

การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้ผงนาโน  
ซิลิกอนคาร์ไบด์สังเคราะห์โดยวิธีการผสมแบบเชิงกล

นายหัสณัยน์ เหลืองธนารักษ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี  
ปีการศึกษา 2553

**FABRICATION OF Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC COMPOSITE USING SiC  
NANOPOWDER SYNTHESIZED BY MECHANICAL  
ALLOYING METHOD**

**Hussanai Luangtharak**

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the  
Degree of Master of Engineering in Ceramic Engineering**

**Suranaree University of Technology**

**Academic Year 2010**

การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์  
สังเคราะห์โดยวิธีการผสมแบบเชิงกล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(อ. ดร. วีระยุทธ ฤกษ์ประยูร)

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร. สุขเกษม กังวานตระกูล)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(รศ. ดร. สุทิน คุณาเรืองรอง)

กรรมการ

(ผศ. ดร. สุธรรม ศรีหล่มสัก)

กรรมการ

(ศ. ดร. ชูกิจ ภูมิปัญญา)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ

(รศ. น.อ. ดร. วรพงษ์ ขำพิศ)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

หัตถ์สนันย์ เหลืองธนารักษ์ : การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์สังเคราะห์โดยวิธีการผสมแบบเชิงกล (FABRICATION OF  $Al_2O_3$ -SiC COMPOSITE USING SiC NANOPOWDER SYNTHESIZED BY MECHANICAL ALLOYING METHOD) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุขเกษม กิ่งวานตระภูณ, 159 หน้า.

การศึกษากการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $Al_2O_3$ -SiC composite) มีจุดประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้าน ความแข็งแรง (strength) และความเหนียว (toughness) เพื่อให้เหมาะสมสำหรับการใช้งานทางด้านวิศวกรรม เช่น เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ (cutting tools) วัสดุขัดถู (abrasive) ชิ้นส่วนเครื่องจักร เป็นต้น โดยงานวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยวิธีการผสมแบบเชิงกลใช้ผงซิลิกอน (Si) และผงคาร์บอน (C) ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์เป็นวัตถุดิบตั้งต้น โดยตัวอย่างที่ผ่านการผสมแบบเชิงกลจะนำไปทำการให้ความร้อน (annealing) ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ส่วนที่ 2 เป็นการนำเอาผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในส่วนที่ 1 มาผสมกับอะลูมินาเนื้อหลัก โดยใช้ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งเป็นวัสดุเสริมแรงในปริมาณที่ต่างกันและนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการเผาผนึกแบบฝังกลบ แล้วนำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะได้แก่ ภูมิภาค โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่นและทดสอบสมบัติเชิงกลได้แก่ ความแข็ง ความแข็งแรง และความเหนียว

ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าความทนต่อการดัดโค้ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ 426.8 MPa ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C และค่าความเหนียวสูงสุดเท่ากับ 3.8 MPa.m<sup>0.5</sup> จะได้จากชิ้นงานที่มีซิลิกอนคาร์ไบด์ในปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร โดยผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C

สาขาวิชา วิศวกรรมเซรามิก

ปีการศึกษา 2553

ลายมือชื่อนักศึกษา \_\_\_\_\_

ลายมืออาจารย์ที่ปรึกษา \_\_\_\_\_

HASSANAI LUANGTHANARAK : FABRICATION OF  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC  
COMPOSITE USING SiC NANOPOWDER SYNTHESIZED BY  
MECHANICAL ALLOYING METHOD. THESIS ADVISOR :  
ASST. PROF. SUKASEM KANGWANTRAKOOL, D.Eng., 159 PP.

#### ALUMINA/SILICON CARBIDE/NANOCOMPOSITE

The properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC composites were investigated, such as strength and toughness for the optimized engineering applications, such as cutting tools, abrasive tools, and engine parts. There were 2 parts of the experiment. The first part was to study the synthesis of nano-sized SiC powder from silicon and graphite powder by mechanical alloying. Synthesized SiC nanopowder was annealed at  $1350^\circ\text{C}$ . In the second part of the experiment, synthesized SiC nanopowder obtained in the first part of the experiment was reinforced in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  matrix with different amount and sintered by embedding method. Sintered composites were characterized on the phase, microstructure and density. The mechanical properties of sintered samples, such as hardness, flexural strength, and fracture toughness were measured.

The result showed that the highest flexural strength, 426.8 MPa, was obtained with 15 vol% SiC and sintering temperature at  $1750^\circ\text{C}$ . The maximum fracture toughness,  $3.8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ , was obtained with 5 vol% SiC sintered at  $1750^\circ\text{C}$ .

School of Ceramic Engineering

Academic Year 2010

Student's Signature \_\_\_\_\_

Advisor's Signature \_\_\_\_\_

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจาก ผู้วิจัยได้รับกำลังใจและความช่วยเหลือจากผู้มีพระคุณทุกท่านดังต่อไปนี้

คุณพ่อสมหวัง เหลืองชนารักษ์และคุณแม่วิไล เหลืองชนารักษ์ ผู้ให้การเลี้ยงดูอบรม ตั้งสอน ให้โอกาสทางการศึกษาและเป็นผู้ที่คอยชื่นชมในความสำเร็จของผู้วิจัยมาโดยตลอด

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ที่ให้คำปรึกษาและคอยแนะนำในสิ่งที่เป็นประโยชน์กับผู้วิจัย

อาจารย์ ดร.วิระยุทธ ลอประยูร และรองศาสตราจารย์ ดร.จรัสศรี ลอประยูร ผู้ให้คำแนะนำและคอยให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ กับผู้วิจัยทั้งเรื่องทางวิชาการและเรื่องส่วนตัว

รองศาสตราจารย์ ดร.สุทิน คุณาเรืองรอง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ ทัพสูงเนิน รัตนจันทร์ ผู้ที่ให้คำแนะนำทางด้านวิชาการที่เป็นประโยชน์แก่ผู้วิจัย คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ผู้ที่คอยให้การช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในด้านงานเอกสารแก่ผู้วิจัย

สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี หน่วยงานที่สนับสนุนเงินทุนในการวิจัย

คุณกมล ไตรปัญญา คุณอุตร ทองเป้า และคุณนัฐนิตย์ ป่วนปาน กลุ่มคนที่คอยดูแลและให้กำลังใจในการทำงานจนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลท่านอื่นที่ไม่ได้เอยนามเช่น พี่ประจำศูนย์เครื่องมือต่าง ๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัย จนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

หัตถ์นัยน์ เหลืองชนารักษ์

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 อะลูมินา.....	3
2.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	5
2.2.1 การเตรียมเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์.....	6
2.2.1.1 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง ซิลิกอนกับคาร์บอน.....	6
2.2.1.2 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันระหว่าง ซิลิกากับคาร์บอน.....	6
2.2.1.3 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ.....	6
2.2.1.4 เตรียมโดยวิธีการระเหยของก๊าซ.....	7
2.2.1.5 เตรียมได้จากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เป็น Organosilicic polymers.....	7
2.2.2 การเตรียมแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์.....	7

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.2.3 การแบ่งผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์.....	8
2.2.3.1 ผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดติดกันเป็นรูปร่างด้วยตัวของมันเอง.....	8
2.2.3.2 ผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การอัดโดยใช้ความร้อน.....	8
2.2.3.3 ผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดด้วยแกรไฟต์.....	9
2.2.3.4 ผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยัดติด กันโดยใช้ดิน.....	9
2.2.3.5 การยัดติดกันโดยสารประกอบซึลิกเกต.....	9
2.2.3.6 ผลิตภัณฑ์ซึลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดติดกันโดยซึลิกอนไนไตรด์.....	9
2.2.4 การเสื่อมสภาพของซึลิกอนคาร์ไบด์.....	9
2.2.5 ผลิตภัณฑ์ของซึลิกอนคาร์ไบด์.....	10
2.3 การบดผสมแบบเชิงกล.....	13
2.3.1 ประวัติความเป็นมา.....	13
2.3.2 กระบวนการของการบดผสมแบบเชิงกล.....	17
2.3.2.1 วัตถุประสงค์.....	17
2.3.2.2 การบด.....	18
2.3.2.3 ตัวแปรผันของกระบวนการ.....	21
2.3.3 กลไกการเกิดโลหะผสม.....	25
2.3.3.1 องค์ประกอบความเหนียว-ความเหนียว.....	28
2.3.3.2 องค์ประกอบความเหนียว-ความเปราะ.....	29
2.3.3.3 องค์ประกอบความเปราะ-ความเปราะ.....	30
2.4 วัสดุเชิงประกอบ.....	30
2.4.1 พอลิเมอร์คอมโพสิต.....	31



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.4.2 เซรามิกคอมโพสิต.....	32
2.4.3 เมทัลคอมโพสิต.....	32
2.4.4 การรับแรงของวัสดุ.....	32
2.4.4.1 แรงดึง.....	32
2.4.4.2 แรงกดอัด.....	33
2.4.4.3 แรงเฉือน.....	34
2.4.4.4 แรงดัด.....	34
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	35
<b>3 วิธีดำเนินการวิจัย.....</b>	<b>38</b>
3.1 อุปกรณ์การทดลอง.....	38
3.2 วัสดุและสารเคมี.....	39
3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์.....	40
3.2.2 ผงซิลิกอน.....	40
3.2.3 ผงคาร์บอน.....	40
3.2.4 ผงอิฐเตรียมออกไซด์.....	40
3.3 วิธีการทดลอง.....	40
3.3.1 การออกแบบการทดลอง.....	41
3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง.....	45
3.3.3 การตรวจสอบ charge ratio ที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง.....	47
3.3.4 การตรวจสอบเวลาที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง.....	47
3.3.5 อุณหภูมิในการให้ความร้อน.....	48
3.3.6 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นและผงตัวอย่าง.....	56
3.3.6.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิกอน อะลูมินา และคาร์บอน.....	50
3.3.6.2 การหาขนาดผลึกของสารตัวอย่าง.....	50

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.6.3 การตรวจวิเคราะห์ห้องปฏิบัติการทางฟอสของผงชิลิกอน คาร์บอน อะลูมินาและผงตัวอย่าง.....	51
3.3.6.4 การหาขนาดของผงตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน.....	52
3.3.7 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบ.....	52
3.3.7.1 การเตรียมผงตัวอย่างเสริมแรงในอะลูมินา.....	52
3.3.7.2 การผสมผงตัวอย่างกับอะลูมินา.....	54
3.3.8 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง.....	55
3.3.9 การเผาผนึก.....	57
3.3.10 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง.....	61
3.3.11 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	62
3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ.....	62
3.3.11.2 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	62
3.3.12 ทดสอบความแข็งจุลภาค.....	64
3.3.13 การหาค่าความเหนียว.....	65
3.3.14 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคตัวอย่างด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	66
3.3.14.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค.....	66
3.3.14.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	67
3.3.14.3 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	68
<b>4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....</b>	<b>75</b>
4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	75
4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	75
4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา.....	76

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.1.1.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา.....	77
4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน.....	78
4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงคาร์บอน.....	79
4.1.2.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงคาร์บอน.....	80
4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงซิลิกอน.....	81
4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงซิลิกอน.....	82
4.1.3.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงซิลิกอน.....	83
4.2 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อการสังเคราะห์ ผงซิลิกอนคาร์ไบด์หลังจากการบดที่เวลาต่าง ๆ กัน.....	84
4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลัง จากการบดที่ระยะเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ทเรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing.....	84
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่าง หลังจาก ทำการบดที่ระยะเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ทเรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน.....	85
4.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลังจาก ทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ท เรโซ 20:1 ก่อนทำการ annealing.....	86
4.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลังจาก ทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ทเรโซ 20:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน.....	87

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.5 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อขนาดผลึก (crystallite size) ของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลาการบด 5 ชั่วโมงหลังทำการ annealing.....	89
4.3 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	91
4.3.1 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 องศาเซลเซียส.....	91
4.3.2 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน.....	92
4.3.3 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	102
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	108
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	108
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	109
รายการอ้างอิง.....	110
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก. XRD แพทเทิร์น อะลูมินา คาร์บอน ซิลิกอนและซิลิกอนคาร์ไบด์.....	113
ภาคผนวก ข. ตารางการคำนวณ ชาร์ทเรโซที่อัตราส่วนต่างกัน ใช้เวลาการบดผสม 1 ชั่วโมง ชาร์ทเรโซที่อัตราส่วนเหมาะสม ใช้เวลาต่างกันและชาร์ทเรโซที่อัตราส่วนเหมาะสมกับเวลาที่เหมาะสม.....	118
ภาคผนวก ค. มาตรฐานการทดสอบ ASTM.....	126
ภาคผนวก ง. ตัวอย่างการคำนวณ Modulus of rupture Hardness และ Toughness.....	144

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ภาคผนวก จ. ตัวอย่างการคำนวณ Crystal size.....	148
ภาคผนวก ฉ. บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา.....	151
ประวัติผู้เขียน.....	159

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	ข้อมูลของแต่ละเทคนิค.....14
3.1	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....38
3.2	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....39
3.3	อัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง.....47
3.4	อัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1..... 48
3.5	ข้อมูลในการให้ความร้อน.....49
3.6	charge ratio และเวลาที่เหมาะสม.....52
3.7	ข้อมูลอัตราส่วนผสม.....54
3.8	ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซลิคองคาร์ไบด์.....58
3.9	ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซลิคองคาร์ไบด์.....59
3.11	ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซลิคองคาร์ไบด์.....60
4.1	ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....75
4.2	ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน.....78
4.3	การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงซลิคอง.....81
4.4	ค่าความหนาแน่นและปริมาณรุกรานของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....92
4.5	ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็งของ วัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึก ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....103
ก.1	แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา.....113
ก.2	แสดง XRD แพทเทิร์นของคาร์บอน.....114
ก.3	แสดง XRD แพทเทิร์นของซลิคอง.....115
ก.4	แสดง XRD แพทเทิร์นของซลิคองคาร์ไบด์.....116

## สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่		หน้า
ข.1	แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง.....	118
ข.2	แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง ใช้ charge ratio 20:1.....	120
ข.3	ตารางของ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม.....	123
ง.1	ข้อมูลขนาดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C.....	145
ง.2	ข้อมูลชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C.....	146
ง.3	ข้อมูลชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C.....	147
จ.1	ข้อมูลที่ได้จากโปรแกรม EVA เครื่อง XRD เพื่อหาค่า FWHM.....	150

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่	
2.1	โครงสร้างของอะลูมินา .....3
2.2	โครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ .....11
2.3	แผนภูมิวิภาคของ SiC .....12
2.4	พลังงานที่เกิดและการเข็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้เกิดวัสดุอุปเสถียร .....13
2.5	เครื่องบดแบบเขย่า .....18
2.6	เครื่อง Pulverisette5 .....19
2.7	เครื่องบดแบบแอตตรีชัน .....20
2.8	ปัจจัยการแปรผันของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล .....22
2.9	ผงที่ถูกบดกระแทกในระหว่างการบดผสมแบบเชิงกล .....26
2.10	เวลาระยะเวลาการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคขนาดอนุภาค .....27
2.11	เวลาการบดที่เพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคเล็กลง .....28
2.12	การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคในระหว่างการบดใน องค์ประกอบแบบความเหนียว-ความเปราะ .....29
2.13	วัสดุคอมโพสิต .....31
2.14	วัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ .....31
2.15	วัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในงานก่อสร้าง .....32
2.16	ทิศทางของแรงดึง (tension) .....32
2.17	ทิศทางของแรงอัด (compression) .....33
2.18	ทิศทางของแรงเฉือน (shear) .....33
2.19	ทิศทางของแรงดัด (flexure) .....34
2.20	คอมโพสิตชนิดต่าง ๆ และค่า tensile modulus .....35
3.1	ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ใช้เวลาในการบด 1 ชั่วโมง .....41



## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า	
3.2	ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซัลไฟด์คาร์ไบด์ที่ charge ratio 20:1 ใช้เวลาในการบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง.....	42
3.3	ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงนาโนซัลไฟด์คาร์ไบด์ที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาของซัลไฟด์คาร์ไบด์.....	43
3.4	ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยใช้ปริมาณด้วยผง นาโนซัลไฟด์คาร์ไบด์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน.....	44
3.5	ขั้นตอนการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิง ประกอบอะลูมินา-ซัลไฟด์คาร์ไบด์.....	45
3.6	เครื่องบดผสมแบบเชิงกล (SPEX mill).....	46
3.7	เตาไฟฟ้าแบบท่อ (tube furnace).....	48
3.8	สถานะที่ใช้ในการให้ความร้อน.....	49
3.9	เครื่อง particle size analyzerของบริษัท Malvern Instrument Ltd.....	50
3.10	เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD).....	51
3.11	เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง.....	55
3.12	เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) ของบริษัท Carver.....	56
3.13	ชิ้นงานที่มีขนาด 40 x 40 x 10 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร.....	57
3.14	การฝังกลบด้วยการซ้อนด้วยที่ทำจากอะลูมินา.....	58
3.15	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซัลไฟด์คาร์ไบด์.....	59
3.16	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซัลไฟด์คาร์ไบด์.....	60
3.17	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซัลไฟด์คาร์ไบด์.....	61
3.18	เครื่อง universal testing machine.....	63
3.19	ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน.....	65
3.20	เครื่อง ion sputtering device.....	67
3.21	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM).....	67
3.22	การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เร็ด.....	68

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.23	เครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw).....	69
3.24	เครื่องขัดกระดาษทราย.....	69
3.25	เครื่องเครื่องตัดความถี่สูง (ultrasonic disc cutter) ของบริษัท GATAN.....	70
3.26	ชิ้นตัวอย่างที่ได้ตัดด้วยเครื่องตัดความถี่สูง.....	70
3.27	เครื่องขัด disc grinder ของบริษัท GATAN.....	71
3.28	ชิ้นตัวอย่างที่ได้ขัดด้วย disc grinder.....	71
3.29	เครื่อง dimple deep ของบริษัท GATAN.....	72
3.30	ชิ้นตัวอย่างที่ขัดให้ลึกลงไปด้วยเครื่อง dimple deep.....	72
3.31	เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ของบริษัท GATAN.....	73
3.32	climping type duopost.....	73
3.33	ชิ้นตัวอย่างที่ทำการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling).....	74
3.34	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM).....	74
4.1	XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวัฏภาคแอลฟา- อะลูมินา.....	76
4.2	การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา.....	77
4.3	XRD แพทเทิร์นของผงคาร์บอน โดย C แสดงวัฏภาคคาร์บอน.....	79
4.4	การกระจายขนาดอนุภาคคาร์บอน.....	80
4.5	XRD แพทเทิร์นของผงซิลิกอน โดย Si แสดงวัฏภาคซิลิกอน.....	82
4.6	การกระจายขนาดอนุภาคซิลิกอน.....	83
4.7	ชาร์ทเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing.....	84
4.8	ชาร์ทเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing.....	85
4.9	ชาร์ทเรโซ 20:1 ที่การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงตัวอย่าง ก่อนจากการบดที่ชาร์ทเรโซ 20:1 ที่เวลาต่าง ๆ กัน.....	86
4.10	ชาร์ทเรโซ 20:1 โดยใช้เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง หลัง annealing.....	88

## สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.11	ขนาดผลึกของผงซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ (nm) ที่เวลาบดผสมต่างกัน โดยใช้ซาร์ทเรโซ 20:1.....89
4.12	ขนาดผลึกของผงซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ ใช้ซาร์ทเรโซที่ 20:1 เวลาในการบด 5 ชั่วโมง โดยใช้กัลเลียมเจอร์เมเนียม อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน..... 90
4.13	วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณ ซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 องศาเซลเซียส.....91
4.14	ผล Relative density ที่มีผลต่อปริมาณของซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....93
4.15	ผล Apparent Porosity ที่มีผลต่อปริมาณของ ซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....94
4.16	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C (a) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....95
4.17	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C (a) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....97
4.18	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C (a) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....99
4.19	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างกันมีปริมาณ SiC 15 vol% (a) 1550°C (b) 1650°C (c) 1750°C.....101
4.20	ภาพถ่าย TEM ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ ที่ส่วนผสม 15vol% SiC ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C.....102
4.21	ผล Flexural Strength ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....104

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.22	ผล Fracture toughness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซีลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....	105
4.23	ผล Vicker's hardness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซีลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....	106
จ.1	ตัวอย่างการหาค่า B (FWHM).....	149

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาของปัญหา

อะลูมินาเป็นวัสดุที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากมีความแข็ง (hardness) และ ความแข็งแรง (fracture strength) สูง ทนต่อการขัดสีได้ดี ทนสภาวะกรดและด่าง ได้ดี (Accuratus Corperation, 2003) ประโยชน์ของอะลูมินามีมากมาย นอกจากจะใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์เซรามิก เพื่อให้เกิดความแข็งแรงมากขึ้นแล้ว ยังสามารถนำไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์หลายชนิด เช่น ใช้ทำวัสดุทนไฟในเตาเผาและเตาหลอม วัสดุขัดถู ลูกบิดและผนังกรูหม้ออบสำหรับอุตสาหกรรมเซรามิก ส่วนประกอบของกระแฉกกระสุนสำหรับอุตสาหกรรมทหาร ถ้วยเผาสาร (crucible) สำหรับอุตสาหกรรมอัญมณี หัวฟันทรายสำหรับงานตกแต่งผิวโลหะ แผ่นรองวงจรไฟฟ้ารวม (IC) สำหรับอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์หัวเทียน ชิ้นส่วนของเครื่องยนต์ของรถยนต์ สำหรับอุตสาหกรรมยานยนต์ ใช้ทำฝาครอบหลอดไฟโซเดียมที่ให้ความสว่างสูง และยังใช้เป็นชิ้นส่วนทดแทนของ อวัยวะต่าง ๆ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น แต่อย่างไรก็ตามอะลูมินายังมีข้อจำกัด ด้านคุณสมบัติเชิงกล ความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว เมื่อเปรียบเทียบกับคุณสมบัติกับวัสดุเซรามิกอื่น ๆ ทำให้การนำมาใช้งานอยู่ในวงจำกัด

ดังนั้นจึงมีงานวิจัยจำนวนมากพยายามปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินานั้น โดยใช้วัสดุต่าง ๆ มาเสริมแรงและกระจายตัวในอะลูมินาเนื้อหลัก (matrix) เพื่อทำเป็นวัสดุเชิงประกอบ (composite materials) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นวัสดุเซรามิกชนิดหนึ่งที่น่านำมาใช้ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา โดยถูกนำมาใช้เสริมแรงในอะลูมินามีหลายรูปแบบได้แก่ เส้นใยแบบสั้น (whisker) อนุภาค (particle) และเส้นใย (fiber) ซึ่งมีการใช้ทั้งขนาดระดับไมโครเมตร และนาโนเมตรดังจะเห็นได้จากงานวิจัยจำนวนมากที่ได้มีการศึกษาในระบบ  $Al_2O_3/SiC$  (Niihara, 1991) ในงานวิจัยนี้จึงได้ใช้อุณหภูมิระดับนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ทำการสังเคราะห์ ด้วยวิธีบดผสมแบบเชิงกลนำมาเป็นวัสดุเสริมแรงเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาเซรามิก

## 1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา ด้านความแข็ง ความเหนียวและความแข็งแรง โดยใช้อุณหภูมิโนซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเสริมแรง

1.2.2 เพื่อศึกษาการใส่ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบ ที่มีสมบัติเชิงกลเหมาะสมที่สุดต่อการใช้งานทางด้านวิศวกรรม

1.2.3 เพื่อศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการบดผสม เพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ได้แก่ เวลาและอัตราส่วนผสมระหว่างน้ำหนักของลูกบดกับน้ำหนักของสาร (charge ratio) ที่เหมาะสมในการบดผสม ที่ทำให้ได้ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์มากที่สุดและใช้เวลาน้อยที่สุด

## 1.3 ขอบเขตการวิจัย

1.3.1 วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ เช่น วัฏภาค สมบัติทางกายภาพต่าง ๆ ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ของวัสดุเชิงประกอบของอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.3.3 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล (mechanical properties) เช่น ความแข็ง ความเหนียวและความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณส่วนผสมของซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5-15 โดยปริมาตร

1.3.4 สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ ด้วยวิธีการผสมแบบเชิงกล โดยศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ เวลาและอัตราส่วนผสมระหว่างน้ำหนักของลูกบดกับน้ำหนักของสาร (charge ratio)

## 1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณส่วนผสมของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.4.2 ทำให้ทราบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม ต่อการใช้งานทางวิศวกรรม

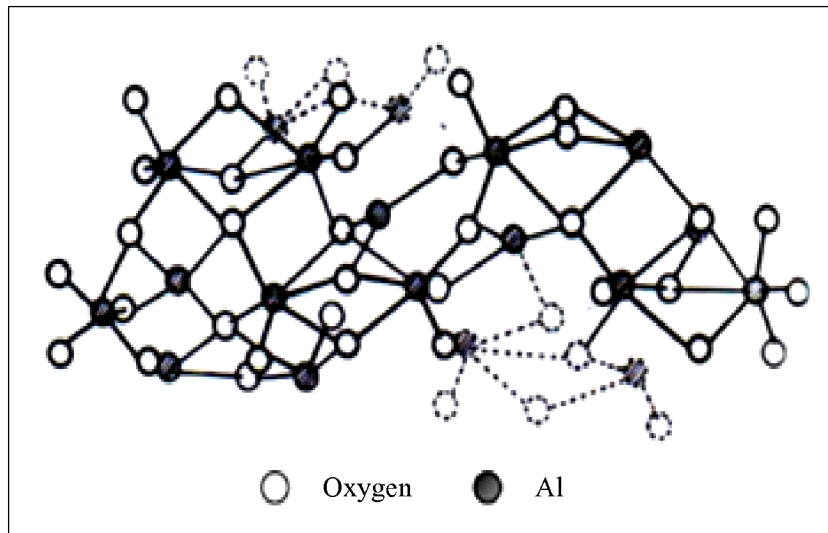
1.4.3 ทำให้ทราบตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ ด้วยวิธีการบดผสมแบบเชิงกล

## บทที่ 2

### ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 อะลูมินา

อะลูมินา (alumina) มีชื่อทางเคมีคือ aluminium oxide มีสูตรทางเคมีเป็น  $Al_2O_3$  จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่อดีตจนกระทั่งถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนานำมาใช้งานมากขึ้นในอนาคต



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

อะลูมินาบริสุทธิ์ มีความถ่วงจำเพาะ 3.4-4.0 จุดหลอมเหลว 2030 องศาเซลเซียส ความแข็ง (mohs scale) เท่ากับ 9 อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุ ที่พบในรูปของ คอรันดัม (corundum,  $Al_2O_3$ ) ไดแอสพอร์ (diaspore,  $Al_2O_3 \cdot H_2O$ ) กีบไซต์ (gibbsite,  $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ ) และบ็อกไซต์ (bauxite,  $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$ ) โดยแร่คอรันดัมที่พบจะเป็นรัตนชาติ เช่น ทับทิม (ruby) ไพรีน (sapphire) บุษราคัม (yellow sapphire) เป็นรูปแบบของคอรันดัมที่มีมลทิน ในขณะที่คอรันดัมที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์และไฮเดรต (hydrate) อะลูมินาสามารถสกัดได้จาก แร่บ็อกไซต์และดินลูกรัง โดยวิธีของกระบวนการเบเยอร์ (Bayer process) คือนำแร่มาบดแล้วหลอมด้วยโซดาไฟ (caustic soda) จากนั้นแยกตะกอนที่ได้ออกมาแล้วเผา อะลูมินาจะพบในรูปแอลฟา ( $\alpha$ ) แกมมา ( $\gamma$ )

และเบต้า ( $\beta$ ) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ แอลฟาอะลูมินา ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) และแกมมาอะลูมินา ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ในอุณหภูมิที่ไม่เกิน 500 องศาเซลเซียส อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมา หากนำไปเผาให้ อุณหภูมิสูงถึง 1150-1200 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของแอลฟา แต่เบต้าอะลูมินา ( $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) จะอยู่ในรูปของสารประกอบโซเดียมคือ โซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminate,  $\text{Na}_2\text{O}\cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ )

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งแรงสูง มีความหนาแน่นสูง มีความต้านทานต่อการกัดกร่อนและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดีและมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภทเช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู (abrasive) อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมเซรามิกและอื่น ๆ ซึ่งแนวโน้มในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ อุตสาหกรรมที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจอุตสาหกรรมหนึ่ง ที่นำเอาอะลูมินาไปพัฒนาใช้คืออุตสาหกรรมเซรามิก ทั้งเซรามิกดั้งเดิมที่ใช้วัตถุดิบในธรรมชาติ ซึ่งมีอะลูมินานั้นจัดเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในเซรามิกสมัยใหม่ โดยในอุตสาหกรรมเซรามิกสมัยใหม่ สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภทเช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า อุปกรณ์ส่วนประกอบในจรวด เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น อะลูมินาที่นำมาใช้ในเซรามิกสมัยใหม่นั้นจะใช้ทั้งที่เป็นผงเป็นผลึกเดี่ยว ๆ เป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุน โดยผงอะลูมินาจะเป็นที่นิยมใช้มากที่สุดเพราะเป็นวัตถุดิบในการขึ้นรูปแบบต่าง ๆ ได้ดี ทั้งนี้ผงอะลูมินาที่นำมาใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้ โดยการกำจัดมลทินต่าง ๆ ออกไปเช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อการควบคุมโครงสร้างจุลภาค (microstructure) มีผลต่ออัตราการสึกกร่อนของอะลูมินารวมทั้งมีผลต่อการเผาผนึก (sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง ปัจจุบันเทคโนโลยีทางด้าน เซรามิกสมัยใหม่ได้มีการศึกษาวิจัยและพัฒนาเพื่อปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์อะลูมินา เซรามิกให้ดียิ่ง ๆ ขึ้นไป เช่น

- การปรับปรุงสมบัติเชิงกลโดยการปรับปรุงองค์ประกอบและ โครงสร้างจุลภาค (microstructure)
- การใช้ผงอะลูมินาที่มีความละเอียดระดับ Submicrometer เพื่อที่จะให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อละเอียดมาก ๆ
- การพัฒนากรรมวิธีใหม่ ๆ เพื่อที่จะผลิตอะลูมินาโดยตรงจากการออกซิเดชัน (oxidation) ของอะลูมิเนียมเหลว
- การพัฒนาอะลูมินาเซรามิกชนิดเส้นใยเสริมแรงที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมากขึ้น



- การพัฒนาอะลูมินาเซรามิกที่มีรูพรุนขนาดเล็กเพื่อที่จะใช้ในการกรอง
- จากการพัฒนาที่ไม่หยุดยั้งคาดว่าในอนาคตอะลูมินา จะถูกนำมาใช้ในการพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่จะสนับสนุนระบบเทคโนโลยีขั้นสูงเช่น ระบบการสื่อสารและโทรคมนาคม เทคโนโลยีชีวภาพ เทคโนโลยีทางการแพทย์และอื่น ๆ มากยิ่งขึ้น (ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก, 2545)

## 2.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์ (silicon carbide, SiC)

วัสดุธรรมชาติที่มีความแข็งแรงจากเพชรคือ แร่คอร์ันดัมซึ่งเป็นรูปแบบหนึ่งของอะลูมิเนียมออกไซด์หรือที่เราคุ้นเคยกันในรูปแบบของอัญมณีพวกแซฟไฟร์และพลอย เมื่ออะลูมิเนียมออกไซด์มีโลหะอื่นเจือปนอยู่เพียงเล็กน้อยจะให้สีฟ้าหรือสีแดง อัญมณีเหล่านี้มีสิ่งๆ เหมือนกับเพชรในแง่ที่สามารถสังเคราะห์ได้ภายใต้ ความดันสูง คอร์ันดัมเทียมส่วนใหญ่ใช้งานขัดและเครื่องมือตัด แม้คอร์ันดัมมีความแข็งที่เป็นรองเพชรไม่มาก แต่ในเรื่องของความเหนียวนั้น เหมือนกับของแข็งส่วนใหญ่ที่มีพันธะไอออนิก ดังนั้นคอร์ันดัมจึงค่อนข้างเปราะ แต่ในปัจจุบันวัสดุที่แข็งซึ่งเป็คู่แข่งของเพชร เป็นวัสดุที่มีพันธะโคเวเลนต์ หรืออาจเรียกว่าโคเวเลนต์เซรามิกได้แก่พวกคาร์ไบด์ (carbide) และไนไตรด์ (nitride)

