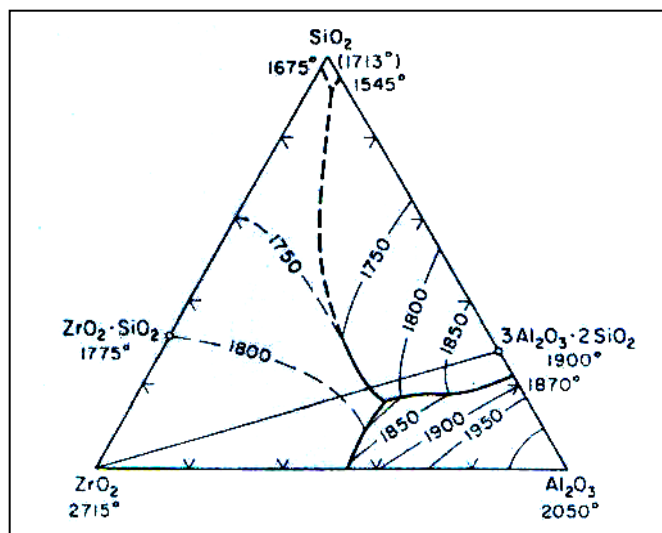
จากตารางที่ 4.3 พบว่าเมื่อเติมเซอร์คอนลงในอะลูมินาจะส่งผลให้ความหนาแน่นของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นผลเนื่องมาจากปริมาณรูพรุนของชิ้นงานที่ลดลง แต่เมื่อเพิ่มเซอร์คอนจากร้อยละ 20 เป็น 30 และ 40 โดยน้ำหนัก พบว่าความหนาแน่นของชิ้นงานมีแนวโน้มลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อเซอร์คอนมีปริมาณมากขึ้น มุลไลต์ซึ่งมีความหนาแน่นน้อยกว่าอะลูมินา ก็จะมีแนวโน้มมากขึ้นตาม (แสดงในตารางที่ 4.4 หัวข้อ 4.2.2) ในขณะที่อะลูมินามีแนวโน้มที่ลดลง ดังนั้นจึงส่งผลให้ความหนาแน่นของชิ้นงานมีแนวโน้มที่ลดลง แต่เมื่อเพิ่มเซอร์คอนเป็นร้อยละ 50 โดยน้ำหนักพบว่าความหนาแน่นของวัสดุเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ประมาณ 1.1%) เป็นผลจากปริมาณรูพรุนที่เหลือภายในชิ้นงานมีปริมาณน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับส่วนผสม (Compositions) อื่น อย่างไรก็ตาม ค่าความหนาแน่นของวัสดุไม่มีผลที่เด่นชัดต่อสมบัติของวัสดุเมื่อเปรียบเทียบกับปัจจัยอื่น เช่น ปริมาณรูพรุน ขนาดของเกรน เป็นต้น

จากรูปที่ 4.7 พบว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนในตัวอย่างเพิ่มมากขึ้น ปริมาณรูพรุนของชิ้นงานมีค่าลดลง จากความสัมพันธ์ดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณเซอร์คอนที่เพิ่มขึ้นในตัวอย่าง

ช่วยเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบ และหากเปรียบเทียบตัวอย่างที่ 1 กับตัวอย่างที่ 2 พบว่าการเติมเซอร์คอนในอะลูมินา สามารถลดอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินาได้ ซึ่งสามารถยืนยันได้จากปริมาณรูพรุนของชิ้นงานที่ลดลงหลังเติมเซอร์คอน ผลการทดลองดังกล่าว สอดคล้องกับแผนภูมิวิภูภาคในรูปที่ 4.8 และสอดคล้องกับผลการทดลองของ Cemail Aksel (2003)



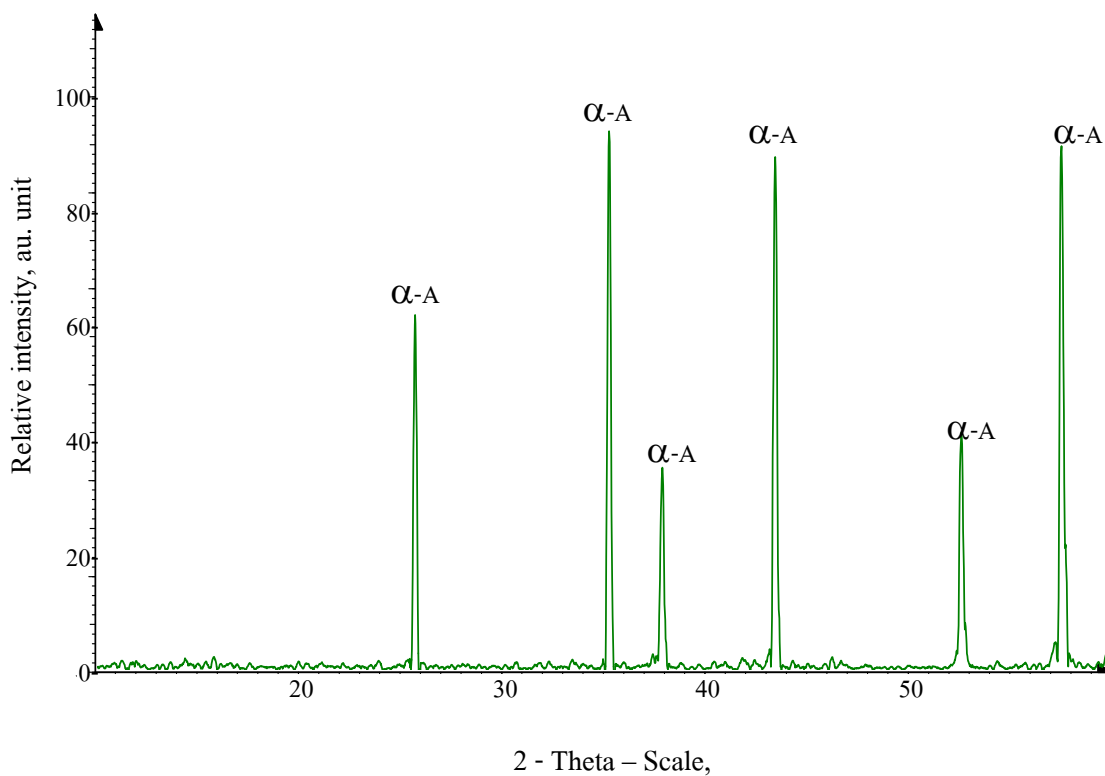
รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณรูพรุนกับปริมาณเซอร์คอน



รูปที่ 4.8 แสดงแผนภูมิวิภูภาคของระบบ อะลูมินา ซิลิกาและเซอร์โคเนีย

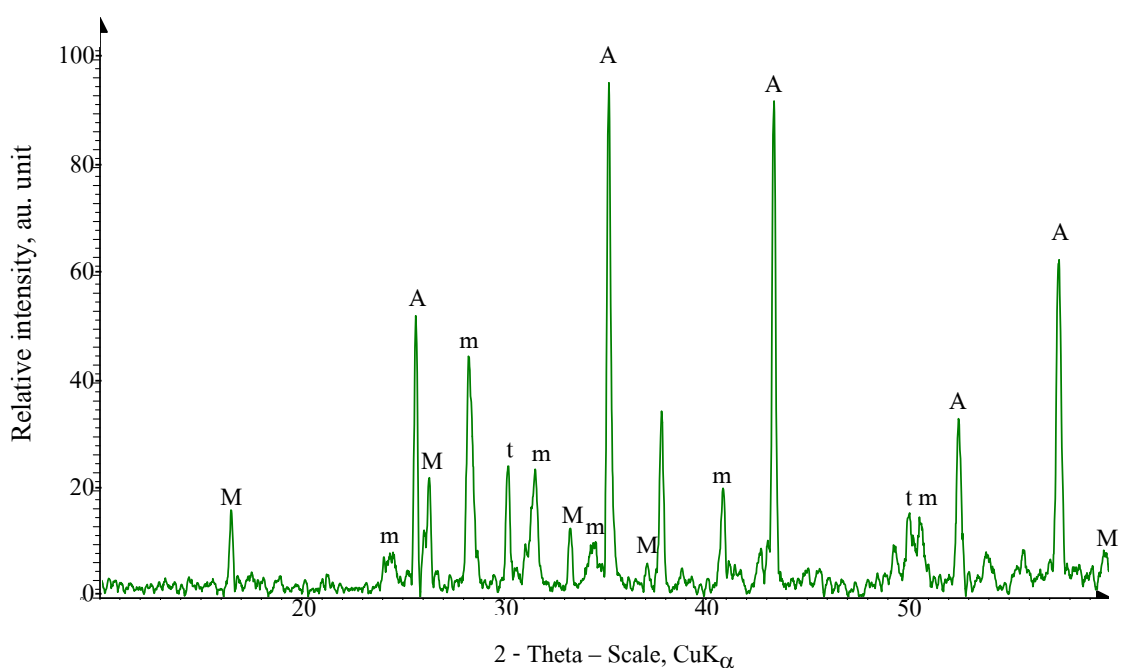
4.2.2 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค

รูปที่ 4.9 แสดงผลการวิเคราะห์ทางวัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ของชิ้นงานผ่านการเผาผนึกซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก แสดงพีคของอัลฟาอะลูมินาซึ่งมีลักษณะเหมือนกับXRD แพทเทิร์น ของผงอะลูมินาซึ่งแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.9 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานหลังผ่านการเผาผนึกประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก โดย α-A แสดงวัฏภาคของอัลฟาอะลูมินา

รูปที่ 4.10 แสดงผลการวิเคราะห์วัฏภาคของตัวอย่างซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนักและเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากรูปพบว่าหลังการเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบ จะประกอบไปด้วยวัฏภาคของ มุลไลต์ (Card number 00-015-0776) $t\text{-ZrO}_2$ (Card number 01-089-9067) และ $m\text{-ZrO}_2$ (Card number 00-037-14841) วัฏภาคเหล่านี้เกิดจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก จากรูปไม่พบฟีกของเซอร์คอนและซิลิกา



รูปที่ 4.10 แสดง XRD แพทเทิร์น ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดย น้ำหนัก และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาค ของ อะลูมินา มุลไลต์ $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

ตารางที่ 4.4 และ รูปที่ 4.11 แสดงการเปรียบเทียบการวิเคราะห์วัฏภาคของวัสดุเชิง ประกอบซึ่งมีปริมาณเซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าเมื่อเซอร์ คอนในตัวอย่างมีปริมาณเพิ่มขึ้น ปริมาณวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$ จะลดลง เนื่องจากเมื่อตัวอย่างมี ปริมาณของเซอร์คอนเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ปริมาณของเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นตาม ในตัวอย่างที่มี ปริมาณเซอร์โคเนียมากระยะห่างระหว่างอนุภาคจะลดลง จึงส่งผลทำให้การโตของเกรนเกิดได้ง่าย ซึ่งเซอร์โคเนียที่มีขนาดใหญ่จะเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ได้ง่าย จึงเป็นผลให้ปริมาณ

ของ $t\text{-ZrO}_2$ ลดลงเมื่อตัวอย่างมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น (S.Pochazka, J.S.wallace and N. Claussen, 1983) และเหตุผลอีกประการ เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์คอนในตัวอย่างจะทำให้ อุณหภูมิการเผาผนึกของตัวอย่างลดลง (ยืนยันได้จากการลดลงของปริมาณรูพรุนดังแสดงในตาราง ที่ 4.3 และรูปที่ 4.8) จึงส่งผลทำให้เกิดการโตของเกรน

จากตารางที่ 4.4 และ รูปที่ 4.11 พบว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นปริมาณของมูล ไลท์ก็มี แนวโน้มเพิ่มตามไปด้วย เนื่องจากเมื่อมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นซึลิกาซึ่งเกิดจากการแตก ตัวของเซอร์คอนก็จะมีปริมาณที่เพิ่มขึ้นตาม ส่งผลให้ซึลิกาเกิดปฏิกิริยากับอะลูมินามากขึ้น จึงเป็น ผลให้ปริมาณมูลไลท์เพิ่มขึ้น

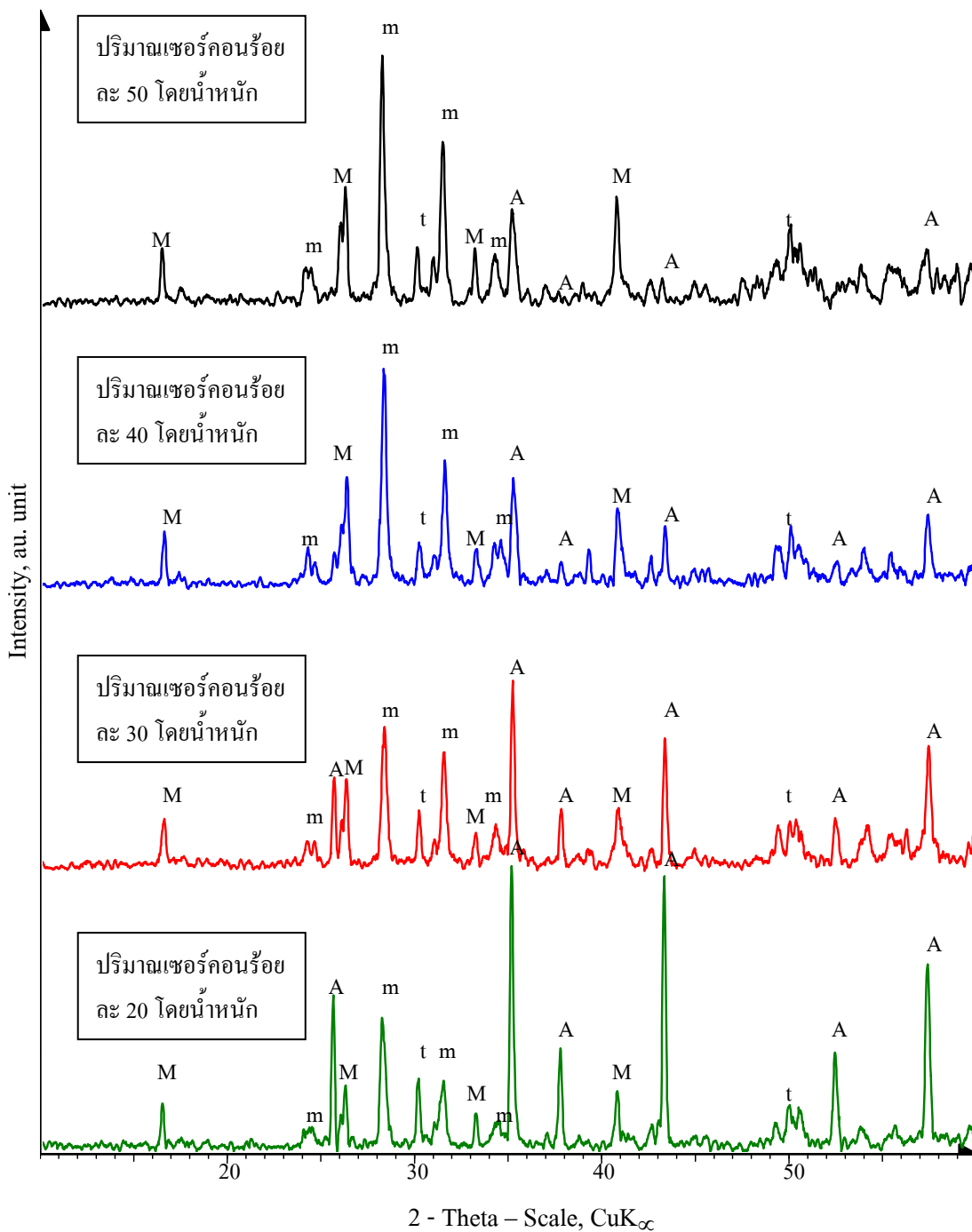
อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.11 พบว่าในทุกตัวอย่างไม่สามารถสังเกตเห็นฟิสิกของ ซึลิกาแสดงให้เห็นว่าซึลิกาที่เกิดจากการแตกตัวของเซอร์คอน ได้เกิดปฏิกิริยากับอะลูมินาอย่าง สมบูรณ์ในทุก ตัวอย่าง

ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณของวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ และมูลไลท์โดยประมาณ

ตัวอย่าง ที่	ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณเซอร์คอน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณของวัฏภาค (ร้อยละ)	
			$t\text{-ZrO}_2^*$	มูลไลท์**
1	100	0	0	0
2	80	20	26	12
3	70	30	19	28
4	60	40	12	46
5	50	50	12	64

* เป็นค่าประมาณจากสัดส่วนระหว่าง $t\text{-ZrO}_2$ กับ $m\text{-ZrO}_2$ (ดังแสดงการคำนวณในหัวข้อ 3.3.7)

** เป็นค่าประมาณจากสัดส่วนระหว่างอะลูมินา กับ มูลไลท์(ดังแสดงการคำนวณในหัวข้อ 3.3.7)



รูปที่ 4.11 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย เซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา มุลไลต์ $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

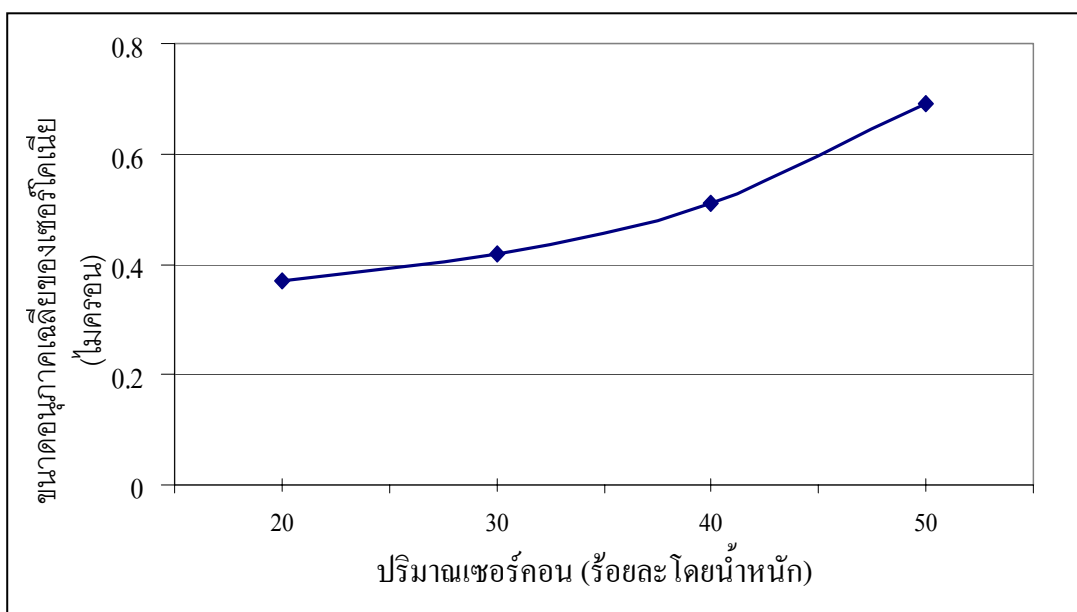
4.2.3 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

ตารางที่ 4.5 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย

ตัวอย่างที่	ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณเซอร์คอน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย* (ไมครอน)
1	80	20	0.37
2	70	30	0.42
3	60	40	0.51
4	50	50	0.69

*หมายเหตุ : เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวัดอนุภาคเซอร์โคเนียด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จำนวน 150 อนุภาค

ตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.12 แสดงการเปรียบเทียบผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย พบว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเซอร์โคเนียมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นดังเหตุผลที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 4.2.2

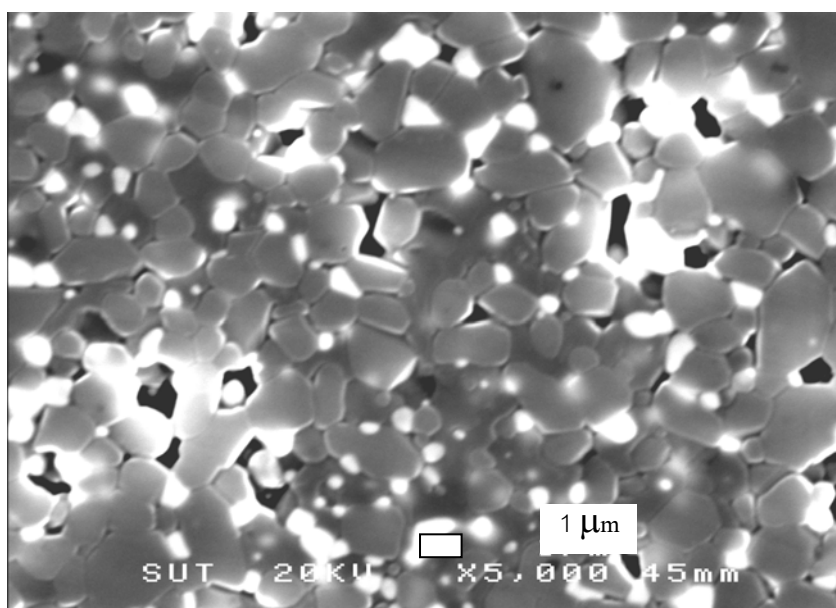


รูปที่ 4.12 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

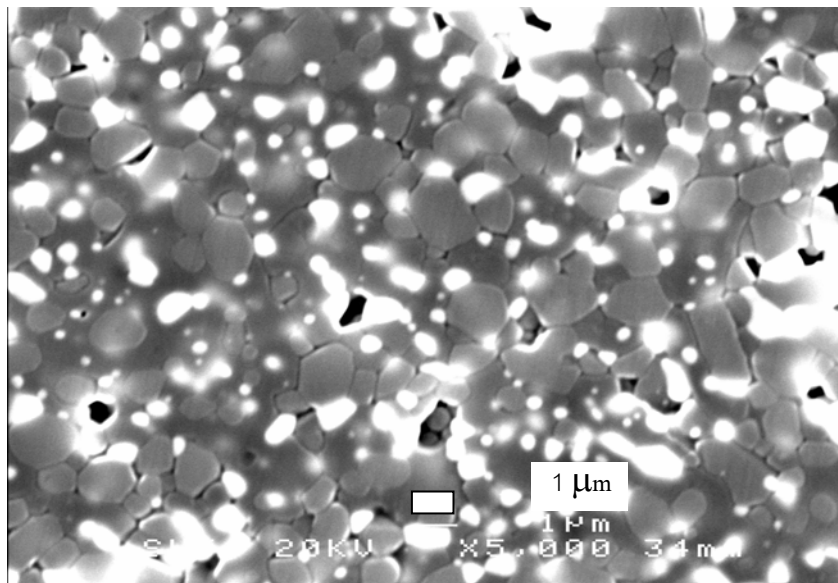
4.2.4 ผลของปริมาณเซอร์คอนที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค

รูปที่ 4.13 แสดงรูปไมโครกราฟของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จุดสีขาวในรูปแสดงวัฏภาคของเซอร์โคเนีย พื้นสีเทาแสดงวัฏภาคของอะลูมินาและจุดสีดำแสดงรูพรุน อย่างไรก็ตามวัฏภาคของมุลไลต์ไม่สามารถสังเกตเห็นได้จากรูปแต่สามารถยืนยันการเกิดขึ้นของวัฏภาคมุลไลต์ได้จากXRDแพทเทิร์นในรูปที่ 4.11

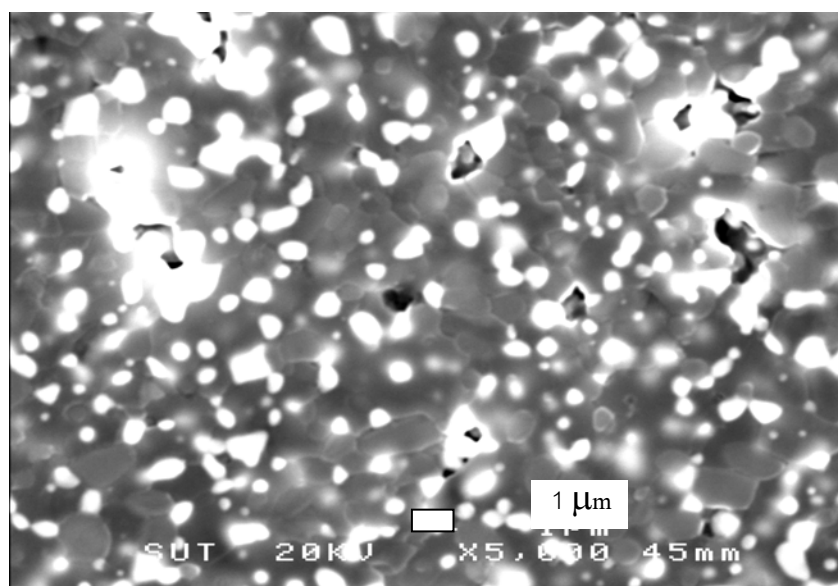
จากรูปแสดงให้เห็นว่า เมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มมากขึ้นจำนวนของเซอร์โคเนียมีแนวโน้มมากขึ้น และมีขนาดโตขึ้น ในรูปที่ 4.13(ง) แสดงให้เห็นว่าระยะห่างระหว่างอนุภาคเซอร์โคเนีย ลดลง อย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับรูป 4.13 (ก) และในรูปที่ 4.13 (ง) ยังพบว่าอนุภาคของเซอร์โคเนียบางกลุ่ม ซึ่งอยู่ใกล้กันมากมีการรวมตัวกันส่งผลให้ขนาดอนุภาคโตขึ้นซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.3 ยิ่งไปกว่านั้นรูปที่ 4.13 ยังแสดงให้เห็นว่าปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.1



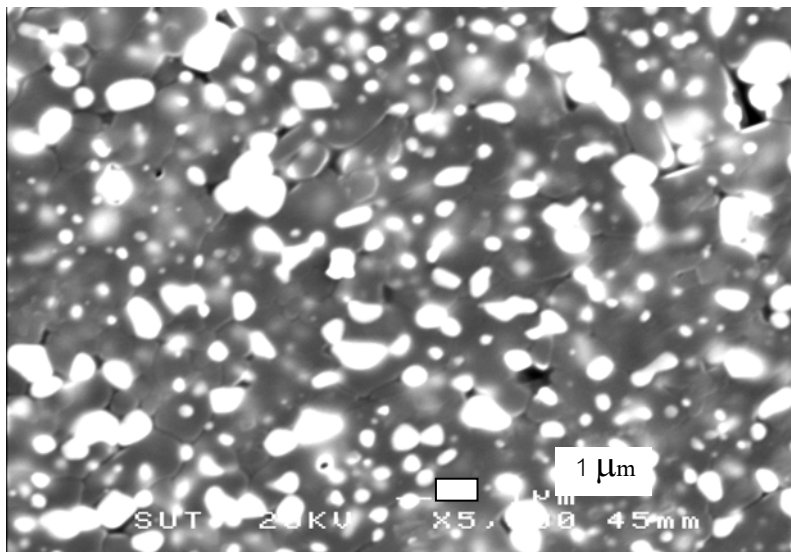
รูปที่ 4.13 (ก) วัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.13 (ข) วัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยเซอร์คอนร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.13 (ค) วัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยเซอร์คอนร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.13 (ง) วัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยเซอร์คอนร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

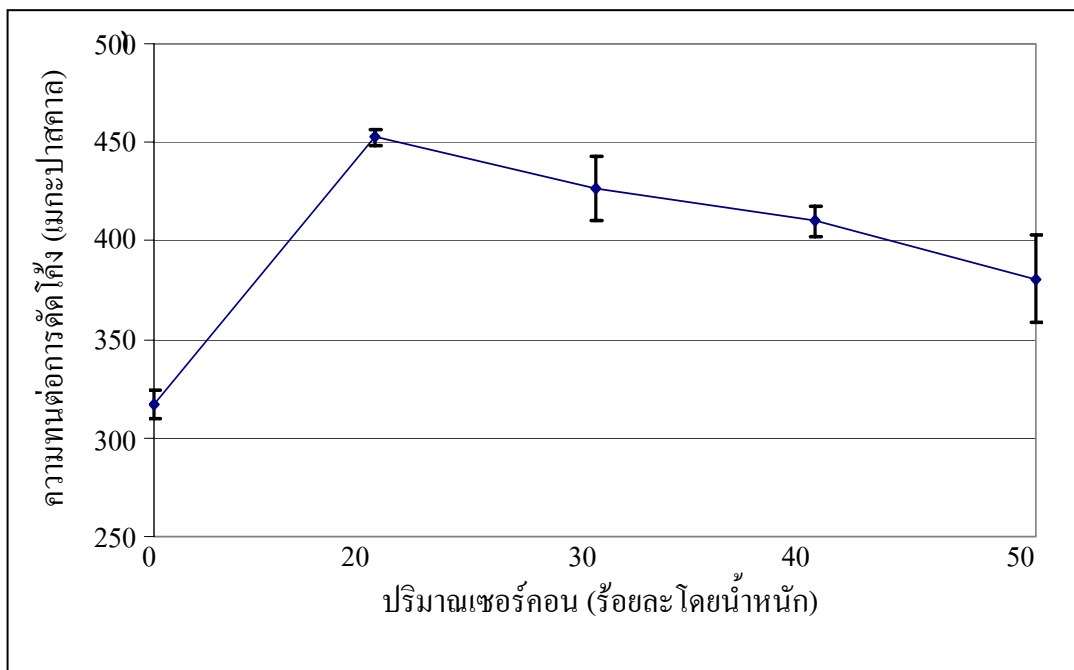
รูปที่ 4.13 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2.5 ผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งผ่านการเผาที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ปริมาณสารตั้งต้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสคาล)	ความเหนียว (เมกกะปาสคาล·เมตร ^{0.5})	ความแข็ง (จิกะปาสคาล)
อะลูมินา	เซอร์คอน			
100	0	317 ± 7.2	4.14 ± 0.24	16.01 ± 0.31
80	20	453 ± 4.1	5.16 ± 0.28	15.42 ± 0.32
70	30	427 ± 16.5	4.80 ± 0.15	14.24 ± 0.16
60	40	410 ± 7.6	4.59 ± 0.12	13.17 ± 0.28
50	50	381 ± 22.3	4.05 ± 0.25	11.54 ± 0.12

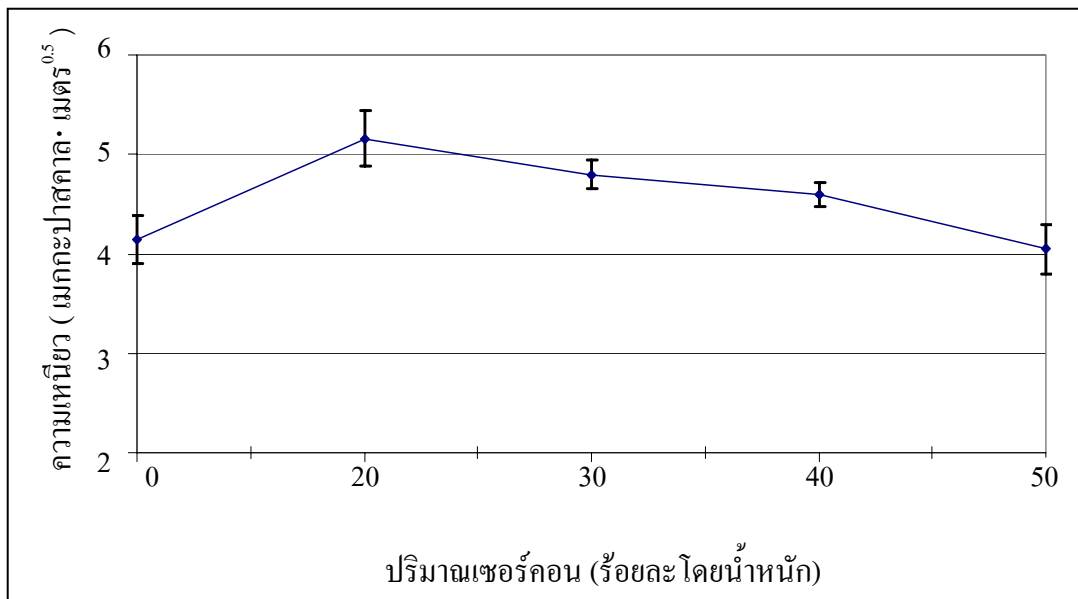
หมายเหตุ : ทดสอบซ้ำจำนวน 5 ครั้ง



รูปที่ 4.14 แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

เมื่อเปรียบเทียบวัสดุที่เติมเชอร์คอนกับวัสดุที่ไม่เติมเชอร์คอน พบว่าวัสดุที่เติมเชอร์คอนมีค่าความทนต่อการดัดโค้งเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.14 เนื่องจากเชอร์คอนช่วยลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบ ดังอธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 และ จากรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าเกิดวัฏภาคมูลไธท์ขึ้นในวัสดุที่เติมเชอร์คอน ซึ่งวัฏภาคมูลไธท์ที่เกิดขึ้นนี้มีส่วนช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุเชิงประกอบ (Cemail Aksel)

อย่างไรก็ตามพบว่าหลังจากเพิ่มปริมาณเชอร์คอนจากร้อยละ 20 เป็น 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงตามลำดับ ซึ่งเป็นผลจากการลดลงของปริมาณอะลูมินา ปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ลดลงมีผลต่อความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ โดยจากผลงานการตีพิมพ์ของ G. Oranget et al. (1985) อธิบายว่าการพัฒนาความเหนียวและความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบ มูลไธท์-เชอร์โคเนีย จะให้ผลที่ดี หากในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณของวัฏภาคที่มีความแข็งแรงและโมดูลัสที่สูงในปริมาณมาก และนอกจาก นี้ยังพบว่า การลดปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบลงจากร้อยละ 72 โดยปริมาตร เป็น ร้อยละ 26 โดยปริมาตร จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงลดลงจาก 330 เมกะปาสคาล เหลือ 270 เมกะปาสคาล และความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงจาก 5.25 เหลือ 4.6 เมกะปาสคาล·เมตร^{0.5}

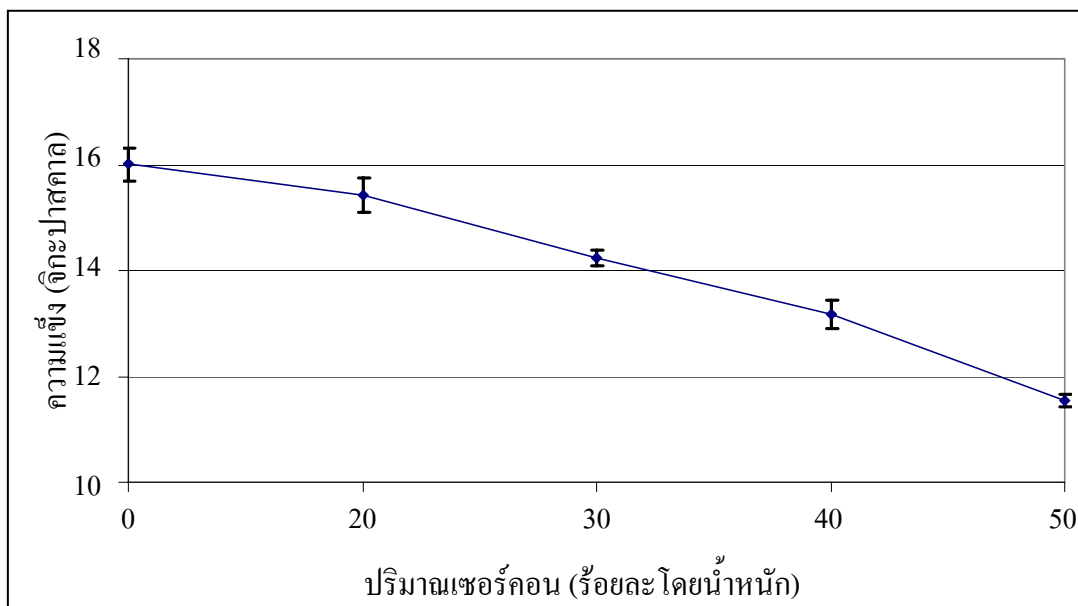


รูปที่ 4.15 แสดงความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไท์-เซอร์โคเนีย

เมื่อเปรียบเทียบความเหนียว ระหว่างวัสดุที่เติมเซอร์คอนกับวัสดุที่ไม่เติมเซอร์คอน พบว่าวัสดุที่เติมเซอร์คอนมีความเหนียวเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.15 เนื่องจากการเติมเซอร์คอนในวัสดุ จะส่งผลให้เกิดวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$ ขึ้นภายในวัสดุ ซึ่งวัฏภาคดังกล่าวมีผลในการ ช่วยเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุ โดยกระบวนการการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคจึงเป็นสาเหตุทำให้วัสดุที่เติมเซอร์คอนมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น

อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.15 พบว่าเมื่อเพิ่มเซอร์คอนในปริมาณที่มากขึ้นค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบกลับลดลง โดยมีสาเหตุมาจากการลดลงของปริมาณอะลูมินา (G. Orangr et al.) และ $t\text{-ZrO}_2$ (Annamaria Celli et al., 2003) ประกอบกับเมื่อวัสดุมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานจะลดลง ดังนั้นความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยแตกจึงลดลง จึงเป็นผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบลดลงเมื่อมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.16 แสดงให้เห็นว่าค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มที่ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์คอน เป็นผลมาจากการลดลงของปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ เนื่องจากอะลูมินามีความแข็งมากกว่าเซอร์โคเนียและมุลไท์ ดังนั้นเมื่อวัสดุมีปริมาณอะลูมินาลดลงจึงเป็นผลให้ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบลดลง ซึ่งคำอธิบายดังกล่าวสอดคล้องกับผลงานวิจัยของ D. Casellas, M.M. Nagl, Llanes, และ M. Anglada (2003)

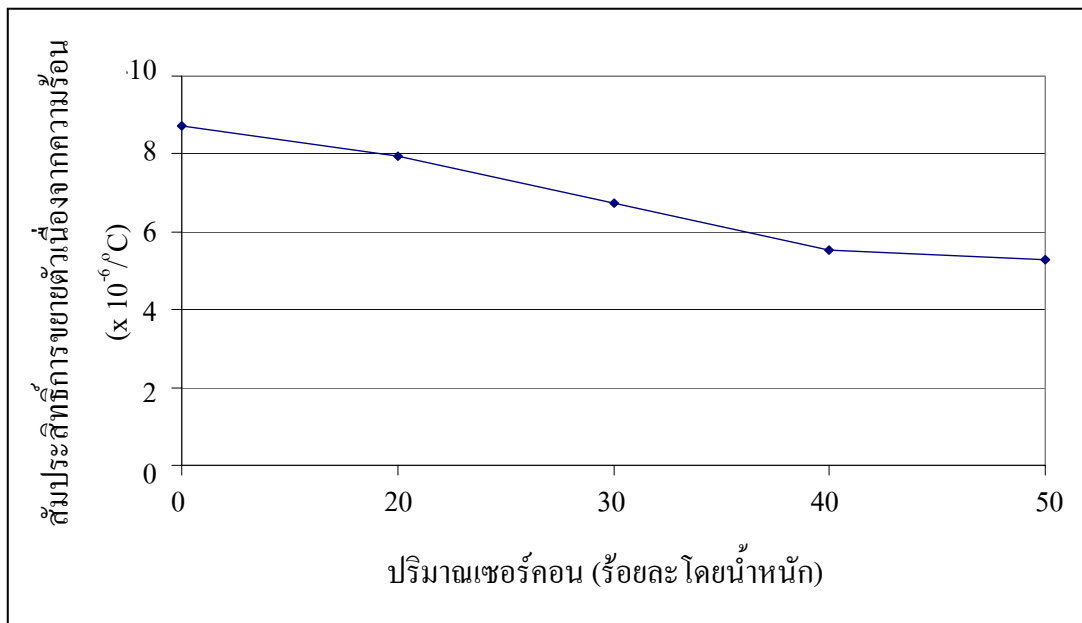


รูปที่ 4.16 แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

4.2.6 ผลของปริมาณเซอ์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ตารางที่ 4.7 แสดงผลของเซอ์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบในช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C

ปริมาณสารตั้งต้น (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)		ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
อะลูมินา	เซอ์คอน	
100	0	8.71
80	20	7.93
70	30	6.75
60	40	5.54
50	50	5.27



รูปที่ 4.17 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ

จากตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.17 พบว่าเมื่อปริมาณของเซอ์คอนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลง เนื่องจากเมื่อปริมาณเซอ์คอนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ปริมาณมูลไคท์ในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นตาม ซึ่ง ปริมาณมูลไคท์ที่เพิ่มขึ้นจะมีผลให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบลดลง (Nicholas P.Cheremisinoff)

4.2.7 ผลของปริมาณเซอ์คอน ต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลังของวัสดุเชิงประกอบ

การทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลัง ของวัสดุเชิงประกอบ จะทำการทดสอบที่ความต่างของอุณหภูมิ 28°C กับ 1000°C จำนวน 30 รอบ โดยใช้ลมเย็นในการทำให้ตัวอย่างเกิดการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว

ตารางที่ 4.8 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดย ฉับพลัน
ของวัสดุเชิงประกอบ

ปริมาณสารตั้งต้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัดโค้งที่ลดลง (ร้อยละ)
อะลูมินา	เซอร์คอน	ก่อนการทดสอบ	หลังการทดสอบ	
100	0	317 ± 7.2	207 ± 26.4	34.74 ± 12.74
80	20	453 ± 4.1	389 ± 32.8	14.13 ± 8.43
70	30	427 ± 16.5	394 ± 25	7.53 ± 6.34
60	40	410 ± 7.6	386 ± 16	5.92 ± 4.08
50	50	381 ± 22.3	328 ± 16.5	13.76 ± 5.02

หมายเหตุ: ค่าเฉลี่ยจากการวัดจำนวน 5 ตัวอย่าง

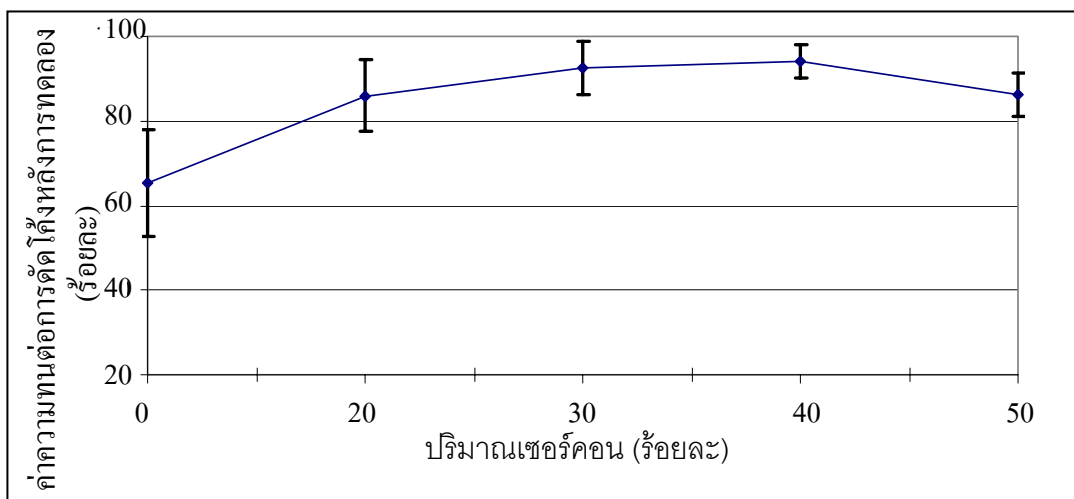
จากตารางที่ 4.8 และ รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าเมื่อวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณมูลไธท์มากขึ้นความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุจะดีขึ้นเนื่องจาก เมื่อปริมาณมูลไธท์มากขึ้น จะส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบลดลง จึงทำให้ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบดีขึ้น