นายเฮนรี มอยซัน นอกจากเป็นผู้บุกเบิกเรื่องการสังเคราะห์เพชรยังถือได้ว่าเป็นผู้พัฒนาเทคโนโลยีของวัสดุแข็งพวกคาร์ไบด์ในยุคแรกอีกด้วย ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ (silicon carbide, SiC) ได้โดยบังเอิญในช่วงปลายทศวรรษที่ 19 ระหว่างการพยายามสังเคราะห์เพชร การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ในระดับอุตสาหกรรม เป็นไปได้ว่าทำการทดลองโดยนายอาร์คีสัน ในปี ค.ศ. 1881 และเช่นเดียวกันกับนายเฮนรี ระหว่างที่นายอาร์คีสันพยายามสังเคราะห์เพชร โดยหวังให้แกรไฟต์ตกผลึกเป็นเพชรในอะลูมิเนียมซิลิเกต แต่ปรากฏว่าคาร์บอน (carbon, C) เกิดปฏิกิริยากับซิลิกาได้เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ ในปัจจุบันการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ใช้ทรายหรือซิลิกา (SiO<sub>2</sub>) แทน ซิลิเกตและใช้ถ่านหินแทนแกรไฟต์ (graphite) แต่กระบวนการส่วนใหญ่ยังคงเหมือนกับที่นายอาร์คีสันเคยทำ ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้อยู่ในรูปของผง ซึ่งสามารถนำไปอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ ก่อนนำชิ้นงานไปให้ความร้อน เพื่อให้อนุภาคในชิ้นงานหลอมเข้าหากันจนได้เป็นชิ้นงานที่มีความหนาแน่นและเป็นวัสดุที่มีความแข็ง เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีความแข็งและเหนียวสามารถทนอุณหภูมิได้มากกว่า 1000 องศาเซลเซียส ซึ่งทนต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันและการกัดกร่อนภายใต้หลายสภาวะ ซิลิกอนคาร์ไบด์จึงใช้มากในงานที่ต้องอยู่ภายใต้อุณหภูมิสูง เช่น อุปกรณ์ชิ้นส่วนเครื่องยนต์และใบพัดแก๊สร้อน เป็นต้น นอกจากนี้เมื่อทำซิลิกอนคาร์ไบด์ให้อยู่ในรูปแบบของผลึกที่มีลักษณะเป็นเส้นสั้น ๆ คล้ายเส้นผมและนำมาผสมกับวัสดุที่มีความอ่อนกว่า ซึ่งซิลิกอนคาร์ไบด์ก็จะทำหน้าที่ในการเสริมแรงให้กับวัสดุผสมนั้น ในส่วนของรูปแบบของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ใช้มากในงานขัด (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, 2547)

ซิลิกอนคาร์ไบด์ไม่ใช่สารที่เกิดขึ้นโดยธรรมชาติแต่เป็นสารที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นมา ใช้โดยปกติแล้วซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เมื่อแบ่งตามโครงสร้างจะมีอยู่ 2 ชนิด คือ แอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่รูปผลึกเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (hexagonal) และเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่รูปผลึกเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม (cubic) การเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์มีอยู่หลายวิธีดังนี้

## 2.2.1 การเตรียมเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC)

### 2.2.1.1 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง ซิลิกอนกับคาร์บอน ดังปฏิกิริยาที่ (2.1)



การเตรียมโดยวิธีการนี้จะมีการให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยา ตั้งแต่ อุณหภูมิ 1000 ถึง 1400 องศาเซลเซียส ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะอยู่ในรูปเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีลักษณะเป็นก้อนหยาบ ๆ มองดูมีลักษณะคล้ายกับว่ายังคงมีโลหะซิลิกอน (silicon, Si) เหลืออยู่

### 2.2.1.2 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลิกากับคาร์บอน (carbonthermal reduction of silica)

#### ดังปฏิกิริยาที่ (2.2)



การเตรียมโดยวิธีการนี้จะใช้ซิลิกาและคาร์บอนที่มีราคาไม่แพงมากนัก เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโดยปกติแล้วซิลิกาที่ใช้จะเป็นทรายหรือควอตซ์ (quartz) และคาร์บอนที่ใช้จะเป็นคาร์บอนแบล็ค (carbon black) ปิโตรเลียมโค้ก (petroleum coke) หรือผงแกรไฟต์ (graphite powder) โดยที่ซิลิกาและคาร์บอนจะเริ่มทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส และจะเห็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิ 1500 ถึง 1900 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะสมบูรณ์ทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะอยู่ในรูปของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์

### 2.2.1.3 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ (Vaporphase reaction of Chemical Vapor Deposition, CVD)

การเตรียมโดยวิธีการนี้จะใช้ซิลิกอนเตตระคลอไรด์ (silicon tetrachloride,  $\text{SiCl}_4$ ) ที่อยู่ในสถานะไอทำปฏิกิริยากับแก๊สมีเทน (methane) ดังปฏิกิริยาที่ (2.3)



หรือเตรียมได้จากปฏิกิริยาการสลายตัวของเมทิลซิลิกอนไตรคลอไรด์ (methylsilicontrichloride) ดังปฏิกิริยาที่ (2.4)



การเตรียมโดยวิธีนี้ถ้าใช้สารตั้งต้นในการเตรียมที่มีความบริสุทธิ์สูง จะทำให้ได้ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วย แต่อย่างไรก็ตามผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ อาจมีการยึดติดกันเป็นก้อน ทำให้มีการดูดซับเฮลโลจีน (chlorine) หรือกรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เอาไว้ได้ ดังนั้นจึงต้องนำเอาผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ไปเผาเพื่อไล่เอาคลอรีนออกไป ก่อนที่จะนำไปใช้งานต่อไป

#### 2.2.1.4 เตรียมโดยวิธีการระเหยของแก๊ส (gas evaporation)

การเตรียมโดยวิธีนี้จะได้จากการทำ Arc discharge ระหว่าง ซิลิกอนกับคาร์บอน ทำให้ได้เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีขนาดละเอียดมากคือมีขนาดเล็กกว่า 50 นาโนเมตร (nanometer)

#### 2.2.1.5 เตรียมได้จากการสลายตัวของโพลิเมอร์ที่เป็น Organosilicic polymers

โดยใช้ความร้อน (thermal decomposition of organosilicic polymers) การเตรียมโดยวิธีนี้จะใช้ โพลีคาร์โบไซเลน (polycarbosilane) หรือโพลิเมอร์อื่น ๆ ที่มีโครงสร้างคล้ายกัน นำไปสลายตัวโดยใช้ความร้อนภายใต้บรรยากาศที่ไม่มีการออกซิไดส์ (non-oxidizing) ทำให้ได้ผงเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังปฏิกิริยาที่ (2.5)



### 2.2.2 การเตรียมแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC)

วิธีการเตรียมแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC) เตรียมได้ต่อจากปฏิกิริยาการเตรียม แอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ จากวิธีการทำปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) ระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอน ดังปฏิกิริยาที่ (2.6)



เมื่อได้เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยที่ปฏิกิริยาเกิดขึ้นจะเกิดอุณหภูมิ 1500 ถึง 1900 องศาเซลเซียส จนอุณหภูมิถึง 2100 องศาเซลเซียส เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นจะค่อย ๆ เปลี่ยนไปเป็นแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ จนกระทั่งอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นสูงถึง 2400 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนจากเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ไปเป็นแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์จะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์นี้จะทนต่อการขัดสีได้ดี ปัจจุบันได้มีการพัฒนานำเอาซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ในงานต่าง ๆ มากมายได้แก่ ใช้ในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ ใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกต่าง ๆ เช่น ใช้ทำหัวสำหรับพ่นไอร้อนที่ใช้ในการขับเคลื่อนจรวด เบ้าหลอมโลหะตัวต้านทาน ไฟฟ้า ส่วนประกอบต่าง ๆ ในเตาเผาและอื่น ๆ จากคุณสมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ในการนำไปพัฒนาทำเป็นผลิตภัณฑ์วัสดุทนไฟและเซรามิกต่าง ๆ มากมายจึงทำให้สามารถแบ่งผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ออกเป็นประเภทต่าง ๆ ตามกรรมวิธีการผลิตในการยึดติดกันเป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้ดังนี้

## 2.2.3 การแบ่งผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์

### 2.2.3.1 ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันเป็นรูปร่าง

ด้วยตัวของมันเอง (self-bonded silicon carbide)

ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ประเภทนี้แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทคือ

- การยึดติดกันโดยวิธีการตกผลึกใหม่ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (recrystallized silicon carbide)

วิธีการนี้จะนำเอาซิลิกอนคาร์ไบด์ไปขึ้นรูป จากนั้นนำไปตกผลึกใหม่ (recrystallized) ที่อุณหภูมิสูง ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ทนต่อความร้อนได้สูงและทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดีมาก

- การยึดติดกันโดยวิธีการเผาผนึก (sintering) ซิลิกอนคาร์ไบด์มีสารที่ช่วยในการเผาผนึกลงไปด้วย วิธีการนี้ได้ถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความแข็งแรงสูง (high strength) และสามารถทำให้มีสมบัติทางกายภาพอื่น ๆ ตามที่ต้องการได้

### 2.2.3.2 ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการอัดโดยใช้ความร้อน

(hot pressed silicon carbide)

ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้เตรียมได้โดยการอัดภายใต้ความดันประมาณ 10000 ปอนด์ต่อตารางนิ้วที่อุณหภูมิ 2000 ถึง 2560 องศาเซลเซียส จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อผนึกแน่น นอกจากนี้ในบางครั้งยังมีการเติมสารอื่น ๆ ลงไปอีกเล็กน้อยเพื่อทำให้เนื้อแน่นขึ้น การขึ้นรูปโดยวิธีการนี้จะมีข้อจำกัดคือ จะขึ้นรูปได้เฉพาะผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างธรรมดาไม่สลับซับซ้อน

### 2.2.3.3 ผลิตรัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดด้วยแกรไฟต์

ผลิตรัณฑ์ประเภทนี้ อนุภาคของแกรไฟต์จะกระจายตัวอยู่ในช่องระหว่างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ ทำให้มีการทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็วได้ดี ทำให้เหมาะสำหรับการเตรียมเป็นผลิตรัณฑ์จำพวกที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็วได้แก่ หัวจรวด (rocket nose cone) และหัวพ่นไฟ (nozzles)

### 2.2.3.4 ผลิตรัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดยใช้ดินเป็นตัวยึด (claybonded silicon carbide)

ผลิตรัณฑ์ที่ยึดติดกัน โดยวิธีการนี้เป็นวิธีการที่ถูกรอกแบบมาใช้กับเตาเผามาเป็นเวลานานแล้ว ได้แก่ การทำอิฐทนไฟที่ใช้กับเตาเผาผลิตรัณฑ์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีนี้ จะมีความแข็งแรงสูง ทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดีและทนต่อตะกรันโลหะได้ดี (slag resistance)

### 2.2.3.5 ผลิตรัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดยสารประกอบซิลิเกต (silicate-bond silicon carbide)

วิธีการยึดติดกันด้วยสารประกอบซิลิเกตนี้จะทำให้ได้ผลิตรัณฑ์ที่เนื้อของซิลิกอนคาร์ไบด์ผนึกอยู่ด้วยกันได้ที่อุณหภูมิต่ำ

### 2.2.3.6 ผลิตรัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดยซิลิกอนไนไตรด์ (silicon nitride, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

วิธีนี้เป็นกรรมวิธีที่ปรับปรุงขึ้นมา เพื่อให้เนื้อซิลิกอนคาร์ไบด์ยึดติดกันได้ดีกว่าวิธีการยึดติดกันด้วยสารประกอบซิลิเกต ทำให้ผลิตรัณฑ์ที่ได้มีสมบัติทนต่ออุณหภูมิได้สูงกว่า แต่มีความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว (resistance to thermal shock) ได้น้อยกว่าและทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ต่ำกว่าวิธีการยึดติดกันด้วยตัวของมันเอง

## 2.2.4 การเสื่อมสภาพของซิลิกอนคาร์ไบด์ (decomposition of silicon carbide)

กรรมวิธีการทำผลิตรัณฑ์ต่าง ๆ ของซิลิกอนคาร์ไบด์ตามที่กล่าวมาแล้วในการนำเอาผลิตรัณฑ์เหล่านี้ไปใช้งานนั้น ยังมีปัจจัยอื่นอีกหลายประการที่มีผลต่ออายุการใช้งานของผลิตรัณฑ์ของซิลิกอนคาร์ไบด์เหล่านั้น เช่น การใช้งานหรือการเก็บผลิตรัณฑ์เหล่านั้น ไว้ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน (oxygen) จะพบว่าซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถถูกออกซิไดส์ที่ละน้อย มีผลทำให้ซิลิกอนคาร์ไบด์เปลี่ยนไปเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ดังปฏิกิริยาที่ (2.7)



การเกิดปรากฏการณ์เช่นนี้จะพบได้มากในผลิตภัณฑ์ของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ใช้ทำเป็นแท่งให้ความร้อน (heating element) ซึ่งจะพบว่าเมื่อใช้งานไปนาน ๆ หรือแม้แต่เก็บไว้ในบรรยากาศที่มีออกซิเจนนาน ๆ จะทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้นเรื่อย ๆ ทำให้อายุการใช้งานของแท่งให้ความร้อนลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าผลของอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิไดส์ได้ดียิ่งขึ้นอย่างไรก็ดีนอกจากออกซิเจนแล้วความชื้นและกรดไฮโดรฟลูออริก (hydro-fluoric acid) ก็มีผลต่ออายุการใช้งานของผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ กล่าวคือเมื่อนำผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้งานที่อุณหภูมิสูง ๆ และมีน้ำหรือไอน้ำอยู่ในบรรยากาศนั้น จะพบว่าซิลิกอนคาร์ไบด์ถูกออกซิไดส์ได้ดังปฏิกิริยาที่ (2.8)



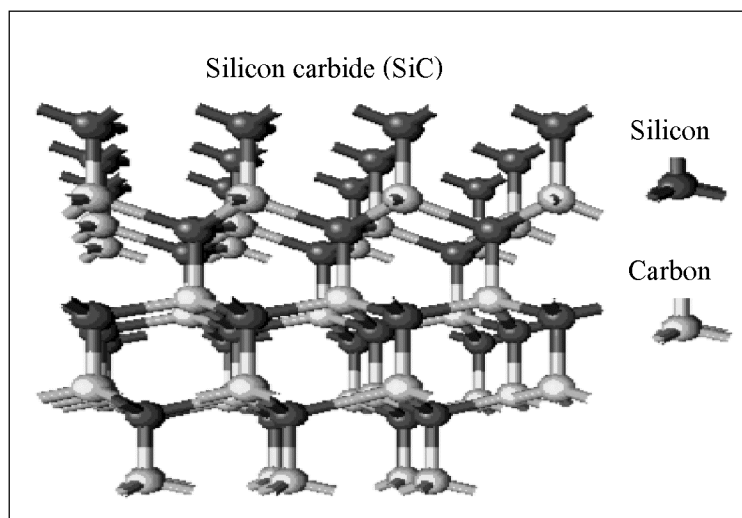
ส่วนกรดไฮโดรฟลูออริกนั้นพบว่าเมื่อผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ถูกออกซิไดส์ไปเป็นซิลิกอนไดออกไซด์แล้ว เมื่อนำเอาผลิตภัณฑ์นี้ไปใช้งานหรือเก็บรักษาไว้ภายใต้บรรยากาศที่มีกรดไฮโดรฟลูออริกหรือมีฟลูออไรด์ (fluoride) ซิลิกอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับกรดได้ที่อุณหภูมิห้องดังปฏิกิริยาที่ (2.9)



มีผลทำให้อายุการใช้งานสั้นลงจากสมบัติต่าง ๆ ของซิลิกอนคาร์ไบด์จะพบว่าได้มีการพัฒนานำเอาผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ มากมาย อุตสาหกรรมภายในประเทศก็มีการใช้ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้อยู่เป็นจำนวนมาก (ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก, 2545)

### 2.2.5 ผลิตภัณฑ์ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (product of silicon carbide)

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุหนึ่งที่มีสมบัติที่เด่นหลายประการอาทิ มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรง ทนทานต่อการสึกหรอและการผุกร่อน มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ (<http://members.tripod.com>)

นอกจากนี้ยังสามารถนำไปผลิตเป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้หลากหลายรูปแบบในปัจจุบัน ผลิตภัณฑ์จากซิลิกอนคาร์ไบด์ มีใช้ในหลากหลายชนิดโดยอาศัยสมบัติที่โดดเด่นในการนำไปประยุกต์ใช้ในแต่ละผลิตภัณฑ์สามารถนำมาประยุกต์ใช้โดยไม่จำเป็นต้องไปใช้ในงานเฉพาะด้านหรือในโรงงานอุตสาหกรรมเพียงอย่างเดียวยังมีผลิตภัณฑ์อีกหลายอย่างที่เห็นกันในปัจจุบันคือ

**แหวนกันซึม (seal ring)** ซึ่งแหวนกันซึมที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ จะมีความคงทนต่อการสึกหรอและการกัดกร่อน มีความเสียดทานน้อย ทนต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างฉับพลัน สามารถนำความร้อนได้ดี มีขนาดที่แม่นยำและมีน้ำหนักเบา แหวนกันซึม ซิลิกอนคาร์ไบด์ สามารถนำมาใช้กับระบบปั๊มที่เกี่ยวข้องกับรถยนต์ ใช้ในโรงกลั่น โรงงานผลิตเชื้อและกระดาษ การทำเหมือง เครื่องกวนและการแช่เย็น

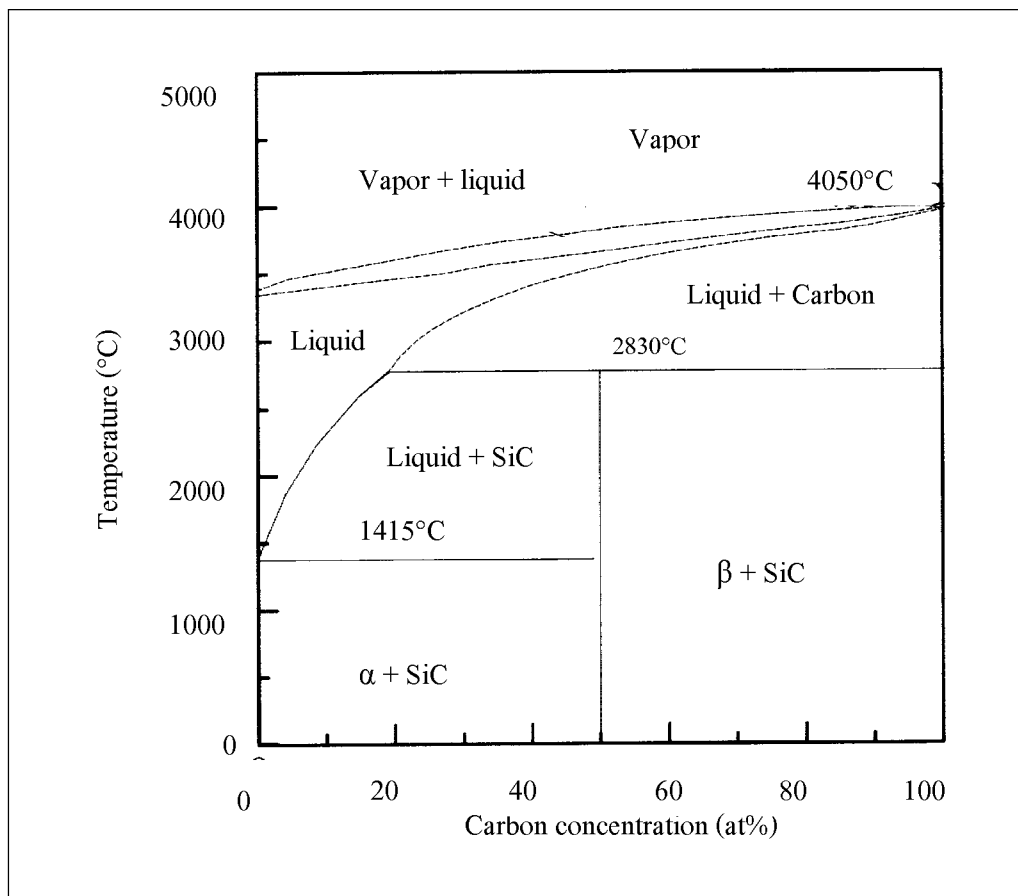
**ไฮโดรไซโคลน (hydro cyclone)** ไฮโดรไซโคลนซิลิกอนคาร์ไบด์มีความคงทนการสึกหรอสูง สามารถใช้ได้ดีเท่ากับเหมืองหิน อายุการใช้งานของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ จะนานกว่า 5 เท่าของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากเซรามิกชนิดอื่น

**ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน** เป็นท่อแลกเปลี่ยนความร้อนซิลิกอนคาร์ไบด์ มีความคงทนต่อการกัดกร่อน สามารถนำความร้อนได้ดี และมีความแข็งแรงสูง นำมาใช้ในโรงงานต่าง ๆ อาทิ โรงผลิตสารเคมี

**อุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ (semiconductor)** วัสดุกึ่งตัวนำที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ มีน้ำหนักเบา ความแข็งแรงสูง มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง นำความร้อนได้ดีกว่าวัสดุกึ่งตัวนำที่ผลิตจากโลหะ สามารถผลิตได้ หลากหลายรูปร่างและขนาด วัสดุกึ่งตัวนำซิลิกอนคาร์ไบด์ สามารถ

นำมาใช้เป็นอุปกรณ์ต่าง ๆ อาทิ แวกคิวอัมซัค (vacuum chuck) ซะเซพเตอร์ (susceptor) ในกระบวนการผลิตเวเฟอร์กึ่งตัวนำซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่ต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูง

จากที่กล่าวมาแล้วจะเห็นได้ว่า ซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถใช้ประโยชน์ได้ใน ช่วงกว้าง และหลากหลายอุตสาหกรรม จึงเป็นวัสดุเซรามิกอีกอย่างหนึ่งที่น่าสนใจ ทั้งในเชิงพาณิชย์ และการวิจัยพัฒนา (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, 2545)



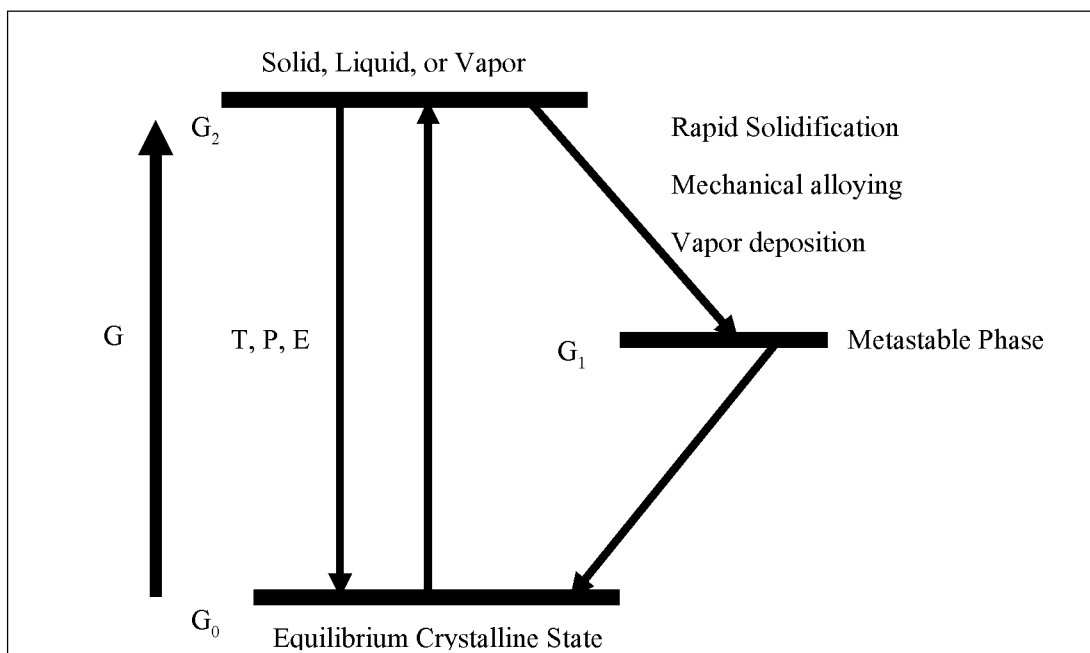
รูปที่ 2.3 แผนภูมิวิภูภาคของ SiC (Tairov and Tsvetkov, 1988)



## 2.3 การบดผสมแบบเชิงกล ( Mechanical Alloying, MA)

### 2.3.1 ประวัติความเป็นมา (history)

ปัจจุบันนักวิทยาศาสตร์ได้มีการมุ่งเน้นที่จะปรับปรุงสมบัติของวัสดุ โดยมีการปรับปรุงทั้งสมบัติและประสิทธิภาพของวัสดุ ซึ่งลักษณะสำคัญในการปรับปรุงนั้นมีหลายด้านคือ ด้านทางกล ด้านเคมี ด้านกายภาพ จะนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงทางเคมี ความร้อน ทางกล และกระบวนการเครื่องกลความร้อน อย่างไรก็ตามเมื่อมีความต้องการที่จะเพิ่มคุณสมบัติให้แก่วัสดุ ทำให้วัสดุมีความร้อน ความแข็งแรง ความยืดหยุ่นและความเบามากกว่าวัสดุธรรมดา จึงมีออกแบบและการพัฒนาวัสดุขั้นสูง วัสดุขั้นสูงนั้นจะทำให้คำจำกัดความได้ว่าเป็นระบบที่มีการสังเคราะห์และควบคุมโครงสร้างของวัสดุให้มีความแน่นอนเพื่อที่จะประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ เฉพาะด้านวัสดุขั้นสูงทั้งโครงสร้างและการทำให้เกิดเป็นวัสดุขั้นสูงสามารถควบคุมได้ โดยใช้กระบวนการอยู่ในสถานะที่ไม่เสถียร ในกระบวนการที่นำมาใช้ในธุรกิจการค้าไม่ว่าจะเป็น การแข็งตัวอย่างรวดเร็ว (rapid solidification) การบดผสมแบบเชิงกล (mechanical alloying) กระบวนการพลาสมา (plasma processing) และการตกตะกอนของไอสาร (vapor deposition) กระบวนการเหล่านี้ได้เข้ามามีบทบาทที่สำคัญและได้มีการศึกษาทดลองในกระบวนการ จะเห็นได้ว่ารากฐานที่สำคัญที่แท้จริงของเทคนิคที่จะสังเคราะห์วัสดุในสถานะที่ไม่เสถียร จะทำได้โดยมี พลังงาน (energizing) และการเย็นตัวฉับพลัน (quenching)



รูปที่ 2.4 พลังงานที่เกิดและการเย็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้เกิดวัสดุอุปเสถียร (Suryanarayana, 2001)

ค่าพลังงานที่มีผลต่อการทำวัสดุเข้าสู่สถานะที่ไม่เสถียรค่อนข้างสูง โดยมีการใช้แรงในการเคลื่อนที่จากภายนอก เช่น การหลอมเหลว การกลายเป็นไอ การแผ่รังสีความดันหรือพลังงานที่ได้จากการสะสมพลังงานทางกล การเสียรูปถาวร (plastic deformation) ซึ่งวัสดุที่กล่าวถึงคือ driven material ค่าพลังงานโดยปกติมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของแข็งเป็นของเหลวหรือแก๊ส วัสดุที่ถูกการทำการเย็นตัวฉับพลัน ภายในจะมีการจัดเรียงตัวอยู่ในสถานะแช่แข็ง ต่อจากนั้นสามารถใช้สารตั้งต้น เพื่อให้ได้โครงสร้างตามต้องการ โดยการชุบหรือให้ความร้อนในกระบวนการ แสดงให้เห็นว่าวัสดุที่ผ่านกระบวนการที่ทำให้เกิดการปรับปรุงคุณลักษณะทางด้านกายภาพและทางกล เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการธรรมดา ความสามารถในการใช้เทคนิคของแต่ละกระบวนการมีความแตกต่างกันออกไป ที่จะสังเคราะห์ให้เกิดโครงสร้างแบบอุปเสถียร (metastable) จะสามารถคำนวณได้อย่างง่าย ๆ โดยวิธีการวัดหรือการประมาณค่าจากการเบี่ยงเบนจากจุดสมดุล นั่นคือ เมื่อพลังงานมีค่าสูงสุดสามารถเก็บสะสมพลังงานส่วนที่มากเกินไปของโครงสร้างที่สมดุล สิ่งที่ทำให้สำเร็จได้ขึ้นอยู่กับความแตกต่างของการทำให้เกิดสถานะที่ไม่สมดุล (non-equilibrium) ขึ้นอยู่กับจะอยู่เทคนิคของแต่ละกระบวนการ ซึ่งในพลังงานส่วนที่เกินจะอยู่ในหน่วยของกิโลจูลต่อโมล (KJ/mol) ซึ่งได้มีการให้ความคิดเห็นว่าเป็น อัตราของประสิทธิภาพ การเย็นตัวฉับพลัน (effective quenching rate) การคำนวณการเปลี่ยนแปลงแต่ละกระบวนการจึงมี การคำนวณที่แตกต่างกันออกไป ผลที่จะไม่ได้ค่าที่เหมือนกัน อย่างไรก็ตามการใช้เทคนิค การตกตะกอนของไอสารและการฝังไอออนที่ผิว (ion implantation) เทคนิคเหล่านี้เป็นการทำให้เกิดการเบี่ยงเบนจากสมดุลได้มาก (หรืออัตราของประสิทธิภาพการเย็นตัวฉับพลัน) ทางด้านการบดผสมแบบเชิงกล เป็นเทคนิคที่ทำให้วัสดุไม่เข้าสู่สมดุลได้มากกว่าเช่น การแข็งตัวอย่างรวดเร็ว ซึ่งแสดงความเป็นไปได้อย่างยิ่งที่จะทำให้เกิดความไม่สมดุล ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงข้อมูลของแต่ละเทคนิค (Suryanarayana, 2001)

Technique	Effective quench rate (K/s)	Maximum departure from equilibrium (kJ/mol)
Solid state quench	$10^3$	-
Rapid solidification	$10^5$ - $10^8$	2-3
Mechanical alloying	-	30
Mechanical cold work	-	-
Irradiation/ion implantation	$10^{12}$	-
Condensation from vapor	$10^{12}$	-

ได้มีการคำนวณการเบี่ยงเบนจากจุดสมดุลของแต่ละเทคนิคของกระบวนการ จะเห็นว่าในปัจจุบันแสดงให้เห็นว่าภายในเวลาไม่กี่ปีได้มีการสังเคราะห์วัฏภาคของโลหะผสม (alloying) ทั้งที่อยู่ในวัฏภาคสมดุลและวัฏภาคอุปเสถียร โดยเทคนิคของกระบวนการต่าง ๆ ทำให้เกิดความง่ายต่อการทำให้เกิดวัฏภาคดังกล่าว อีกทั้งยังมีต้นทุนในการสังเคราะห์ต่ำ ซึ่งกระบวนการนั้นคือ การบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical Alloying, MA)

โดยหลักการแล้วการบด (milling) น่าจะหมายถึง การทำให้วัสดุที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่ ลดขนาดลงจนมีความละเอียด ซึ่งการบดก็เป็นส่วนหนึ่งของการเตรียมวัสดุที่ใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การบดควอตซ์ (quartz) การบดทัลค์ (talc) การบดแร่เหล็ก เป็นต้น เพื่อนำไปใช้ในด้านต่าง ๆ ของอุตสาหกรรม

เมื่อ 30 ปีที่ผ่านมา การบดด้วยลูกบอล (ball mill) เป็นต้นแบบการลดขนาดในสมัยก่อนจนถึงปัจจุบัน ซึ่งในปัจจุบันนี้ก็ยังเป็นวิธีที่สำคัญต่อการเตรียมวัสดุด้วย จึงได้มีการพัฒนาการบดด้วยลูกบอลให้มีประสิทธิภาพในการบดเพิ่มขึ้น ซึ่งจะเรียกวิธีการนี้ว่า การบดผสมแบบเชิงกล กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลที่ผ่านมานั้นจะใช้เป็นการบดแบบการบดด้วยลูกบอลและการบดแบบแท่งบด (rod mill) แต่ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเครื่องมือและเทคนิคต่าง ๆ เพื่อที่จะใช้ในการสังเคราะห์โลหะผสมและสารประกอบ (compound) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อพิจารณาแล้วจะเห็นได้ว่าจะเป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการเตรียมวัสดุทางด้าน วัสดุขั้นสูง ในความเป็นจริงแล้วกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เป็นกระบวนการที่มีการทำปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction) เมื่อใช้วิธีการบดผสมแบบเชิงกลแล้ว สามารถทำให้เกิดเป็นโลหะผสมและสารประกอบต่าง ๆ ซึ่งการทำปฏิกิริยาแบบปกติอาจจะทำได้ยากหรืออาจจะทำไม่ได้เลย

จากที่กล่าวมาข้างต้นนั้นจะเห็นได้ว่าจุดประสงค์ของการบด เพื่อลดขนาดของวัสดุที่จะไปใช้ในอุตสาหกรรม จึงเป็นกระบวนการหลักในการผลิต ในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลที่ใช้การผลิตโลหะผสมและ สารประกอบ ได้อย่างมีคุณภาพ ซึ่งจะสามารถควบคุมโครงสร้างจุลภาค (microstructure) รูปร่างลักษณะ (morphology) ควบคุมลักษณะการเชื่อมเย็น (cold welding) และการแตก (fracture)

กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เริ่มมีการพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ.1966 บริษัท INCO หรือ International Nickel Company ได้มีการพัฒนาเพื่อที่จะทำการผลิต โลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก (Nickel-base super alloy) โดยจะใช้ออกไซด์ (oxide) ให้กระจายตัว (dispersion) ลงบนโลหะผสมนิกเกิล (nickel super alloy) เพื่อที่จะเพิ่มความแข็งแรงขึ้น ให้เหมาะแก่การนำไปใช้ในงานกังหันแก๊ส (gas turbine) ซึ่งจุดเริ่มของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล นั้นจะมีอยู่ก่อนปี 1960 เป็นการพัฒนาระบบการสร้าง โลหะผสมแกรไฟต์ (graphite alloy) โดยการฉีดนิกเกิล (inject nickel) ออกมา จากนั้นนำอนุภาคแกรไฟต์ (graphite particle) ลงในอ่างหลอมเหลว โดยใช้

argon spaying ซึ่งได้มีการปรับปรุงโดยใช้เทคนิคที่คล้าย ๆ กัน จึงมีความพยายามที่จะคิดทำ โลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก (Nickel base alloy) ด้วยการกระจายอนุภาคทนไฟ (refractory particle) ลงบนนิกเกิล เหตุผลที่ต้องนำนิกเกิลมาเคลือบ (coat) ด้วยอนุภาคของออกไซด์ที่ไม่ชอบน้ำ ซึ่งจะทำให้ใช้ในสภาวะที่เปียกน้ำได้นั่นเองได้แก่ โลหะผสมนิกเกิลโครเมียม (nickel chromium alloy) เป็นต้น

ต่อมาได้มีการใช้ทอเรีย (thoria,  $\text{ThO}_2$ ) และ เซอร์โคเนีย (zirconia,  $\text{ZrO}_2$ ) เคลือบลงบนนิกเกิลด้วยการใช้การบดพลังงานสูงด้วยลูกบด (high energy ball mill) เห็นได้ว่าเริ่มมีการพัฒนานำเอาออกไซด์ มาเคลือบลงบนโลหะ ซึ่งไม่สามารถใช้กระบวนการทางเคมี (chemical process) ได้ เนื่องจากออกไซด์จะไม่เกิดทำปฏิกิริยากัน เริ่มมีการใช้การบดพลังงานสูงด้วยลูกบดเข้ามา แต่การบดพลังงานสูงทำให้ทำผง (powder) ออกมาได้เพียง 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ( $\text{cm}^3$ ) ต่อการบดเพียงหนึ่งครั้ง

กลางปี 1966 ได้ทำการพัฒนาเทคนิคบดด้วยลูกบด กลับมาใช้ใหม่ในกระบวนการ ใช้ในการทำผงโลหะ สำหรับการศึกษากการเปียก ซึ่งจะหมายถึงการทำโลหะผสมด้วยตัวของมันเองโดยผงโลหะ ได้อธิบายว่าประสิทธิภาพของกระบวนการนี้จะสามารถเคลือบวัฏภาคแข็ง (hard phase) ด้วยวัฏภาคอ่อน (soft phase)

ในปี 1970 นายเบนจามิน เป็นผู้เริ่มในการใช้เทคนิคการบดด้วยลูกบด เพื่อที่จะผลิตโลหะผสมที่เกิดการกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็ง (Oxide Dispersion Strengthened, ODS) ที่มีความซับซ้อน นำมาประยุกต์ใช้ในโครงสร้างที่ต้องทนความร้อนสูงเช่น ส่วนประกอบเครื่องบินความเร็วสูง เป็นวิธีการที่มีลักษณะเฉพาะที่สามารถใช้การเตรียม การกระจายตัวของอนุภาคออกไซด์ (dispersion of oxide particle ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ThO}_2$ )) ที่มีความละเอียดและสม่ำเสมอ ในโลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก ซึ่งกระบวนการนี้ได้ประสบผลสำเร็จ วัสดุเหล่านี้ไม่สามารถทำได้โดยวิธีการเตรียมผงโลหะแบบธรรมดา (conventional powder metallurgy method)

ระหว่างปี 1970 มีการศึกษาวิจัยในส่วนของลักษณะการเกิดปฏิกิริยา เงื่อนไขการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล จึงมีการออกแบบเครื่องมือให้มีความพิเศษขึ้น เพื่อที่จะนำมาใช้ในกระบวนการนี้ ขณะนั้นกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เป็นที่รู้จักกันดีเป็นกระบวนการที่ใช้ในการผลิตโลหะผสมที่เกิดการกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็งหลายชนิด ภายหลังจากนายไวน์ ได้ใช้การบดด้วยลูกบด ในการทำให้เกิดไนโอเบียม (Nb) และทิน (Sn) เป็นอสัณฐาน (amorphous) ที่อุณหภูมิห้อง

ในปี 1983 มีการนำเอาเทคนิคที่แปลกใหม่เข้ามาใช้การผลิตโลหะผสมอัญญรูป  $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{60}$  เทคนิคที่นำเข้ามาคือ การบดพลังงานสูงด้วยลูกบด โดยใช้ผงนิกเกิลและไนโอเบียม

เป็นสารตั้งต้น จากนั้นมาวิธีการการบดผสมแบบเชิงกลได้ประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์ให้เกิดโลหะผสมอสัญฐานหลากหลายอย่าง

เทคนิคการบดผสมแบบเชิงกลในการสังเคราะห์วัฏภาคของโลหะผสมและการผลิตการกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็ง จึงเป็นวิธีการหนึ่งในการปรับปรุงคุณสมบัติของวัสดุ

### 2.3.2 กระบวนการของการบดผสมแบบเชิงกล (the process of mechanical alloying)

ตามความจริงเริ่มแรกของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลเกิดจากการผสมผง โดยมีอัตราส่วนผสมที่คงที่ ใช้กำลังในการบดผสมด้วยการใช้วิธีการบด ซึ่งมีการใช้ตัวช่วยในการบด (grinding medium) เช่น ลูกบอลเหล็ก (steel balls) ในการบดต้องใช้เวลาระยะหนึ่งที่ทำให้ผงที่ทำการบดนั้นเข้าสู่สมดุล steady state จากนั้นทำให้เกิดความแข็งแรงภายใน bulk shape นำไปให้ความร้อน (annealing) ทำให้ได้โครงสร้างและสมบัติที่ต้องการ

ซึ่งสิ่งสำคัญของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลประกอบไปด้วย วัตถุดิบ (raw material) การบด (the milling) และตัวแปรผันกระบวนการ (process variable)

#### 2.3.2.1 วัตถุดิบ (raw material)

วัตถุดิบที่ใช้ในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลสามารถใช้ผงที่มีความบริสุทธิ์ได้หลายอย่าง จะมีอนุภาคอยู่ในช่วง 1-200 ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ ) แต่อนุภาคก็ไม่ได้จำกัดให้อยู่ในช่วงนี้เท่านั้น อนุภาคที่ยอมรับได้นั้นควรมีขนาดเล็กกว่าลูกบอลที่ใช้ทำการบด เนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กสามารถใช้เวลาบดในการบดผสม ผงที่จะนำมาใช้เป็นวัตถุดิบจะมีหลายประเภทเช่น โลหะบริสุทธิ์ (pure metal) โลหะแม่ (master alloy) ผงโลหะผสม (pre-alloy powder) และสารประกอบทนไฟ (refractory compound) วัสดุกระจายตัวเกิดความแข็ง (dispersion strengthened) ปกติจะมีคาร์ไบด์ (carbide) ไนไตรด์ (nitride) และออกไซด์ที่เพิ่มเข้ามา ออกไซด์ส่วนใหญ่จะทำให้เกิดโลหะผสมต่าง ๆ โดยเป็นที่ทราบกันเป็นวัสดุกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็ง เริ่มแรกของการบดผสมแบบเชิงกลจะใช้ผงโลหะใส่ลงในปริมาณอย่างน้อยสุดร้อยละ 15 โดยปริมาตร (vol%) เพื่อให้เกิดความเหนียว เมื่อลูกบอลบดทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปของผงที่ทำการบดเกิดการรวมตัวกัน อย่างไรก็ตามในปัจจุบันได้มีการผสมวัตถุดิบที่มีความเปราะ ซึ่งผลที่ออกมาถือว่าประสบความสำเร็จสามารถที่จะสร้างเป็นโลหะผสมได้ ดังนั้นความจำเป็นที่ต้องใช้ผงโลหะที่มีความเหนียวใส่เข้าไปในการบดก็ไม่จำเป็นอีกต่อไป ลักษณะการบดจะมีการใช้ผงในการบดจะมีอยู่หลายแบบคือ วัตถุดิบที่มีความเหนียวกับความเหนียว (ductile-ductile) วัตถุดิบที่มีความเหนียวกับความเปราะ (ductile-brittle) และวัตถุดิบที่มีความเปราะกับความเปราะ (brittle-brittle) นำมาบดเพื่อที่จะสร้างโลหะผสม จึงเป็นสิ่งที่แปลกใหม่ในการที่จะสร้างโลหะผสมขึ้นไม่เพียงแค่นั้นยังมีการนำเอาของแข็ง (solid) กับของเหลว (liquid) มารวมกันเพื่อทำการบด

### 2.3.2.2 การบด (the milling)

ชนิดเครื่องมือที่จะใช้ในการบดที่ใช้พลังงาน มีอยู่หลายชนิด แต่ละชนิดจะแตกต่างกันออกไป ขึ้นอยู่กับการออกแบบการบดในแต่ละวิธี

- การบดแบบเขย่า (shaker mill)

การบดแบบเขย่าเช่น เครื่องบดสเปก (SPEX mill) ผงที่ได้ทำการบดในแต่ละครั้งจะมีปริมาณ 10-20g ซึ่งเครื่องบดสเปก สร้างโดยบริษัท SPEX CertPrep, Metuchen, NJ การบดจะประกอบไปด้วย หม้อบดที่บรรจุด้วยสารตั้งต้นกับลูกบด หม้อบดจะอยู่ในขาจับ (clamp) ยึดหม้อบดไม่ให้หลุดออก เมื่อเกิดการเหวี่ยงกลับไปกลับมาเป็นพันครั้งต่อนาที แต่ละครั้งในการเหวี่ยงลูกบอลจะทำให้เกิดการกระทบระหว่างลูกบอลกับผงที่ทำการบด จะเกิดการบดและผสมกัน เนื่องจากช่วงความกว้างในการเหวี่ยง (ประมาณ 5 cm) และใช้ความเร็วในการเหวี่ยง (ประมาณ 1200 รอบต่อนาที) เมื่อลูกบอลที่มีความเร็วสูง (ประมาณ 5 m/s) จะทำให้เกิดแรงการชนกัน ซึ่งการชนกันจะทำให้เกิดความร้อนและปฏิกิริยา



รูปที่ 2.5 เครื่องบดแบบเขย่า (SPEX mill)

ต่อมาได้มีการออกแบบเป็น 2 หม้อบดจะทำให้ได้สารที่ต้องการมากขึ้น หม้อบดที่ใช้ในเครื่องบดสเปก ก็มีหลายชนิดด้วยกันคือ เหล็กชุบแข็ง (hardened steel) อะลูมินา (alumina) อากेट (agate) ทังสเตนคาร์ไบด์ (tungsten carbide) เซอร์โคเนีย (zirconia) สแตนเลสสตีล (stainless steel) ซิลิกอนไนไตรด์ (silicon nitride) และเมทาคริลาท (methacrylate)

- การบดแบบใช้แรงเหวี่ยง (planetary ball mill)

กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลที่ได้รับการยอมรับว่าเป็นหนึ่งในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลคือ การบดแบบใช้แรงเหวี่ยง (planetary ball mill) (หมายถึง Pulverisette) ในการบดแต่ละครั้งจะได้สารประมาณ 100 กรัมต่อครั้ง



รูปที่ 2.6 เครื่อง Pulverisette5 (<http://www.directindustry.com>)

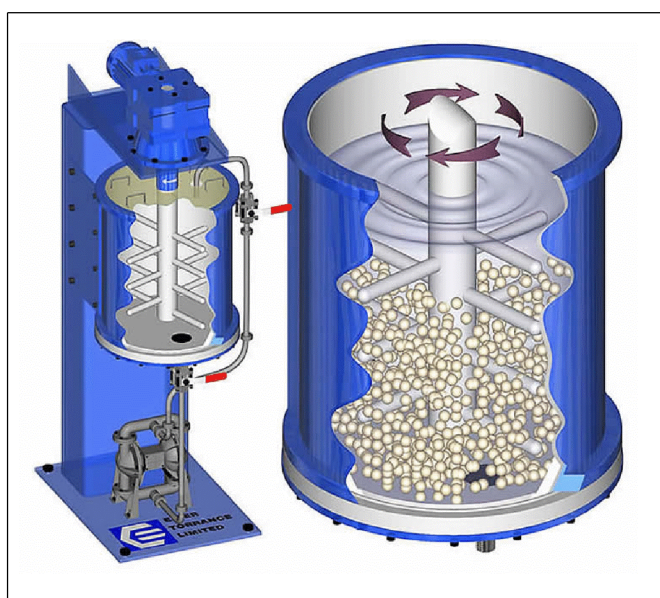
สร้างโดย Fritsch GmbH in Germany and marketed by Gilson Co., in the US and Canada. การบดแบบใช้แรงเหวี่ยง ชื่อของเครื่องมือชนิดนี้มาจากลักษณะการทำงาน ซึ่งลักษณะการทำงานของหม้อบดนั้นเป็นการเคลื่อนที่เหมือนการเคลื่อนที่ของโลก (planet) ตัวหม้อบดจะอยู่บนจานรองรับที่หมุนสวนทางกัน เมื่อเกิดการเคลื่อนที่ที่หม้อบดจะหมุนรอบตัวเอง จะทำให้เกิดแรงหนีศูนย์กลางเกิดขึ้น ภายในหม้อบดจะประกอบไปด้วยวัสดุติดกับลูกบด แรงหนีศูนย์กลางเริ่มมีแรงมากขึ้นทำให้เหวี่ยงอนุภาคและลูกบดออกไปที่ผนังหม้อบดทำให้เกิดปรากฏการณ์การเสียดสี (friction effect) ในการเคลื่อนที่ในทิศทางที่ต่างกันเกิดการชนกันของผนังลูกบดกับลูกบดจะเรียกว่า ปรากฏการณ์การกระทบ (impact effect)

ความเร็วของจานหมุนไม่สามารถที่จะควบคุมได้ในเครื่องรุ่นก่อน ๆ เครื่องรุ่นใหม่ ๆ สามารถควบคุมความเร็วได้เช่น Pulverisette 5 หรือ 7 ไม่นานมานี้ได้มีการพัฒนาหม้อบดให้มีหลายชนิดเช่น การเผาผนึกคอรัันดัม (sintered corundum) อะลูมินา อากेत ทังสเตน คาร์ไบด์ เซอร์โคเนีย โครมสตีล (chrome steel) ซิลิกอนไนไตรด์ โครเมียมนิเกิลสตีล (Cr-Ni steel)

และพลาสติกโพลีเอไมด์ (plastic polyamide) ถึงแม้ว่าความเร็วของการบดแบบใช้แรงเหวี่ยง จะมีความเร็วสูงกว่าเครื่องบดสเปกและการกระทบกันมีความถี่ที่มากกว่าเครื่องบดสเปก แต่เมื่อนำมาเปรียบเทียบกัน การบดแบบใช้แรงเหวี่ยงกลับมีพลังงานในการบดที่น้อยกว่า

- การบดแบบแอตทริชัน (attrition mill)

เป็นการบดด้วยลูกบอลชนิดหนึ่ง ซึ่งจะแตกต่างกับ การบดด้วยลูกบอลธรรมดาตรงที่ การบดแบบแอตทริชัน (attrition mill) นั้นจะมีใบกวนลูกบอล ใบกวนจะจมลงในหม้อบดที่มีลูกบอลอยู่เต็มหม้อบด อัตราการบดขึ้นอยู่กับความเร็วในการหมุนกวน การบดแบบแอตทริชัน เป็นเครื่องบดที่ลดขนาดของวัตถุดิบลงได้อย่างรวดเร็ว



รูปที่ 2.7 เครื่องบดแบบแอตทริชัน (<http://blog.naver.com>)

เนื่องจากการชนกันของลูกบอลไม่ว่าจะเป็น ระหว่างลูกบอลกับผนังหม้อบด ระหว่างลูกบอลกับลูกบอล ระหว่างลูกบอลกับใบกวน ซึ่งในบางครั้งการลดขนาดของวัตถุดิบอาจเกิดจากอนุภาคที่อยู่ตรงกลางลูกบอลเกิดการชนและการบิดตัว การบดแบบแอตทริชันเป็นเครื่องบดที่สามารถบดวัตถุดิบได้ปริมาณมาก (ประมาณ 0.5 ถึง 40 กิโลกรัม) แต่ครั้งที่ทำการบด ความเร็วของเครื่องบดชนิดนี้มีความเร็วปานกลางเมื่อนำมาเทียบกับเครื่องบดชนิดอื่น ๆ ความเร็วของการบดแบบแอตทริชันจะมีความเร็วต่ำกว่า การบดแบบใช้แรงเหวี่ยงและต่ำกว่าเครื่องบดสเปก ทำให้พลังงานของการบดนั้นมีค่าต่ำ หม้อบดของการบดแบบแอตทริชัน มีอยู่ด้วยกันหลายขนาดและหลายชนิด เช่น สแตนเลสสตีลหรือ เหล็กชุบแข็งจะเคลือบภายในด้วย อะลูมินา ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอน



ไนไตรด์ เซอร์โคเนีย ยาง (rubber) และโพลียูรีเทน (polyurethane) ซึ่งถูกบดมีหลายชนิดเช่น แก้ว (glass) ฟลินต์สโตน (flint stone) เซรามิกซิไทท์ (steatite ceramic) มุลไลท์ (mullite) ซิลิกอน คาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ ไชอะลอน (sialon) คาร์บอนสตีล (carbon steel) โครมสตีลและทังสเตน คาร์ไบด์

- **การบดเชิงธุรกิจ (commercial mill)**

การบดเชิงธุรกิจ จะพบว่ามีความใหญ่ที่สุดในการบดแต่ละครั้งในการบดแต่ละครั้ง จะใช้ปริมาณการบดถึง 100 ปอนด์ ภายในจะบรรจุลูกบอลในการบดมีน้ำหนักรวมประมาณ 3000 ปอนด์ (1250 กิโลกรัม) เวลาในการบดลดลง ด้วยการเพิ่มพลังงานในการบด จะเห็นได้ว่าการบดเพียง 20 นาทีของเครื่องบดสเปกนั้นเท่ากับการบด 20 ชั่วโมง ของการบดที่ใช้พลังงานในต่ำ สามารถประมาณได้ว่าการใช้การเวลาในการบดไปก็เท่ากับของเครื่องบดสเปกซึ่งการบดแบบแอตทริชันอาจจะใช้เวลาเป็นชั่วโมงและการบดเชิงธุรกิจอาจจะใช้เวลาเป็นวัน

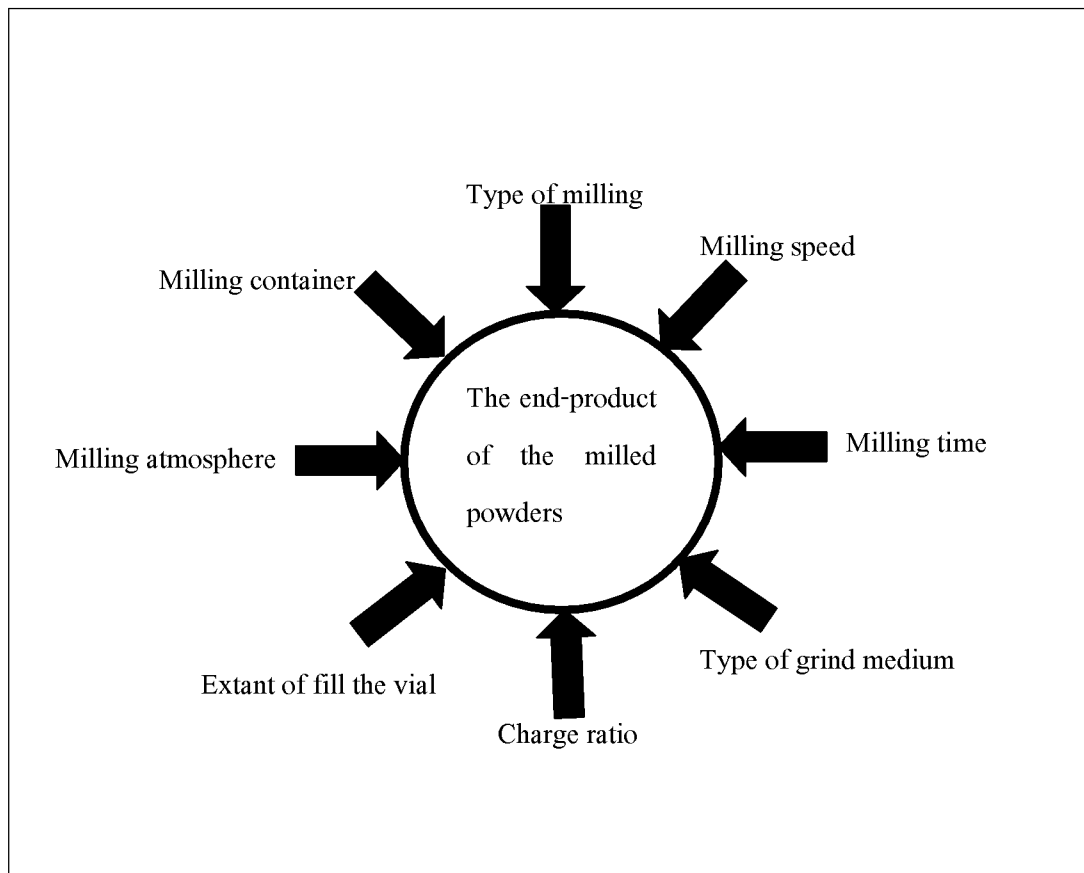
- **การบดแบบใหม่ (new design)**

การออกแบบการบดได้มีการพัฒนาขึ้นไม่กี่ปีมานี้ จะรวมการบดแบบแท่งบดและการบดแบบไวเบรชันเฟรม (vibration frame mill) เรียกว่า super misumi nev-ma-8 มีความสามารถในการควบคุมอุณหภูมิของการบดจาก อุณหภูมิต่ำถึงอุณหภูมิสูง

### 2.3.2.3 ตัวแปรผันของกระบวนการ (process variable)

การบดผสมแบบเชิงกล เป็นกระบวนการที่ซับซ้อนและประกอบด้วยตัวแปรหลายอย่างในการควบคุม เพื่อที่จะให้ได้วัสดุภาค หรือโครงสร้างทางจุลภาคออกมาตามความต้องการ ตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดวัสดุภาคและโครงสร้างทางจุลภาค คือ

- ประเภทของการบด (type of milling)
- ประเภทของหม้อบด (milling container)
- ความเร็วในการบด (milling speed)
- เวลาในการบด (milling time)
- ประเภทของลูกบด (type of grind medium)
- อัตราส่วนระหว่างน้ำหนักลูกบดต่อน้ำหนักสาร (charge ratio)
- ช่องว่างของหม้อบด (extent of fill the vial)
- บรรยากาศในการบด (milling atmosphere)



รูปที่ 2.8 ปัจจัยการแปรผันของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล (Suryanarayana, 2001)

- ประเภทของการบด (type of mill)

ชนิดของการบดที่แตกต่างมีการมีผลต่อการเกิดกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล สิ่งที่แตกต่างกันในการบดก็มีหลายอย่าง ปริมาณความจุ (capacity) ความเร็วในการบด (speed of operation) และความสามารถในการควบคุมการดำเนินการต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิที่เปลี่ยนไป (temperature) ในการบดและการปนเปื้อนควรมีน้อยที่สุด ซึ่งชนิดของผงที่ทำกรบด ความบริสุทธิ์ ปริมาณ จะเป็นตัวกำหนดสารประกอบที่ต้องการ

อย่างไรก็ตามเครื่องบดสเปก จะใช้ในการสังเคราะห์โลหะผสม การบดแบบใช้แรงเหวี่ยงหรือการบดแบบแอดริชัน ก็ทำได้เหมือนกันแต่มีปริมาณในการทำสังเคราะห์มีมากกว่าแตกต่างกัน

- **หม้อบด (milling container)**

วัตถุดิบที่นำมาทำหม้อบดมีความสำคัญต่อการบด เนื่องจากหม้อบดต้องทนรับแรงกระแทกของลูกบดได้ ซึ่งบางวัตถุดิบที่นำมาทำหม้อบดอาจเกิดการเคลื่อนที่และหลุดออกมาผสมกับผงที่ทำการบดอยู่ ทำให้ผงเกิดการปนเปื้อน ถ้าหม้อบดมีผนังหม้อบดที่เป็นวัตถุดิบที่ต่างชนิดกับผงที่ทำการบดผสมอาจเกิดการปนเปื้อนจากหม้อบดได้ ถ้าใช้หม้อบดที่ใช่วัตถุดิบที่เหมือนกับผงที่ทำการบดควรมีการคำนวณผงที่ไต่ลงไปเพื่อที่จะชดเชยส่วนที่เพิ่มขึ้นมา

- **ความเร็วในการบด (mill speed)**

เมื่อความเร็วในการหมุนเร็วมากจะทำให้เกิดการส่งผ่านพลังงานไปยังผงที่ทำการบดได้มาก แต่ไม่ได้เป็นไปตามทุกกรณีต้องขึ้นอยู่กับการออกแบบการบด ข้อจำกัดของการบดที่ค่าความเร็วสูงที่สุดในการบดในแต่ละครั้งจะออกมาไม่เท่ากัน เมื่อใช้รูปแบบการบดที่แตกต่างกันออกไป ตัวอย่างเช่น การบดด้วยลูกบอล เมื่อเริ่มเพิ่มความเร็วให้กับการบดด้วยลูกบอลจนถึงจุดความเร็ววิกฤต (critical speed) ณ จุดนี้ลูกบอลที่อยู่ในหม้อบดจะถูกแรงเหวี่ยงให้ยึดติดกับผนังหม้อบด ทำให้ไม่เกิดการตกของลูกบอล ทำให้ไม่เกิดแรงตกกระทบ (impact force) ดังนั้นค่าความเร็วสูงสุดควรมีค่าต่ำกว่าความเร็ววิกฤต ซึ่งจะทำให้บอลตกลงมาจากจุดที่สูงที่สุดทำให้ค่าพลังงานออกมาสูงสุด

เมื่อความเร็วสูงสุดจะเกิดอุณหภูมิที่สูงขึ้นช่วยทำให้เกิดการเป็นเนื้อเดียวกัน (homogenization) หรือโลหะผสมในผงที่ได้ทำการบด แต่ในบางกรณีอุณหภูมิที่สูงขึ้นก็ไม่ได้ช่วยให้การเกิดปฏิกิริยา แต่อาจทำให้เกิดการสลายตัว (decomposition) ของสารละลายของแข็งอิ่มตัว (super saturate solid solution) หรือการเกิดวัฏภาคอุปเสถียร (metastable phase) อื่น ๆ ขึ้นมาอีก ในระหว่างการบดจะมีอุณหภูมิสูงบางที่อุณหภูมิสูงนั้นอาจเกิดการปนเปื้อนในการบดได้

- **เวลาในการบด (milling time)**

เวลาเป็นส่วนสำคัญอีกประการหนึ่งของการบด โดยปกติเวลาจะเป็นตัวแปรที่กำหนดในการเข้าสู่สภาวะสมดุล (steady state) เมื่อเกิดการแตกและการเชื่อมเย็น เวลาเป็นตัวกำหนดและต้องขึ้นอยู่กับหลาย ๆ ปัจจัยด้วยเช่น รูปแบบการบด ประสิทธิภาพในการบด อัตราส่วนน้ำหนักของลูกบดต่อน้ำหนักสารและอุณหภูมิในการบด ปัจจัยเหล่านี้จะช่วยในการกำหนดเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยา เมื่อใช้เวลาที่มากเกินไปอาจทำให้เกิดมีการเจือปนได้ ดังนั้นควรใช้เวลาในการบดให้เหมาะสมไม่ควรเร็วหรือนานเกินไป

- ชนิดของลูกบด (grinding medium)

เหล็กชุบแข็ง ทูลสตีล (tool steel) เหล็กโครเมียมชุบแข็ง (hardened chromium steel) tempered steel สแตนเลสสตีล ทั้งสแตนคาร์ไบด์โคบอลต์ (WC-Co) ทั้งสแตนคาร์ไบด์เคลือบด้วยเหล็ก (WC-line steel) และเหล็กแบร์ริง (bearing steel) เหล่านี้เป็นชนิดของลูกบดที่ใช้ทั่วไป ความหนาแน่นของลูกบดควรเลือกที่มีค่าสูง ๆ ความหนาแน่นสูง ๆ นั้นจะสร้างแรงกระทบได้มาก

บางครั้งวัสดุที่ใช้เป็นวัสดุพิเศษเฉพาะเช่น ทองแดง (copper) ไททาเนียม (titanium) เฝานิกคอร์รันดัม อิทเทรียมสตาบิไลซ์เซอร์โคเนีย (Yttrium Stabilize Zirconia, YSZ) พาเซิลสตาบิไลซ์เซอร์โคเนียกับอิตเทรีย (partial stabilize zirconia + yttria) แซฟไฟร์ (sapphire) อากเกต ปอร์ซเลนแข็ง (hard porcelain) ซิลิกอนไนไตรด์และคอปเปอร์เบริเลียม (Cu-Be)

ขนาดของลูกบดมีผลต่อประสิทธิภาพในการบด โดยปกติขนาดของลูกบดที่มีขนาดใหญ่ (มีความหนาแน่นสูง) จะมีน้ำหนักมากกว่าทำให้เกิดการตกกระทบนั้นให้พลังงานออกมามากกว่า

- อัตราส่วนของน้ำหนักลูกบดต่อน้ำหนักผง (Ball to Powder weight Ratio, BPR)

อัตราส่วนของน้ำหนักลูกบดต่อน้ำหนักผงที่นำมาทำการบด (Ball to Powder weight Ratio, BPR) บางครั้งอาจจะเรียกว่า ชาร์จเรโซ (charge ratio) เป็นตัวแปรสำคัญในกระบวนการบดอีกประการหนึ่ง ค่าของชาร์จเรโซ มีค่าตั้งแต่ค่าต่ำเช่น 1:1 และไปจนถึงค่าที่สูงเช่น 220:1 โดยปกติแล้วชาร์จเรโซส่วนใหญ่ใช้ที่ 10:1 ชาร์จเรโซนี้จะใช้ในหม้อบดที่มีปริมาตรน้อย ๆ เช่น เครื่องบดสเปก แต่เมื่อหม้อบดที่มีปริมาตรที่เพิ่มขึ้น เช่น การบดแบบแอตตริชันจะใช้ ชาร์จเรโซถึง 50:1 ในบางครั้งอาจจะเพิ่มเป็น 100:1

ชาร์จเรโซมีผลต่อเวลาที่ใช้ในการบด ถ้าชาร์จเรโซมีค่าสูง ๆ เวลาในการบดจะใช้เวลาที่น้อยลงตัวอย่างเช่น ไททาเนียมอะลูมิเนียม (Ti - Al) ใช้เครื่องบดสเปกในการบดใช้ ชาร์จเรโซที่ 10:1 ใช้เวลาในการบดอยู่ที่ 7 ชั่วโมง เมื่อเพิ่มชาร์จเรโซเป็น 50:1 จะใช้เวลาในการบด 2 ชั่วโมง และชาร์จเรโซที่ 100:1 จะใช้เวลาในการบด 1 ชั่วโมง ที่ชาร์จเรโซมีค่าสูง อัตราส่วนน้ำหนักของลูกบดจะมีค่ามากขึ้น

- ช่องว่างของหม้อบด (extent of fill the vial)

โลหะผสมที่เกิดขึ้นแรงตกกระทบ ซึ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องมีพื้นที่ว่างพอสำหรับลูกบดและผง เคลื่อนที่ได้อย่างอิสระรอบ ๆ หม้อบด ดังนั้นขีดจำกัดในการใส่ผงและลูกบดจึงมีความสำคัญ ถ้าปริมาณขีดจำกัดของช่องว่างของลูกบดกับผงมีค่าน้อย จะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาก็น้อยลงตามไปด้วย ถ้าขีดจำกัดช่องว่างในการใส่มีมาก แต่พื้นที่ไม่เพียงพอต่อ

การเคลื่อนที่ของลูกบอล ทำให้ลูกบอลแรงกระทบกันน้อยพลังงานที่ออกมาก็น้อยตามไปด้วย ดังนั้นไม่ควรใส่ลูกบอลกับผงจนเต็มหม้ออบ โดยปกติแล้วจะเหลือพื้นที่ว่างประมาณ 50% ของหม้ออบ