อย่างไรก็ตามจากตารางที่ 4.8 และ รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นจนถึงปริมาณร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก จะพบว่าความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบจะลดลง ทั้งนี้เนื่องจากส่วนผสมนี้จะมีขนาดของรอยร้าวเริ่มต้นในชิ้นงานใหญ่กว่าส่วนผสมอื่น ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณของเซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้นและมีขนาดที่โคขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.19 โดยจากรูปจะสังเกตเห็นว่ารอยร้าวบริเวณขอบเกรนของเซอร์โคเนียในส่วนผสมนี้จะมีขนาดใหญ่กว่าส่วนผสมอื่นอย่างเห็นได้ชัด

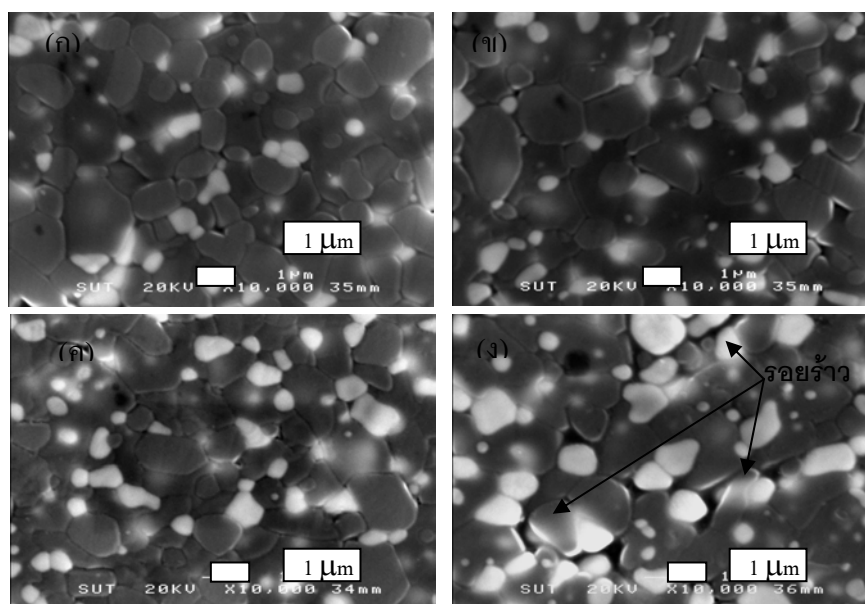
Nicholas P. Cheremissinoff อธิบายการเกิดรอยแตกในชิ้นงานเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันว่า การเกิดรอยแตกในวัสดุเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันจะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อความเค้น (Stress) ที่เกิดจากผลของการเปลี่ยนอุณหภูมิโดยฉับพลัน นั้นมีค่ามากกว่าค่าความแข็งแรงของวัสดุ

ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ว่า สาเหตุที่ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบลดลงอาจเกิดจากวัสดุมีรอยร้าวเริ่มต้นขนาดใหญ่ ซึ่งรอยร้าวดังกล่าวช่วยส่งเสริมให้ การเกิดรอยแตกในชิ้นงานเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันสามารถ

เกิดได้ง่ายขึ้นหรือกล่าวอีกนัยหนึ่งได้ว่ารอยร้าวเริ่มต้นดังกล่าว จะส่งผลให้ความทนต่อความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลันลดลง



รูปที่ 4.18 แสดงผลของเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลัน



รูปที่ 4.19 แสดงรอยร้าวเริ่มต้นบริเวณขอบเกรนของเซอร์โคเนียโดยรูป (ก) (ข) (ค) และ (ง) แสดงวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยเซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนักตามลำดับ

4.3 ผลของสารเติมแต่ง ต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.2 พบว่าวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนักและเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด ดังนั้นการศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบจึงได้เลือกวัสดุเชิงประกอบดังกล่าวมาทำการศึกษา

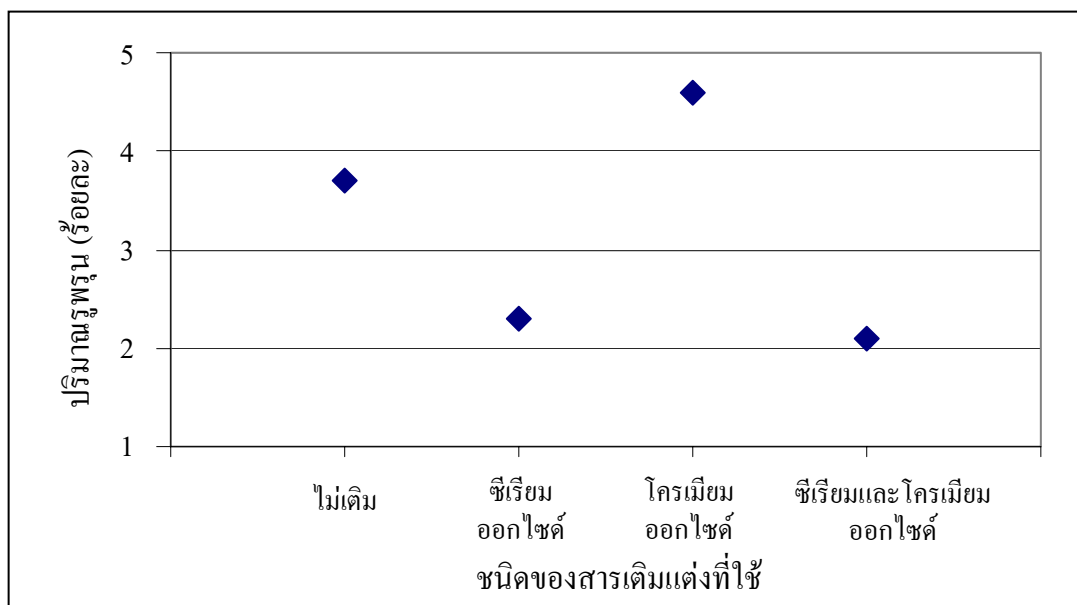
4.3.1 ผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

ตารางที่ 4.9 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น และ ปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

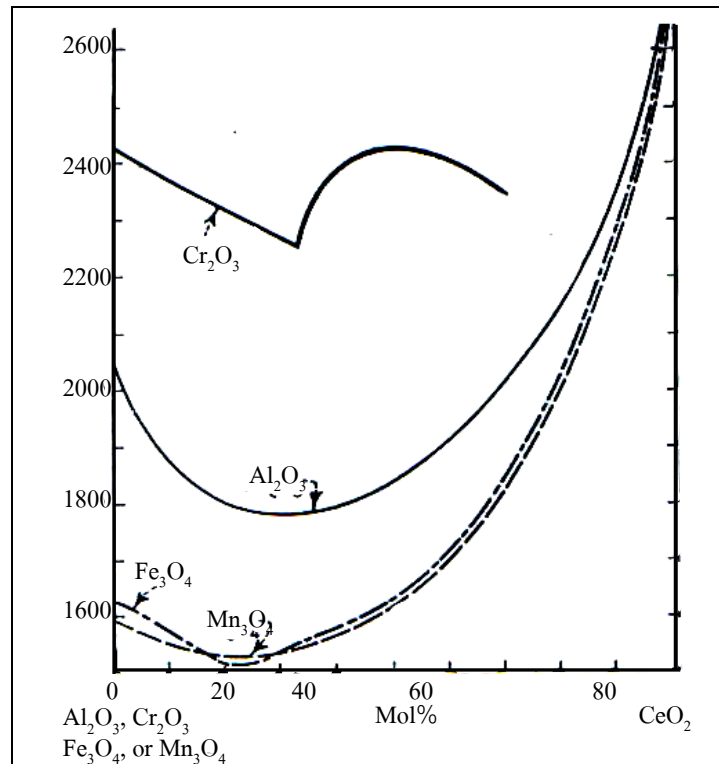
ตัวอย่าง ที่	ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ปริมาณรูพรุน (ร้อยละ)
	ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์		
1	-	-	3.73	3.7
2	1.5	-	3.83	2.3
3	-	1.5	3.72	4.6
4	1.5	1.5	3.84	2.1

จากตารางที่ 4.9 และ รูปที่ 4.20 พบว่าเมื่อเติมซีเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบจะลดลง เนื่องจากซีเรียมออกไซด์ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดความหนาแน่น (Densification rate) ของวัสดุเชิงประกอบ (Wen-Cheng J Wei, H.C. Kao และ M.H. Lo, 1996) และหากพิจารณาแผนภูมิวิภูภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์ในรูปที่ 4.21 จะพบว่าซีเรียมออกไซด์สามารถลดอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินาได้ จึงทำให้ซีเรียมออกไซด์ลดอุณหภูมิการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบเช่นกัน เนื่องจากวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณอะลูมินาสูงมากเมื่อเทียบกับวิภูภาคอื่นและเมื่อพิจารณาผลของโครเมียมออกไซด์ต่อวัสดุเชิงประกอบพบว่าผลที่ได้มีผลในทำนองเดียวกันกับผลของโครเมียมออกไซด์ต่ออะลูมินา กล่าวคือโครเมียมออกไซด์มีผลในการลดความสามารถในการเผาผนึกของอะลูมินา (Smothors and Reynolds, quoted in Walter H. Gitzzen, 1997) ซึ่งจากรูปที่ 4.20 แสดงให้เห็นว่าการเติมโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบมีผลทำให้ความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบลดลงจึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น และหากพิจารณาแผนภูมิวิภูภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์ในรูปที่ 4.22 จะพบว่าโครเมียมออกไซด์มีผลในการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินา จึงเป็นไปได้ว่าโครเมียมออกไซด์ส่งผลต่อวัสดุเชิงประกอบในทำนองเดียวกัน อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อ

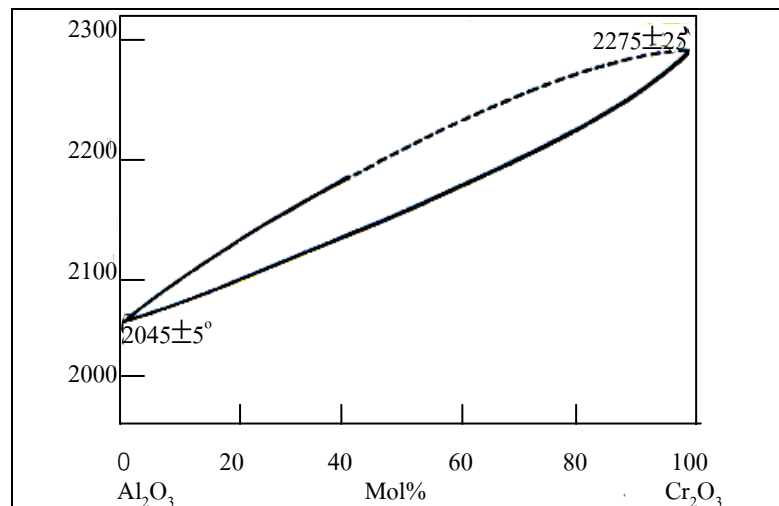
ใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดร่วมกัน ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบจะลดลง อาจเป็นผลมาจาก ซิเรียมออกไซด์มีผลในการลดอุณหภูมิการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบ ในขณะที่โครเมียมออกไซด์มีผลในการยับยั้งการโตของเกรน (แสดงในตารางที่ 4.11 หัวข้อที่ 4.3.3) จึงทำให้รูพรุนในวัสดุลดลง เนื่องจากรูพรุนภายในวัสดุสามารถเคลื่อนตัวออกจากวัสดุได้ทันก่อนที่กระบวนการโตของเกรนจะสิ้นสุดลง (Michel W. Barsoum, 1997)



รูปที่ 4.20 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

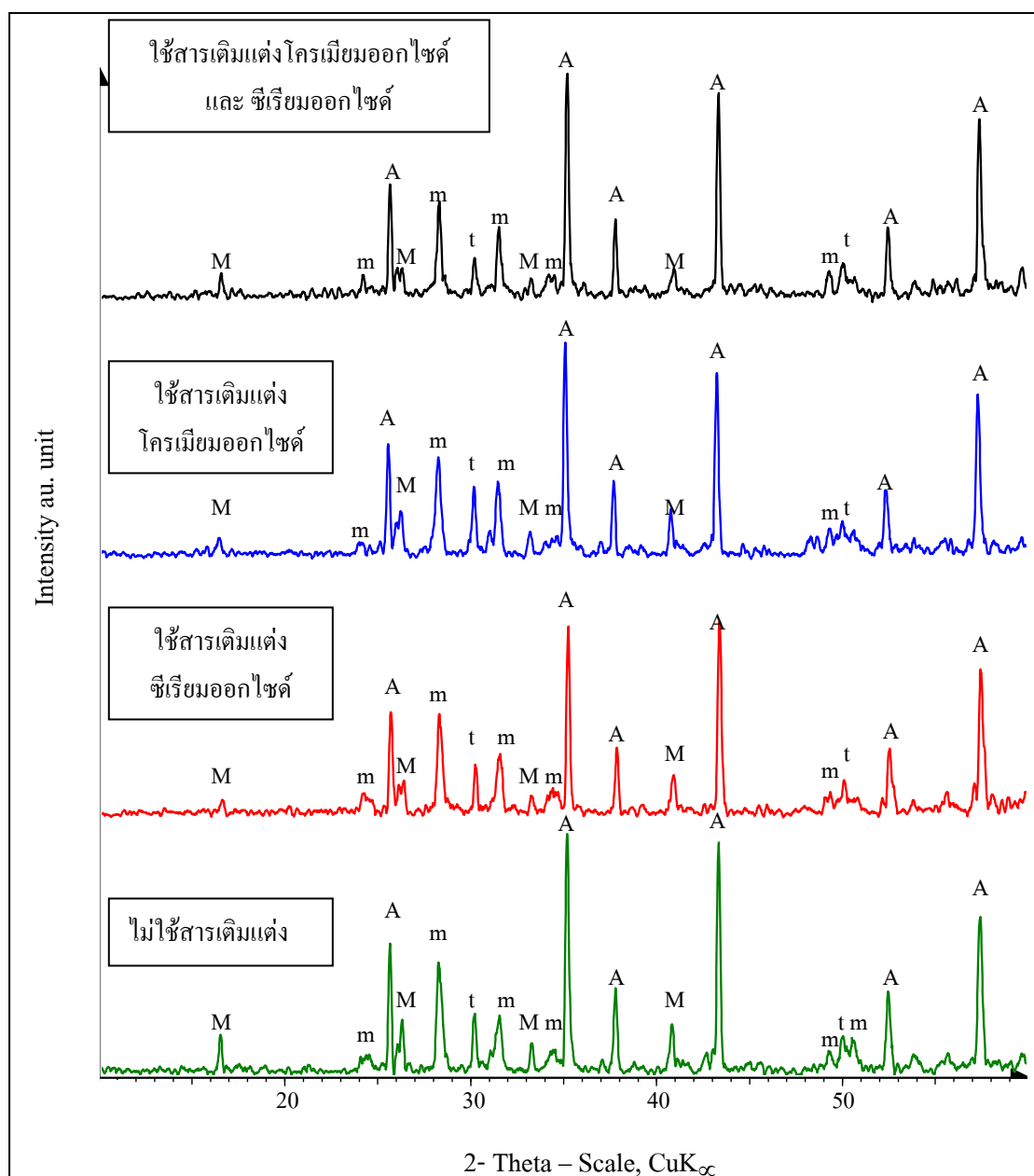


รูปที่ 4.21 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์
(H. Von Wartenberg and K. Eckhardt, 1937)



รูปที่ 4.22 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์ (E.N. Bunting, 1931)

4.3.2 ผลของสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค



รูปที่ 4.23 แสดง XRD แพทเทิร์น ของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งที่ต่างกัน โดย A, M, m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา โมลไท์ m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ

ตารางที่ 4.10 แสดงปริมาณของวัฏภาค t-ZrO₂ และ มูลไธท์โดยประมาณ

ตัวอย่าง ที่	ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ปริมาณของวัฏภาค (ร้อยละ)	
	ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	t-ZrO ₂ *	มูลไธท์**
1	-	-	26	12
2	1.5	-	25	10
3	-	1.5	27	10
4	1.5	1.5	23	12

* เป็นค่าประมาณจากสัดส่วนระหว่าง t-ZrO₂ กับ m-ZrO₂ (ดังแสดงการคำนวณในหัวข้อ 3.3.7)

**เป็นค่าประมาณจากสัดส่วนระหว่างอะลูมินา กับ มูลไธท์ (ดังแสดงการคำนวณในหัวข้อ 3.3.7)

จากรูปที่ 4.23 และ ตารางที่ 4.10 พบว่าเซอร์คอนในวัสดุเชิงประกอบทุกตัวอย่าง เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ และ ในวัสดุเชิงประกอบทุกตัวอย่างจะประกอบด้วยวัฏภาคของอะลูมินา มูลไธท์และเซอร์โคเนีย ในอัตราส่วนที่ใกล้เคียงกัน และ จากตารางที่ 4.10 ยังพบว่า สารเติมแต่งที่ใช้ในวัสดุเชิงประกอบอาจไม่มีผลต่อปริมาณ t-ZrO₂ เนื่องจากไม่พบความแตกต่างของปริมาณ t-ZrO₂ อย่างเด่นชัดในตัวอย่างที่เติมหรือไม่เติมสารเติมแต่ง

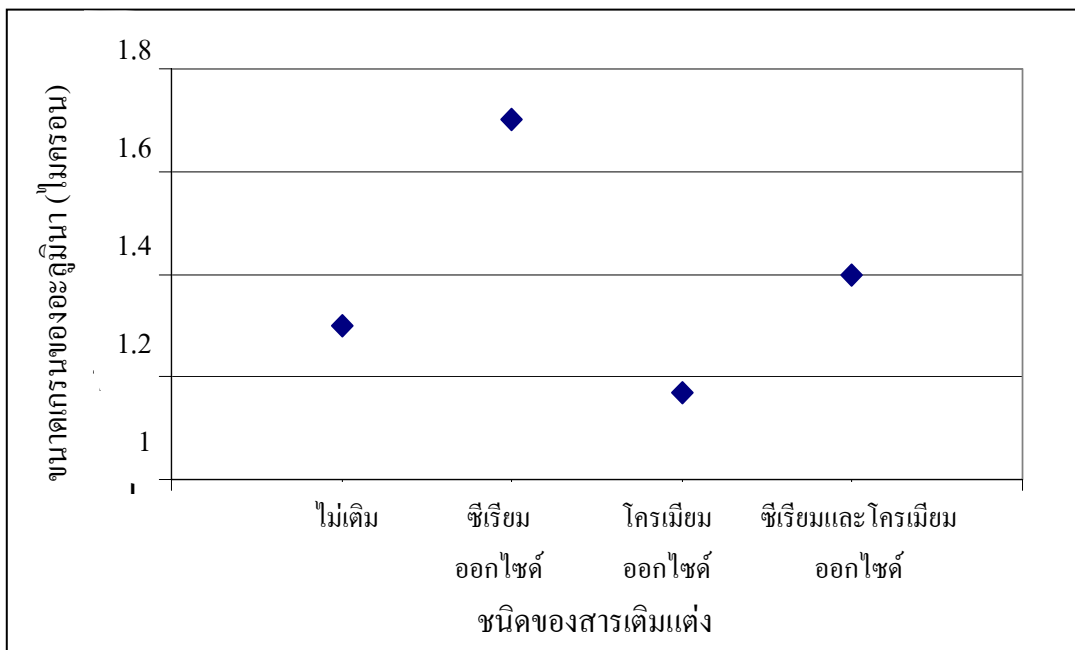
4.3.3 ผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.11 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