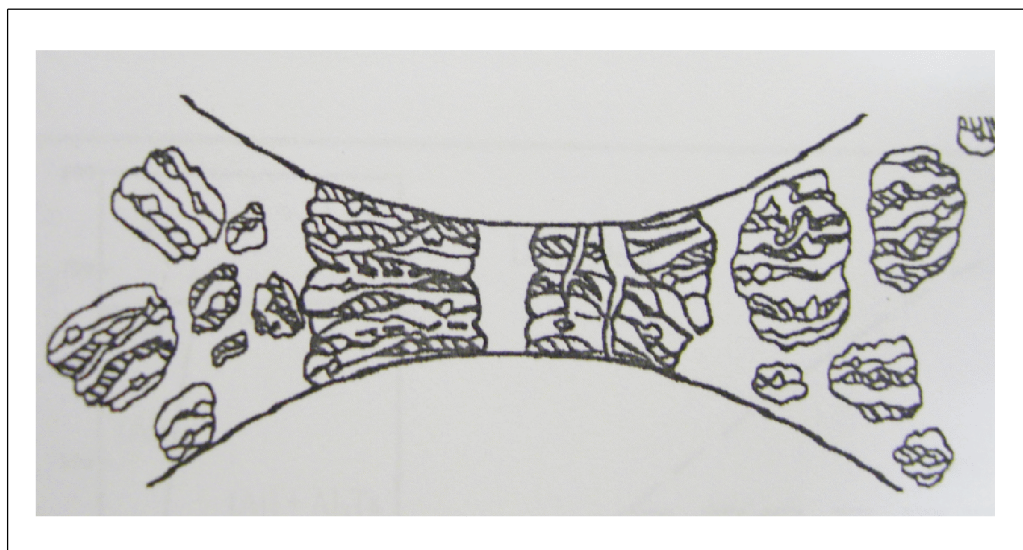
- **บรรยากาศการอบ (milling atmosphere)**

ผลกระทบหลักๆของการอบด้วยบรรยากาศทั่วไป อาจจะทำให้เกิดการปนเปื้อนของผง ดังนั้นผงที่ได้ทำการอบจะมีการดูดอากาศออกหรือเพิ่มแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน (argon) หรือ ฮีเลียม (helium) (ไนโตรเจน (nitrogen) จะพบว่าจะทำให้เกิดปฏิกิริยากับผงโลหะ) ซึ่งแก๊สอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (high purity argon) เป็นที่นิยมใช้กันเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือการปนเปื้อนของผง โดยปกติการนำผงเพื่อที่จะทำการอบจะอยู่ภายใต้การควบคุมบรรยากาศ ในการควบคุมบรรยากาศจะมีการใช้กล่องควบคุมบรรยากาศ โดยมีการดูดเข้าและออกของแก๊สอาร์กอน

บรรยากาศที่แตกต่างที่ใช้ในการอบสามารถที่จะสร้างสารประกอบตัวใหม่ได้ แก๊สไนโตรเจน หรือแอมโมเนีย ใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบไนไตรด์ แก๊สไฮโดรเจน ใช้ในการสังเคราะห์ไฮไดรด์ (hydride) ได้

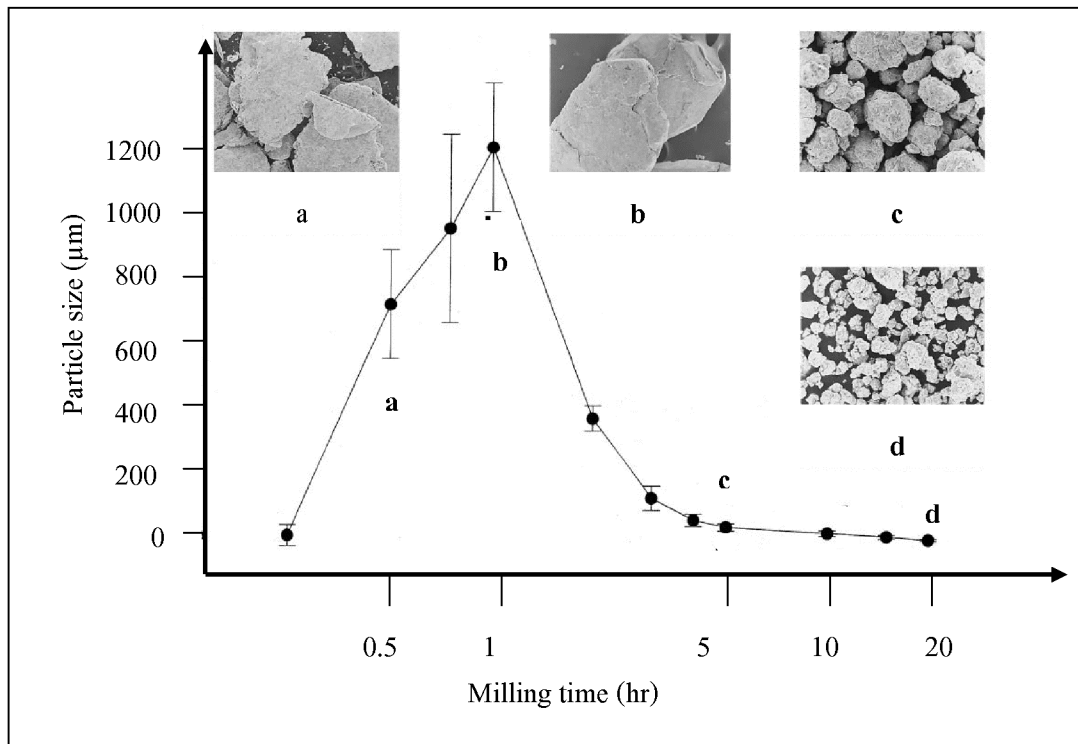
### 2.3.3 กลไกการเกิดโลหะผสม (mechanism of alloying)

เมื่ออยู่ในกระบวนการการอบที่ใช้พลังงานสูง ผงที่ได้ทำการอบจะเกิดการ การแบน (flattened) การเชื่อมชิ้น การแตก (fracture) และการกลับมาเชื่อมใหม่ (reweld) ทุก ๆ ครั้งที่ถูกบด 2 ลูกชนกันจะมีผงบางส่วนที่ติดกันอยู่ระหว่างกลาง จะมีอนุภาคประมาณ 1000 อนุภาค ที่ถูกบีบอัดเป็นก้อนแข็งประมาณ 0.2 มิลลิกรัม จากการชนกันในแต่ละครั้งดังรูปที่ 2.9 แรงกระแทกในการชนกันทำให้อนุภาคเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปจากความเหนียวเกิดเป็นความแข็งจนทำให้เกิดการแตกออกของอนุภาค ซึ่งจะเกิดพื้นที่ผิวใหม่จะเกิดขึ้นกับการแตกออก จากนั้นจะเกิดการบีบอัดรวมตัวเข้าอีกครั้ง อนุภาคของผงจากขนาดเล็กจะมีขนาดเพิ่มขึ้น



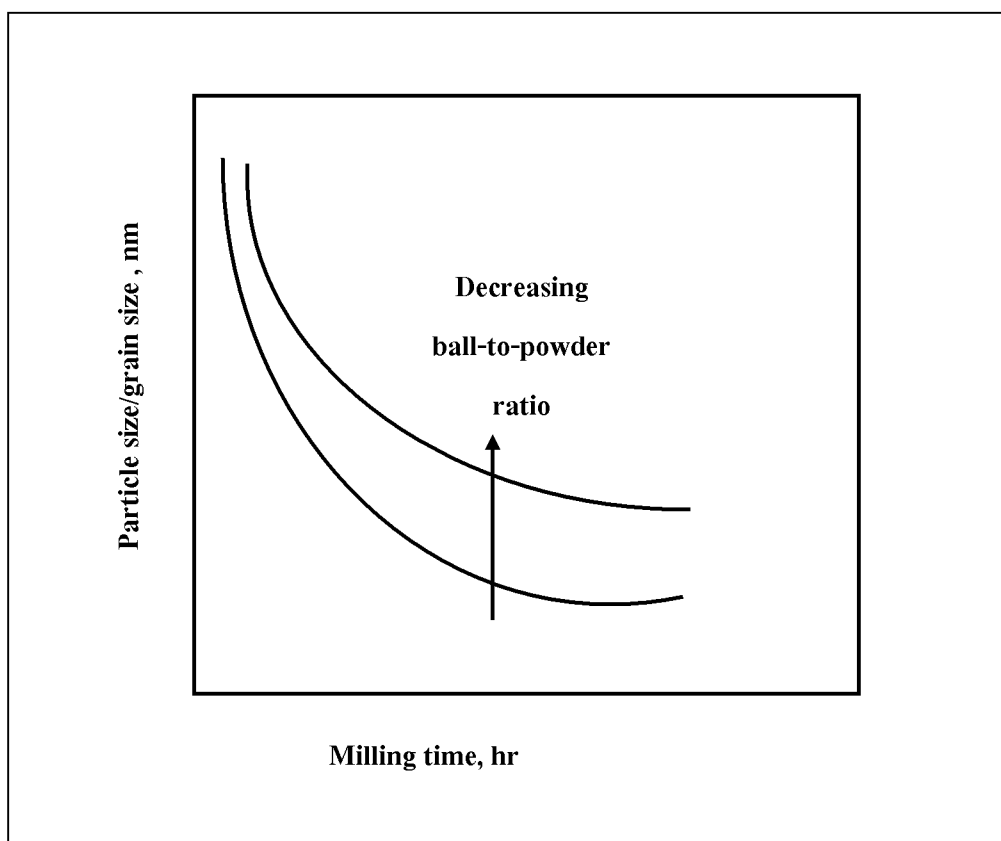
รูปที่ 2.9 ผงที่ถูกบดกระแทกในระหว่างการบดผสมแบบเชิงกล (Suryanarayana, 2001)

ในการบดระยะเริ่มแรกอนุภาคจะมีลักษณะที่นุ่ม (ถ้าเป็นการใช้แบบวัตถุดิบที่มีความเหนียวต่อความเหนียว ความเหนียวต่อความแข็งแรง วัตถุดิบที่มาผสมกัน หรืออย่างใดอย่างหนึ่ง) เมื่อเกิดการบีบอัดอนุภาคก็มีแนวโน้มที่ใหญ่ขึ้น ในบางครั้งขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่าตอนเริ่มประมาณ 3 เท่า อนุภาคเชิงประกอบในสภาวะนี้เกิดการรวมตัวกันมีโครงสร้างเป็นชั้น ๆ เมื่อเกิดการรวมตัวและเปลี่ยนรูปไปเรื่อย ๆ อนุภาคจะเริ่มเกิดการแข็งตัวและแตกออกจากกัน ซึ่งเกิดกลไกของความล้า หรือเกิดจากการแตกของแผ่นเล็ก ๆ ดังรูปที่ 2.10 ในสภาวะนี้การแตกจะมีมากกว่าการกลับมาเชื่อมใหม่ เนื่องจากลูกบอลเกิดการกระแทกอย่างต่อเนื่อง ต่อจากนั้นชั้นของที่ถูกกระแทก โดยลูกบอลมีลักษณะที่เป็นชั้นความห่างระหว่างชั้นนั้นเริ่มลดลงและจำนวนชั้นนั้นเริ่มมีมากขึ้น อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการลดขนาดจะขึ้นอยู่กับพลังงานในการบด จะเห็นได้ว่าการบดแบบธรรมดา (conventional ball mill) จะลดขนาดได้ช้ามาก ซึ่งการบดแบบธรรมดาคือการบดที่ใช้พลังงานที่ต่ำ เมื่อใช้พลังงานในการบดที่สูงขึ้นทำให้ประสิทธิภาพในการบดดีกว่า พลังงานในการบดที่สูงจะมีพลังงานที่เหลือออกมา พลังงานนั้นจะออกมาในรูปแบบพลังงานความร้อน แต่ก็ยังมีพลังงานที่ยังคงทำให้เกิดการยืดตัว (elastic) และการเปลี่ยนรูปถาวร (plastic deformation) ได้



รูปที่ 2.10 เวลาระยะเวลาการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคขนาดอนุภาค (Suryanarayana, 2001)

จากที่กล่าวมาข้างต้นกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล ทำให้อนุภาคเปลี่ยนแปลงรูปร่างอย่างรุนแรง ซึ่งจะทำให้เกิด crystal defect เช่น dislocation vacancy และการเกิดขึ้นของ grain boundary เพิ่มขึ้น โครงสร้าง defect ทำให้เกิดการ diffusion ของตัวถูกละลายเข้าสู่ภายในเนื้อหลัก (matrix) เมื่อกระบวนการดำเนินต่อไป โครงสร้างทางจุลภาคเริ่มมีความบริสุทธิ์ทำให้ปัจจัยการ diffusion จะลดลง ยิ่งไปกว่านั้นอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นระหว่างการบดจะช่วยให้การ diffusion ดำเนินต่อไป ในการดำเนินกระบวนการต่อไปจะทำให้เกิดโลหะผสม แต่โลหะผสมนี้ยังไม่ได้เป็นโลหะผสมที่สมบูรณ์ที่อุณหภูมิห้อง บางครั้งจำเป็นต้องนำไปให้ความร้อน (annealing) จึงจะได้เป็นโลหะผสมที่สมบูรณ์ เวลาในการทำกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลมีส่วนสำคัญในการทำให้เกิดโครงสร้าง ซึ่งจะขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคและส่วนผสมที่จะนำเข้าสู่ระบบกระบวนการการผสมแบบเชิงกล แต่โดยส่วนใหญ่อัตราที่ทำให้เกิดโครงสร้างภายในจะเป็นตัวกำหนดเวลา จะไม่ได้ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคเพียงอย่างเดียว ดังนั้นขนาดของอนุภาคเริ่มแรกจึงไม่สำคัญเท่าไรนัก เมื่อทำการบดผสมแบบเชิงกลในเวลาไม่นานทำให้เกิดเป็น crystalline size ที่อยู่ในระดับนาโนเมตร ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ) ซึ่งเป็นเหตุผลหนึ่งว่า กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลสามารถที่จะสร้าง nano-crystalline material ได้ในเวลาไม่นานดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 เวลาการบดที่เพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคเล็กลง (Suryanarayana, 2001)

กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลจะแบ่งออกเป็น 3 ประเภทคือ องค์ประกอบความเหนียว-ความเหนียว (ductile-ductile component) องค์ประกอบความเหนียว-ความเปราะ (ductile-brittle component) และองค์ประกอบความเปราะ-ความเปราะ (brittle-brittle component)

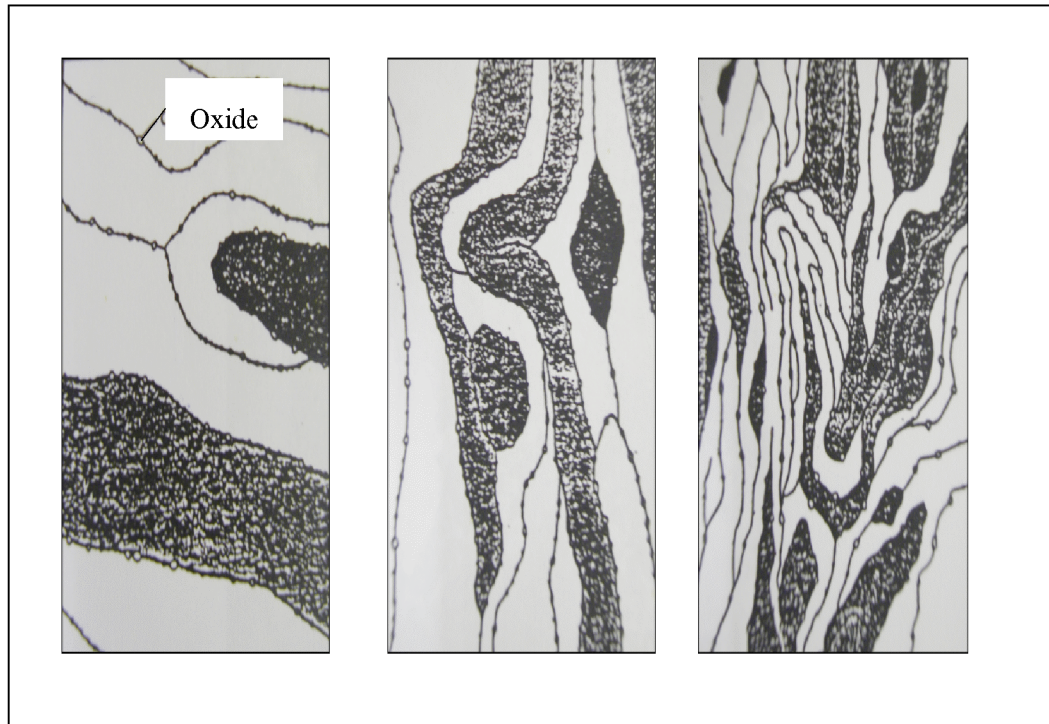
### 2.2.3.1 องค์ประกอบความเหนียว-ความเหนียว (ductile-ductile component)

นายเบนจามิน (Benjamin, 1976) ได้ให้คำแนะนำว่าการรวมตัวกันของวัสดุคิบในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล ซึ่งจำเป็นต้องมีส่วนประกอบของวัสดุคิบที่มีความเหนียว ในการสร้างโลหะผสมอย่างน้อยควรมีอยู่ 15% เนื่องจากการเกิดโลหะผสมได้นั้นเกิดการเชื่อมแน่นและการแตกของอนุภาคผง ถ้าอนุภาคไม่มีความเหนียวก็จะไม่เกิดการเชื่อมแน่น นายเบนจามินและนายโวลิน (Benjamin and Volin, 1974) ได้อธิบายกลไกการเกิดโลหะผสมต้องมี ส่วนประกอบของวัสดุที่มีความเหนียว 2 ที่แตกต่างกัน ในระยะแรกของกระบวนการลูกบอลเกิดการชนกัน วัสดุคิบภายในที่มีความเหนียวถูกบีบอัดจนแบนทำให้เกิดชั้นของวัสดุคิบ ซึ่งวัสดุคิบบางส่วนนั้นจะเคลือบอยู่บนผิวลูกบอล ทำให้ลูกบอลที่ทำการบดนั้นไม่สึกหรอ แต่ถ้าเคลือบลูกบอลมากไปจะทำให้ไม่เกิดเป็นเนื้อเดียวกัน ในขั้นต่อมาวัสดุคิบที่ถูกบีบอัดเกิดการรวมตัวกันใหม่



แล้วถูกบีบอัดอีกทำให้เกิดป็นชั้นเพิ่มมากขึ้น เมื่อเวลามากขึ้นจะทำให้วัสดุบีบแน่นแข็งขึ้น จากนั้นจะทำให้แตกออกจากกันและกลับมารวมตัวกันใหม่ ซึ่งจะทำให้เกิดโลหะผสมที่สถานะนี้เอง

### 2.2.3.2 องค์ประกอบความเหนียว-ความเปราะ (ductile-brittle component)



รูปที่ 2.12 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคในระหว่างการบดในองค์ประกอบแบบความเหนียว-ความเปราะ (Suryanarayana, 2001)

โลหะที่ใช้สารประกอบออกไซด์ในการเสริมความแข็งแรงจัดอยู่ในหัวข้อนี้เพราะว่าอนุภาคของสารประกอบออกไซด์ที่มีความเปราะจะกระจายตัวอยู่ในเนื้อหลักที่มีความเหนียว การศึกษาวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคของระบบชนิดนี้โดย นายเบนจามิน (Benjamin, 1990) ระบุว่า ในสภาวะการบดเริ่มต้น ผงอนุภาคของโลหะที่มีความเหนียวจะเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเนื่องจากการชนกันของลูกบด ในขณะที่อนุภาคสารประกอบออกไซด์ที่มีความเปราะจะเกิดการแตก ซึ่งจะไปฝังติดกับอนุภาคของโลหะที่มีความเหนียวที่บริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของโลหะ เมื่อทำการบดต่อไปอนุภาคของโลหะที่มีสารประกอบออกไซด์ปะปนจะเริ่มมีความแข็งตัว เกิดการทับซ้อนกันเพิ่มขึ้นและเริ่มจะแตกละเอียด โดยในสภาวะนี้ผงอนุภาคที่แตกออกจากกันจะมีส่วนผสมเหมือนกับผงของสารตั้งต้น ด้วยการบดอย่างต่อเนื่องชั้นรอยต่อของโลหะที่มีสารประกอบออกไซด์ปะปนอยู่จะเริ่มมีระยะห่างระหว่างชั้นลดลง ทำให้อนุภาคของ

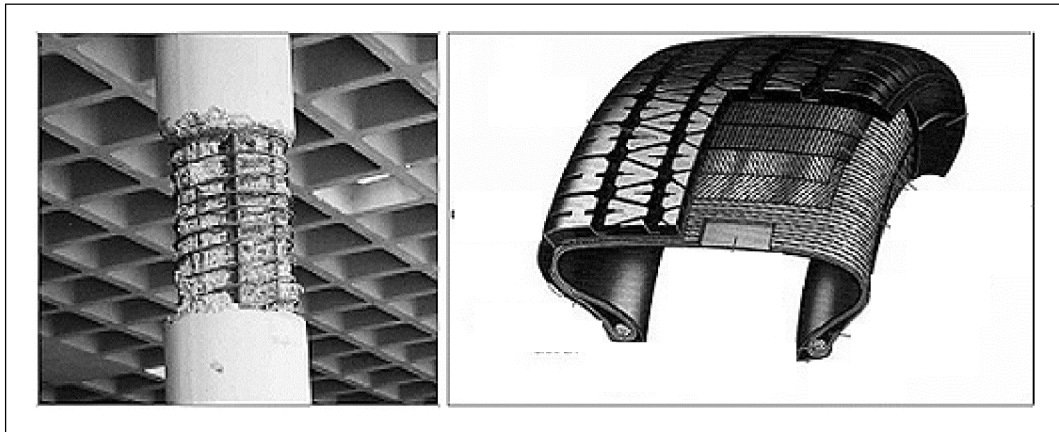
สารประกอบออกไซด์แพร่กระจายได้สม่ำเสมอ ในกรณีที่อนุภาคของออกไซด์ไม่สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็งในเนื้อหลักที่มีความเหนียวได้ เราจะเรียกว่า โลหะที่มีออกไซด์เป็นตัวเสริมความแข็งแรง ดังรูปที่ 2.12 แต่ถ้าอนุภาคของออกไซด์สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็งได้ ก็จะเกิดโลหะผสมขึ้น โดยวิธีการบดผสมแบบเชิงกลและจะทำให้ห้องค์ประกอบทางเคมีมีความสม่ำเสมอ ดังนั้นกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลขององค์ประกอบแบบเหนียว-เปราะ จำเป็นจะต้องอาศัยการแตกของอนุภาคที่มีความเปราะเพื่อทำให้เกิดการแพร่ของอนุภาคและความสามารถในการเกิดสารละลายของแข็งด้วย

### 2.2.3.3 องค์ประกอบความเปราะ-ความเปราะ (brittle-brittle component)

ในกรณีที่ห้องค์ประกอบในการบดผสมแบบเชิงกลเป็นลักษณะขององค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะ การเกิดเป็นโลหะผสมจะเกิดได้ยากเนื่องจากขาดองค์ประกอบที่มีความเหนียวที่จะช่วยให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างและเชื่อมติดกัน แต่อย่างไรก็ตามมีผลงานวิจัยบางชิ้นกล่าวถึงการบดผสมแบบเชิงกลของสารประกอบ intermetallic ซึ่งวัสดุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นแบบอสัณฐาน ตามหัวข้อที่ได้กล่าวก่อนหน้านี้คือ องค์ประกอบที่มีความเปราะจะเกิดการแตกในระหว่างการบดทำให้ขนาดอนุภาคลดลงอย่างต่อเนื่องจนถึงที่อนุภาคลดลงถึงขนาดที่เล็กมาก อนุภาคเหล่านี้จะแสดงพฤติกรรมคล้ายกับมีความเหนียวเกิดขึ้น และเมื่อทำการบดต่อไปอนุภาคเหล่านี้จะไม่สามารถบดให้เล็กลงไปมากกว่านี้ได้ เรียกว่า ข้อจำกัดของการลดขนาด การบดผสมแบบเชิงกลขององค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะ จะพบว่าองค์ประกอบที่มีความแข็งมากกว่าจะเกิดการแตกและผสมกับองค์ประกอบที่มีความแข็งน้อยกว่า ดังนั้นเมื่อทำการบดโดยใช้ระยะเวลามากขึ้นจะทำให้เกิดการแพร่โดยส่วนมากการเกิดโลหะผสมขององค์ประกอบแบบเหนียว-เปราะและองค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะ จากการใช้การบดผสมแบบเชิงกลสามารถที่จะเกิดได้ที่อุณหภูมิปกติ กลไกที่เป็นไปได้คือ การที่อุณหภูมิสูงขึ้นในระหว่างการบด การเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของอนุภาคในระดับจุลภาค การเกิดการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิว ความเครียดของผลอนุภาคที่เกิดขึ้นในระหว่างการบด (Suryanarayana, 2001)

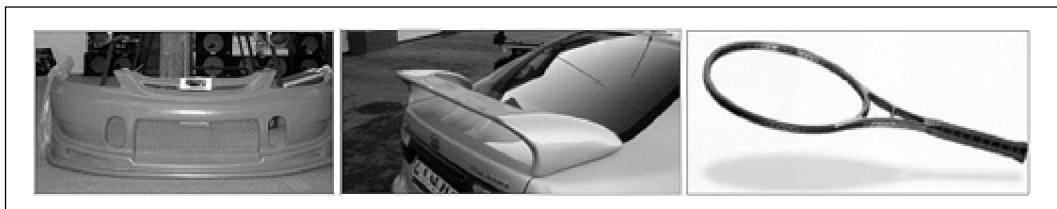
## 2.4 วัสดุเชิงประกอบ

วัสดุเชิงประกอบ หรือ คอมโพสิต เป็นวัสดุที่ประกอบด้วยการรวมวัสดุมากกว่า 2 ประเภทเข้าด้วยกัน โดยทั่วไปคอมโพสิตจะมี วัสดุที่เป็นเนื้อหลัก (matrix) และวัสดุเสริมแรง (reinforcement materials) ที่กระจายตัวอยู่ในเนื้อหลักนั้น วัสดุที่เป็นเนื้อหลักจะรองรับวัสดุเสริมแรงให้อยู่ในรูปร่างที่กำหนด ขณะที่วัสดุเสริมแรงจะช่วยเพิ่มหรือปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเนื้อหลักให้สูงขึ้น



รูป 2.13 แสดงวัสดุคอมโพสิต (<http://www.mtec.or.th>)

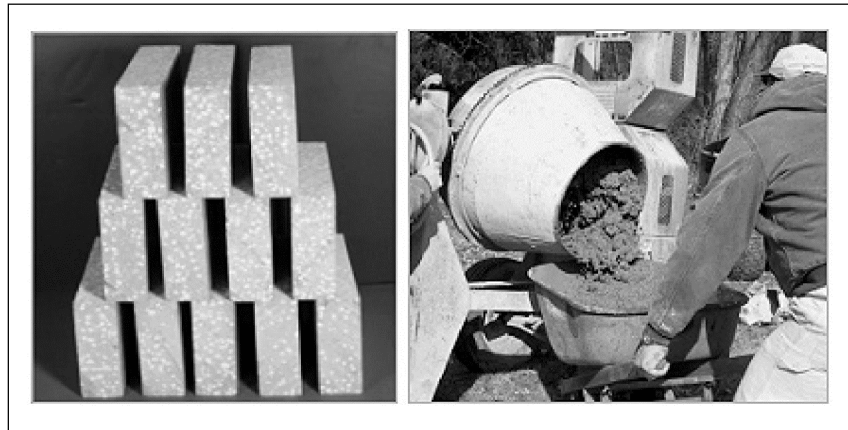
ซึ่งวัสดุเสริมแรงอาจมีลักษณะเป็นเส้น ก้อน อนุภาค หรือเกล็ดก็ได้ แทรกอยู่ในวัสดุเนื้อหลัก (base materials) อย่างโลหะ เซรามิกส์หรือพอลิเมอร์ ผลของการรวมวัสดุต่างกัน 2 ประเภทเข้าด้วยกันทำให้คอมโพสิตมีความแข็งแรง โดยรวมมากกว่าเมื่อเทียบกับ ความแข็งแรงของวัสดุแต่ละประเภทโดยลำพัง ปัจจุบันวัสดุคอมโพสิตแบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ



รูปที่ 2.14 แสดงวัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ (<http://www.mtec.or.th>)

#### 2.4.1 พอลิเมอร์คอมโพสิต (Polymer Matrix Composites, PMC's)

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่พบเห็นได้ง่ายของคอมโพสิตกลุ่มนี้คือ ผลิตภัณฑ์ที่ทำจากไฟเบอร์กลาสส์ต่าง ๆ พอลิเมอร์คอมโพสิตมีพอลิเมอร์ ซึ่งอาจจะเป็นพลาสติกหรือยางเป็นเนื้อหลัก และใช้วัสดุเสริมแรงได้หลายชนิดเช่น เส้นใยแก้ว เส้นใยคาร์บอน เส้นลวดโลหะ เป็นต้น



รูปที่ 2.15 วัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในงานก่อสร้าง (<http://www.mtec.or.th>)

#### 2.4.2 เซรามิกคอมโพสิต (Ceramic Matrix Composites, CMC's)

รู้จักและคุ้นเคยกับคอมโพสิตกลุ่มนี้ดี คอนกรีตและคอนกรีตเสริมเหล็ก (ปูน ทราย เหล็กเส้น) เป็นตัวแทนที่พบเห็นได้ทั่วไปของวัสดุกลุ่มนี้ ขณะที่วัสดุเซรามิกคอมโพสิตขั้นสูง (advanced composite) มีเนื้อหลักเป็นเซรามิก และใช้วัสดุเสริมแรงเป็นเส้นใย คอมโพสิตกลุ่มนี้มักนำมาใช้งานในสภาวะแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูงเช่น กังหันใบพัดของเครื่องยนต์ไอพ่น เป็นต้น

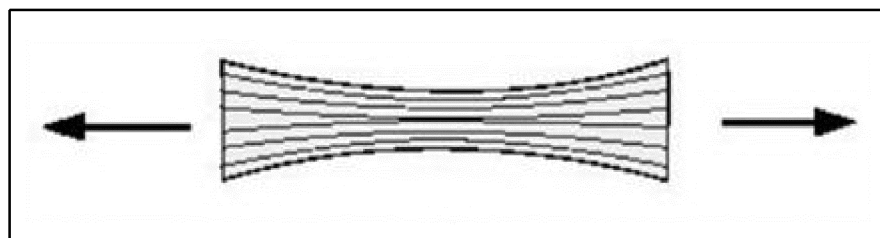
#### 2.4.3 เมทัลคอมโพสิต (Metal Matrix Composites, MMC's)

คอมโพสิตกลุ่มนี้พบมากในผลิตภัณฑ์กลุ่มอุตสาหกรรมยานยนต์ เมทัลคอมโพสิตมีโลหะเป็นเนื้อหลัก เช่น อะลูมิเนียม เป็นต้น สำหรับวัสดุเสริมแรงของคอมโพสิตกลุ่มนี้เป็นวัสดุเซรามิกส์เช่น กลุ่มคาร์ไบด์ กลุ่มไนไตรด์ เป็นต้น

#### 2.4.4 การรับแรงของวัสดุ

โดยทั่วไปแรงที่กระทำต่อวัสดุมีด้วยกัน 4 ประเภทคือ

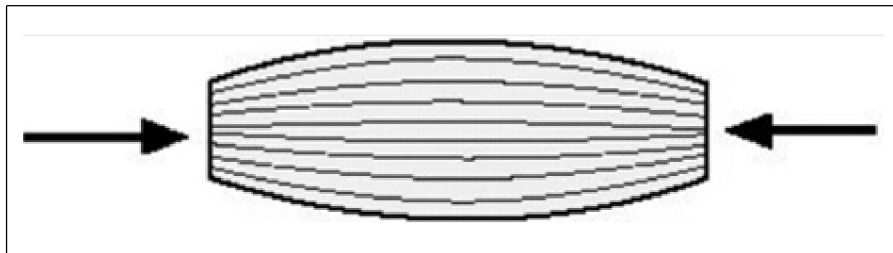
##### 2.4.4.1 แรงดึง (tension)



รูปที่ 2.16 ทิศทางของแรงดึง (tension) (<http://www.mtec.or.th>)

รูปที่ 2.16 แสดงลักษณะแรงดึงที่กระทำต่อคอมโพสิต การตอบสนองต่อแรงกระทำของวัสดุขึ้นอยู่กับแรงดึง และความแข็งแรงเชิงกลของ เส้นใยเสริมแรงที่ใช้

#### 2.4.4.2 แรงกดอัด (compression)

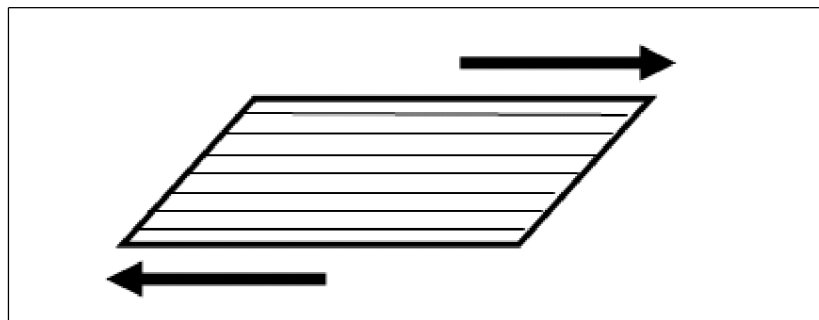


รูปที่ 2.17 ทิศทางของแรงอัด (compression) (<http://www.mtec.or.th>)

รูปที่ 2.17 แสดงลักษณะคอมโพสิตที่ได้รับแรงกดอัด ในสภาพนี้ความแข็งแรงของวัสดุจะขึ้นกับสมบัติความแข็งแรงดึงและการยึดติด (adhesion)

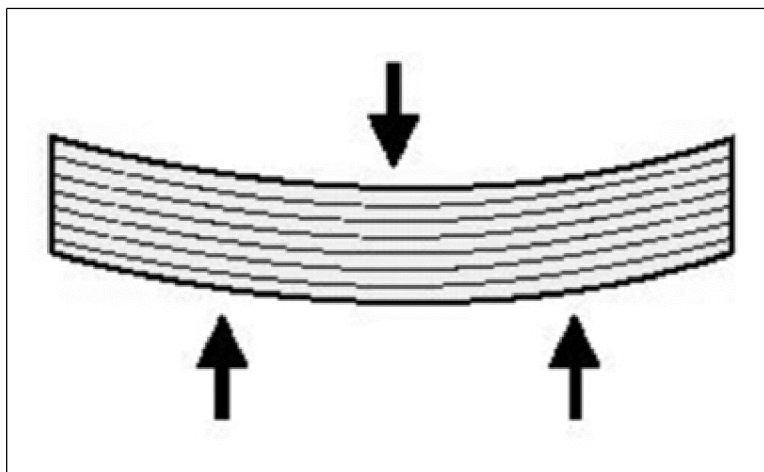
#### 2.4.4.3 แรงเฉือน (shear)

ลักษณะแรงที่กระทำต่อคอมโพสิตมีทิศทางตรงข้ามกันและแนวแรงอยู่ต่างระดับกัน ดังรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 ทิศทางของแรงเฉือน (shear) (<http://www.mtec.or.th>)

#### 2.4.4.4 แรงแค้ด (flexure)

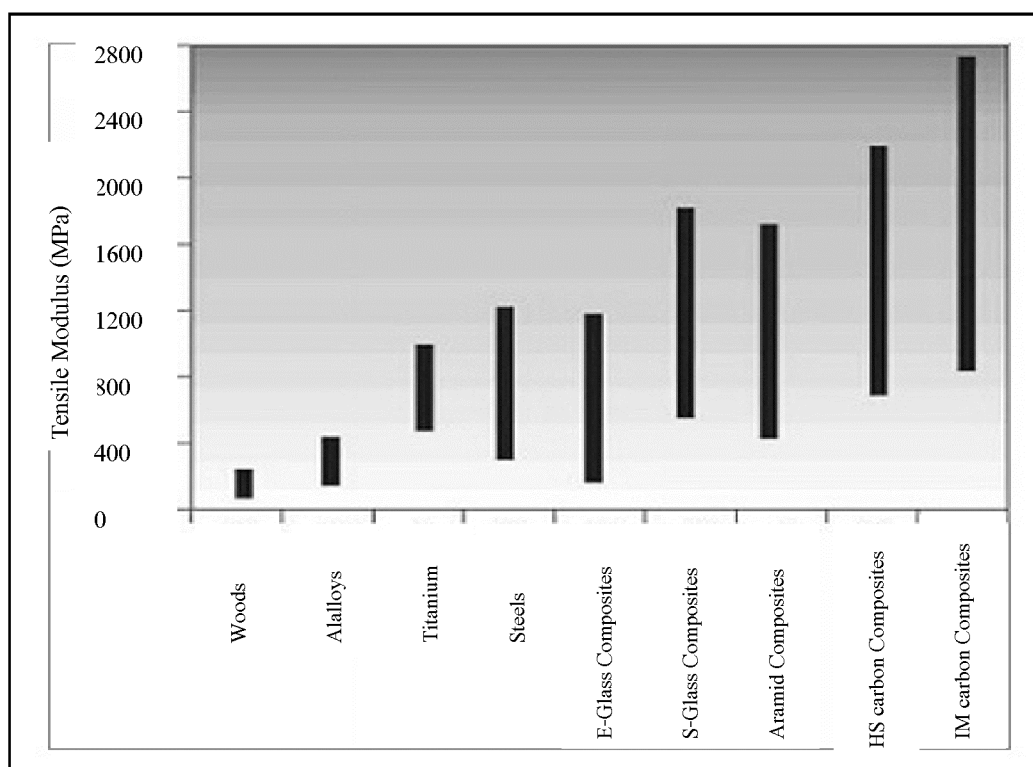


รูปที่ 2.19 ทิศทางของแรงแค้ด (flexure) (<http://www.mtec.or.th>)

ลักษณะของแรงที่กระทำกับวัตถุมีลักษณะผสมของแรงดึง แรงเหวี่ยง และแรงกดอัด 3 แรงเข้าด้วยกันจากรูปที่ 2.19 เห็นได้ว่ากึ่งกลางของด้านบนของวัตถุถูกแรงกดอัดกระทำ ขณะที่ใต้วัตถุจะถูกแรงยืดและแรงเหวี่ยงจากการยืดตัวของวัตถุ

เมื่อทราบถึงปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของคอมโพสิตทั้ง 4 ข้อแล้ว ผู้ผลิตก็สามารถนำข้อมูลเหล่านั้นมาพิจารณาเลือกชนิดเส้นใยเสริมแรง รวมถึงทิศทางของแรงที่กระทำเพื่อจัดวางตำแหน่งเส้นใยเสริมแรง ให้เหมาะสม เพื่อผลิตชิ้นงานคอมโพสิตออกมาให้ได้สมบัติเชิงกลตามต้องการ

รูปที่ 2.20 เป็นกราฟเปรียบเทียบสมบัติของคอมโพสิตกับวัสดุอื่นบางชนิด เส้นกราฟของคอมโพสิตแต่ละชนิดที่แสดงออกมาเป็นช่วงหมายถึง ค่าสมบัติเชิงกลขั้นต่ำและค่าสมบัติเชิงกลขั้นสูง โดยค่าสมบัติเชิงกลขั้นต่ำเป็นคอมโพสิตที่ผลิตด้วยเทคโนโลยีทั่วไป เช่น วิธีการขึ้นรูปแบบของแฮนด์เลย์อ็อป ส่วนค่าสมบัติเชิงกลขั้นสูงเป็นค่าที่ได้จากคอมโพสิต ที่ผลิตด้วยเทคโนโลยีระดับสูงอย่างชิ้นงานคอมโพสิตที่ใช้กับอุตสาหกรรมการบินและอวกาศที่ผลิตด้วย เทคโนโลยี Autoclave moulding เป็นต้น ขณะที่เส้นกราฟของวัสดุชนิดอื่นเช่น เหล็กกล้าที่แสดงออกมาเป็นช่วงเนื่องจากเหล็กกล้ามีมากมายหลายเกรดเช่นเดียวกับไม้ อะลูมิเนียมผสมและไททานเนียม (ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2549)



รูปที่ 2.20 คอมโพสิตชนิดต่าง ๆ และค่า tensile modulus (<http://www.mtec.or.th>)

## 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Deng, Shi, Zhang, Jian, and Guo (1998) ได้ศึกษาผลของขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และปริมาณของ SiC ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินา พบว่าเมื่อกระจายตัวลงในเนื้ออะลูมินา จะทำให้ความแข็งแรงนั้นเพิ่มขึ้น โดยการใส่อนุภาค SiC ที่มีขนาด  $2.7 \mu\text{m}$  ในปริมาณ 20 vol% และมีความต้านทานการคืบ (creep resistance) ดีขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับอะลูมินาเพียงอย่างเดียว

Wang, Guo, L., and Guo, J. (2000) ได้ศึกษาระบบอะลูมินาที่ใช้วัสดุเสริมแรงอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_p$ ) โดยใช้กระบวนการเผาผนึกแบบอัดร้อน (hot pressing) พบว่าการใส่ SiC ไปกระจายตัวอยู่ในอะลูมินา จะทำให้อะลูมินา มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น เนื่องจากเมื่อ SiC เข้าไปในเนื้ออะลูมินา จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคจากแกมมาอะลูมินา ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ไปเป็นแอลฟาอะลูมินา ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งจะได้โครงสร้างจุลภาคที่เป็นรูปแบบการแตกภายในเกรน (intragranular) จะทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาดีขึ้น

Jiao, Jenkin, and Davidge (1997) พบว่าค่าพลังงานของผิวสัมผัส (interfacial energy) เป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมสมบัติเชิงกล โดยที่อัตราส่วนพลังงานระหว่างผิวสัมผัส (interface energy) ต่อพลังงานขอบเกรน (grain boundary energy) ( $\gamma_i / \gamma_{gb}$ ) ของ  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiC}_p$  (SiC particle) จะมีค่าเท่ากับ 1.21 และ  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{TiN}$  (TiN particle) มีค่า 0.8 ซึ่งทำให้ขอบเกรนมีความแข็งแรง

เนื่องจาก SiC ทำให้ผิวสัมผัสที่แข็งแรง (interface) แต่  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$  ขอบเกรนไม่แข็งแรง เนื่องจากเกิด  $\text{TiO}_2$  ที่ระหว่างผิวสัมผัสของ  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$  ทำให้ผิวสัมผัสไม่แข็งแรง

Wu, Lawrence, Robert, and Derby (1998) ทำการศึกษาระบบ  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_p$  พบว่าความแข็งแรง (strength) จะเพิ่มขึ้นหลังจากการให้ความร้อน (annealing) และตกแต่งชิ้นงาน (machining) จะเห็นได้ว่าในการ annealing สามารถที่จะควบคุม strength ในระยะสุดท้ายได้ ซึ่งการ machining นั้นก็เป็นวิธีการอีกอย่างที่ทำให้เกิดความเค้นกดอัด (compressive strength) ที่ผิว ทำให้ค่า strength ที่ได้นั้นมีค่าสูง

Niihara (1991) ได้นำ SiC ที่ปริมาณ 5 vol% ไปกระจายตัวในเนื้อของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ทำให้ความแข็งแรงของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เพิ่มขึ้นจากเดิม เนื่องจากการเปลี่ยนการแตกจากการแตกระหว่างเกรน (intergranular) เป็นการแตกภายในเกรน (intragranular) ที่มีความแข็งแรงอยู่ที่ 380 MPa ทำให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นมาอยู่ที่ 1000 MPa

Ko, Kwon, and Kim (2004) พบว่าเมื่อใส่อนุภาค SiC ในปริมาณ 5 wt% และ 10 wt% ลงไปในอะลูมินามีการเปลี่ยนรูปแบบการแตกจากการแตกระหว่างเกรน (intergranular) ไปเป็นการแตกภายในเกรน (intragranular) ทำให้สมบัติด้านความแข็งแรง ความเหนียวดีขึ้น และเมื่อนำไปทำเป็นเครื่องมือการตัด (cutting tools) พบว่าจะมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่าเมื่อเทียบกับเครื่องมือตัด (cutting tools) ประเภทอื่น ๆ ที่ทำจาก  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$  (whisker)

Anya and Robert (1997) ใช้อะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และใช้อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ในปริมาณ 5 10 และ 15 vol% โดยใช้การเผาผนึกแบบไม่ใช้ความดัน (pressureless sintering) ได้หาค่าความเหนียว (fracture toughness) โดยใช้ vicker indentation พบว่าขนาดของตำหนิ (flaw size) ของวัสดุเชิงประกอบจะมีขนาดที่เล็กกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับอะลูมินาทัวไป (monolithic  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งมีขนาดที่ใหญ่กว่า ผลของการเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ทำให้มีความเหนียวเพิ่มขึ้น

Kim, Enoki, and Teruo (1998) พบว่าบริเวณที่เป็นเนื้อของอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ที่มีอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) กระจายตัวอยู่ จะพบว่าบริเวณรอบ ๆ อนุภาค SiC จะมีความเค้นกดอัด (compressive stress) เกิดขึ้น ซึ่งเมื่อเกิดมีรอยแตกขึ้น อนุภาค SiC จะเป็นตัวรับไม่ให้อรอยแตกนั้นแตกต่อไปและยังพบอีกว่า เมื่อเพิ่มปริมาณ SiC จะทำให้ fracture toughness เพิ่มขึ้นด้วย

Jose and Richard (2005) พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ในปริมาณ 10 vol% จะทำให้อัตราการสึกหรอ (wear rate) ลดลง เมื่อทำการเปรียบเทียบกับอะลูมินาที่มีขนาดเกรนที่เท่ากัน

Chen, Rainforth, and Lee (2000) ได้มีการศึกษาระบบ  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  โดยทำการใส่อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ที่อัตราส่วนที่แตกต่างกันไปคือ 2.5 5 10 15 vol% เพื่อศึกษา



พฤติกรรมการสึกหรอ (wear behavior) พบว่าเมื่อใส่อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณ 15 vol% จะมีความต้านทานการสึกหรอ (wear resistance) เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมินา (monolithic  $Al_2O_3$ )

Jianxin, Helen, and Martin (1995) ได้ศึกษาแล้วพบว่าพฤติกรรมของความเค้นตกค้าง (residual stress) ใน  $Al_2O_3/SiC_p$  โดยใช้อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ในปริมาณ 5 vol% เหมือนกัน พบว่าจะเกิดความเค้นตกค้างอยู่ในเนื้อ  $Al_2O_3$  เมื่อนำมาให้ความร้อน (annealing) ที่  $1300^\circ C$  สามารถลดความเค้นตกค้างในบางส่วน แต่นำมาเปรียบเทียบกับ  $Al_2O_3$  ที่ยังไม่ได้เติม SiC ความเค้นตกค้างของ  $Al_2O_3$  ลดลงอย่างมาก

Jeong and Niihara (1997) ได้มีการศึกษาระบบวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา/อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $Al_2O_3/SiC_p$  composite) โดยการใช้แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นสารเติมแต่ง (additive) เพื่อที่จะทำให้มีความหนาแน่น (density) สูงขึ้น ซึ่งพบว่าประสิทธิภาพของแมกนีเซียมออกไซด์ สามารถทำให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นมากกว่า 98%

อย่างไรก็ตามจากการศึกษาพบว่าไม่เพียงแต่ปริมาณของอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่ใส่เข้าไปในเนื้ออะลูมินาเท่านั้นที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินา แต่ยังพบว่าขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ ยังมีผลต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินาอีกด้วย โดยเฉพาะอย่างยิ่งการใช้อนุภาคระดับนาโนเมตร จะทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินานั้นดีขึ้น สำหรับอนุภาคระดับนาโนเมตรนั้น สามารถที่จะสังเคราะห์ได้หลายวิธีตัวอย่างเช่น CVD carbothermal และ mechanical alloying เป็นต้น สิ่งหนึ่งที่ต้องคำนึงเป็นอย่างแรกนั้นจะเป็นเรื่องราคา ซึ่งในปัจจุบันผงที่มีอนุภาคระดับนาโนจะมีราคาที่แพงมาก จึงเป็นหัวข้อหลักอันหนึ่งในการวิจัยเพื่อที่จะลดราคาค้นทุนลงมา ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีความพยายามที่จะสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรขึ้นนำมาใช้เอง โดยใช้วิธีการบดผสมแบบเชิงกล (mechanical alloying) ซึ่งจะทำให้ได้ราคาที่ถูกลง เนื่องจากง่ายต่อการควบคุมเพราะไม่มีขบวนการทางเคมีและอุณหภูมิเข้ามาเกี่ยวข้อง เมื่อนำวิธีนี้มาเปรียบเทียบกับวิธีอื่น ๆ จะเห็นได้ว่าวิธีการนี้สามารถลดต้นทุนในการผลิตลงได้

### บทที่ 3

## วิธีดำเนินการวิจัย

### 3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมด ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
SPEX mill	SPEX	8000D
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Ball Mill	P.S.C.M.	Alumina ball mill
Dryer	ELE	Model SDO 225E1
Microhardness Tester	Wilson	Microscan/Isoscan Ac Plus
Particle Size Analyzer	Malvern	Mastersizer S
Vernier	Mitutoyo	Diamond
Uniaxial Press	Carver	2702
Transmission Electron Microscope (TEM)	JEOL	JSM 2010
High Speed Diamond Saw	Buehler	Isomet 1000
Grinder&Polisher Machine	Buehler	Ecomet 5
Ultrasonic	NEY	28H
Ion Sputtering Device	JEOL	JFC-1100E
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6400
Universal Testing Machine	Instron	5569
Disc grinder	Gatan	Model 626
Ultrasonic disc cutter	Gatan	Model 601

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
Dimple deep	Gatan	Model 656
Ion milling	Gatan	Model 681
Tungsten carbide vial	SPEX	WC vial
Hardened steel vial	SPEX	SS vial
Alumina vial	SPEX	Alumina vial
เครื่องชั่ง	Denver Instrument	TC-254
High temperature furnace (1800°C)	Carbolite	Vecstar/VF2

### 3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminium Oxide (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	CA 5 M	Suzhou Dexin
	Silicon (Si)	Finest powder	Sigma Aldrich
	Carbon (C)	Reactive	Sigma Aldrich
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohols (PVA)	Premium Quality	Kriangkrai LTD., Part
สารช่วยการกระจายตัว	Polyvinyl pyrrolidone (PVP)	Premium Quality	Fluka Chemical GmbH
สารช่วยลดอุณหภูมิเผาขึ้น	Yttrium oxide (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Premium Quality	Sigma Aldrich

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารช่วยในการบด	Isopropyl alcohol (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O)	Premium Quality	Caro erba
สารทำละลาย	Methyl ethyl ketone	For analysis	Caro erba
สารหล่อลื่นใน การอัดขึ้นรูป	Oleic acid [CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH :CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	-	Caro erba
บรรยากาศควบคุม	Argon gas (Ar)	High Purity	Thai special gas (TSG)

### 3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใช้เกรด CA 5 M เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมออกไซด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.)

### 3.2.2 ผงซิลิกอน (Silicon powder, Si)

ผงซิลิกอน สูตรเคมี Si ใช้เกรด finest powder เป็นซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 โดยน้ำหนัก

### 3.2.3 ผงคาร์บอน (Carbon powder, C)

ผงคาร์บอน สูตรเคมี C ใช้เกรด reactive carbon เป็นคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.95 โดยน้ำหนัก

### 3.2.4 ผงอิตเทรียมออกไซด์ (Yttrium oxide powder, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

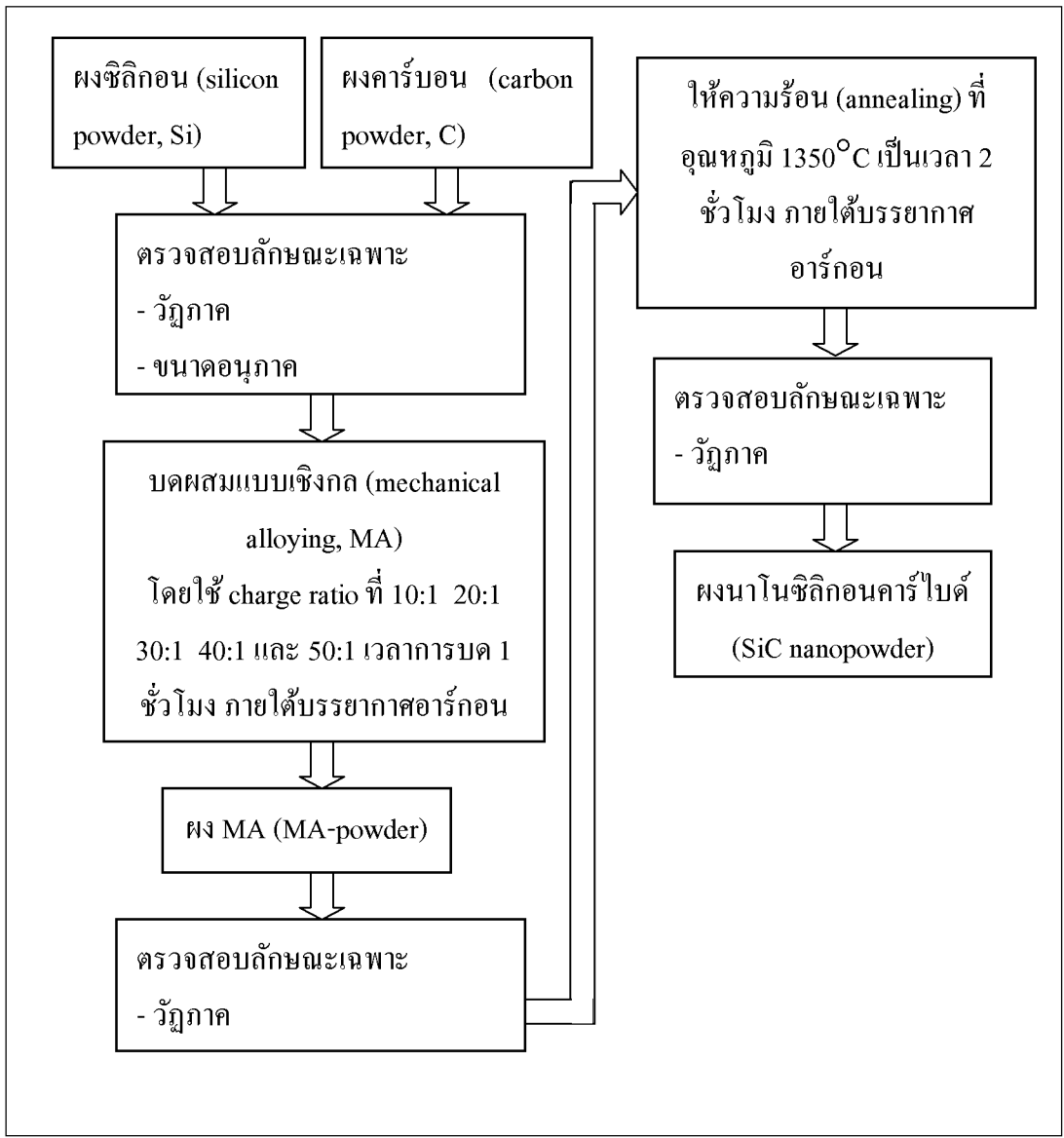
ผงอิตเทรียมออกไซด์ สูตรเคมี Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใช้เกรด premium quality เป็นอิตเทรียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 โดยน้ำหนัก

## 3.3 วิธีการทดลอง

### 3.3.1 การออกแบบการทดลอง

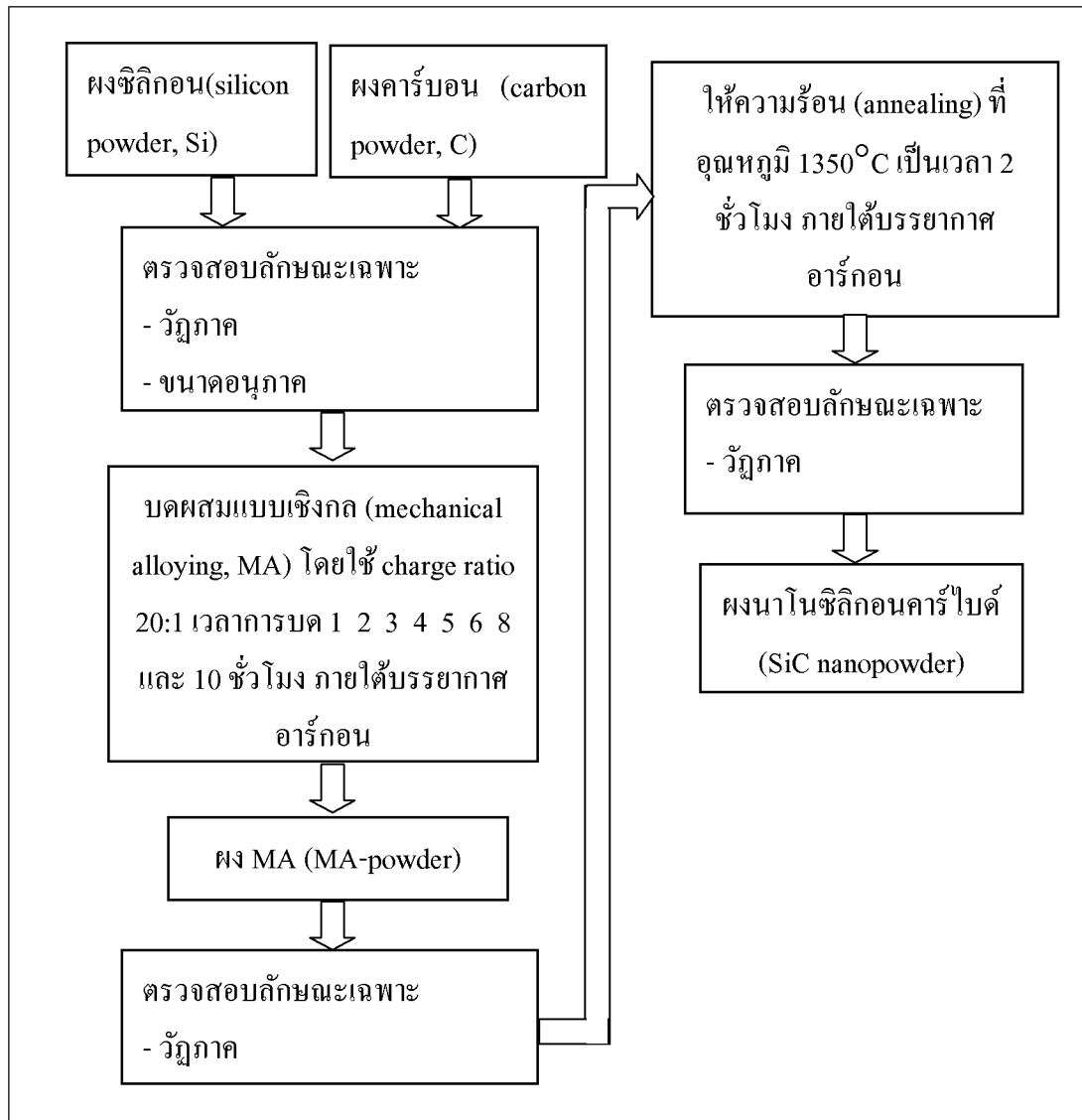
ขั้นตอนและวิธีการทดลอง แสดงในรูปแบบที่ 3.1-3.5

หา charge ratio ที่เหมาะสมต่อการเกิดผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์รูปที่ 3.1

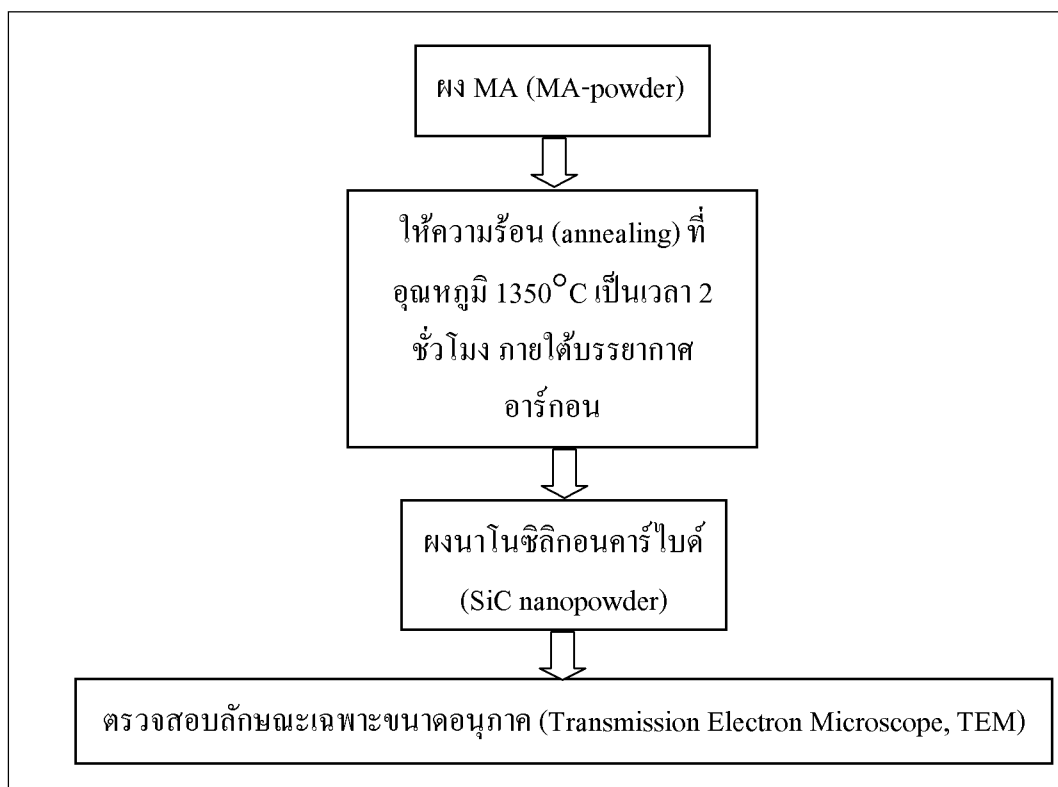


รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ใช้เวลาในการบด 1 ชั่วโมง

หลังจากได้ charge ratio ที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาซิลิกอนคาร์ไบด์รูปที่ 3.1 จากนั้นหาเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาของซิลิกอนคาร์ไบด์ดังแสดงในรูป 3.2

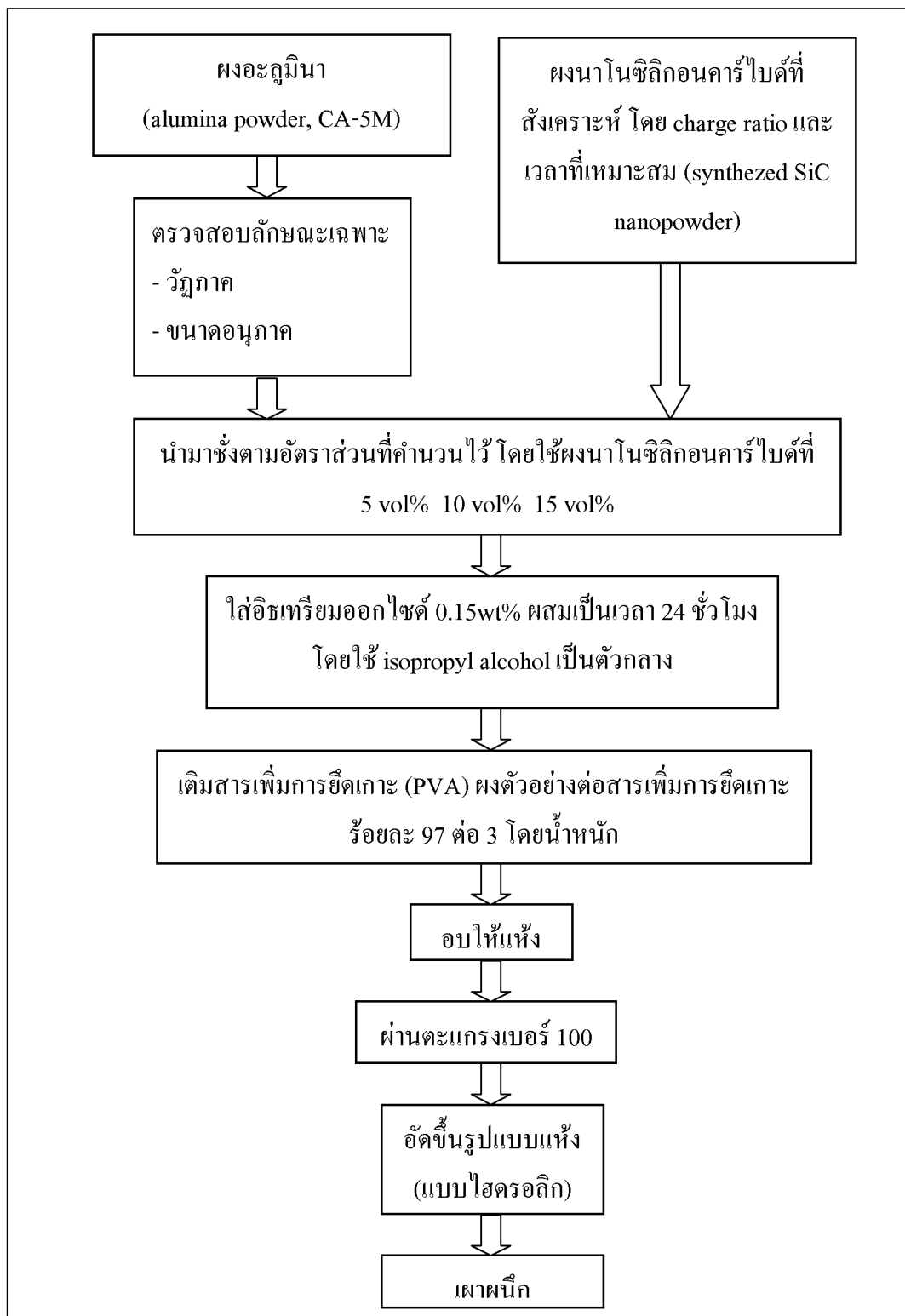


รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 20:1 ใช้เวลาในการบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาของซิลิกอนคาร์ไบด์