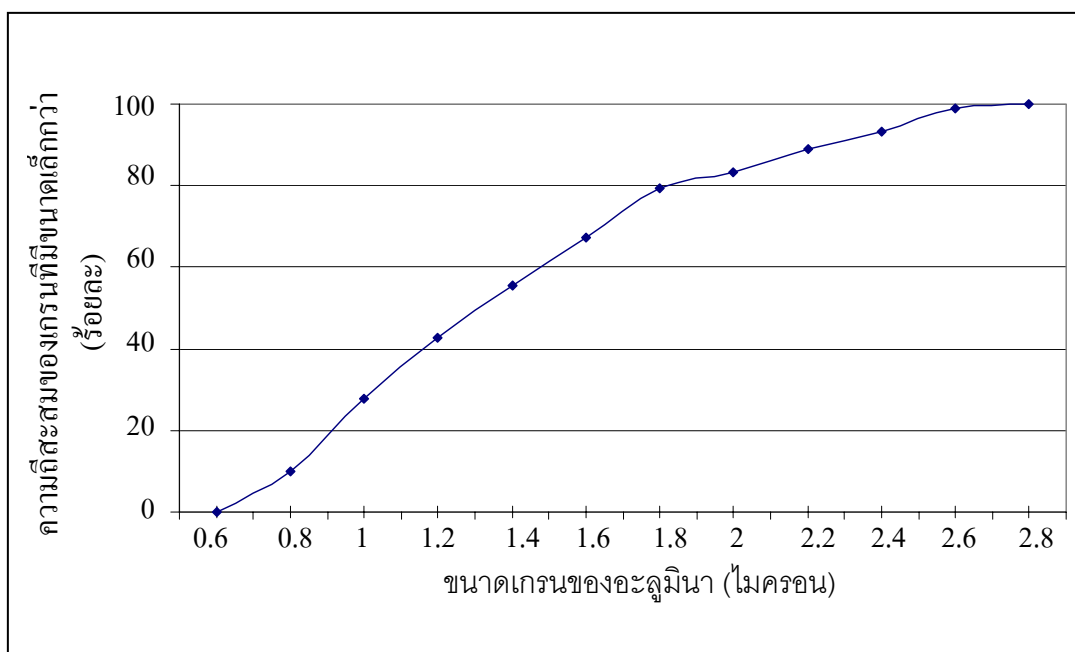
ตัวอย่างที่	ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ขนาดเกรนของอะลูมินา* (ไมครอน)
	ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	
1	0	0	1.30
2	1.5	0	1.70
3	0	1.5	1.17
4	1.5	1.5	1.40

*หมายเหตุ: เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวัดเกรนของอะลูมินาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

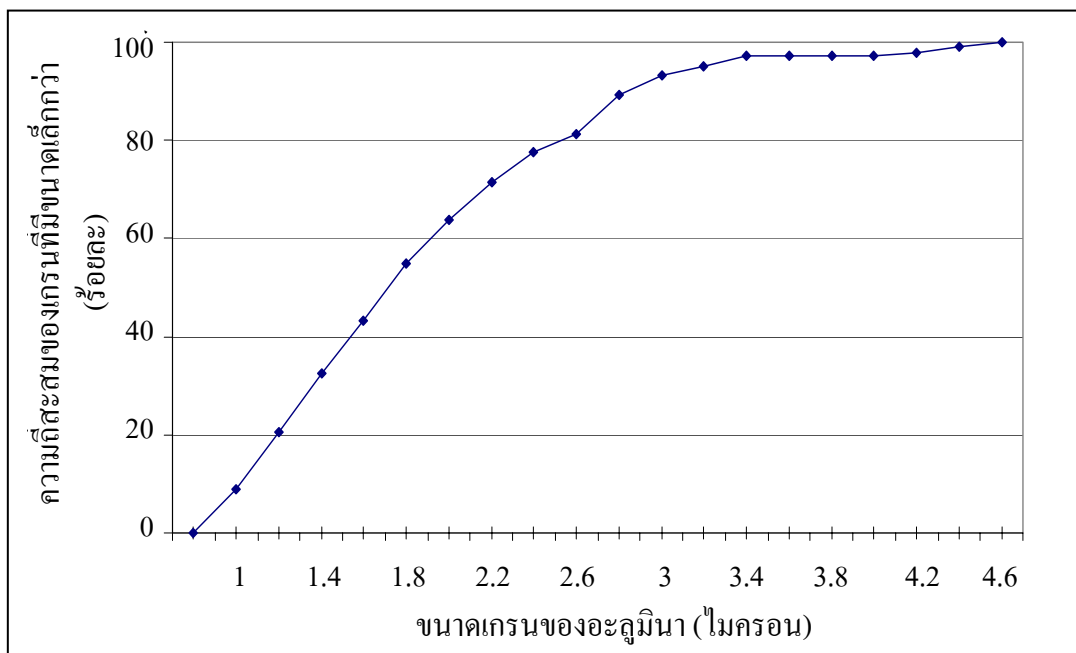
จำนวน 150 เกรน



รูปที่ 4.24 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา



รูปที่ 4.25 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง

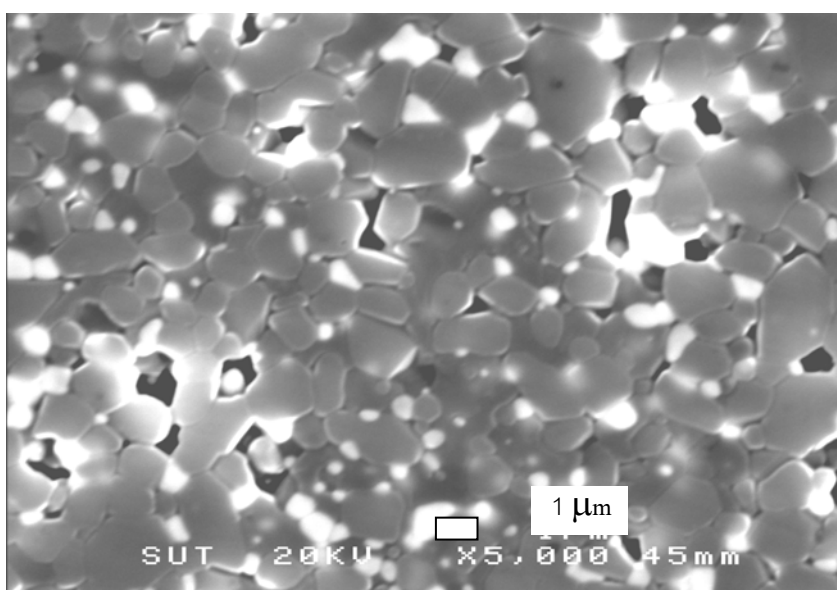


รูปที่ 4.26 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งเป็น ซิเรียมออกไซด์

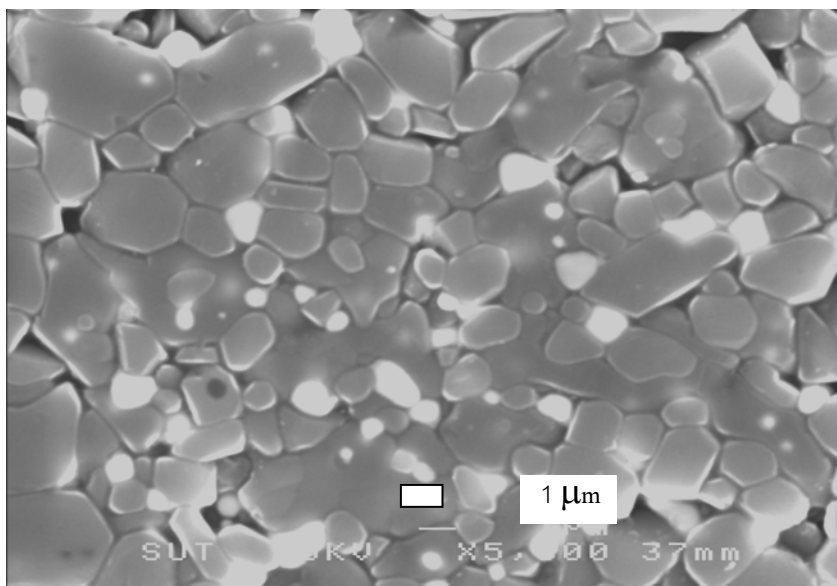
จากตารางที่ 4.11 และ รูปที่ 4.24 พบว่าการเติมซิเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ จะส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบโตขึ้นอย่างเห็นได้ชัด หากเปรียบเทียบรูปที่ 4.25 กับ รูปที่ 4.26 จะพบว่าในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง จะมีขนาดเกรนของอะลูมินาที่ใหญ่กว่าขนาดเกรนของอะลูมินาที่ใหญ่ที่สุด ในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่งประมาณร้อยละ 10 และวัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาที่ใหญ่ที่สุด ในขณะที่ขนาดเกรนของอะลูมินาจะมีขนาดเล็กที่สุดเมื่อใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ทั้งนี้เนื่องจากโครเมียมออกไซด์สามารถยับยั้งการโตของเกรนของอะลูมินาได้ (Smothers and Reynolds) นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อใช้โครเมียมออกไซด์ร่วมกับซิเรียมออกไซด์ ขนาดของเกรนของอะลูมินาจะมีขนาดเล็กกว่าการใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว

4.3.4 ผลของสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค

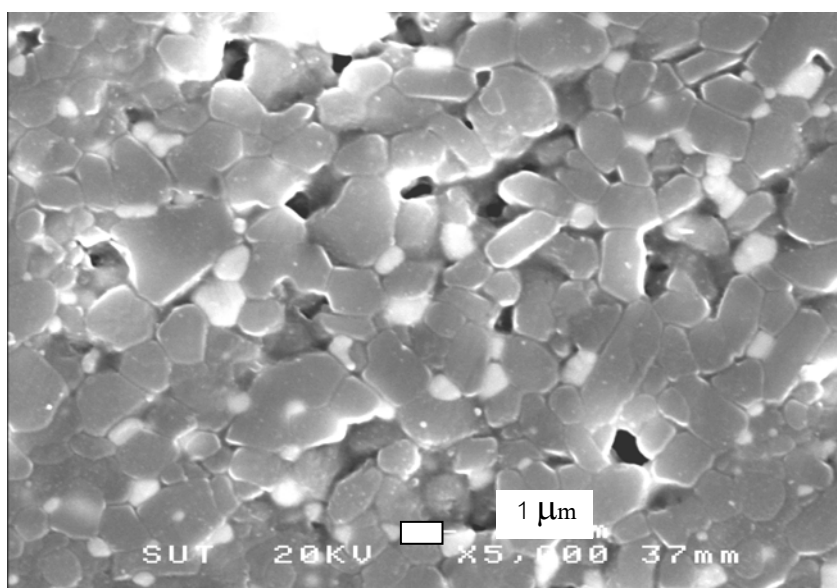
จากรูปที่ 4.27 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ จุดสีขาวในรูปแสดงวัฏภาคของเซอร์โคเนีย พื้นสีเทาแสดงวัฏภาคของอะลูมินา ดังได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.4 จากรูป 4.27 (ข) แสดงให้เห็นปริมาณรูพรุนที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.27 (ก) ในขณะที่ขนาดเกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.27 (ข) มีขนาดโตขึ้นอย่างเห็นได้ชัด รูปที่ 4.27 (ค) แสดงให้เห็นถึงขนาดเกรนของอะลูมินาที่เล็กลง เมื่อเทียบกับรูปที่ 4.27 (ข) แต่มีปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับรูป 4.27 (ก) และ 4.27 (ข) ในขณะที่รูปที่ 4.27 (ง) แสดงโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ จากรูปพบว่าขนาดเกรนของอะลูมินา มีขนาดที่เล็กกว่าการใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูปที่ 4.27 (ข) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 4.3.3



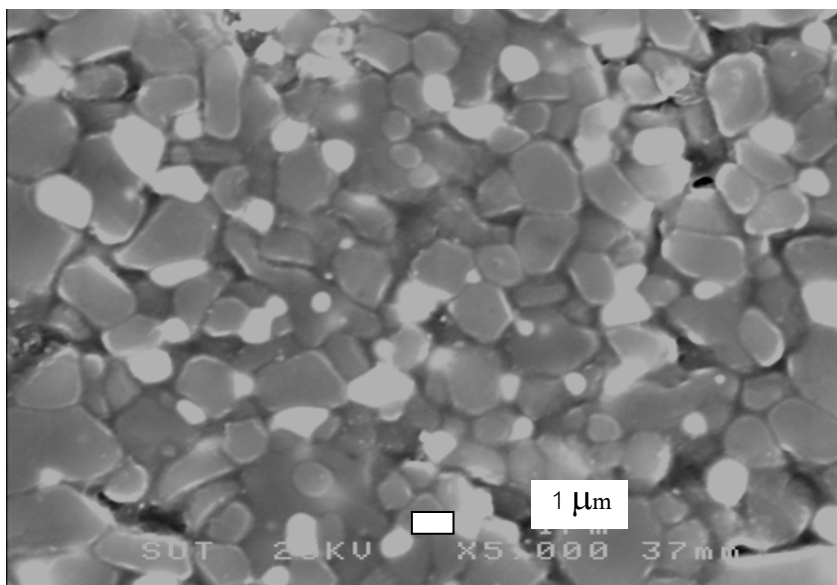
รูปที่ 4.27 (ก) วัสดุเชิงประกอบซึ่งไม่ใช้สารเติมแต่ง



รูปที่ 4.27 (ข) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซิลิเนียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.27 (ค) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.27 (ง) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์

รูปที่ 4.27 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึก ที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

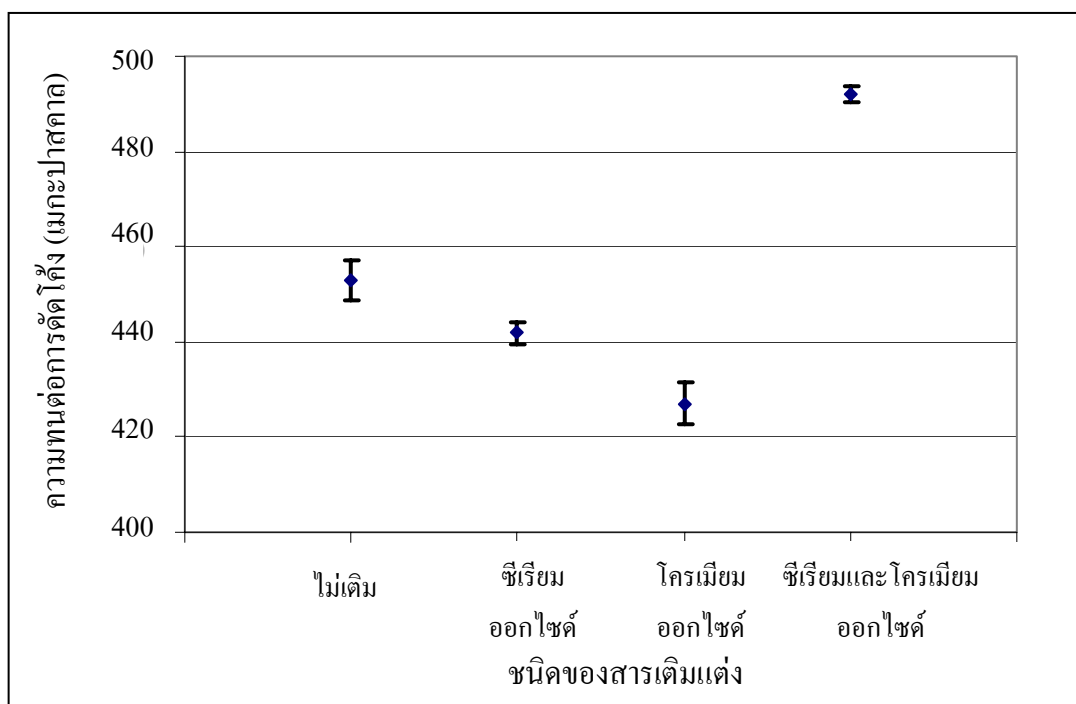
4.3.5 ผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง

ตารางที่ 4.12 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ

ตัวอย่าง ที่	ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสคาล)	ความเหนียว (เมกกะปาสคาล · เมตร ^{0.5})	ความแข็ง (จิกะปาสคาล)
	ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์			
1	0	0	453 ± 4.1	5.16 ± 0.28	15.42 ± 0.32
2	1.5	0	442 ± 2.3	7.28 ± 0.20	16.02 ± 0.33
3	0	1.5	427 ± 4.5	5.58 ± 0.11	16.11 ± 0.42
4	1.5	1.5	492 ± 1.6	6.79 ± 0.19	16.21 ± 0.16

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง

จากรูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ ในวัสดุเชิงประกอบ มีผลให้ความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง เนื่องจากอิทธิพลของซีเรียมออกไซด์ส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงในหัวข้อ 4.3.3 ซึ่งโดยทั่วไปเกรนที่มีขนาดใหญ่จะส่งผลให้ความแข็งแรงของวัสดุลดลง (M.N. Rahaman, 2003, p545) และจากรูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบมีผลให้ความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง เนื่องจากโครเมียมออกไซด์มีผลให้อุณหภูมิการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น จึงส่งผลให้ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มมากขึ้น ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มนี้เป็นสาเหตุให้ความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อใช้สารเติมแต่งทั้ง 2 ชนิด ร่วมกันความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบกลับมีค่าสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งเป็นผลมาจาก ภายในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณรูพรุนที่น้อยและมีขนาดเกรนของอะลูมินาที่เล็กลงเมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 และ 4.3.3

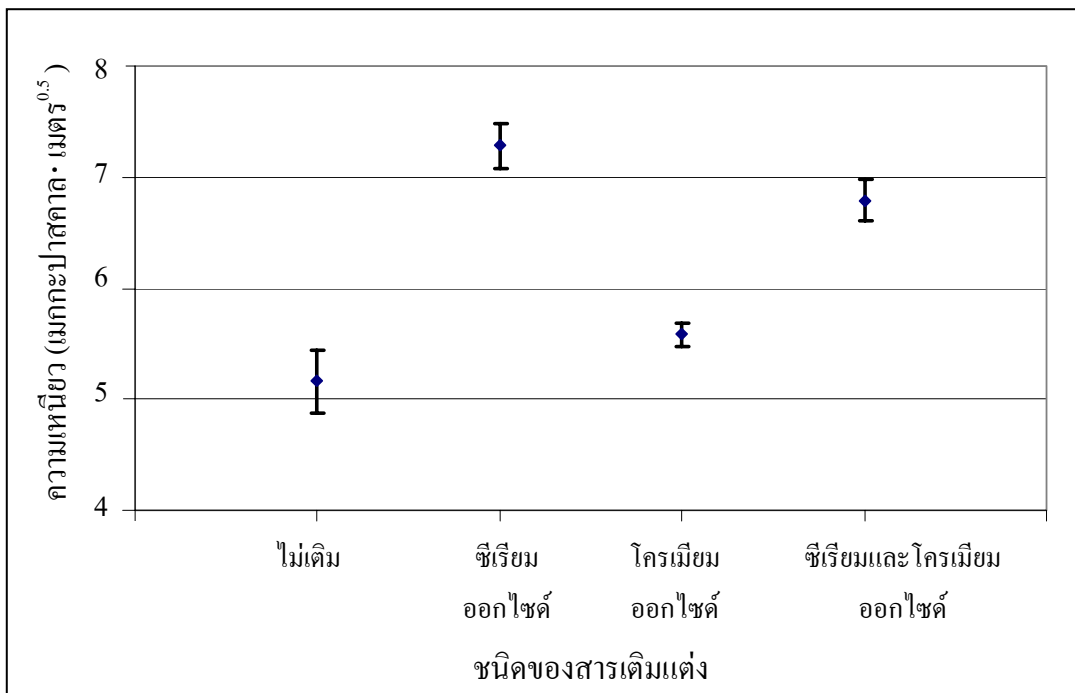


รูปที่ 4.28 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

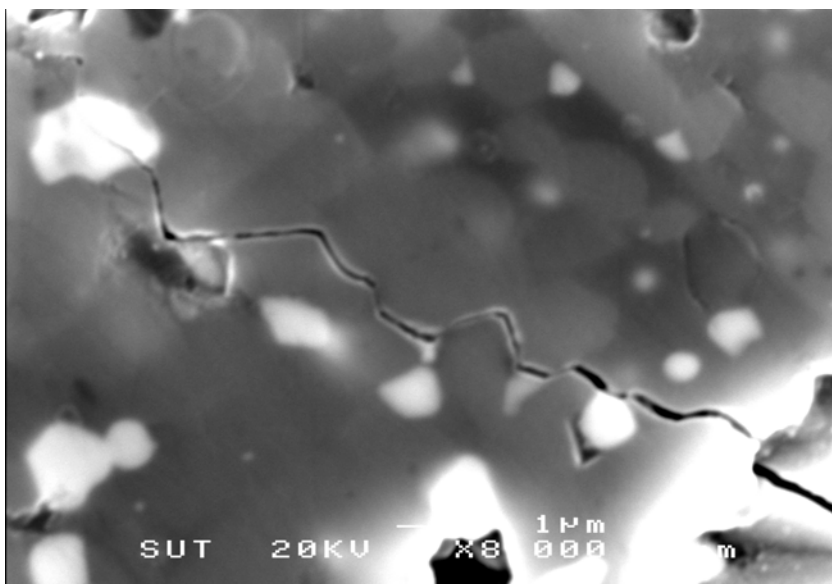
รูปที่ 4.29 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบจากรูปแสดงให้เห็นว่า วัสดุเชิงประกอบมีความเหนียวเพิ่มขึ้นสูงสุดเมื่อใช้สารเติมแต่งเป็นซีเรียมออกไซด์ เนื่องจาก ซีเรียมออกไซด์ส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดโตขึ้นจนมีขนาดใหญ่ที่สุด ซึ่งเกรนที่โตขึ้นนี้ส่งผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น (Chonghai Xu, 2005) เนื่องจากการหักเหของรอยร้าวในเกรนที่มีขนาดใหญ่ (Crack deflection) จะเกิดการหักเหมากกว่า เกรนที่มีขนาดเล็ก (Annamaria Celli, Antonella Tucci, Leonardo Esposito และ Carlo Palmonari, 2003) ซึ่งสามารถสังเกตได้จากรูปที่ 4.30 ซึ่งเป็นรูปแสดงการเปรียบเทียบการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบ โดยรูปที่ 4.30 (ก) แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ซึ่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาใหญ่ที่สุด กับรูปที่ 4.30 (ข) แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ซึ่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาเล็กที่สุด จากรูปพบว่า การหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง มีการหักเหของรอยร้าวมากกว่าวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ดังนั้นจึงทำให้วัสดุเชิงประกอบที่เติมซีเรียมออกไซด์มีความเหนียวมากกว่าที่เติมโครเมียมออกไซด์ ดังรูปที่ 4.29