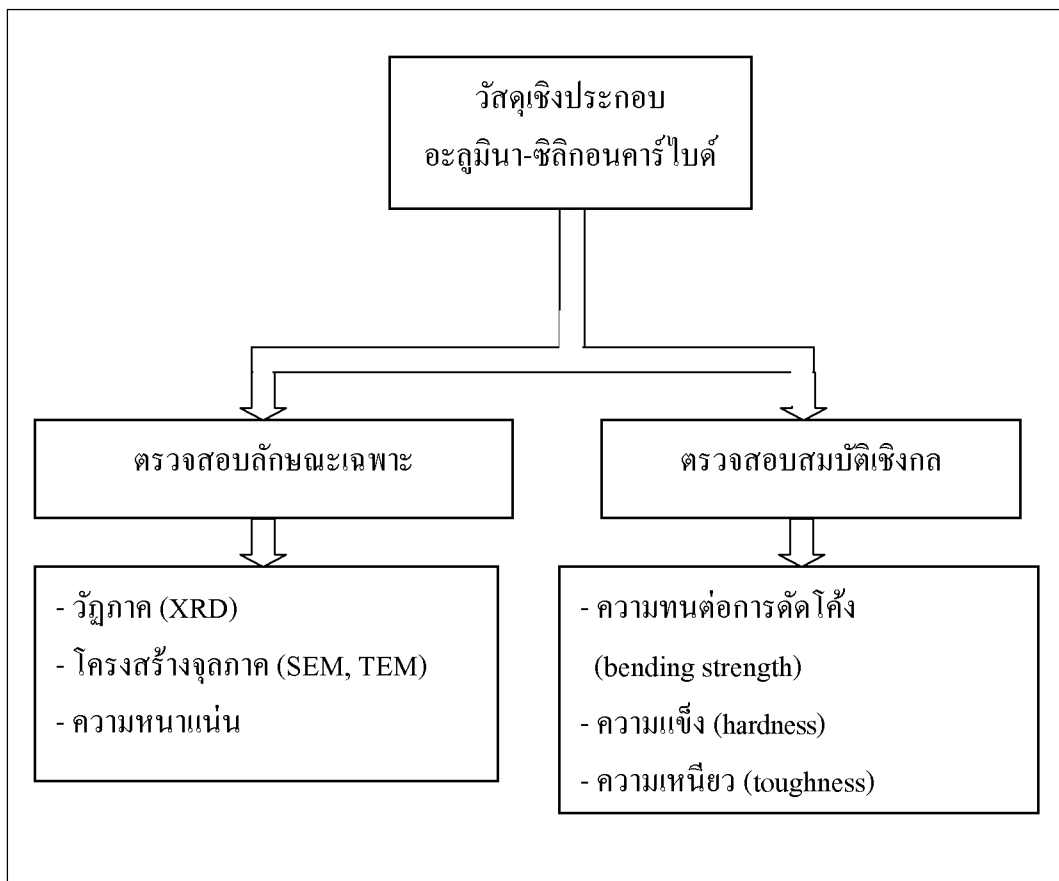
หลังจากได้ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาซิลิกอนคาร์ไบด์ จากนั้นนำมาตรวจสอบขนาดอนุภาคดังรูปที่ 3.3 นำผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์มาเสริมแรงในอะลูมินาดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยใช้ปริมาณด้วยผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน



เมื่อทำการเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ นำมาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

จากรูปที่ 3.1-3.5 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียดดังนี้

**3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง**

เตรียมผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยจะใช้สารตั้งต้นคือ ซิลิกอน (Si) และคาร์บอน (C) ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์ นำมาวิเคราะห์ลักษณะของสารตั้งต้นก่อนโดยจะทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะ ขนาดและวัฏภาค ซึ่งจะผสมลงในเครื่องผสมแบบเชิงกล (SPEX mill) ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องบดผสมแบบเชิงกล (SPEX mill)

ในการผสมนี้จะใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำหนักของลูกบดต่อน้ำหนักของสาร (charge ratio) เท่ากับ 10:1 ซึ่งลูกบดที่ใช้คือ อะลูมินา (น้ำหนักประมาณ 15 กรัม) และใช้หม้อบดเป็น ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) จะได้จากการคำนวณตามสมการที่ (3.1) คือ

$$Y = Z/X \quad (3.1)$$

เมื่อ Y คือ น้ำหนักสารที่ต้องการบดผสม  
 Z คือ น้ำหนักของลูกบดต่อ 1 หม้อบด (15 กรัม)  
 X คือ อัตราส่วน charge ratio ที่ใช้ในแต่ละครั้ง

ดังนั้นเมื่อใช้ charge ratio ที่ 10:1 จะได้

$$Y = 15/10$$

$$Y = 1.5 \text{ กรัมต่อการบด 1 ครั้ง}$$

คำนวณเพื่อหาอัตราส่วนของ ซิลิกอนกับคาร์บอนตามสมการที่ (3.2)



โดยที่ มวลโมเลกุลของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) = 40.09 กรัมต่อโมล

มวลโมเลกุลของซิลิกอน (Si)	=	28.09	กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของคาร์บอน (C)	=	12	กรัมต่อโมล
ดังนั้นจะทำให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ 1.5 กรัม ต้องใช้ซิลิกอนเท่ากับ			
Silicon	=	(1.5/40.09) x 28.09	
	=	1.05	กรัม
ดังนั้นจะทำให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ 1.5 กรัม ต้องใช้คาร์บอนเท่ากับ			
Carbon	=	(1.5/40.09) x 12	
	=	0.44	กรัม

### 3.3.3 การตรวจสอบ charge ratio ที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง

ปริมาณสารที่จะใส่ลงไปเปลี่ยนแปลงไปตามน้ำหนักของลูกบด ซึ่งจะทำการชั่งน้ำหนักทุกครั้ง เมื่อเปลี่ยนลูกบดน้ำหนักจะเปลี่ยนแปลงไป ใช้เวลาในการบด (milling time) ตามกำหนด ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เตรียมผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio ที่ต่างกัน โดยจะใช้สารตั้งต้นคือ ซิลิกอน (Si) และคาร์บอน (C) ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์ ซึ่งจะเปลี่ยน charge ratio เป็น 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 จะใช้เวลา 1 ชั่วโมงในการบดผสม ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A10-1	15.70	10:1	1.10	0.46	1	อาร์กอน
A20-1	15.27	20:1	0.53	0.22	1	อาร์กอน
A30-1	15.20	30:1	0.35	0.15	1	อาร์กอน
A40-1	16.08	40:1	0.28	0.12	1	อาร์กอน
A50-1	16.29	50:1	0.22	0.09	1	อาร์กอน

### 3.3.4 การตรวจสอบเวลาที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง

เตรียมผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio ที่ต่างกัน โดยจะใช้สารตั้งต้นคือ ซิลิกอน (Si) และคาร์บอน (C) ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์ ซึ่งจะเปลี่ยน charge ratio เป็น 20:1 จะใช้เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงในการบดผสม ดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 อัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาอบ 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูก บด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-10	15.23	20:1	0.53	0.22	10	อาร์กอน
A20-8	14.37	20:1	0.50	0.21	8	อาร์กอน
A20-6	15.32	20:1	0.53	0.22	6	อาร์กอน
A20-5	15.10	20:1	0.52	0.22	5	อาร์กอน
A20-4	16.01	20:1	0.56	0.23	4	อาร์กอน
A20-3	15.11	20:1	0.52	0.22	3	อาร์กอน
A20-2	15.17	20:1	0.53	0.22	2	อาร์กอน
A20-1	15.62	20:1	0.54	0.23	1	อาร์กอน

### 3.3.5 อุณหภูมิในการให้ความร้อน

นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.3.2-3.3.4 มาทำการให้ความร้อน (annealing) ด้วยเตาไฟฟ้าแบบท่อ (tube furnace) ดังรูปที่ 3.7 โดยที่ควบคุมให้ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะให้เกิดอาร์กอนไหลผ่าน 500 มิลลิลิตรต่ออนาที เพื่อที่จะให้ผงตัวอย่างนั้นมีผลึกที่สมบูรณ์ สภาวะที่ใช้ในการทดลองแสดงในตารางที่ 3.5 และรูปที่ 3.8

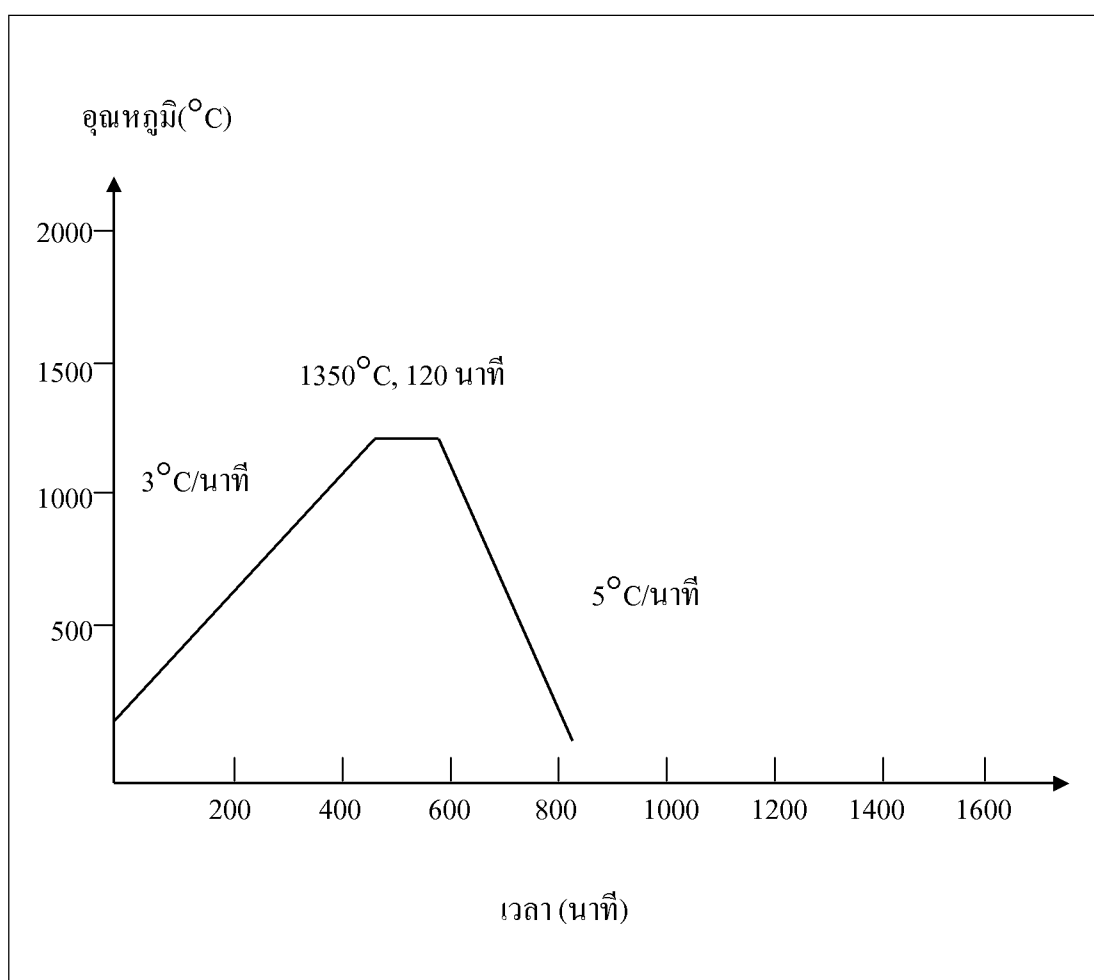


รูปที่ 3.7 แสดงเตาไฟฟ้าแบบท่อ (tube furnace)

ตารางที่ 3.5 ข้อมูลในการให้ความร้อน\*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาเซ้ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-1350	3	-	-
2	1350	-	120	อุณหภูมิให้ความ ร้อน
3	1350-25	5	-	-

หมายเหตุ \* บรรยากาศอาร์กอน



รูปที่ 3.8 สภาวะที่ใช้ในการให้ความร้อน

### 3.3.6 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นและผงตัวอย่าง

#### 3.3.6.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิกอน อะลูมินาและคาร์บอน

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิกอนและคาร์บอน โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง โดยใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง



รูปที่ 3.9 เครื่อง particle size analyzerของบริษัท Malvern Instrument Ltd.

วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

1. ชั่งผงซิลิกอนและคาร์บอน โดยสุ่มปริมาณตัวอย่างละ 2 กรัม
2. เตรียมสารละลาย Calgon ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์
3. เติมสารละลายที่เตรียมในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่างในปริมาณ 50

ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือน โดยคลื่นเสียงความถี่สูง

(ultrasonic

bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป

#### 3.3.6.2 การหาขนาดผลึกของสารตัวอย่าง

การหาขนาดของผลึกที่มีขนาดนาโนเมตรโดยใช้ Scherrer formula และนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบขนาดผลึกดังสมการที่ 3.3

$$t = 0.9 \lambda / B \cos \theta \quad (3.3)$$

โดยที่

- λ คือ ความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha$
- B คือ full width half maximum หาได้จากโปรแกรมในเครื่อง XRD
- θ คือ มุมองศา (2 theta scale)

### 3.3.6.3 การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส (phase analysis) ของผงซิลิกอน คาร์บอน อะลูมินาและผงตัวอย่าง

การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟสของผงซิลิกอน คาร์บอน และผงตัวอย่าง โดยใช้หลักการ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (pattern) การเลี้ยวเบนเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) โดยใช้เครื่อง XRD ของบริษัท Bruker ใช้  $\text{CuK}\alpha$  เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

1. โปรงผงที่ทดสอบลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (sample holder)
2. ใช้แผ่นกระจกกดผงอะลูมินาที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่างให้เรียบแน่น
3. นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

สถานะในการวิเคราะห์คือ

generator voltage	=	40 KV
generator current	=	40 mA
start angle	=	$5^{\circ}$
end angle	=	$90^{\circ}$
time per step	=	0.2 s
step size	=	$0.02^{\circ}$



รูปที่ 3.10 เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

### 3.3.6.4 การหาขนาดของผงตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

การตรวจสอบขนาดของผงตัวอย่างที่มีขนาดเล็กมาก ซึ่งเครื่องวัดขนาด particle size analyzer ไม่สามารถทำได้ จึงหาขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

1. เตรียมผง polyvinyl pyrrolidone 1.7 มิลลิกรัม บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงด้วย isopropyl alcohol และ methyl ethyl ketone ในขวดพลาสติก high density polyethylene ที่มีลูกบดอะลูมินา เพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน
2. เมื่อ polyvinyl pyrrolidone ละลายหมดแล้ว นำผงตัวอย่างที่เตรียมไว้ 1 กรัมใส่ลงในขวดพลาสติก high density polyethylene บดต่ออีก 1 ชั่วโมง
3. นำมาสั่นด้วยหัวสั่นอัลตราโซนิค (ultrasonic probe) เป็นเวลา 5 นาที
4. จากนั้นหยดสารละลายในข้อที่ 3 ลงบนตะแกรงทองแดงที่เคลือบด้วยคาร์บอน อบให้แห้งด้วยหลอดไฟรังสียูวี (UV lamp)
5. นำมาส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) ด้วยกำลังขยาย 25000 เท่า 50000 เท่า และ 80000 เท่า

### 3.3.7 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบ

#### 3.3.7.1 การเตรียมผงตัวอย่างเสริมแรงในอะลูมินา

เตรียมผงตัวอย่างที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม ดังในตารางที่ 3.6 แล้วนำมาให้ความร้อนตามข้อ 3.3.5

ตารางที่ 3.6 ตารางของ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น(กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-5	16.45	20:1	0.57	0.24	5	อาร์กอน

คำนวณอัตราส่วนผงตัวอย่างที่นำมาเสริมแรงในอะลูมินา

1. นำผงอะลูมินามาชั่งด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม โดยชั่งน้ำหนักเท่ากับ 40 กรัมต่อ 1 ตัวอย่าง บรรจุในแม่แบบเหล็ก (mold) ขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร แล้วทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) จะมีความหนา 10 มิลลิเมตร



2. คำนวณอัตราส่วนเป็นอัตราส่วนโดยปริมาตร ได้ตามตารางที่ 3.7

ในการคำนวณจะใช้ความหนาแน่นของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งความหนาแน่นมีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ( $\text{g/cm}^3$ ) ความหนาแน่นของอะลูมินาคือ  $3.98 \text{ g/cm}^3$  และซิลิกอนคือ  $3.21 \text{ g/cm}^3$  นำผงอะลูมินาอัดไฮโดรลิกให้มีความหนา 10 มิลลิเมตร (mm) จะได้ผงอะลูมินาที่มีน้ำหนัก 40 กรัม จากนั้นจะนำมาคำนวณเป็นร้อยละโดยปริมาตร

● ตัวอย่างการคำนวณดังนี้

หากต้องการร้อยละ 95 ของอะลูมินา 40 กรัมคือ 38 กรัม นำมาหารด้วยความหนาแน่นของอะลูมินา

$$\begin{aligned} \text{Alumina} &= 38 \text{ (g)} / 3.98 \text{ (g/cm}^3\text{)} \\ &= 9.54 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

● การคำนวณใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ดังนั้นร้อยละ 5 ของซิลิกอนคาร์ไบด์ จากอะลูมินา 40 กรัม คือ 2 กรัม นำมาหารด้วยความหนาแน่นของซิลิกอนคาร์ไบด์

$$\begin{aligned} \text{Silicon carbic} &= 2 \text{ (g)} / 3.21 \text{ (g/cm}^3\text{)} \\ &= 0.62 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

ปริมาตรทั้งหมดคือ

$$\begin{aligned} &= 9.54 + 0.62 \\ &= 10.16 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

สัดส่วนร้อยละ โดยปริมาตรของอะลูมินา

$$(9.54 \times 100) / 10.16 = 93.89 \text{ vol\%}$$

สัดส่วนร้อยละ โดยปริมาตรของซิลิกอนคาร์ไบด์

$$(0.62 \times 100) / 10.16 = 5.84 \text{ vol\%}$$

● ดังนั้นต้องการซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Silicon carbide (5 vol\%)} &= (2 \times 5) / 5.84 \\ &= 1.71 \text{ g} \end{aligned}$$

ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร จะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เท่ากับ 1.71 กรัม

● ดังนั้นต้องการซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Silicon carbide (10 vol\%)} &= (1.71 \times 10) / 5 \\ &= 3.42 \text{ g} \end{aligned}$$

ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดยปริมาตร จะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เท่ากับ 3.42 กรัม

● ดังนั้นต้องการซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 15 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Silicon carbide (15 vol\%)} &= (1.71 \times 15)/5 \\ &= 5.13 \text{ g} \end{aligned}$$

ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร จะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เท่ากับ 5.13 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Alumina (SiC 5 vol\%)} &= 40.00 - 1.71 \\ &= 38.29 \text{ g} \end{aligned}$$

อะลูมินาที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร จะใช้อะลูมินาเท่ากับ 38.29 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Alumina (SiC 10 vol\%)} &= 40.00 - 3.42 \\ &= 36.58 \text{ g} \end{aligned}$$

อะลูมินาที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร จะใช้อะลูมินาเท่ากับ 36.58 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 15 โดยปริมาตร

$$\begin{aligned} \text{Alumina (SiC 15 vol\%)} &= 40.00 - 5.13 \\ &= 34.87 \text{ g} \end{aligned}$$

ตารางที่ 3.7 ข้อมูลอัตราส่วนผสม

อัตราส่วนโดยปริมาตร(Volume%)	ซิลิกอนคาร์ไบด์ (กรัม)	อะลูมินา (กรัม)
อะลูมินา (alumina)	0.00	40.00
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) 5 vol%	1.71	38.29
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) 10 vol%	3.42	36.58
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) 15 vol%	5.13	34.87

### 3.3.7.2 การผสมผงตัวอย่างกับอะลูมินา (mixing)

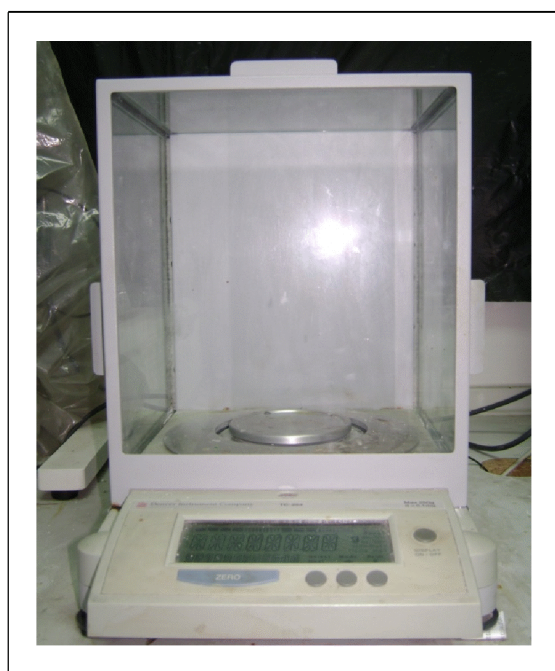
1. เตรียมส่วนผสมในอัตราส่วนตามตารางที่ 3.8 และชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของส่วนผสมทั้งหมดแล้วนำไปละลายในน้ำร้อน
2. บดผสมวัตถุดิบตามข้อ 1 โดยบดผสมอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ใช้การบดผสมแบบเปียกโดย isopropyl alcohol เป็นตัวกลางในการบดผสมในขวดพลาสติก high density polyethylene ที่มีลูกบดอะลูมินา เพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นเวลา 23 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติม PVA ที่ละลายน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 3 โดยน้ำหนักแล้ว ทำการบดต่ออีก 1 ชั่วโมง

3. นำสารละลาย (slurry) ที่ได้จากการบดผสมมาอบแห้งด้วยอุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  จนกระทั่งน้ำระเหยออกเกือบหมด เป็นเวลา 24 ชั่วโมงหรือมากกว่าจนกระทั่งตัวอย่างแห้งสนิท

4. ใช้โกร่งบดตัวอย่างที่ผ่านการอบแห้งแล้ว เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน จากนั้นนำผงที่ได้ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เมช (mesh)

### 3.3.8 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง (hydraulic press)

นำผงที่เตรียมได้จากข้อการผสมผงตัวอย่างกับอะลูมินา ชั่งด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม โดยชั่งน้ำหนักเท่ากับ 40 กรัมต่อ 1 ตัวอย่าง บรรจุในแม่แบบเหล็ก (mold) ขนาด 40x40 มิลลิเมตร แล้วทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press)



รูปที่ 3.11 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง



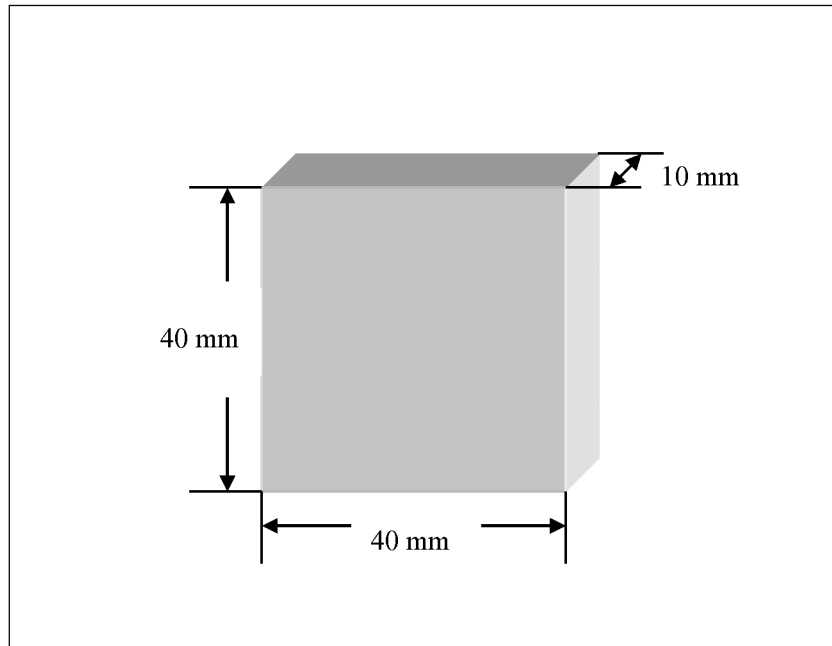
รูปที่ 3.12 เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) ของบริษัท Carver

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

ความดัน = 15 MPa

เวลาอัดแซ่ = 30 วินาที

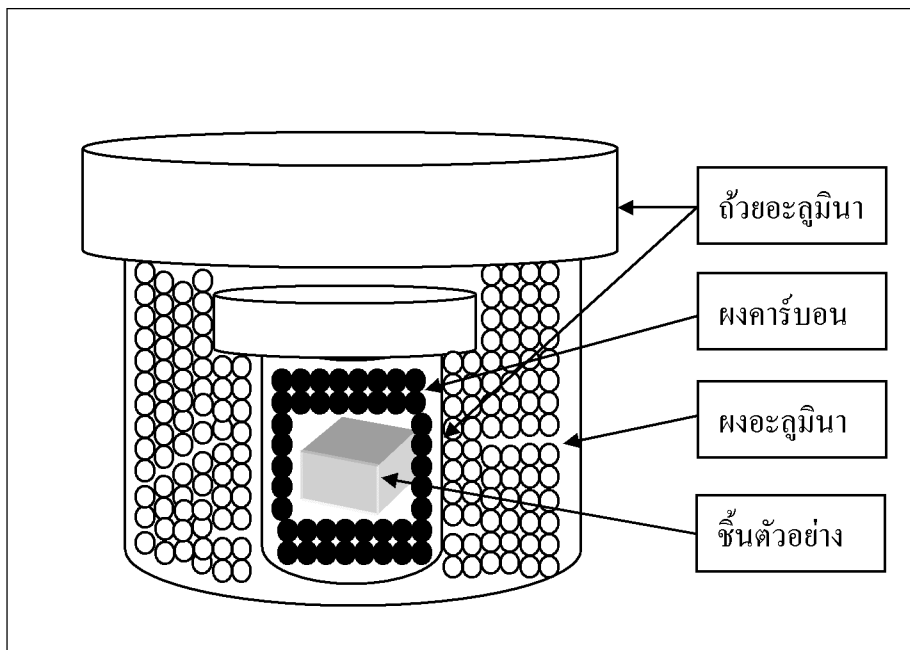
ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้ จะมีลักษณะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมจตุรัสขนาดประมาณ 40x40x10 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 ชิ้นงานที่มีขนาด 40 x 40 x 10 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร

### 3.3.9 การเผาพูน (sintering)

นำแผ่นอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.8 มาเผาพูนที่เตาเผาอุณหภูมิสูง (high temperature furnace (1800°C) ของบริษัท Labquip) เพื่อให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน ซึ่งใช้การฝังกลบจะใช้ถ้วยที่ใส่ชิ้นตัวอย่างทำจากอะลูมินา (alumina crucible) ชั้น 2 ใบ ดังรูปที่ 3.14



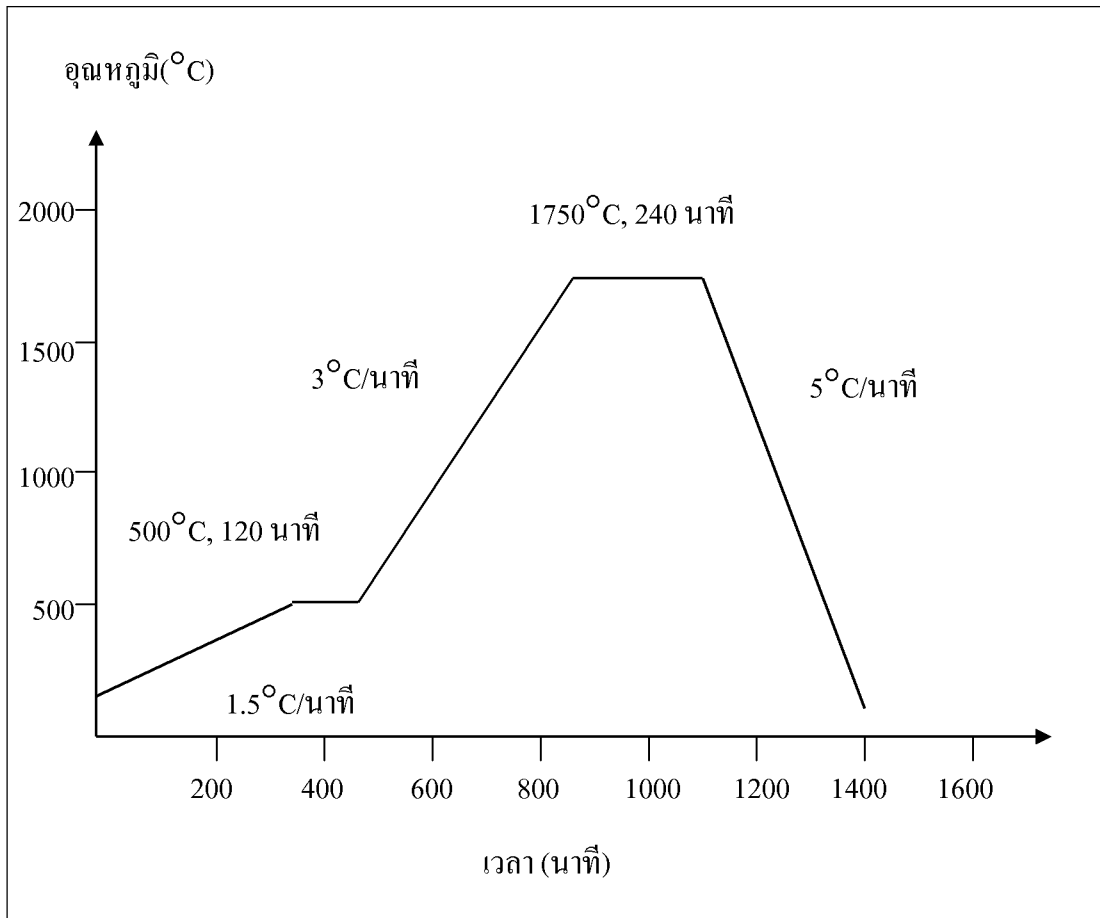
รูปที่ 3.14 การฝังกลบด้วยการซ้อนถ้วยที่ทำจากอะลูมินา

สภาวะที่ใช้ในการทดลองแสดงในตารางที่ 3.8-3.10 และรูปที่ 3.15-3.17

ตารางที่ 3.8 ข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์\*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาแซ่ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-500	1.5	-	-
2	500	-	120	เผาไล่สารเพิ่ม การยึดเกาะ
3	400-1750	3	-	-
4	1750	-	240	อุณหภูมิสุดท้าย
5	1750-25	5	-	-

หมายเหตุ \* บรรยากาศปกติ

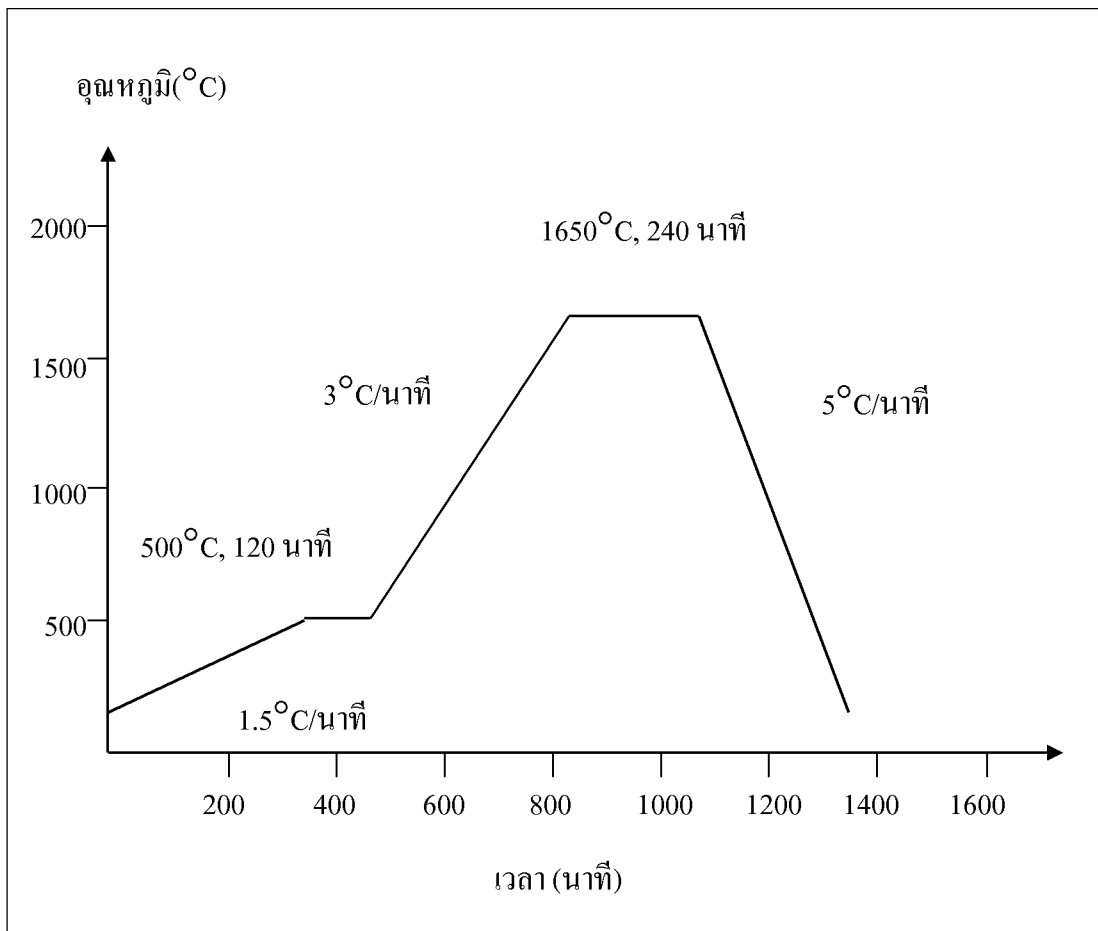


รูปที่ 3.15 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.9 ข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์\*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาแซ่ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-500	1.5	-	-
2	500	-	120	เผาได้สารเพิ่ม การยึดเกาะ
3	400-1650	3	-	-
4	1650	-	240	อุณหภูมิสุดตัว
5	1650-25	5	-	-