และเหตุผลอีกประการคือ ในวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่จะสามารถยับยั้งการแพร่ของรอยร้าว (Crack propagation) ได้ดีกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก (D. Casellas, M.M.Nagl, L.Llanes และ M.Anglada, 2003; Doh-Hyung Rju, Young-Min Kong และ Hyoun-Ee Kim, 2000) จึงเป็นผลให้วัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่มีความเหนียวมากกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก

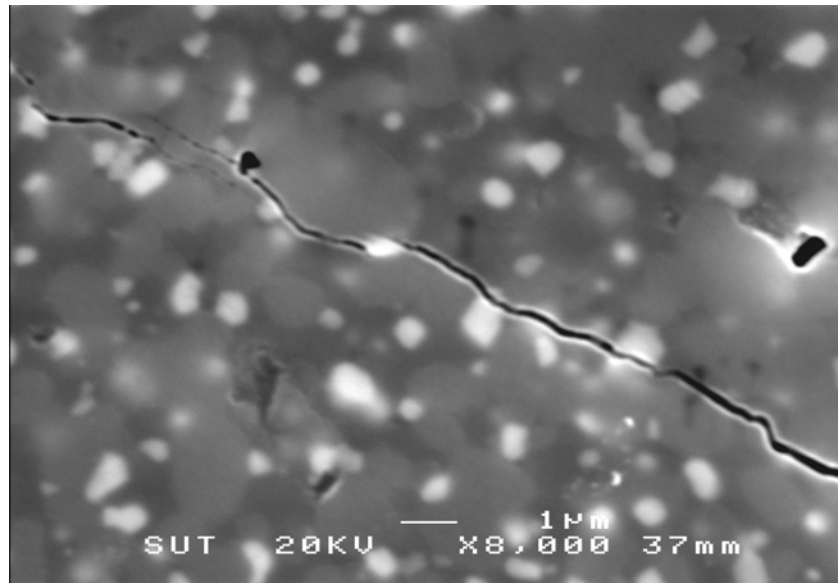
จากรูปที่ 4.29 ยังแสดงให้เห็นว่าเมื่อเติมโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากภายในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณรูพรุนที่เพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นดังกล่าวจะช่วยในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าว ดังอธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.5 และจากรูปที่ 4.29 พบว่าการใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดร่วมกัน ส่งผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง อย่างไรก็ตามความเหนียวที่เพิ่มขึ้นนี้พบว่ามีค่าน้อยกว่าการใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์เพียงอย่างเดียว เนื่องจากขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งสองชนิดร่วมกัน มีขนาดที่ใหญ่กว่าการไม่ใช้สารเติมแต่งแต่มีขนาดที่เล็กกว่าการใช้ซีเรียมออกไซด์เพียงอย่างเดียว ดังแสดงในหัวข้อ 4.3.3



รูปที่ 4.29 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ

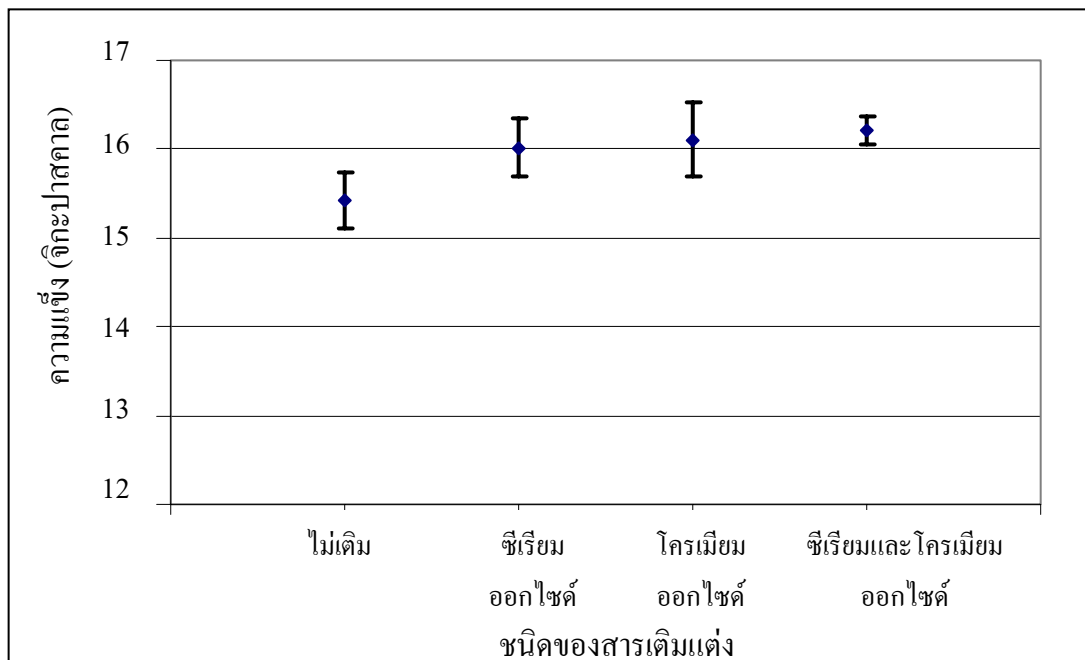


รูปที่ 4.30 (ก) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.30 (ข) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

รูปที่ 4.30 แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 4.31 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

รูปที่ 4.31 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ จากรูปพบว่า สารเติมแต่งที่เติมในวัสดุเชิงประกอบทั้งสองชนิด สามารถเพิ่มความแข็งของวัสดุเชิงประกอบได้ และวัสดุเชิงประกอบที่เติมสารเติมแต่งทุกตัวอย่างมีความแข็งเพิ่มขึ้นในสัดส่วนใกล้เคียงกัน เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ไม่เติมสารเติมแต่ง

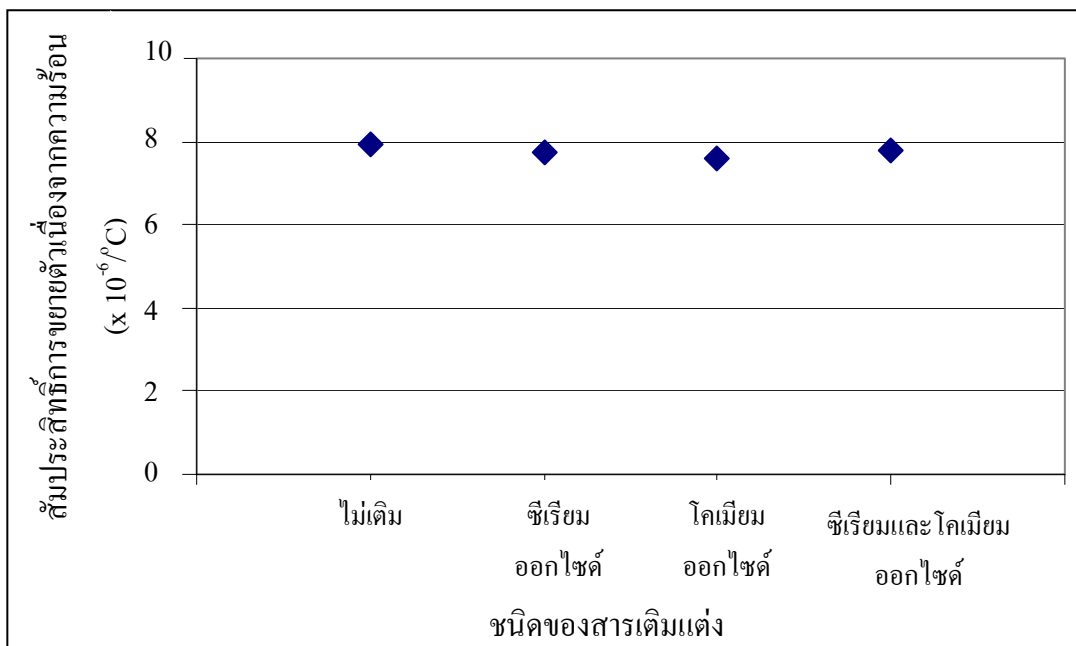
สาเหตุที่ซีเรียมออกไซด์ สามารถเพิ่มความแข็งให้กับวัสดุเชิงประกอบได้เนื่องจาก ซีเรียมออกไซด์สามารถช่วยลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบ โดยทั่วไปแล้ววัสดุที่มีรูพรุนน้อย จะมีความแข็งที่สูงกว่าวัสดุที่มีรูพรุนมาก (R.Morrell, 1987, p28)

เหตุผลที่อธิบายการเพิ่มขึ้นของความแข็ง เมื่อใช้สารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์ เนื่องจากโครเมียมออกไซด์สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) กับอะลูมินาได้อย่างสมบูรณ์และการเกิดสารละลายของแข็งนี้เป็นเหตุผลของการเพิ่มขึ้นของค่าความแข็ง (Attinger and Stern quoted in Walter H. Gitzen, 1970, p61) และสาเหตุอีกประการคือ ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์มีขนาดเล็กลง เมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ซึ่งโดยทั่วไปวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีความแข็งที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ (R.Morrell, 1987, p7) ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดรวมกันค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบมีค่าที่สูงขึ้นเนื่องจาก การใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดรวมกันจะส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบมีขนาดเกรนที่เล็กและมีปริมาณรูพรุนต่ำ

4.3.6 ผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ตารางที่ 4.13 แสดงผลของ สารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบในช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)		ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	
0	0	7.93
1.5	0	7.73
0	1.5	7.59
1.5	1.5	7.79



รูปที่ 4.32 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน

จากรูปที่ 4.32 พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนระหว่างวัสดุเชิงประกอบที่เติมและไม่เติมสารเติมแต่ง มีความแตกต่างกันน้อยมาก แสดงให้เห็นว่าสารเติมแต่งที่เติมในวัสดุเชิงประกอบ ไม่ส่งผลใดๆต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ซึ่งอาจมีผลมาจาก สารเติมแต่งที่ใช้ไม่ส่งผลต่อปริมาณของวัฏภาคที่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ ดังแสดงในรูปที่ 4.22

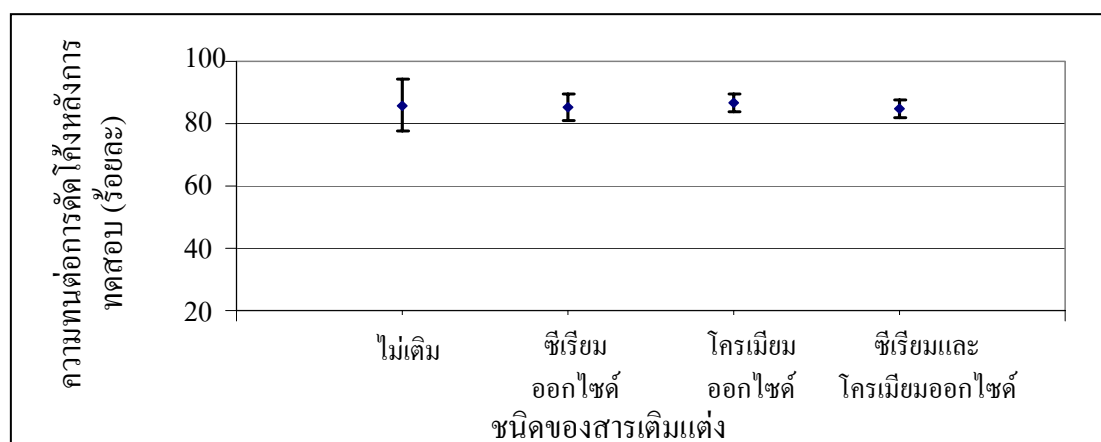
4.3.7 ผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลาตัน ของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.14 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ลดลงหลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลาตัน

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัดโค้งที่ลดลง (ร้อยละ)
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	ก่อนการทดสอบ	หลังการทดสอบ*	
0	0	453 ± 4.1	389 ± 32.8	14.13 ± 8.43
1.5	0	442 ± 2.3	377 ± 16.4	14.81 ± 4.36
0	1.5	427 ± 4.5	371 ± 10.4	13.19 ± 2.79
1.5	1.5	492 ± 1.6	417 ± 11.4	15.17 ± 2.72

*หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง

จากตารางที่ 4.14 และ รูปที่ 4.33 แสดงให้เห็นว่าสารเติมแต่งไม่ส่งผลใดๆ ต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลาตันของวัสดุเชิงประกอบ อาจมีสาเหตุเนื่องจากปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้มีปริมาณที่น้อยมากจึงไม่ส่งผลใดๆ ต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนและไม่ส่งผลต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลาตันด้วย

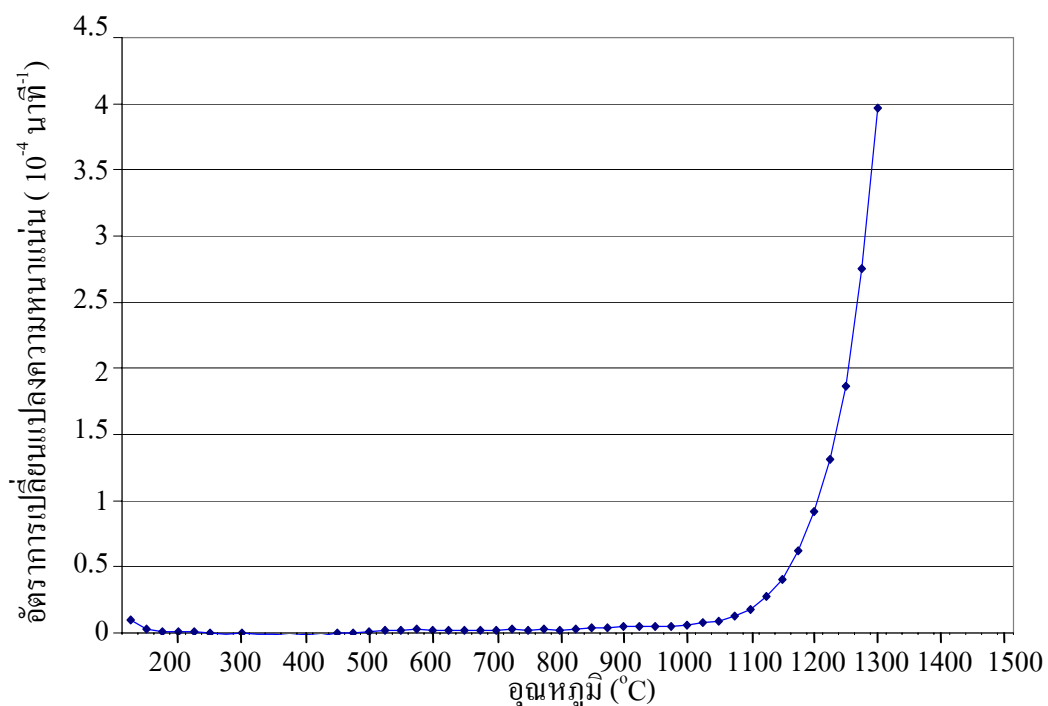


รูปที่ 4.33 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลาตัน

4.4 ผลของการเผาผนึก ต่อ ลักษณะเฉพาะ และ สมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึก

จากผลการทดลองหัวข้อที่ 4.2 พบว่าวัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติที่ดีที่สุดคือวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และจากผลการทดลองในหัวข้อ 4.3 พบว่าสารเติมแต่งซีเรียออกไซด์มีผลทำให้วัสดุเชิงประกอบมีความเหนียวสูงสุด และการให้สารเติมแต่งซีเรียออกไซด์ร่วมกับสารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์ มีผลทำให้วัสดุเชิงประกอบมีความแข็งแรงสูงสุด ดังนั้นในหัวข้อ 4.4 จึงเลือกวัสดุเชิงประกอบดังกล่าวมาศึกษาผลของการเผาผนึกต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ โดยการแบ่งการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอน โดยขั้นแรกจะเผาที่อุณหภูมิซึ่งวัสดุเชิงประกอบมีอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น (Densification rate) สูงสุด จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1575°C โดยผลการหาอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบแสดงในหัวข้อ 4.4.1

4.4.1 ผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น



รูปที่ 4.34 แสดงผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.34 พบว่าอุณหภูมิในช่วงก่อนถึงอุณหภูมิ 1000°C อัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเกิดการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก แต่หลังจากอุณหภูมิ 1000°C ไปแล้วพบว่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 1200°C ถึง อุณหภูมิ 1300°C

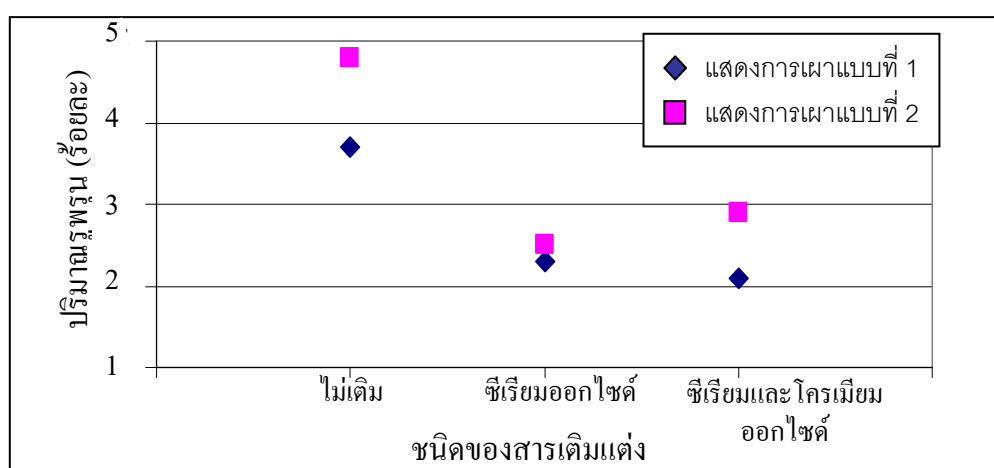
4.4.2 ผลของการเผาผนึก ต่อ ความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

ตารางที่ 4.15 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)		ปริมาณรูพรุน (ร้อยละ)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผาแบบที่ 1*	เผาแบบที่ 2**	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
0	0	3.73	3.68	3.7	4.8
1.5	0	3.83	3.80	2.3	2.5
1.5	1.5	3.84	3.83	2.1	2.9

* เผาแบบที่ 1 คือการเผาที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

** เผาแบบที่ 2 คือการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1575°C แล้วเผาแช่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4.35 แสดงผลของการเผาผนึกต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.35 พบว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ไม่สามารถลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบได้ ซึ่งจากรายงานการวิจัยของ Claussen and Janh กล่าวว่าเมื่อแยกการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ แยกเป็นขั้นตอนการเผาผนึกและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาจะสามารถลดปริมาณรูพรุนในชิ้นงานได้ แต่พบว่าการศึกษารุ่นนี้ไม่เป็นไปตามรายงานดังกล่าว เนื่องจากในความเป็นจริงแล้วการแยกขั้นตอนระหว่างการเผาผนึกและการเกิดปฏิกิริยาออกจากกันนั้นเป็นเรื่องที่เป็นไปได้ยากมาก (Boch and Girry) หรืออาจมีความเป็นไปได้ว่าการเผาผนึกแบบ 2 ขั้นตอนสามารถแยกกระบวนการเผาผนึกและกระบวนการเกิดปฏิกิริยาออกจากกันได้ แต่เวลาที่ใช้ในขั้นตอนการเผาผนึก (1300°C) น้อยเกินไปจึงเป็นสาเหตุให้ไม่สามารถลดรูพรุนในชิ้นงานได้

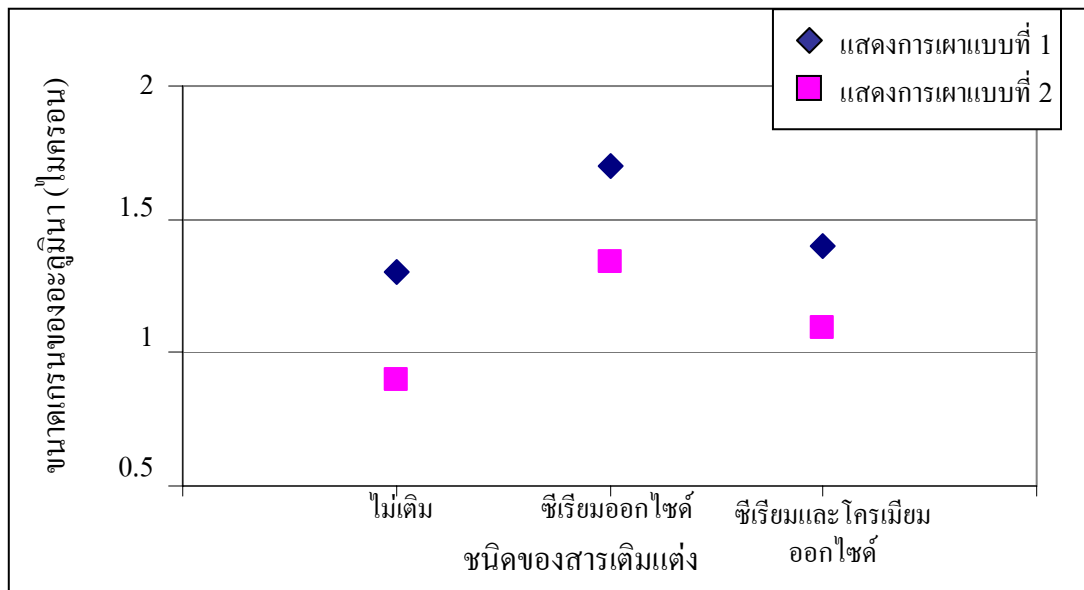
4.4.3 ผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินา

ตารางที่ 4.16 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ขนาดเกรนของอะลูมินา (ไมครอน)	
ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
0	0	1.30	0.90
1.5	0	1.70	1.34
1.5	1.5	1.40	1.09

หมายเหตุ: เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวัดเกรนของอะลูมินาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

จำนวน 150 เกรน

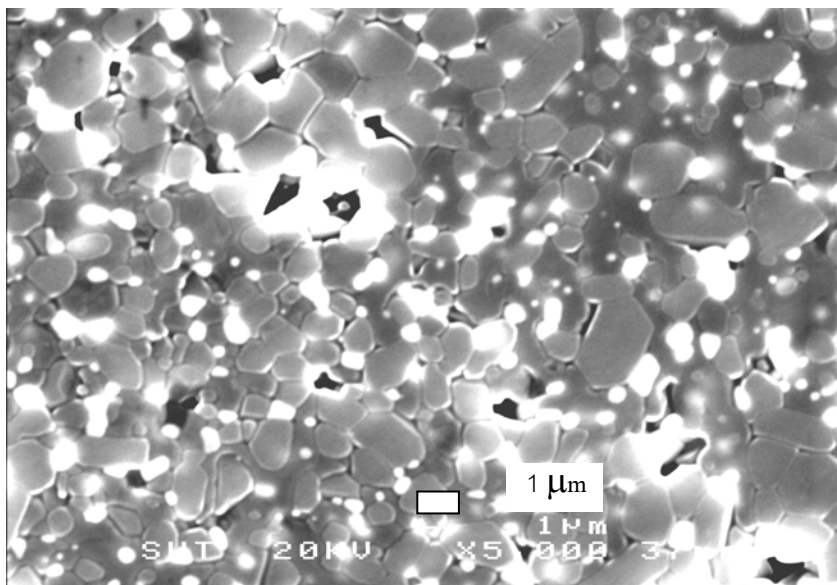


รูปที่ 4.36 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินา

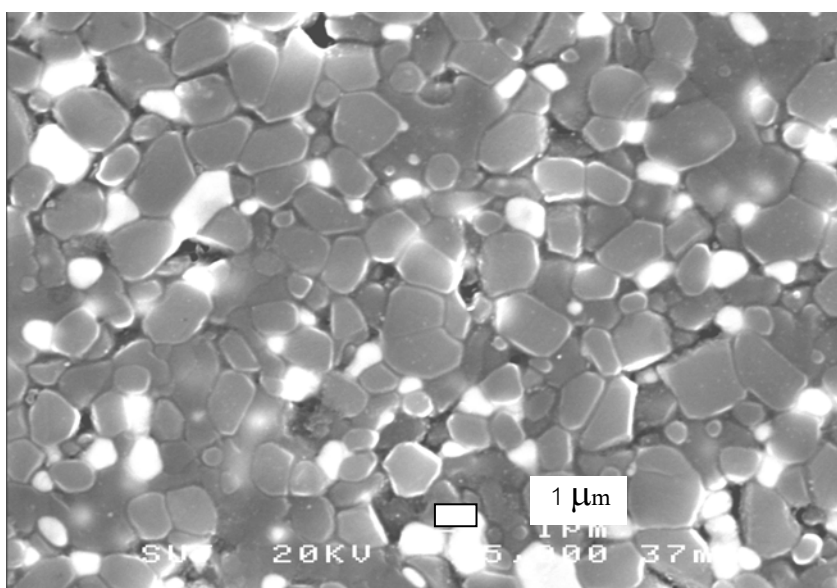
จากรูปที่ 4.36 พบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ขนาดเกรนของอะลูมินามีแนวโน้มที่เล็กลงซึ่งเป็นผลจากการลดเวลาการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1575°C ลงจาก 2 ชั่วโมงเหลือ 1 ชั่วโมง ดังนั้นการลดเวลาการเผาผนึกจะมีผลทำให้ขนาดเกรนของวัสดุลดลง

4.4.4 ผลของการเผาผนึกต่อ โครงสร้างจุลภาค

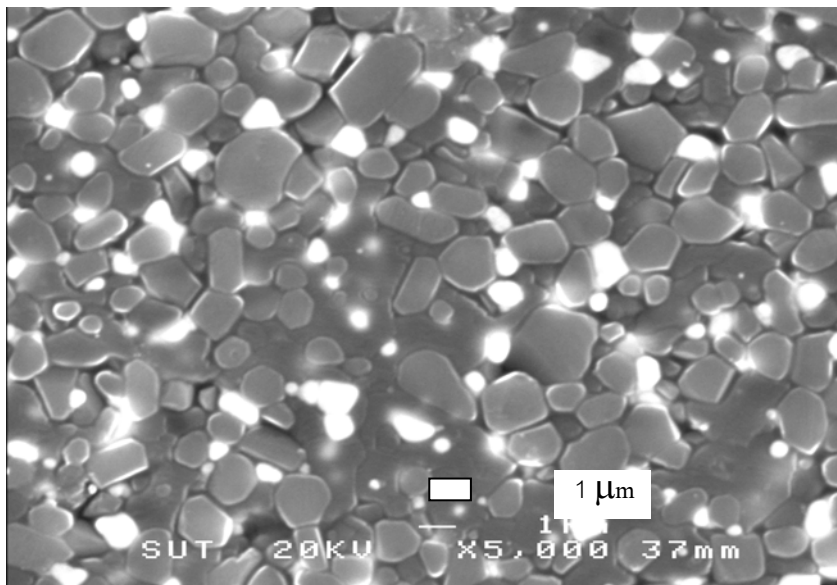
จากรูปที่ 4.37 แสดงรูปไมโครกราฟของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึก ในรูปแบบการเผาผนึกแบบที่ 2 โดยจุดสีขาวในรูปแสดงวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ฟันสีเทาในรูปแสดงวัฏภาคของอะลูมินา จากรูปพบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบจะมีขนาดที่เล็กลงเมื่อเทียบกับรูปที่ 4.27 ซึ่งแสดงรูปไมโครกราฟของ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึกแบบที่ 1 และเมื่อเปรียบเทียบขนาดเกรนของอะลูมินาระหว่างรูปที่ 4.37(ข) ซึ่งแสดงรูปไมโครกราฟ ของ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งกับรูป 4.37 (ค) ซึ่งแสดงรูปไมโครกราฟของ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์ร่วมกับ ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง พบว่าขนาดเกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.37(ค) มีขนาดที่เล็กกว่า เกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.37 (ข) ซึ่งเหตุผลได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.3



รูปที่ 4.37 (ก) วัสดุเชิงประกอบซึ่งไม่ใช่สารเติมแต่ง



รูปที่ 4.37 (ข) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.37 (ค) วัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

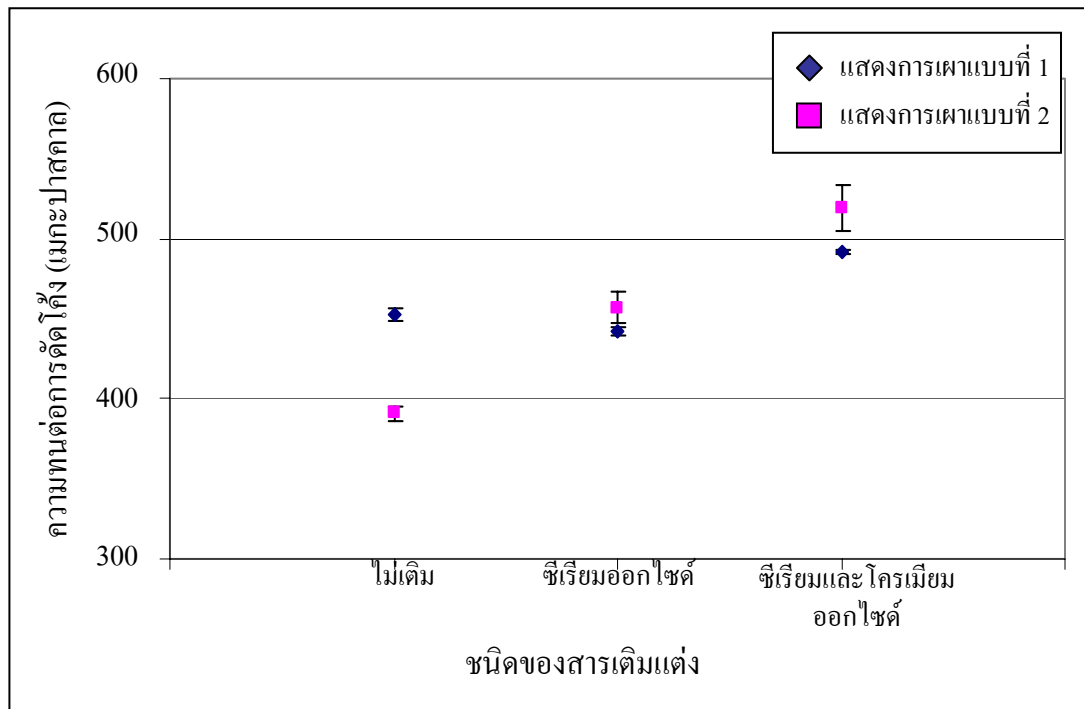
รูปที่ 4.37 แสดงรูปไมโครกราฟของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึกแบบที่ 2

4.4.5 ผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง

ตารางที่ 4.17 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว และความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

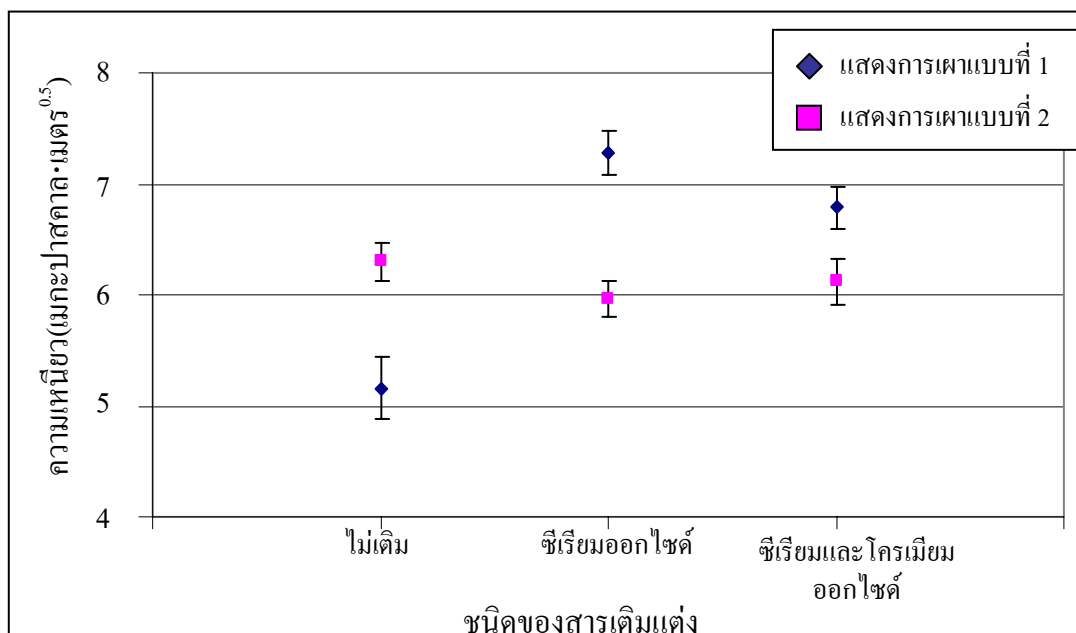
ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการดัด โค้ง (เมกะปาสคาล)		ความเหนียว (เมกะปาสคาล ·เมตร ^{0.5})		ความแข็ง (จิกะปาสคาล)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผา แบบที่1	เผา แบบที่2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2
0	0	453±4	391 ± 4	5.16±0.28	6.30±0.17	15.42±0.32	15.58±0.40
1.5	0	442±2	457±10	7.28±0.20	5.96±0.16	16.02±0.33	17.06±0.35
1.5	1.5	492±2	519±15	6.79±0.19	6.12±0.21	16.21±0.16	17.42±0.40

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง



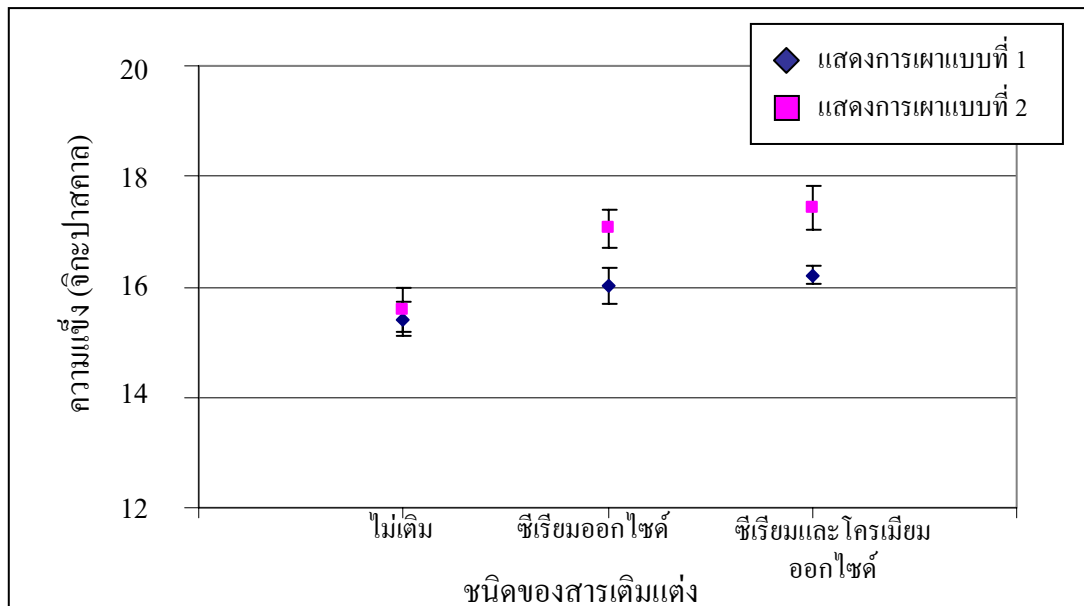
รูปที่ 4.38 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.38 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มสูงขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดที่เล็กลง ดังแสดงในหัวข้อ 4.4.3 ซึ่งการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินามีผลให้ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ดังอธิบายในหัวข้อ 4.3.5 อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.38 พบว่าในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ภายหลังเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึก แบบที่ 2 ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง เหตุผลเนื่องมาจากในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่ง จะมีปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.35 ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นนี้ส่งผลให้ความความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบซึ่งไม่เติมสารเติมแต่งลดลง



รูปที่ 4.39 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.39 พบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ส่งผลให้ความความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งไม่เติมสารเติมแต่งมีค่าสูงขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่วัสดุเชิงประกอบซึ่งมีการเติมสารเติมแต่งมีค่าความเหนียวที่ลดลง เนื่องจากผลของการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ ดังแสดงในหัวข้อ 4.4.3 ซึ่งการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาจะส่งผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบลดลง ดังอธิบายในหัวข้อ 4.3.5 และในทำนองเดียวกันพบว่าการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินามีผลให้ ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.40

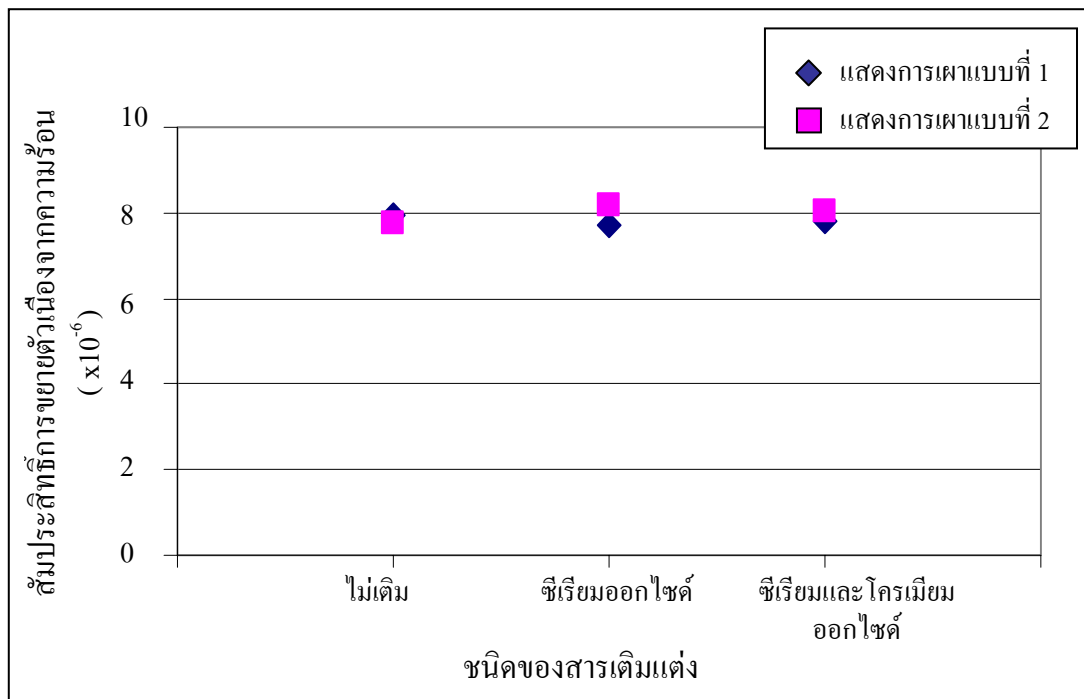


รูปที่ 4.40 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

4.4.6 ผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ตารางที่ 4.18 แสดงผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบ ที่ช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)		ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	
ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
0	0	7.93	7.76
1.5	0	7.73	8.18
1.5	1.5	7.79	8.03



รูปที่ 4.41 แสดงผลของการเผาผลาญต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

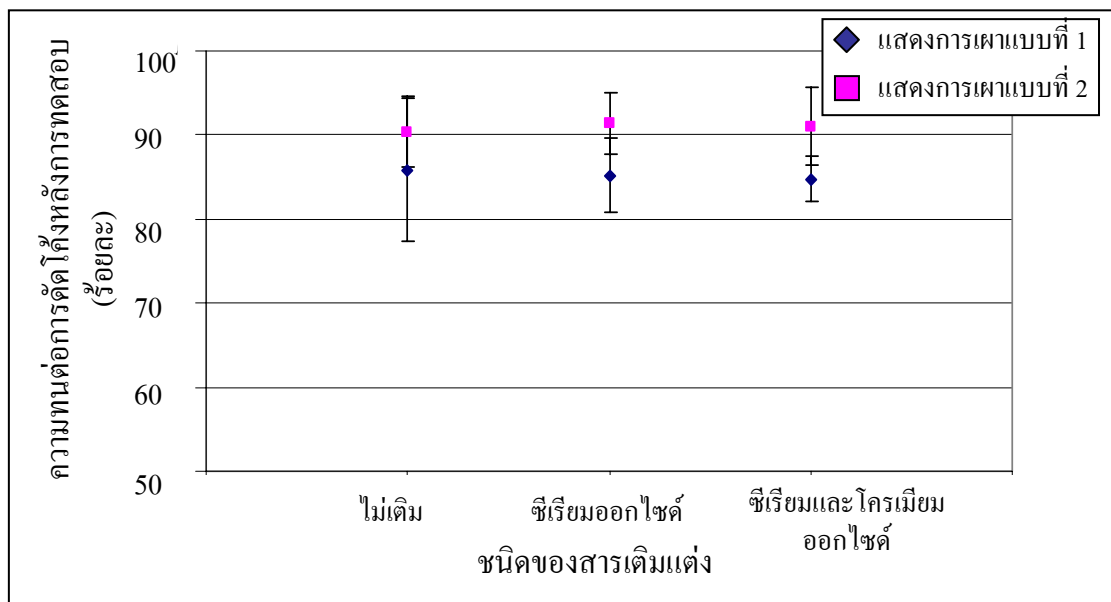
จากรูปที่ 4.41 แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผลาญ มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเล็กน้อยอย่างไรก็ตาม จากรูปพบว่าสารเติมแต่งที่เติมในวัสดุเชิงประกอบ จะไม่ส่งผลใดๆต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ถึงแม้จะมีการใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน แต่ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบก็ยังมีค่าไม่ต่างกันซึ่งเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.7

4.4.7 ผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

ตารางที่ 4.19 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ หลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัด โค้งก่อนการทดสอบ (เมกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัด *โค้งหลังการ ทดสอบ (เมกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัดโค้ง ที่ลดลง (ร้อยละ)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2
0	0	453±4.1	391 ±4.4	389±33	353±15	14.1±8.4	9.7±4.3
1.5	0	442±2.3	457±10.2	377±16	418±15	14.8±4.4	8.6±3.7
1.5	1.5	492±1.6	519±14.5	417±11	472±21	15.2±2.7	9.0±4.6

*หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง



รูปที่ 4.42 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

จากรูปที่ 4.42 พบว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ส่งผลให้ ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งอาจเป็นผลมาจากปริมาณรูพรุนในชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 เนื่องจาก รูพรุนที่เพิ่มขึ้นนี้จะมีผลทำให้การถ่ายเทความร้อนในวัสดุเชิงประกอบดีขึ้น จึงส่งผลให้ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันดีขึ้น และ เหตุผลอีกประการคือ จากหัวข้อ 4.4.5 พบว่าหลังการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 ค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น ซึ่งเมื่อวัสดุมีความแข็งแรงมากขึ้น จึงส่งผลให้ความสามารถทนต่อความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันดีขึ้น ดังนั้นจึงอาจเป็นสาเหตุของความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาความเป็นไปได้ ในการพัฒนาวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับการใช้งานทางวิศวกรรม โดยการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอน ผลของสารเติมแต่งและผลของการเผาผนึกต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1) การเติมเซอร์คอนในอะลูมินามีผลให้ ความแข็งแรง ความเหนียว ความแข็ง และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ดีขึ้น โดยวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนักจะมีสมบัติที่ดีที่สุด

2) การเติมสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีผลทำให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าที่ดีที่สุด และการใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์มีผลให้วัสดุเชิงประกอบมีค่าความแข็งแรงที่ดีที่สุด แต่การเติมสารเติมแต่งในวัสดุเชิงประกอบจะไม่ส่งผลใดๆ ต่อความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

3) การเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกจากการเผาเพียง 1 ขั้นตอน โดยการใช้อุณหภูมิที่ 1575°C และเผาแช่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาเป็นการเผาแบบ 2 ขั้นตอนโดย การเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อนจากนั้นจึงเผาต่อไปที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง ผลที่ได้พบว่าการเผาแบบที่ 2 นั้นไม่สามารถลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบได้ แต่พบว่าวิธีนี้สามารถลดขนาดเกรนของอะลูมินาได้ จึงเป็นผลให้ความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับการเผาแบบขั้นตอนเดียว

4) เมื่อปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานลดลง วัสดุจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น แต่ค่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวลดลง

5) วัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก จะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ แต่ความเหนียวของวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีค่าที่น้อยกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากเกรนขนาดใหญ่จะเกิดการหักเหของรอยร้าวมากกว่าเกรนขนาดเล็ก

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1) การศึกษาผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อสมบัติต่างๆ ของวัสดุเชิงประกอบซึ่งมีปริมาณเซอรัคคอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

2) การเลือกส่วนผสมอื่นเช่น วัสดุเชิงประกอบที่มีเซอรัคคอนร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก (ซึ่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีปริมาณรูพรุนน้อยที่สุด และยังมีปริมาณเซอรัคโคเนียมากที่สุด) มาศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อสมบัติต่างๆของวัสดุเชิงประกอบ เนื่องจากการทดลองครั้งนี้ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในวัสดุเชิงประกอบดังกล่าว ดังนั้นจึงเป็นไปได้ว่าหากมีการสร้างความเสถียร ให้กับวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ สมบัติต่างๆของวัสดุเชิงประกอบอาจมีค่าที่ดีขึ้น เนื่องจากหาก $t\text{-ZrO}_2$ ถูกทำให้เสถียรทั้งปริมาณและขนาดของรอยร้าวระดับจุลภาคอาจลดลง และหากปริมาณและขนาดของรอยร้าวระดับจุลภาคลดลงจริงก็ มีความเป็นไปได้ว่าสมบัติของวัสดุเชิงประกอบจะดีขึ้น

3) การศึกษาการเผาโดยการทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว ระหว่างการเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิที่ $t\text{-ZrO}_2$ เกิดการเปลี่ยนวัฏภาคไปเป็น $m\text{-ZrO}_2$ นั้นมีความเป็นไปได้ว่าจะสามารถเพิ่มปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ ในวัสดุเชิงประกอบได้

4) การศึกษากระบวนการผลิตโดยเปลี่ยนสารตั้งต้น จากเดิมที่ใช้สารตั้งต้นเป็นผงเปลี่ยนเป็นสารตั้งต้นที่เตรียมโดยกระบวนการโซลเจล เป็นไปได้ว่าอาจส่งผลให้ ปริมาณ $t\text{-ZrO}_2$ ในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น เนื่องจากสารตั้งต้นที่เตรียมได้จากวิธีนี้จะมียุคนาโน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง $t\text{-ZrO}_2$ ซึ่งจะส่งผลให้ $t\text{-ZrO}_2$ เกิดการเปลี่ยนวัฏภาคได้ยาก และอาจมีผลให้ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบลดลง

รายการอ้างอิง

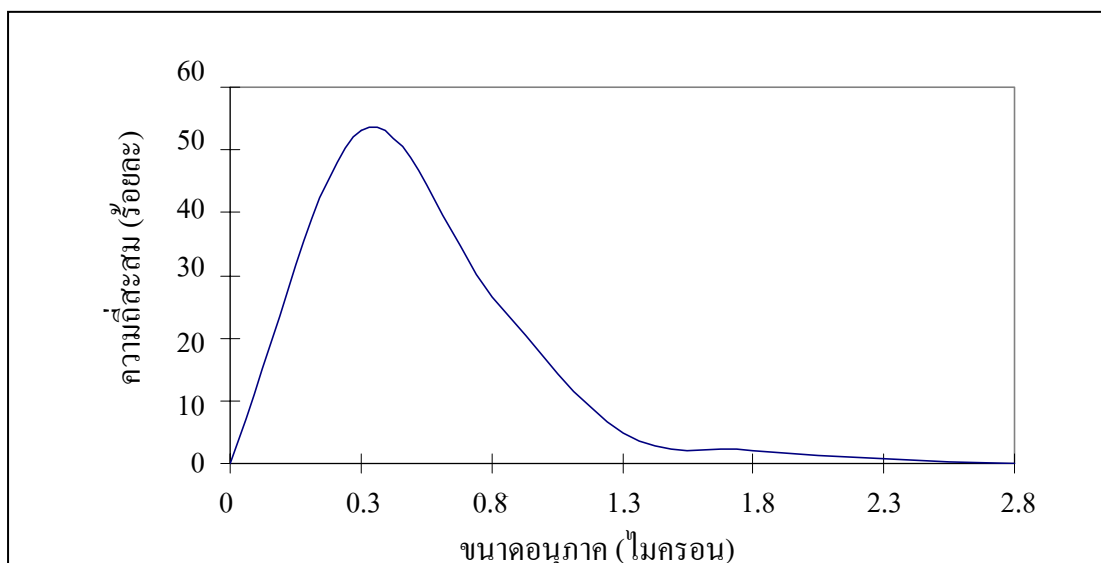
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fired Whiteware Products. **ASTM C373-88**. New York:ASTM
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. **ASTM C1161-90**. New York:ASTM.
- Anstis, G.R., ChantiKul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for mearsuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of American Ceramic Society**. (64):533-538.
- Annamaria Celli, Antonella Tucci, Leonardo Esposito, Carlo Palmonari. (2003). Fractal analisis of cracks in alumina-zirconia composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (23):469-479.
- Cahn, P.Haasen, R.W., Krammer., E.J. (1993). **Materila Science and Technology** (Vols 13). New York:VCH Publishers.
- Cahn, R.W., P.Haasen, Krammer., E.J. (1994). **Materila Science and Technology** (Vols 11). New York:VCH Publishers.
- Casellas, D., Nagl, M.M., Llanes L., and Anglada M. (2003). Fracture toughness of alumina and ZTA ceramics: microstructure coarsening effects. **Journal of Materials Processing Technology**, (143-144): 148-152.
- Cemail Aksel. (2003). Mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite-zirconia and alumina-mullite refractory material by slip casting. **Ceramics International**. (29):311-316.
- Cemail Aksel. (2003).The effect of mullite on the mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite refractory materials. **Ceramics International**. (29):183-188.

- Chawla, K.K. (1993). **Ceramic Matrix Composites**. New York: Chapman&Hall.
- Chen, C.Y., Lan, G.S., Tuan, and W.H. (2000). Preparation of mullite by the reaction sintering of kaolinite and alumina. **Journal of the European Ceramic Society**. 20: 2519-2525.
- Chonghai Xu, (2005). Effects of particle size and matrix grain size and volume fraction of particles on the toughening of ceramic composite by thermal residual stress. **Ceramics International**. (31):537-542.
- Das, K., and Banerjee, G. (2000). Mechanical properties and microstructures of reaction sintered mullite-zirconia composites in the presence of an additive dysprosia. **Journal of the European Ceramic Society**. (20): 153-157.
- Deuk Yong Lee, Dae-Joon Kim, Bae-Yeon Kim. (2002). Influence of alumina particle size on fracture toughness of (Y,Nb)-TZP/Al₂O₃ composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (22):2173-2179
- Doh-Hyung Riu, Young-Min Kong and Hyoun-Ee Kim (2000). Effect of Cr₂O₃ addititon on microstructural evolution and mechanical properties of Al₂O₃. **Journal of the European Ceramic Society**. (20):1475-1481.
- Ebadzadeh, T., and Ghasemi, E. (2002). Effect of TiO₂ addition on the stability of t-ZrO₂ in mullite-ZrO₂ composites prepared from various starting materials. **Ceramic International**. (28): 447-450.
- Ebadzadeh, T., and Ghasemi, E. (2000). Influence of starting materials on the reaction sintering of mullite-ZrO₂ composites. **Materials Science and Engineering**. A283: 289-297.
- James, S. Reed. (1995). Principles of Ceramics Processing. Singapore:John wily & sons.
- Kaberi Das, B.Mukherjee, G.Banerjee. (1998). Effect of yttria on mechanical and microstructural properties of reaction sintered mullite-zirconia composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (18):1771-1777.
- Khor, K.A., and Li, Y. (1998). Effects of mechanical alloying on the reaction sintering of ZrSiO₄ and Al₂O₃. **Materials Science and Engineering**. (A256): 271-279.
- Kingery, W.D., Bowen, H.K., Uhlmann, D.R. (1991). **Introduction to Ceramics**. Singapore:John wily & sons.
- Kong, Y., Yang, Z., Zhang, G., and Yuan, Q. (2002). Sliding friction and wear of alumina reinforced zirconia-toughened mullite composites. **Wear**. (252): 607-613.

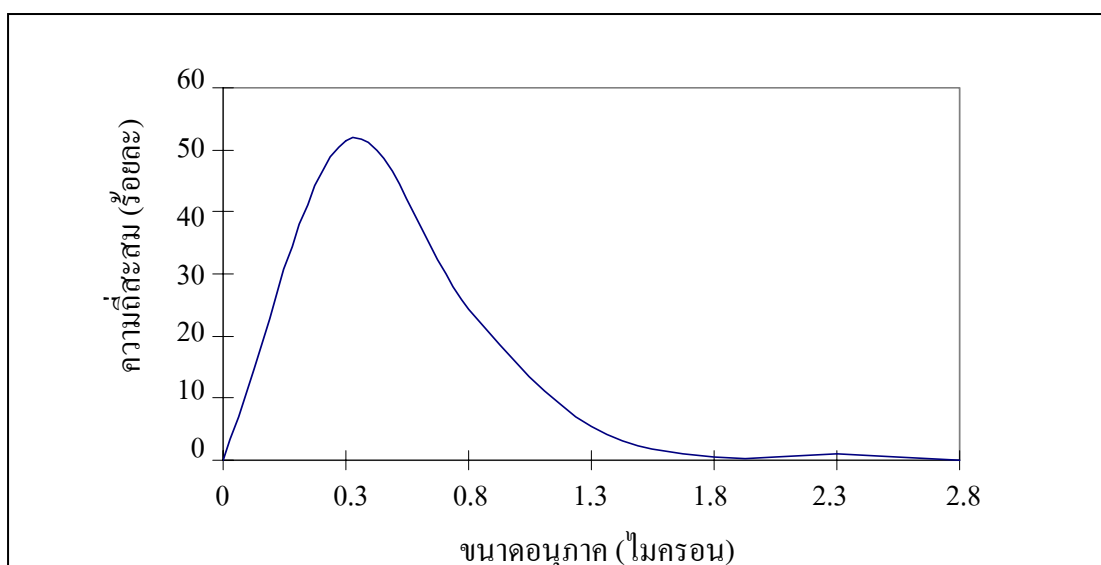
- Koyama, T., Hayashi, S., Yasumori, A., Okada, K., Schmucker, M., and Schneider, H. (1996). Microstructure and mechanical properties of mullite/zirconia composites prepared from alumina and zircon under various firing condition. **Journal of the European Ceramic Society**. 16: 231-237.
- Maitra, S., Pal, S., Nath, S., Pandey, A., and Lodha, R. (2002). Role of MgO and Cr₂O₃ additives on the properties of zirconia-mullite composites. **Ceramic International**. (28): 819-826.
- Mangalaraja, R.V., Chandrasekhar, B.K., Manohar., P. (2003). Effect of ceria on the physical, mechanical and thermal properties of yttria stabilized zirconia toughened alumina. **Material Science and Engineering (A343)**:71-75.
- Michel W. Barsoum. (1997). **Fundamentals of Ceramics**. Singapore:McGraw-Hill.
- Morrell, R. (1987). **Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics** (Section 1). London:HMSO book.
- Nicholas P. Cheremisinoff. (1990). **Handbook of Ceramics and Composites** (Vols 1). New York:Marcel Dekker.
- Rahaman, M.N. (2003). **Ceramic Processing and Sintering**. New York: Marcel Dekker.
- Richard H.J. Hannink, Patrick M. Kelly, Barry C. Muddle. (2000). Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. **Journal of American Ceramic Society**. (83):461-487.
- Schneider, H., Okada, K., and Pask, J.A. (1994). **Mullite and mullite ceramics**. England: John wiley & sons.
- Shi-Ke Zhao, Young Huang, Chang-An Wang, Xiao-Xian Huang, Jing-Kun Guo. (2003). Sinterability of ZrSiO₄/α-Al₂O₃ mixed powders.**Ceramics International** (29): 49-53.
- Stevens, R. (1986). Zirconia and Zirconia Ceramics. United Kingdom:Magnesium Elektron.
- Walter H. Gitzen (1970). **Alumina as a Ceramic Material**, United States of America: The American Ceramic Society.
- Wen-Cheng, Wei, J., Kao, H.C., and Lo, M.H. (1996). Phase transformation and grain coarsening of zirconia/mullite composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (16): 239-247.
- Zhao, S-K., Huang, Y., Wang, C-A., Huang, X-X., and Guo, J-K. (2003). Mullite formation from reaction sintering of ZrSiO₄/α-Al₂O₃ mixtures. **Material Letters**. (57): 1716-1722.

ภาคผนวก ก

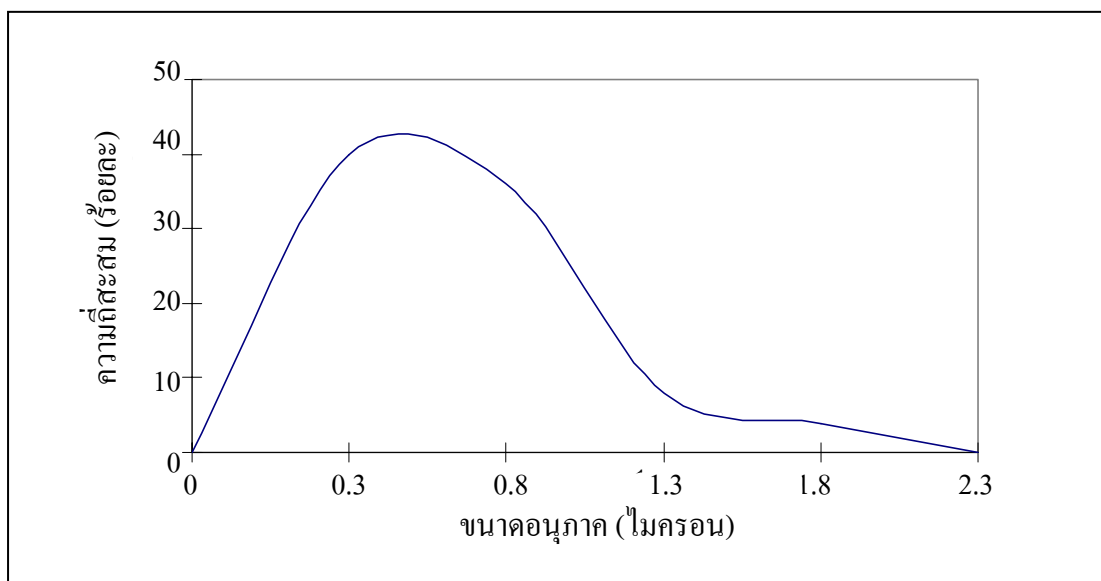
การกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย และ การกระจายขนาดเกรนของ
อะลูมินา



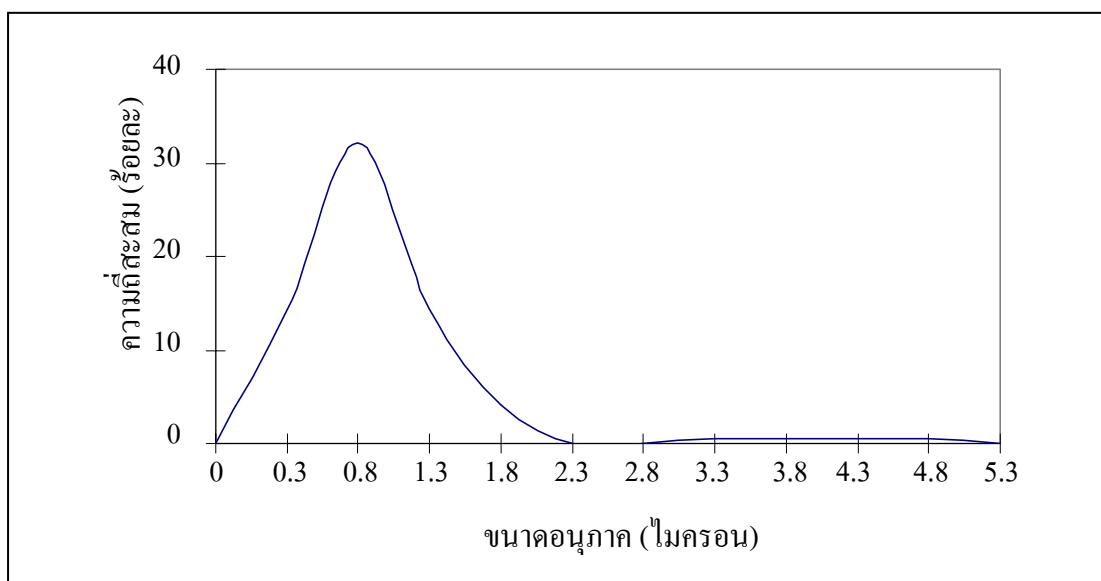
รูปที่ ก.1 (ก) อะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก เซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก



รูปที่ ก.1 (ข) อะลูมินาร้อยละ 70 โดยน้ำหนัก เซอร์คอนร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

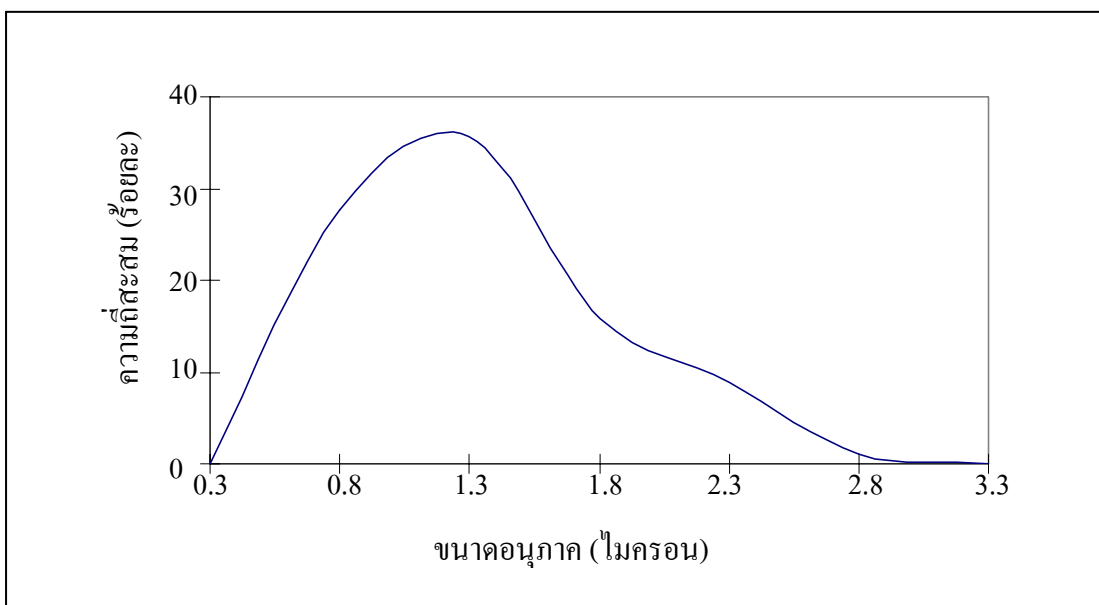


รูปที่ ก.1 (ค) อะลูมินาร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก เซอร์คอนร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก

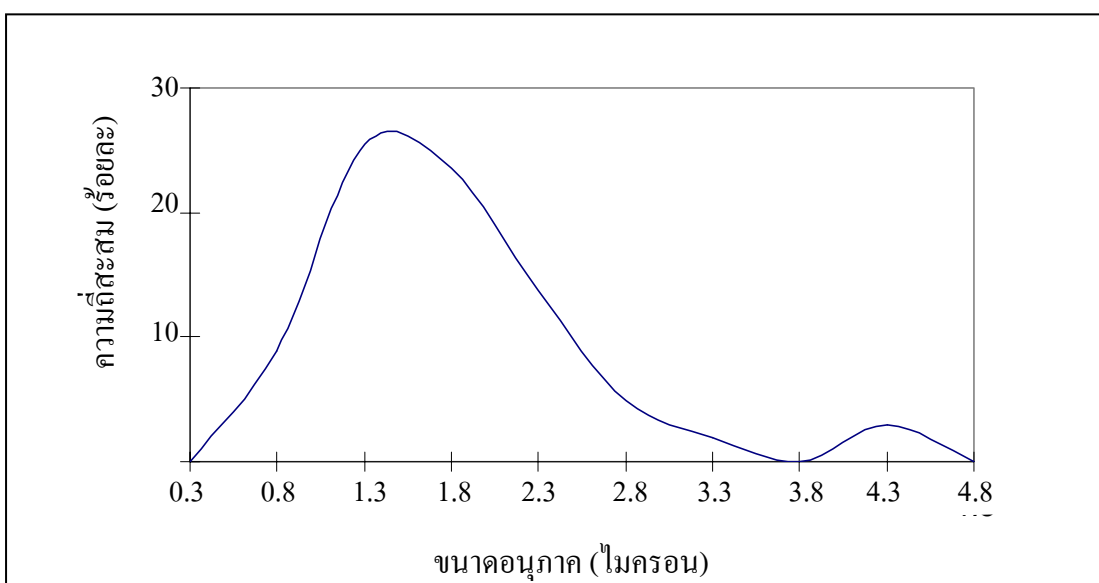


รูปที่ ก.1 (ง) อะลูมินาร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก เซอร์คอนร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

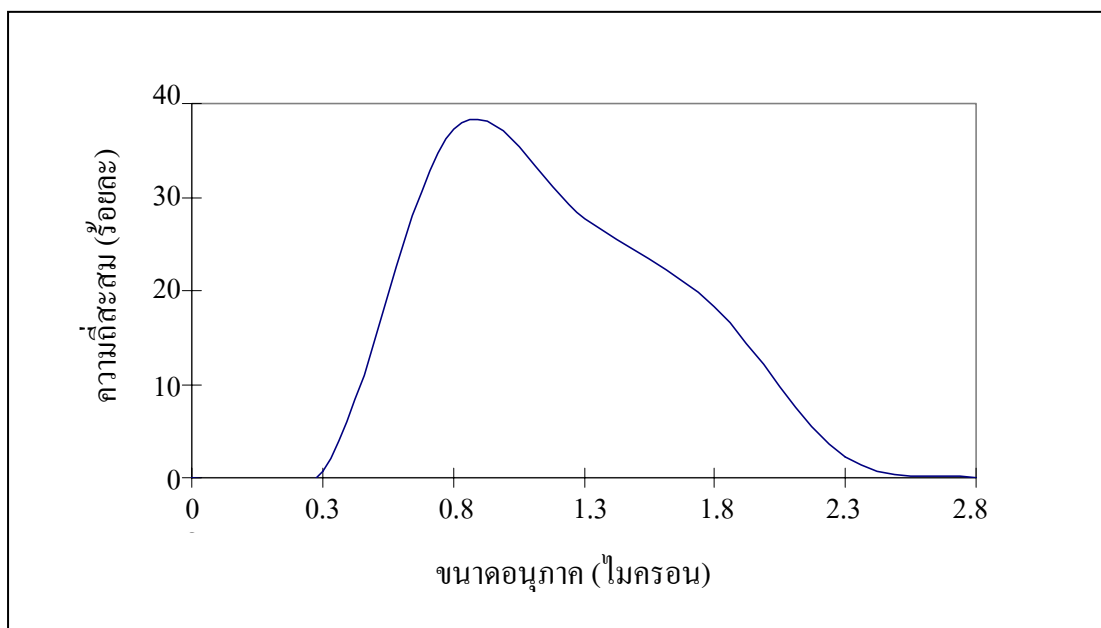
รูปที่ ก.1 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบ หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



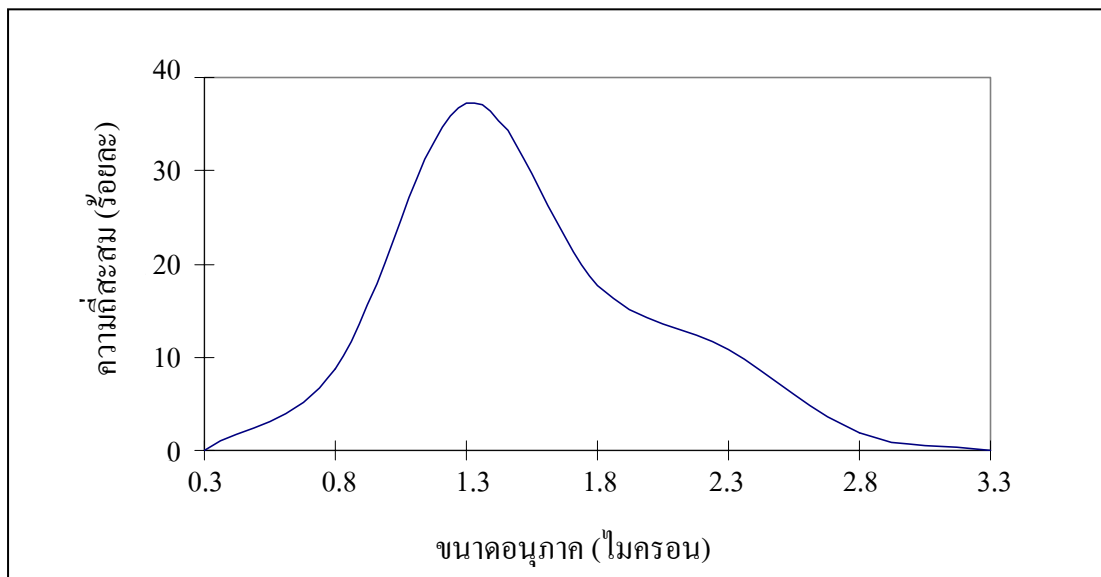
รูปที่ ก.2 (ก) ไม่ใช่สารเติมแต่ง



รูปที่ ก.2 (ข) ใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

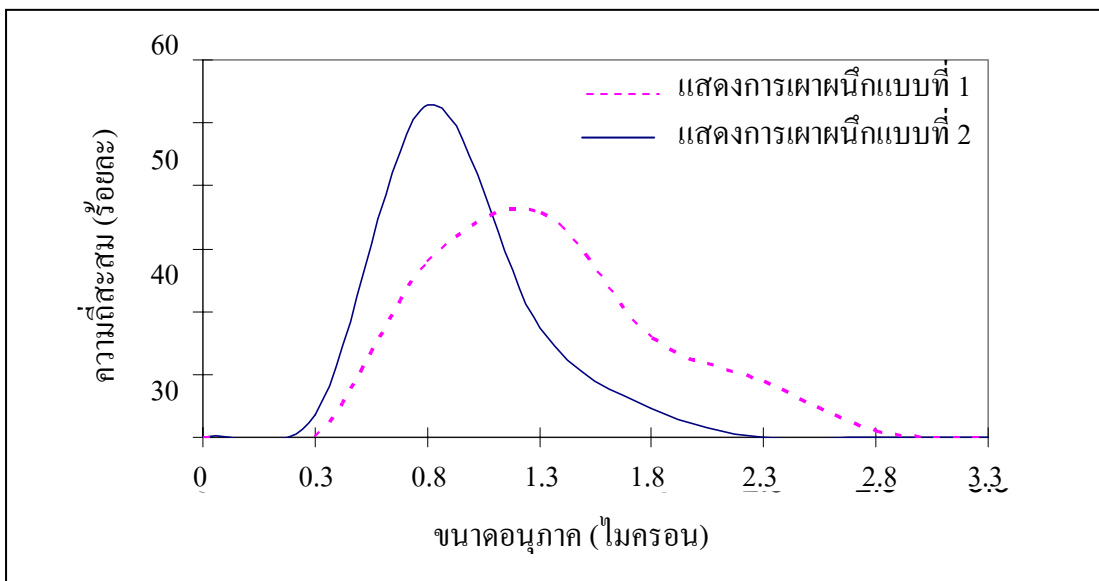


รูปที่ ก.2 (ค) ใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

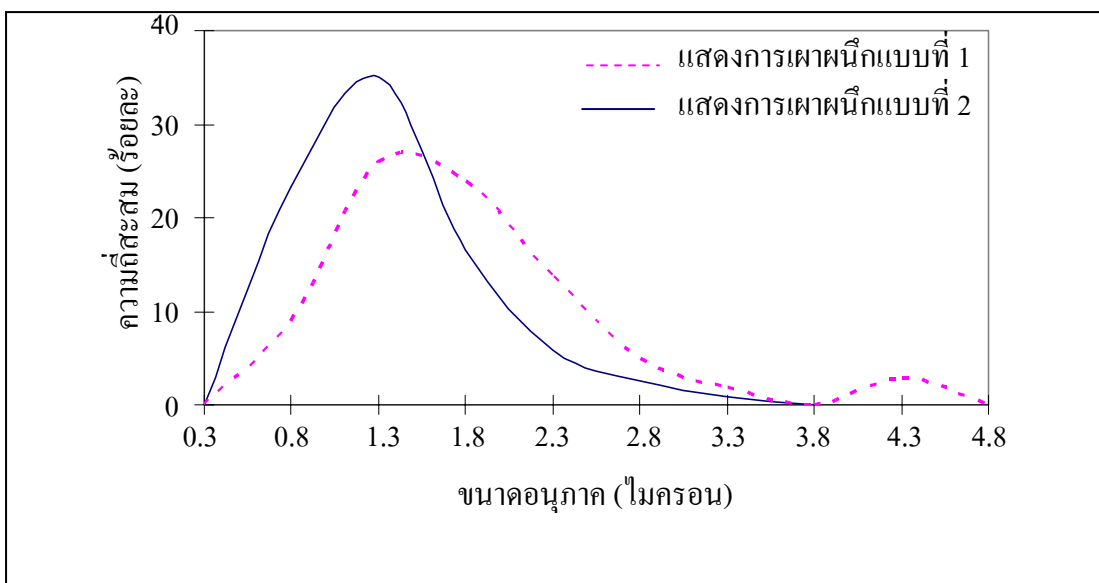


รูปที่ ก.2 (ง) ใช้ซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ เป็นสารเติมแต่ง

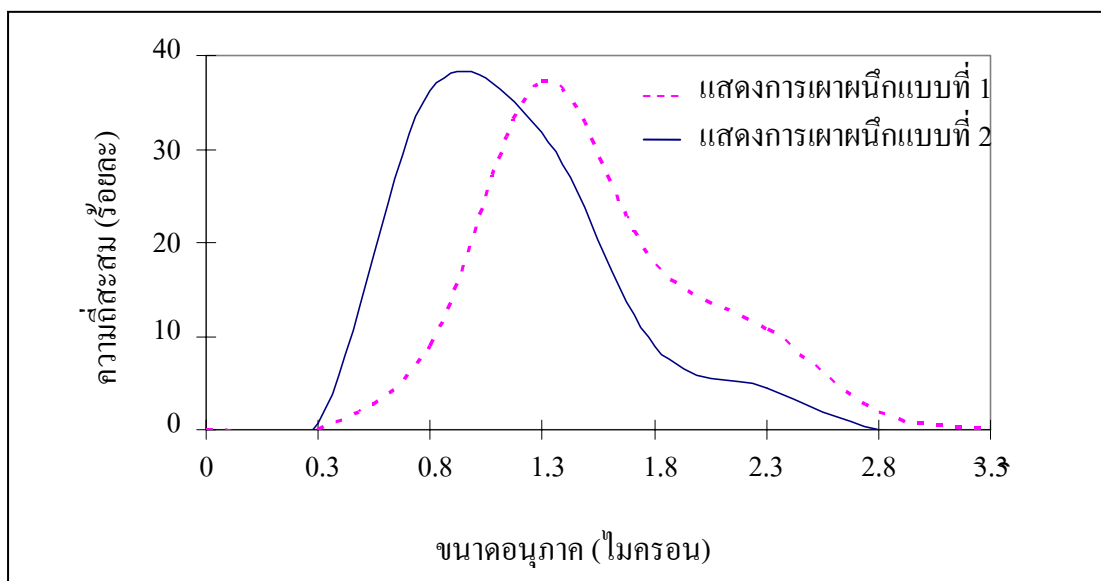
รูปที่ ก.2 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยอะลูมินา ร้อยละ 80 และ เซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ ก.3 (ก) ไม่ใช่สารเติมแต่ง



รูปที่ ก.3 (ข) ใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ ก.3 (ค) ใช้ซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

รูปที่ ก.3 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยอะลูมินา ร้อยละ 80 และ เซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาพริกที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1575°C และเผาแช่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ภาคผนวก ข

XRD แพทเทิร์นของ เซอร์คอน อะลูมินา มวลใต้ $t\text{-ZrO}_2$ และ $m\text{-ZrO}_2$

Pattern: 00-017-0923		Radiation = 1.540598		Quality : Not indexed				
ZrO ₂		2th	i	h	k	l		
Zirconium Oxide		30.168	100	1	1	1		
Lattice : Tetragonal		34.467	18	0	0	2		
S.G. : P-4m2 (115)		35.308	25	2	0	0		
Mol. Weight = 123.22		42.612	6	1	1	2		
Volume [CD] = 137.63		49.786	65	2	0	2		
a = 5.1200	z = 4	50.375	35	2	2	0		
c = 5.25000		53.547	2	2	2	1		
		58.560	25	1	1	3		
		59.726	45	3	1	1		
		62.121	12	2	2	2		
Temperature of data collection: Pattern at 1020 C.		68.029	2	3	1	2		
Data collection flag : Non ambient temperature		68.825	2	3	2	1		
		71.906	4	0	0	4		
		73.930	8	4	0	0		
		77.326	2	1	1	4		
		79.551	2	3	3	0		
U.S. Bureau of Mines, Open File report		80.678	12	3	1	3		
CAS Number: 1314-23-4		81.589	8	3	3	1		
		82.438	6	2	0	4		
		83.131	4					
Radiation: CuKα1		84.378	4	4	2	0		
Filter: Beta		92.766	6	2	2	4		
Lambda: 1.54050		94.029	10	0	0	5		
d-sp : Not given		98.345	4	3	1	4		
SS/FOM: F23= 3(0.1520,59)								

Pattern: 00-037-1484		Radiation = 1.540598		Quality : High				
ZrO ₂		2th	i	h	k	l		
Zirconium Oxide		17.419	3	0	0	1		
Also called : zirconium dioxide, Baddeleyite, zirconia, zirkite		24.048	14	1	1	0		
Lattice : Monoclinic		Mol. Weight = 123.22	24.441	10	0	1	1	
S.G. : P21/a (14)		Volume [CD] = 140.70	28.175	100	-1	1	1	
a = 5.31290	Beta = 99.22 z = 4	Dx = 5.817	31.468	68	1	1	1	
b = 5.21250			34.160	21	2	0	0	
c = 5.14710			34.383	11	0	2	0	
a/b = 1.01926		l/lcor = 2.60	35.309	13	0	0	2	
c/b = 0.98745			35.900	2	-2	0	1	
Temperature of data collection: 25.5°		38.396	1	-2	1	0		
Data collection flag : Ambient .		38.541	4	1	2	0		
		39.411	1	0	1	2		
		39.990	1	-2	1	1		
		40.725	12	-1	1	2		
		41.150	5	2	0	1		
		41.374	5	-1	2	1		
		44.826	7	2	1	1		
McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong- Ng, W., Hubbard, C., Powder Diffraction, Volume 1, Page 275(1986)		45.522	6	-2	0	2		
CAS Number: 1314-23-4		48.949	2	-2	1	2		
		49.266	18	2	2	0		
		50.116	22	0	2	2		
		50.559	13	-2	2	1		
Radiation: CuKα1	Filter: Monochromator	51.193	5	-1	2	2		
Lambda: 1.54050	crystal	54.104	11	0	0	3		
SS/FOM: F30=	d-sp : Diffractometer							
111(0.0073,37)	Internal standard: Ag FP							

Pattern: 01-071-0991		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated					
ZrSiO ₄		2th	i	h	k	l			
Zirconium Silicate		19.978	447	1	0	1			
Zircon		26.948	999	2	0	0			
Lattice :Body-centered-tetragonal		Mol. Weight = 183.30	33.773	65	2	1	1		
S.G. : I41/amd (141)		Volume [CD] = 262.05	35.552	534	1	1	2		
a = 6.61200		Dx = 4.646	38.478	117	2	2	0		
c = 5.99400		l/lcor = 5.00	40.598	54	2	0	2		
z = 4			43.725	175	3	0	1		
			47.501	115	1	0	3		
			52.114	115	3	2	1		
ICSD collection code: 009582			53.385	448	3	1	2		
Data collection flag : Ambient			55.550	130	4	0	0		
			59.635	21	4	1	1		
			61.868	25	0	0	4		
			62.799	82	4	2	0		
			64.306	3	4	0	2		
			67.711	130	3	3	2		
			68.720	78	2	0	4		
Finger, L.W., year book Carnegie Inst. Washinton, volume 73, page 544 (1974)			69.522	4	3	2	3		
Calculate from ICSD using POWD-12++(1997)			71.035	1	4	2	2		
			73.240	41	5	0	1		
			75.265	62	2	2	4		
Radiation: CuKα1		Filter: Not specified	76.039	18	4	1	3		
Lambda: 1.54050		d-sp : Calculate spacings							
SS/FOM: F29= 180(0.0049,33)									

Pattern: 00-010-0173		Radiation = 1.540598		Quality : Indexed				
Al ₂ O ₃		2th	i	h	k	l		
Aluminum Oxide		25.584	75	0	1	2		
Corundum, syn		35.136	90	1	0	4		
Also called: alumina, alundum, diamonite		37.785	40	1	1	0		
Lattice :Rhombohedral		Mol. Weight = 101.96		41.685	1	0	0	6
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 254.70		43.363	100	1	1	3
a = 6.61200	z = 4	Dx = 3.989		46.184	2	2	0	2
c = 5.99400		Dm = 4.050		52.553	45	0	2	4
		l/lcor = 1.00		57.519	80	1	1	6
				59.769	4	2	1	1
Temperature data collection : Pattern taken at 26 C.		61.166	6	1	2	2		
Data collection flag : Ambient		61.345	8	0	1	8		
		66.548	30	2	1	4		
		68.198	50	3	0	0		
		70.359	2	1	2	5		
		74.268	4	2	0	8		
		76.882	16	1	0	10		
		77.229	8	1	1	9		
Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 9, page 3 (1960)		80.695	8	2	2	0		
Radiation: CuKα1		Filter: Beta		83.219	1	3	0	6
Lambda: 1.54050		d-sp : Not given		84.378	6	2	2	3
SS/FOM: F30= 50(0.0188,32)		85.183	2	1	3	1		
		86.378	6	3	1	2		
		86.464	4	1	2	8		
		89.020	8	0	2	10		
		90.665	4	0	0	12		
		91.204	8	1	3	4		

Pattern: 00-015-0776		Radiation = 1.540598		Quality : Index				
		2th	i	h	k	l		
Al ₆ Si ₂ O ₁₃		16.433	50	1	1	0		
Aluminum Silicate		23.554	8	2	0	0		
Mullite, syn		25.971	95	1	2	0		
Lattice :Orthorhombic		Mol. Weight = 426.05		26.268	100	2	1	0
S.G. : Pbam (55)		Volume [CD] = 167.35		30.961	20	0	0	1
a = 7.54560		Dx = 3.171		33.229	40	2	2	0
b = 7.68980		l/lcor = 3.00		35.279	50	1	1	1
c = 2.88420		36.994	14	1	3	0		
a/b = 0.98125		37.555	2	3	1	0		
c/b = 0.37507		38.993	4	0	2	1		
Temperature of data collection: 25 C		39.277	20	2	0	1		
Data collection flag : Ambient		40.875	60	1	2	1		
		42.591	25	2	3	0		
		42.909	8	3	2	0		
		46.060	2	2	2	1		
		47.228	2	0	4	0		
		48.185	8	4	0	0		
Winchell., Elements of optical mineralogy, volume 2 ,page		48.846	2	1	4	0		
4010 Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume3, page3		49.469	10	3	1	1		
(1964)		50.813	2	3	3	0		
		53.463	6	2	4	0		
Radiation: CuKa1		53.884	14	3	2	1		
Filter: Beta		54.094	10	4	2	0		
Lambda: 1.54056		57.563	20	0	4	1		
d-sp : Not given		58.414	12	4	0	1		
SS/FOM: F30= 60(0.0134,37)		58.996	2	1	4	1		
Internal standard: W								

ประวัติผู้เขียน

นายอนุรัตน์ ภูวานคำ เกิดเมื่อวันที่ 9 สิงหาคม พ.ศ. 2524 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปี พ.ศ. 2545 ภายหลังจากสำเร็จการศึกษาได้เข้าทำงานกับบริษัทสแตนดาร์ดอินซูเลเตอร์ จำกัด เป็นเวลา 1 ปี จากนั้นจึงได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีในปีการศึกษา 2546