หมายเหตุ \* บรรยากาศปกติ



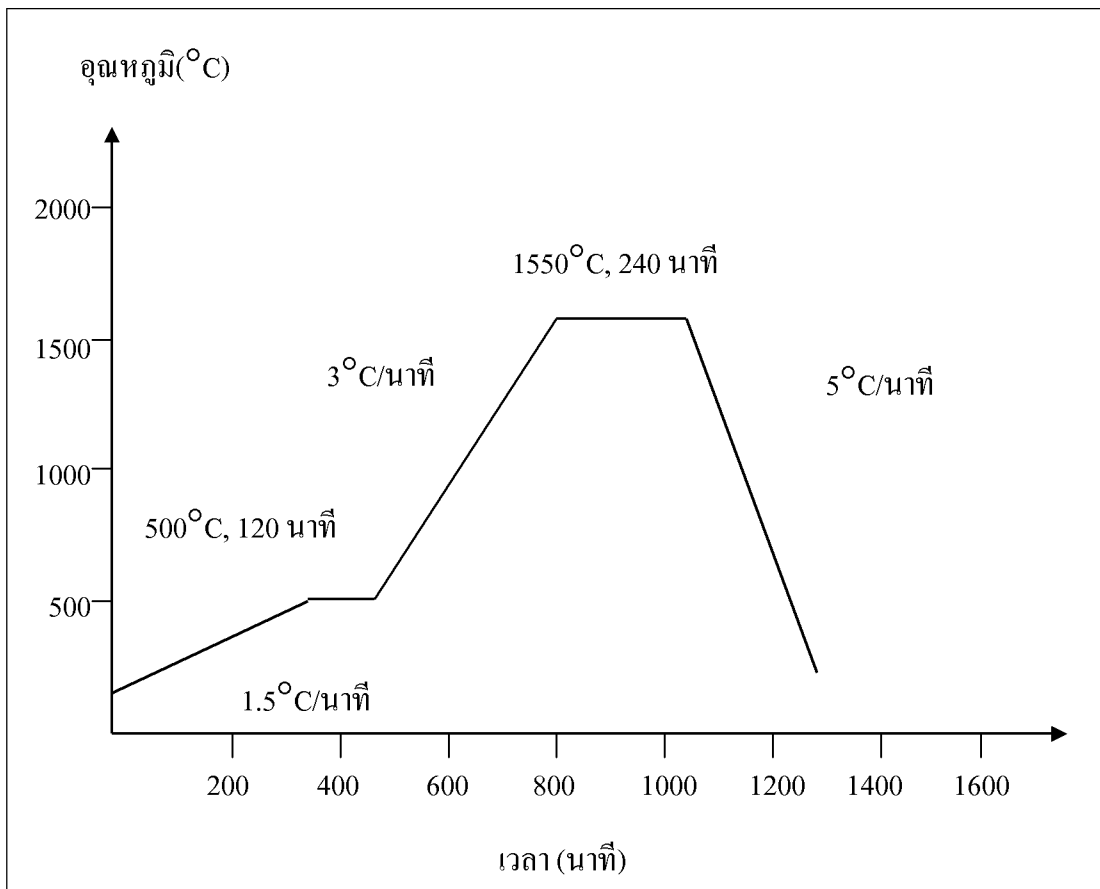
รูปที่ 3.16 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.10 ข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์\*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาแช่ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-500	1.5	-	-
2	500	-	120	เผาไล่สารเพิ่ม การยึดเกาะ
3	400-1550	3	-	-
4	1550	-	240	อุณหภูมิสุกตัว
5	1550-25	5	-	-

หมายเหตุ \* บรรยากาศปกติ





รูปที่ 3.17 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

### 3.3.10 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88 (1994)

วิธีการทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

- นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง ( $W_D$ )
- นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแวนลอยในน้ำ ( $W_{SS}$ )
- นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมัตวในน้ำ ( $W_S$ ) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาดแล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออก แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

### 5. การคำนวณหาความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

$$\begin{aligned} \text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} &= W_s - W_{ss} / \rho \\ \text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (bulk density)} &= W_D / V \\ \text{ปริมาณรูพรุน (apparent porosity)} &= [(W_s - W_D) / V] \times 100 \end{aligned}$$

#### 3.3.11 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (three-point flexure) แบบ universal testing machine ของบริษัท Instron1)

##### 3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยม ขนาดประมาณ 5x40x5 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร ( $\pm 0.05$  มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (low speed diamond saw)

- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไป

ทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการเตรียม

$$\begin{aligned} \text{ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง} &= 5 \text{ นิ้ว} \\ \text{ความเร็วรอบ} &= 100 \text{ รอบ/นาที} \\ \text{น้ำหนักกดตัด} &= 150 \text{ กรัม} \\ \text{ใช้น้ำหล่อเย็นขณะตัด} & \end{aligned}$$

##### 3.3.11.2 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

วิธีการทดสอบนำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบสถานะที่ใช้ในการทดสอบ

$$\begin{aligned} \text{ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดรองรับ} &= 2 \text{ มิลลิเมตร} \\ \text{ความกว้างของจุดรองรับ} &= 20 \text{ มิลลิเมตร} \\ \text{ความเร็วในการกดตัดโค้ง} &= 0.5 \text{ มิลลิเมตร/นาที} \\ \text{จำนวนตัวอย่าง} &= 12 \text{ ตัวอย่าง} \\ \text{1 ตัวอย่างมี (เพื่อหาค่าเฉลี่ย)} &= 3 \text{ ชิ้น} \\ \text{ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง} & \end{aligned}$$



รูปที่ 3.18 เครื่อง universal testing machine

การคำนวณความทนต่อการดัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3.4)

$$\text{MOR} = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (3.4)$$

- โดย
- MOR = ความทนต่อการดัดโค้งของชิ้นงาน (MPa)
  - P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก (N)
  - L = ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (cm)
  - b = ความกว้างของตัวอย่าง (cm)
  - d = ความสูงของตัวอย่าง (cm)

### 3.3.12 ทดสอบความแข็งจุลภาค

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM C1327-96a

เครื่องมือ : microhardness tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1. เตรียมตัวอย่าง โดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยจานขัดเพชรที่มีความละเอียด 15 ไมครอน ด้วยจานขัดแบบก้นหอยติดตั้งกับเครื่องขัดแบบจานหมุน
2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1 ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับด้วยจานขัดแบบผ้า
3. ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน
4. ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูงแล้วนำไปทดสอบ

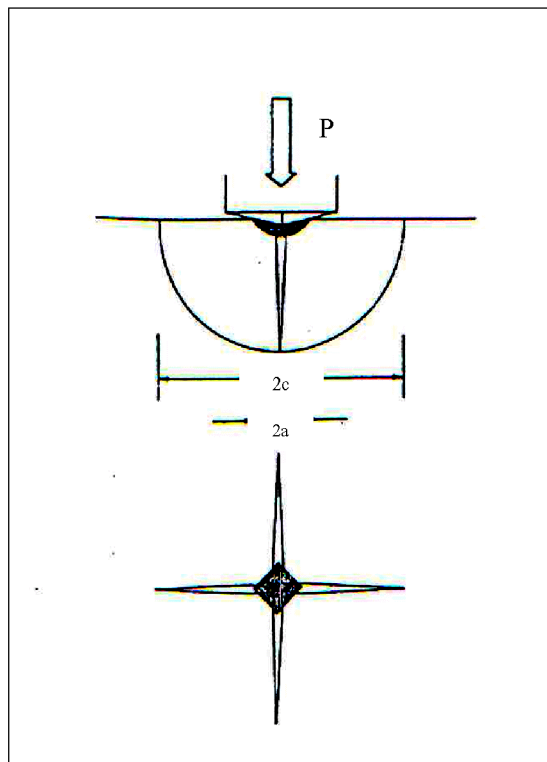
5. สภาพที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด	=	5	กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)
เวลากดแช่	=	15	วินาที
กำลังขยายในการวัดรอยกด	=	100	เท่า
จำนวนจุดกด	=	3	จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3.5)

$$Hv = 0.1891F/d^2 \quad (3.5)$$

โดย Hv = ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร  
d = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็นมิลลิเมตร =  $(d_1 + d_2)/2$   
F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน



รูปที่ 3.19 ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981)

### 3.3.13 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของ Anstis (Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981) คำนวณได้จากสมการ (3.6)

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P / C^{3/2} \quad (3.6)$$

โดย  $K_{IC}$  = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอย (ความเหนียว)  
 $E$  = ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus)  
 $H$  = ค่าความแข็ง  
 $P$  = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน  
 $C$  = ความยาวรอยแตก/2  
 $\xi$  = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลอง อินเดนเทชัน โดยการ ใช้หัวกดแบบวิกเกอร์ของ

Anstis (Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981) ซึ่งมีค่าประมาณ  $0.016 \pm 0.004$

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียว ใช้สภาวะเดียวกันกับการทดสอบความแข็งจุลภาค

**3.3.14 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (microstructure analysis) ตัวอย่างด้วยกล้อง**

**จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)**

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของรอยแตกของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

#### **3.3.14.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค**

1. เตรียมตัวอย่างโดยการทุบให้หักเพื่อที่จะส่องบริเวณที่เป็นรอยแตก

2. ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (dryer) เป่าให้แห้ง

3. ขจัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออกโดยใช้เครื่องสันความถี่สูง

4. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3 นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (ion sputtering device ของบริษัท JEOL) เพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า

5. นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและถ่ายรูปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.20 เครื่อง ion sputtering device



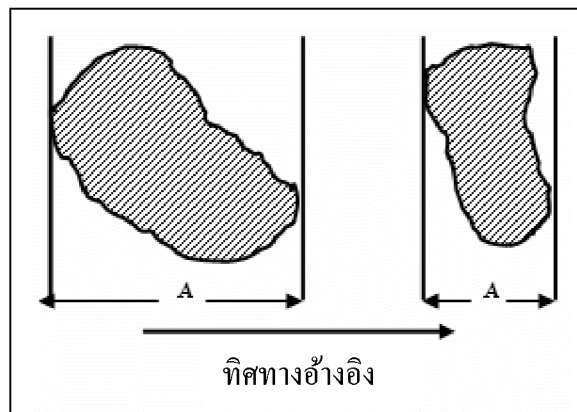
รูปที่ 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

### 3.3.14.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบจะทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.14.1

### วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและเส้นสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของเกรนที่ต้องการวัดจากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของเกรนตามทิศทางนั้นตลอดดังแสดงในรูปที่ 3.23



รูปที่ 3.22 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์

#### 3.3.14.3 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) ขึ้นตัวอย่างที่ได้ทำการเผาผนึกแล้ว

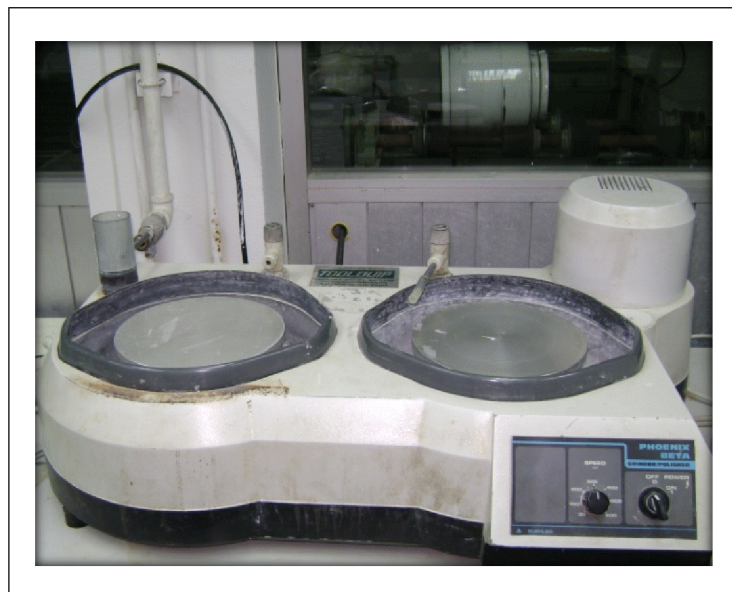
1. นำตัวอย่างที่ได้จากการเผาผนึก (sintering) แล้วนำมาตัดด้วยเครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw) ด้วยความเร็วรอบ 100 รอบต่อนาที เป็นแผ่นให้มีขนาดกว้างประมาณ 5 มิลลิเมตรและมีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร (1000  $\mu\text{m}$ )





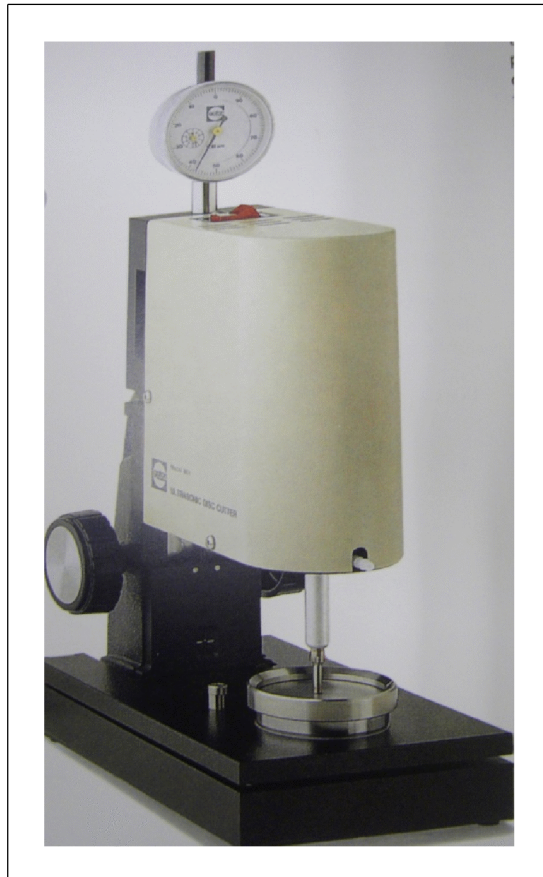
รูปที่ 3.23 เครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw)

2. นำแผ่นตัวอย่างที่ได้จากการตัดในขั้นตอนที่ 1 จากนั้นนำชิ้นงานมายึดกาวติดกับแท่งจับ นำแท่งจับที่ยึดแผ่นตัวอย่างไว้แล้วไปขัดกระดาษทรายให้เหลือความหนาประมาณ 0.5 มิลลิเมตร โดยใช้ไมโครมิเตอร์ (micro meter) วัด



รูปที่ 3.24 เครื่องขัดกระดาษทราย

3. แผ่นตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนที่ 2 นำมาละลายกาวที่ยึดชิ้นงานที่อยู่บนแท่งจับออก จากนั้นนำแผ่นตัวอย่างมาติดกาวยึดติดกับกระจก นำมาตัดด้วยเครื่องตัดความถี่สูง (ultrasonic disc cutter) จะใช้หัวตัดกลม มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.25 เครื่องเครื่องตัดความถี่สูง (ultrasonic disc cutter) ของบริษัท GATAN

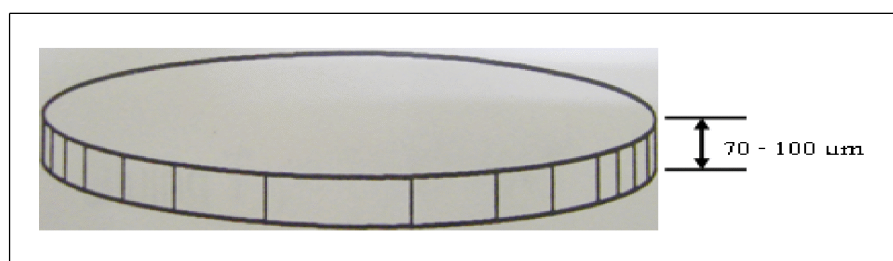


รูปที่ 3.26 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ตัดด้วยเครื่องตัดความถี่สูง

4. นำแผ่นตัวอย่างที่ได้ขึ้นตอนที่ 3 ละลายกาวที่ติดบนกระจกแล้ว นำชิ้นตัวอย่างมาติดบนแท่งวางตัวอย่างของ disc grinder นำชิ้นงานมาใส่ใน disc grinder ดังรูปที่ 3.27 จากนั้นนำมาขัดกับ diamond plate ให้ชิ้นงานมีความหนาประมาณ 70 ถึง 100 ไมโครเมตรดังรูปที่ 3.28

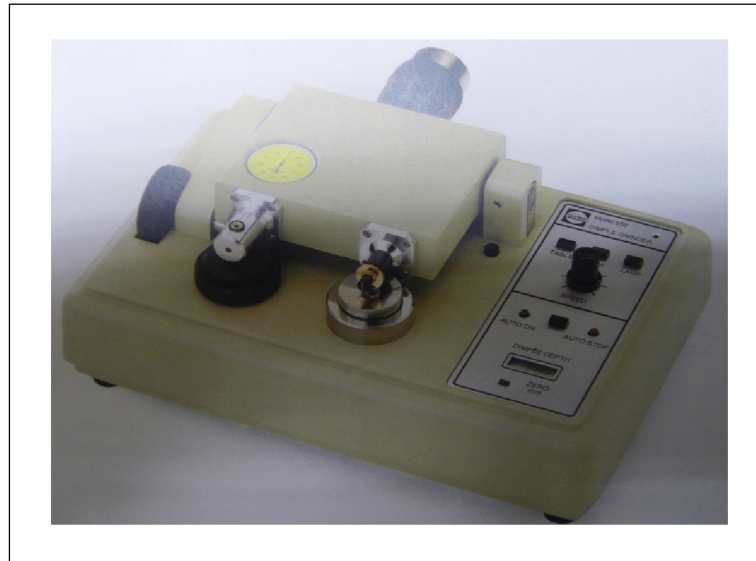


รูปที่ 3.27 เครื่องขัด disc grinder ของบริษัท GATAN

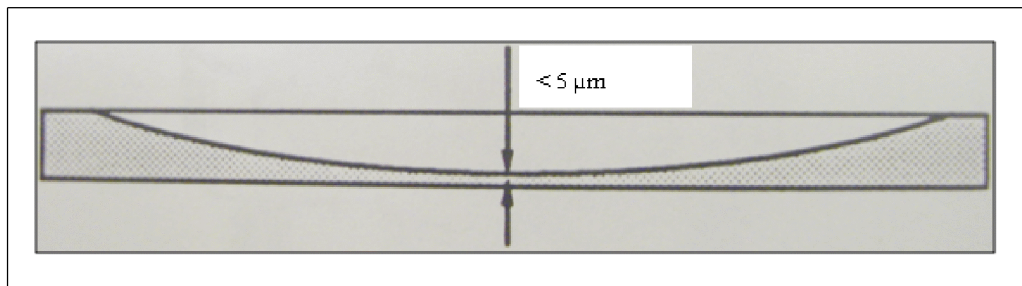


รูปที่ 3.28 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ขัดด้วย disc grinder

5. นำชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนที่ 4 นำมาเข้าเครื่อง dimple deep ดังรูปที่ 3.29 ขัดชิ้นงานตรงกลางลึกลงไป โดยใช้ diamond grease ขัดลงผิวชิ้นงานให้ลึกลงไป จนความหนาตรงกลางมีความหนาน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 3.30

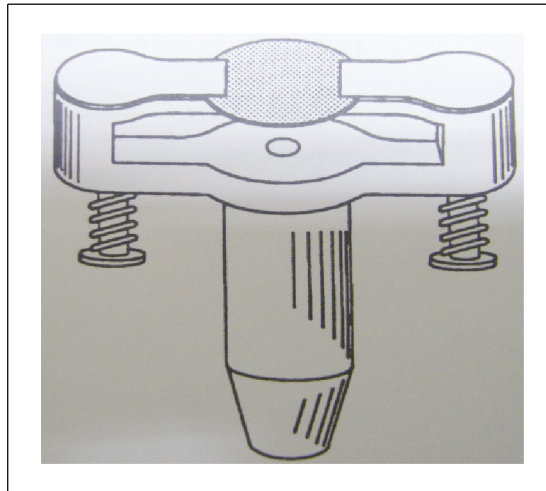


รูปที่ 3.29 เครื่อง dimple deep ของบริษัท GATAN



รูปที่ 3.30 ชิ้นตัวอย่างที่ขัดให้กลึงลงไปด้วยเครื่อง dimple deep

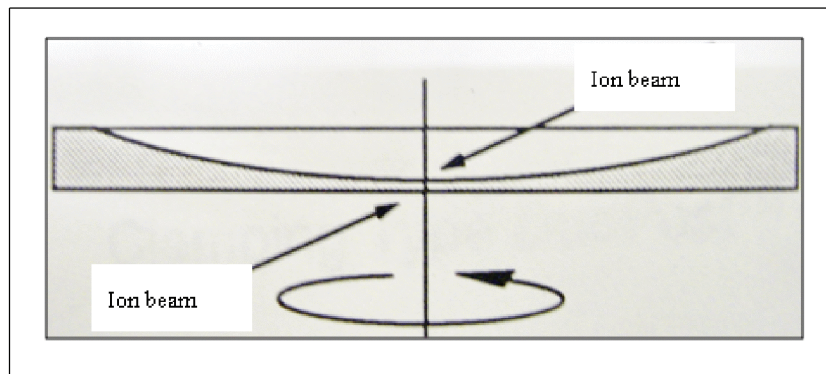
6. นำชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนที่ 5 นำมาใส่ใน clamping type duopost ดังรูปที่ 3.31 เพื่อจับชิ้นงานนำเข้าสู่เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ดังรูปที่ 3.32 ทำการยิงลำแสงไอออน (ion beam) ตรงกลางจนชิ้นงานทะลุ ซึ่งลักษณะการยิง ion beam ดังรูปที่ 3.33



รูปที่ 3.31 ที่จับยึดชิ้นงาน clamping type duopost



รูปที่ 3.32 เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ของบริษัท GATAN



รูปที่ 3.33 ชิ้นตัวอย่างที่ทำการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling)

7. นำชิ้นงานที่ได้จากข้อที่ 6 นำมาส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) ดังรูปที่ 3.34 เพื่อที่จะศึกษาโครงสร้างจุลภาค ซึ่งจะใช้กำลังขยาย 25000 50000 และ 80000 เท่า



รูปที่ 3.34 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

#### 4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

##### 4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

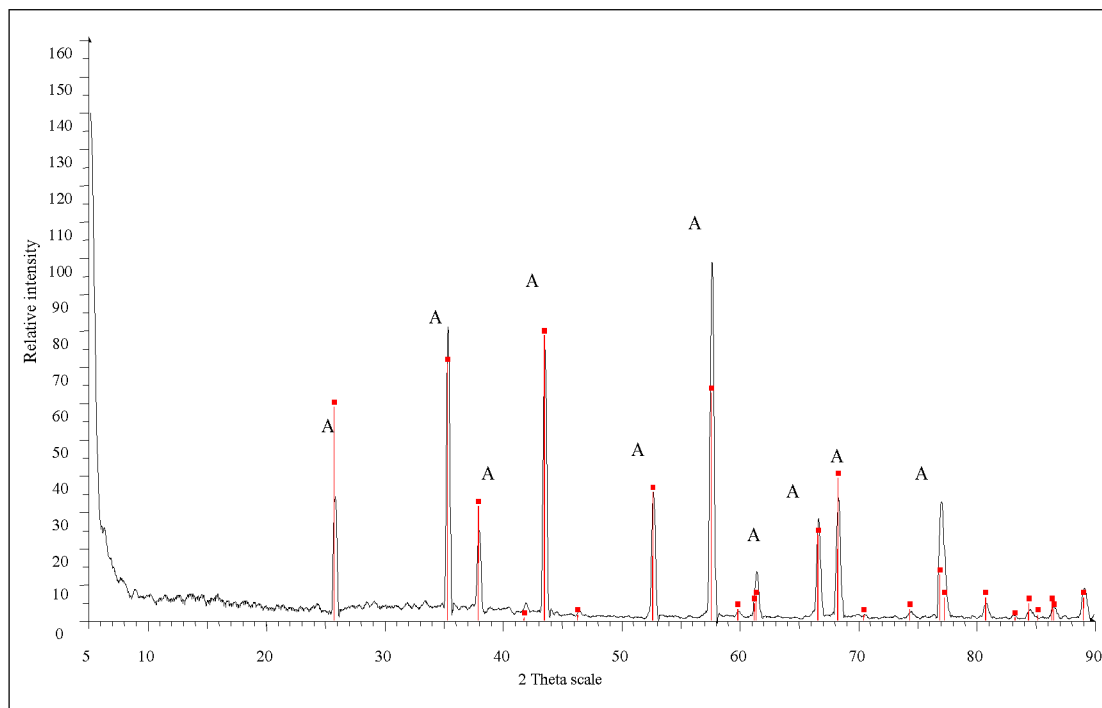
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.69
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 3.08	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 7.47	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 14.16	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) *	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	95.0
Na <sub>2</sub> O	0.3
SiO <sub>2</sub>	0.2
CaO	0.1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.02
อื่น ๆ	4.38
วิญภาค	α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

หมายเหตุ \* Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.

จากการศึกษาอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก) จะมีสมบัติเชิงกลสูงด้วย แต่การวิจัยครั้งนี้ใช้อะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วและลดต้นทุนในการผลิต

#### 4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา

การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 35.13 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 57.51 และ 43.36 องศา ตามลำดับมีวัฏภาคอยู่ในรูปแอลฟา-อะลูมินา ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) (Card number 00-010-0173) เพียงวัฏภาคเดียว

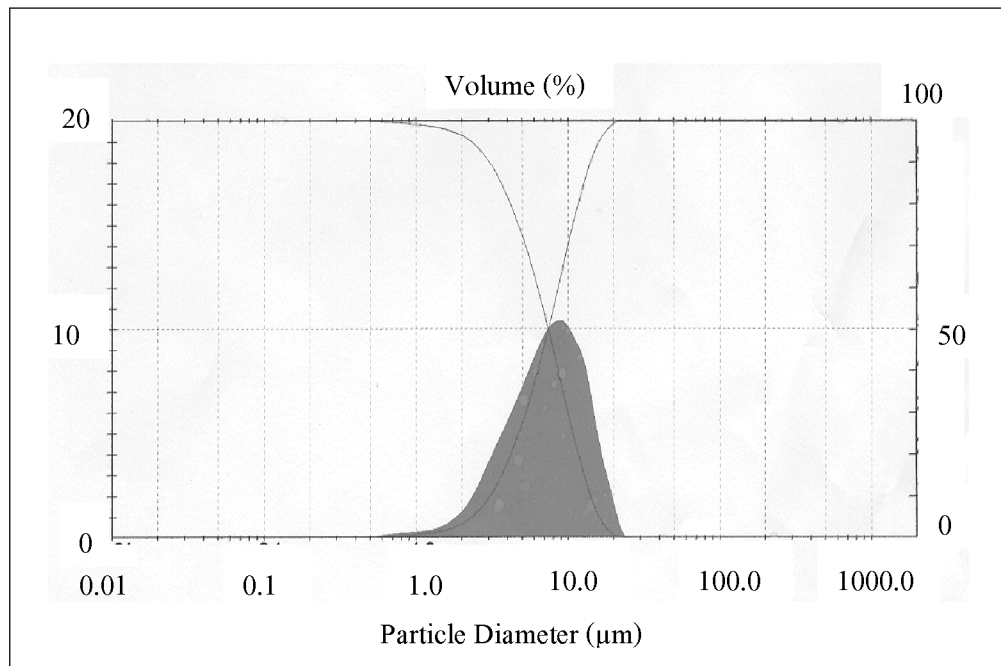


รูปที่ 4.1 XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวัฏภาคแอลฟา-อะลูมินา



#### 4.1.1.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 7.47 ไมครอน



รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

#### 4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน แสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน

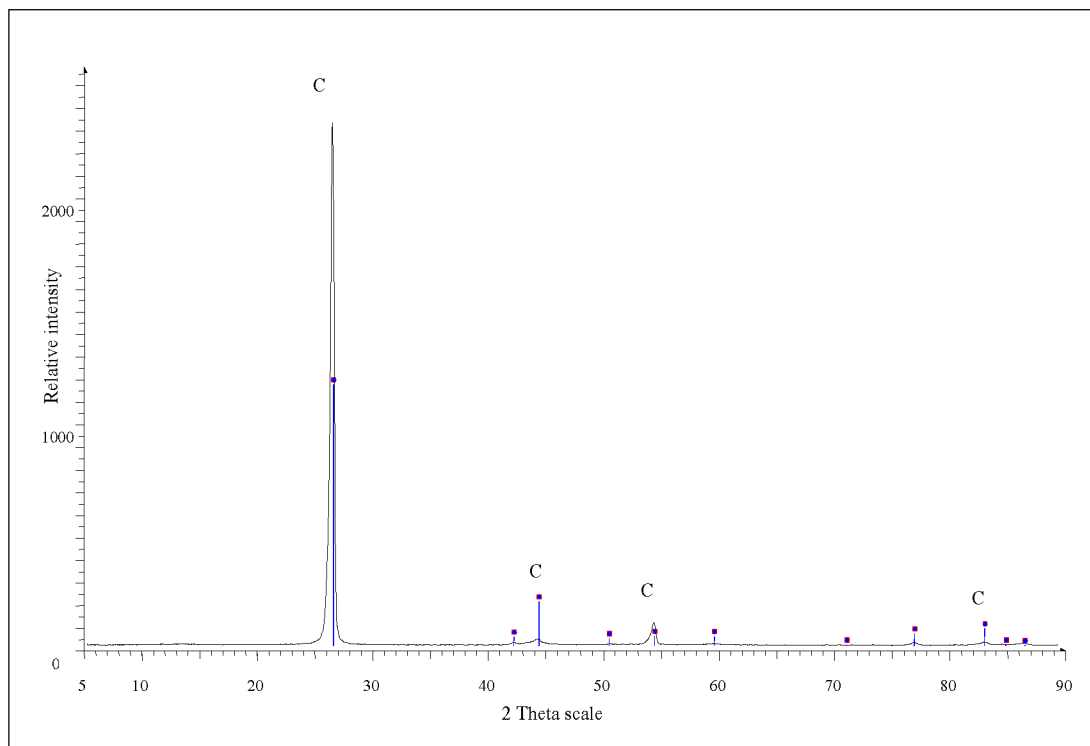
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	2.27
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 2.73	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 8.63	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 23.96	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
C	99.95
Al	ppm
Mg	ppm
Mo	ppm
Ni	ppm
K	ppm
วัฏภาค	C

หมายเหตุ \* SIGMA-ALDRICH Co., Ltd.

จากการศึกษาคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.95 โดยน้ำหนัก)

#### 4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงคาร์บอน

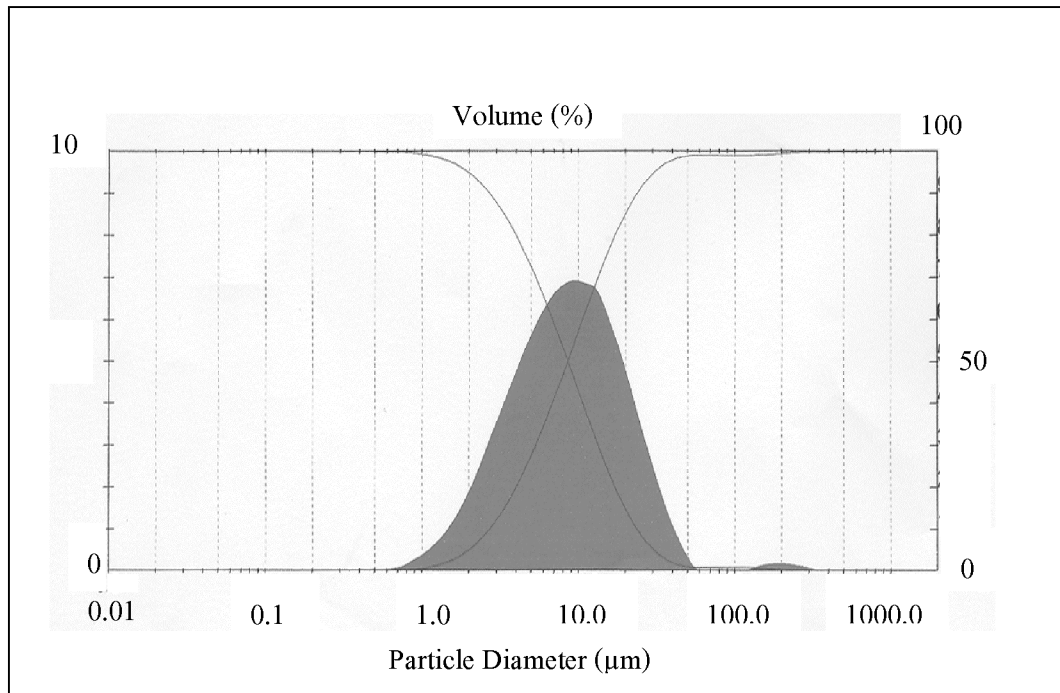
การวิเคราะห์วิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 26.54 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 44.52 และ 83.52 องศา ตามลำดับมีวิทยาศาสตร์อยู่ในรูปคาร์บอน (C) (Card number 03-065-6212) เพียงวิทยาศาสตร์เดียว



รูปที่ 4.3 XRD แพทเทิร์นของผงคาร์บอน โดย C แสดงวิทยาศาสตร์คาร์บอน

#### 4.1.2.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงคาร์บอน

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของคาร์บอน จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 8.63 ไมครอน



รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคคาร์บอน

#### 4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงซิลิกอน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงซิลิกอน แสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ลักษณะเฉพาะของผงซิลิกอน

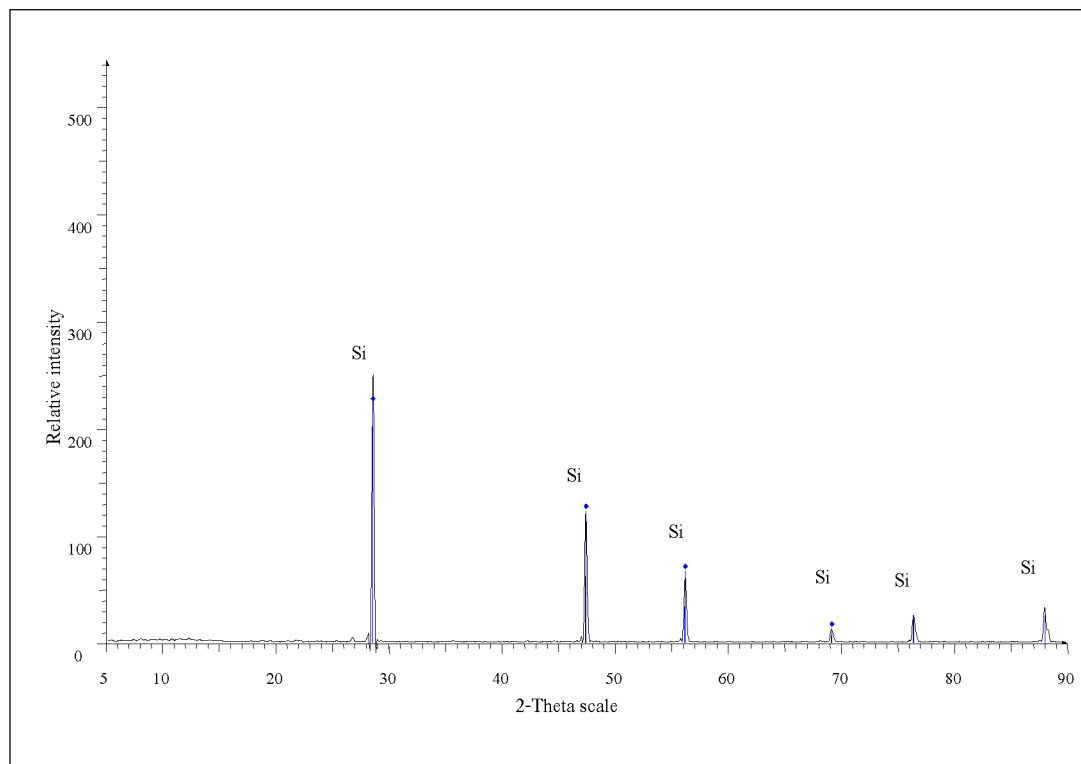
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	2.33
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 3.73	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 14.33	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 31.42	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Si	98.5
Al	ppm
B	ppm
Co	ppm
Cr	ppm
Ca	ppm
วัฏภาค	Si

หมายเหตุ \* SIGMA-ALDRICH Co., Ltd.

จากการศึกษาซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 98.5 โดยน้ำหนัก)

#### 4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงซิลิกอน

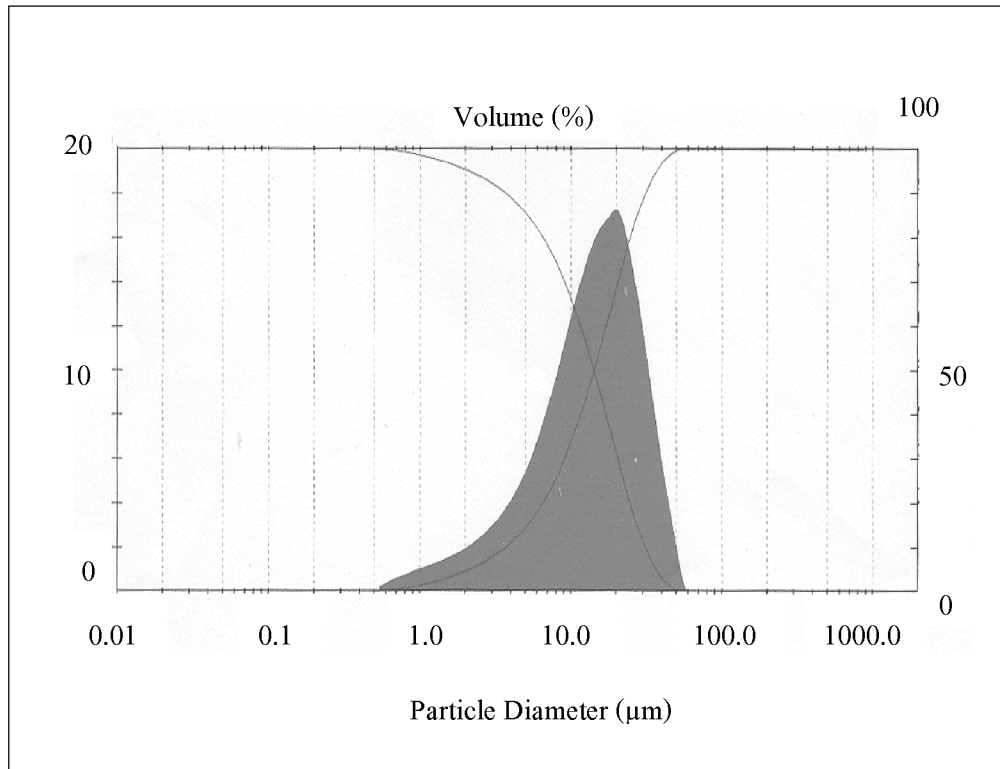
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 28.44 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 47.30 และ 56.12 องศา ตามลำดับมีวัฏภาคอยู่ในรูปซิลิกอน (Si) (Card number 00-027-1402) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.5 XRD แพทเทิร์นของผงซิลิกอน โดย Si แสดงวัฏภาคซิลิกอน

#### 4.1.3.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงซิลิกอน

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกอน จากการศึกษาค้นคว้าด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 14.33 ไมครอน

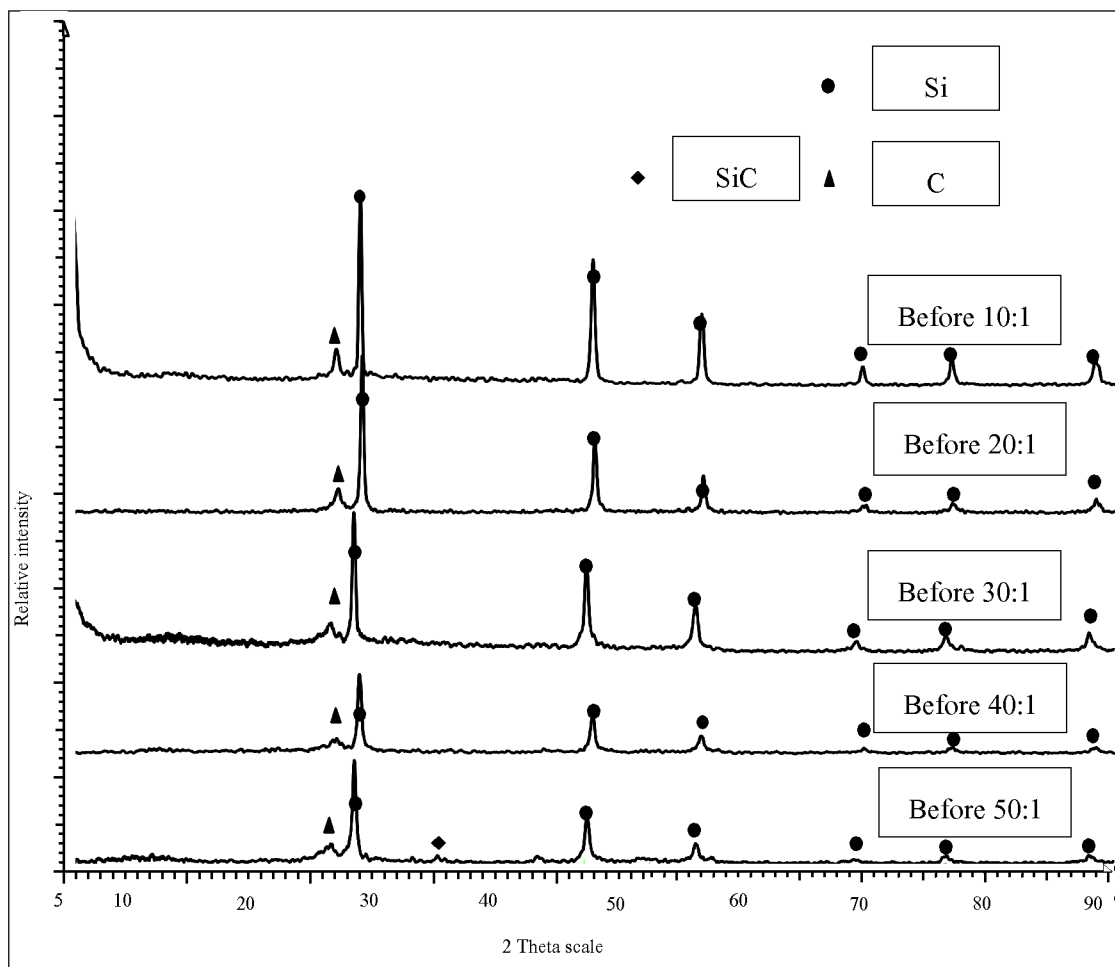


รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคซิลิกอน

## 4.2 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อการสังเคราะห์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังจากการบดที่เวลาต่าง ๆ กัน

### 4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาศาสตร์ของผงตัวอย่างหลังจากทำการบด เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ท เรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำ การ annealing

จากผลการวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พีคสูงสุดที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 28.44 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาที่ 47.30 และ 56.12 เป็นวิทยาศาสตร์ของซิลิกอน พีคที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 26.54 องศา เป็นวิทยาศาสตร์ของคาร์บอน โดยปรากฏวิทยาศาสตร์ของซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงเล็กน้อย มีพีคที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 35.59 ที่ชาร์ทเรโซ 50:1 ใช้เวลาบดผสม 1 ชั่วโมง

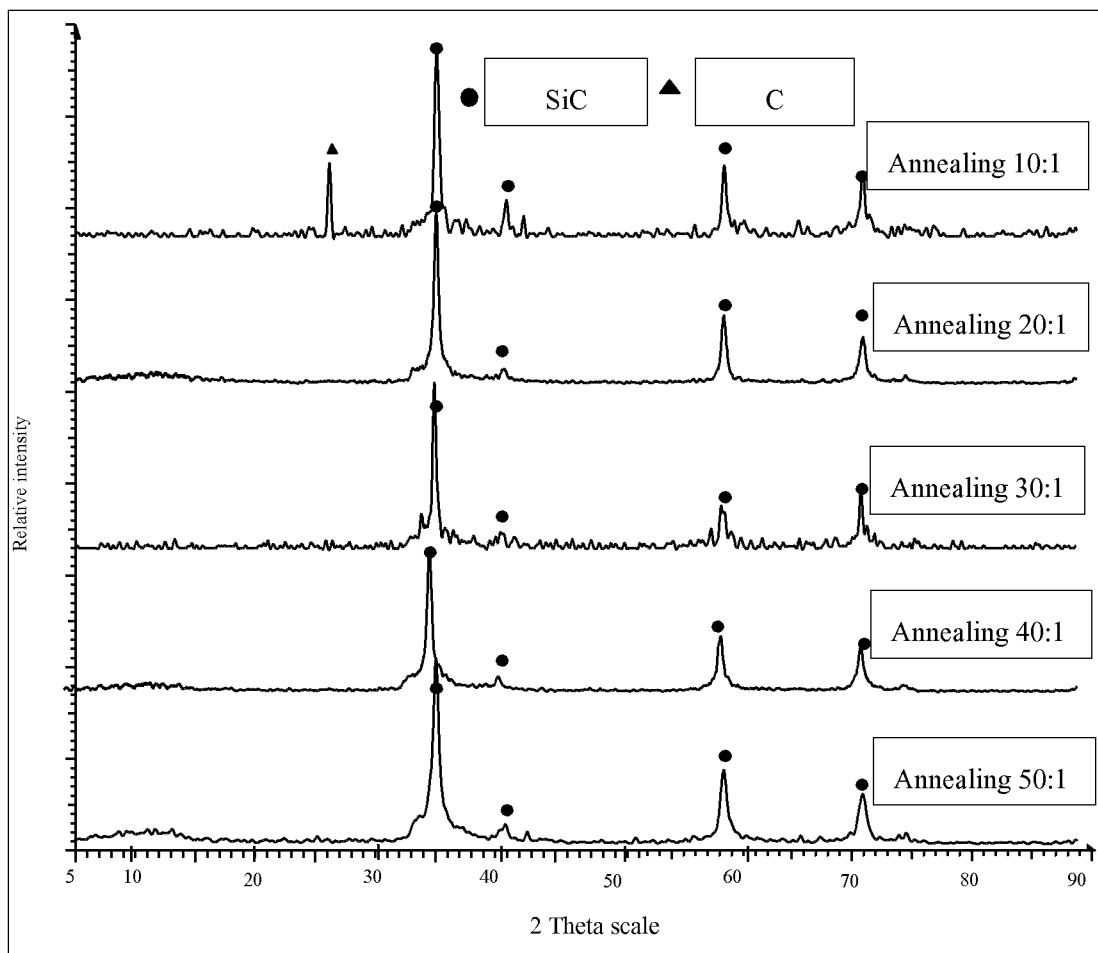


รูปที่ 4.7 ชาร์ทเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing



4.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ท เรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

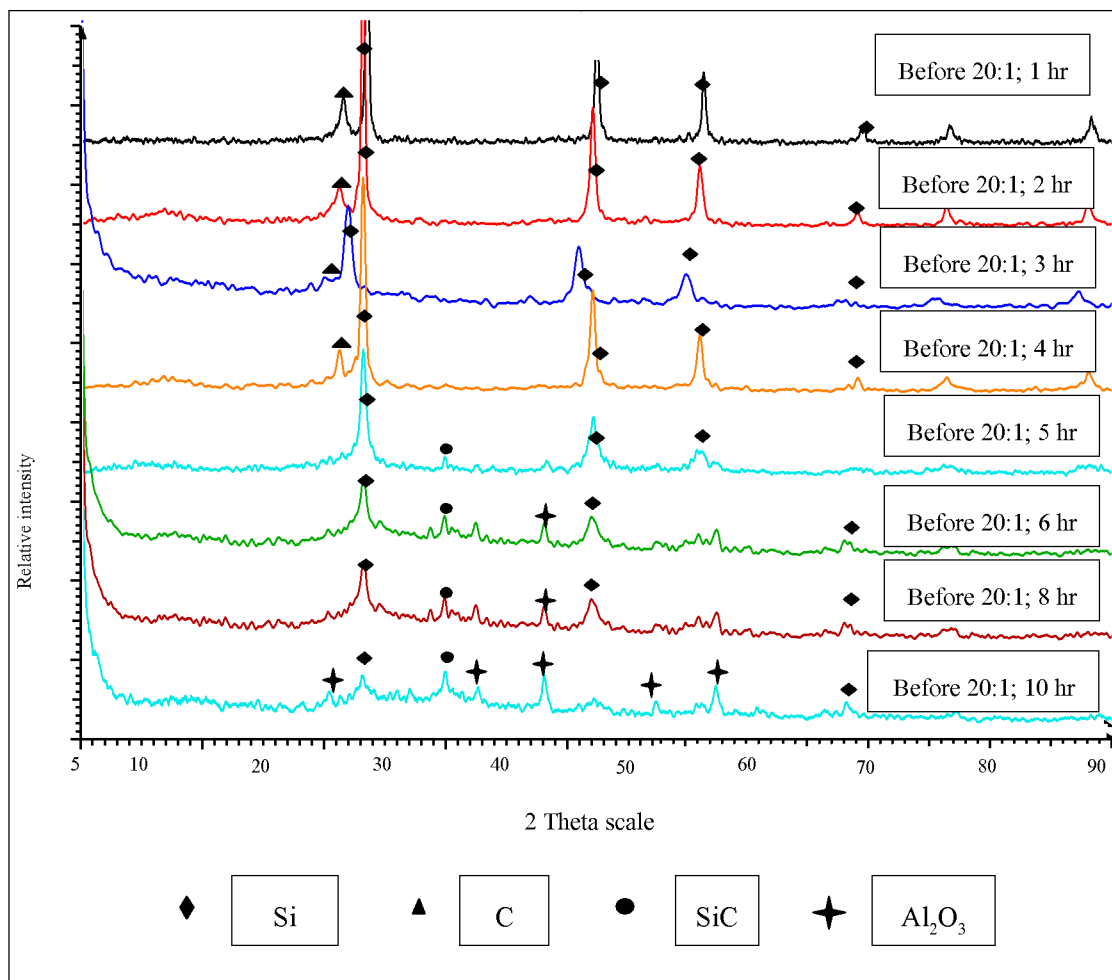
จากผลการวิเคราะห์ทางวัฏภาคด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.8 โดยจากการบดผสมแบบเชิงกลที่ชาร์ท เรโซ 10:1 แสดงพีคความเข้มสูงสุดที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 35.59 และพีคที่มีความเข้มรองลงมาคือ 59.97 และ 71.77 องศาตามลำดับ ซึ่งเป็นวัฏภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์และพีคความเข้มที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 26.54 องศา เป็นวัฏภาคของคาร์บอนที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยา ส่วนการบดผสมเชิงกลจะใช้ชาร์ทเรโซที่ 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing ปรากฏพีคความเข้มของวัฏภาคซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.8 ชาร์ทเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing

หลังจากทำการบดผสมแบบเชิงกลโดยใช้ชาร์ทเรโซ ต่าง ๆ กันพบว่าที่ชาร์ทเรโซ 10:1 ปรากฏ  
 วัฏภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่ยังคงเหลือวัฏภาคคาร์บอนอิสระ (free carbon) และในส่วนของ  
 ชาร์ทเรโซที่ 30:1 40:1 และ 50:1 ในการทำการบดแต่ละครั้งจะได้ปริมาณสารออกมาน้อยมาก  
 จึงทำให้เลือกทำการบดที่ชาร์ทเรโซ 20:1 ซึ่งเป็นอัตราส่วนของลูกบดต่อปริมาณสารที่ทำให้เริ่ม  
 ปรากฏซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงวัฏภาคเดียว โดยทำการบดที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้นคือ 2 3 4 5 6 8 และ 10  
 ตามลำดับ เพื่อหาระยะเวลาในการบดผสมแบบเชิงกลที่เหมาะสม ในการสังเคราะห์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลังจากทำการบด ที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ท เรโซ 20:1 ก่อนทำ การ annealing

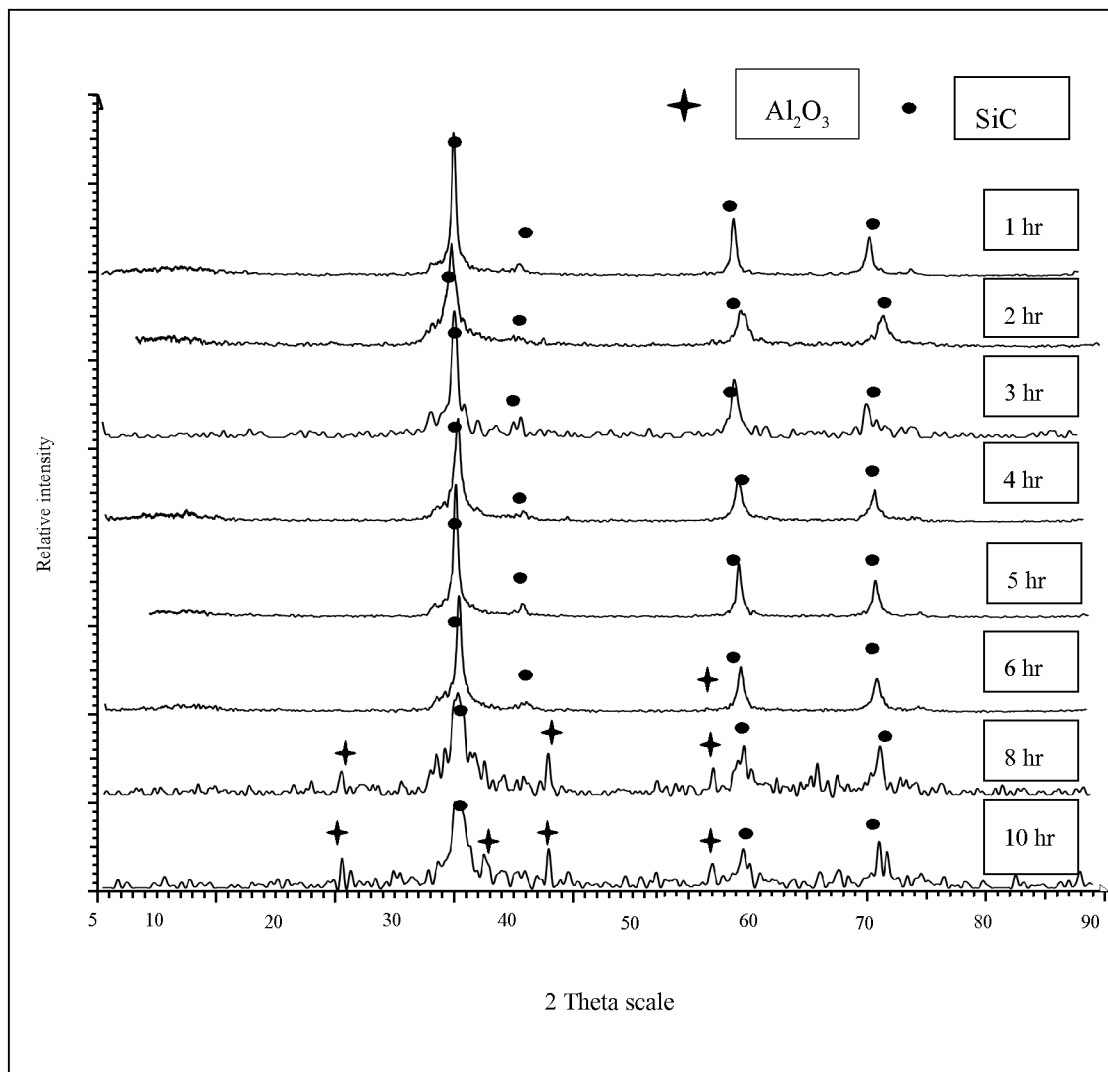


รูปที่ 4.9 ชาร์ทเรโซ 20:1 ที่การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงตัวอย่างก่อนจากทำการบด  
 ที่ชาร์ท เรโซ 20:1 ที่เวลาต่าง ๆ กัน

จากผลการวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.9 พบว่าที่เวลาเริ่มต้น 1-4 ชั่วโมงในการบดผสมแบบเชิงกลฟีกที่มีความเข้มสูงสุดอยู่ที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 28.44 องศา ฟีกที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 47.30 และ 56.12 องศาตามลำดับ เป็นวัฏภาคของซิลิกอน และยังมีฟีกที่มีความเข้มที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 26.54 เป็นวัฏภาคของคาร์บอน จากรูปที่ 4.9 พบว่าความเข้มของฟีกทั้งซิลิกอนและคาร์บอนลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับภาพ XRD ของสารตั้งต้นซิลิกอนและคาร์บอน ยังไม่พบการปรากฏวัฏภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อได้ทำการบดผสมแบบเชิงกลที่เวลา 5 ชั่วโมงจะพบว่าฟีกที่มีความเข้มสูงสุดคือ ฟีกที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 28.44 องศา และฟีกที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 47.30 และ 57.12 องศาตามลำดับ ซึ่งเป็นวัฏภาคซิลิกอนและเริ่มปรากฏฟีกขนาดเล็กที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 35.59 ซึ่งเป็นวัฏภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ขึ้น โดยฟีกทั้งหมดมีความเข้มลดลงและมีลักษณะกว้างขึ้น (broadening) เมื่อเปรียบเทียบกับตอนเริ่มบดผสมแบบเชิงกลและเมื่อทำการบดผสมแบบเชิงกลที่ระยะเวลา 6 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) จะพบว่าความเข้ม (intensity) ของฟีกซิลิกอนและคาร์บอนลดลงและฟีกที่ทำการวิเคราะห์ได้มีลักษณะกว้างขึ้น แสดงให้เห็นถึงการลดขนาดของผงสารตั้งต้น เนื่องมาจากกระบวนการบดผสมแบบเชิงกล และจะพบฟีกขนาดเล็กที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 25.58 37.78 43.36 52.55 องศาตามลำดับ เป็นวัฏภาคของอะลูมินาที่เข้ามาเจือปน เมื่อทำการบดที่ 6 8 และ 10 ชั่วโมง

#### 4.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาศาสตร์ของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์ทเรโซ 20:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

หลังจากนำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมแบบเคมีเชิงกลที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงไปทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ของผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมแบบเคมีเชิงกลที่เวลา 1 2 3 4 และ 5 ชั่วโมงแล้วนำไป annealing พบว่าฟีกที่มีความเข้มสูงสุดที่มุม 2 $\theta$  เท่ากับ 35.59 และฟีกที่มีความเข้มรองลงมาคือ 59.97 และ 71.77 องศาตามลำดับ ซึ่งมีวัฏภาคซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงวัฏภาคเดียว ดังรูปที่ 4.10

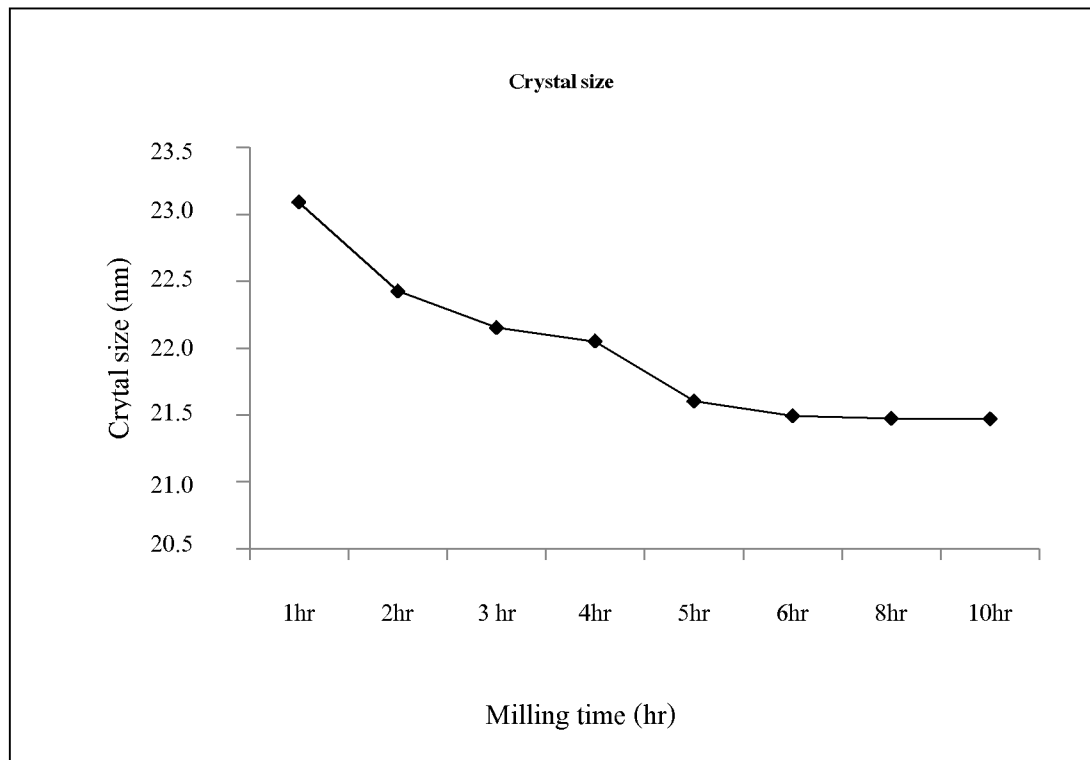


รูปที่ 4.10 ซาร์ทเรโซ 20:1 โดยใช้เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง หลัง annealing

เมื่อทำการวิเคราะห์วัฏภาคของผงตัวอย่างที่นำไปทำการบดผสมแบบเชิงกลที่ระยะเวลา 6 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ พบว่าลักษณะความเข้มของพีคที่ปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 35.59 ซึ่งแสดงวัฏภาคซัลฟอนคาร์ไบด์มีความเข้มข้นลดลงและกว้างมากขึ้น โดยจะเริ่มปรากฏพีคความเข้มที่มุม 2θ เท่ากับ 25.58 37.78 43.36 และ 57.51 องศาตามลำดับ ซึ่งแสดงวัฏภาคของอะลูมินา

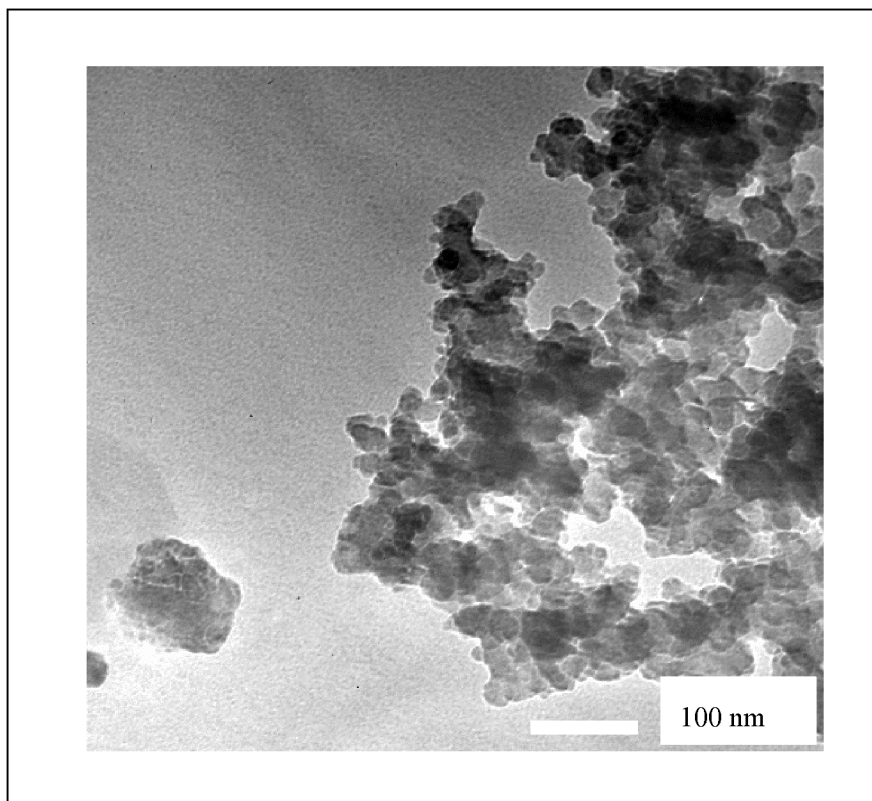
#### 4.2.5 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อขนาดผลึก (crystallite size) ของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลาการบด 5 ชั่วโมงหลังทำการ annealing

ขนาดผลึก (crystallite size) ของผงที่ผ่านการบดผสมแบบเชิงกลโดยใช้ซาร์เทอร์ โช 20:1 ที่เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับหลังจากทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะพบว่าขนาดผลึกของผงหลังการบดจะมีขนาดลดลง เมื่อเวลาในการบดผสมแบบเชิงกลเพิ่มขึ้น โดยคำนวณขนาดผลึกจาก Scherrer formula (คำนวณจากสมการที่ 3.3) ซึ่งสอดคล้องกับผลจากการวิเคราะห์ห้วงภาคดังที่ได้กล่าวไว้ก่อนหน้านี จะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาตั้งแต่ 6 ชั่วโมงไปแล้ว crystal size จะมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 ขนาดผลึกของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (nm) ที่เวลาบดผสมต่างกัน โดยใช้ซาร์เทอร์ โช 20:1

ภาพแสดงลักษณะของผงอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากระบวนการบดผสมแบบเชิงกลโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน



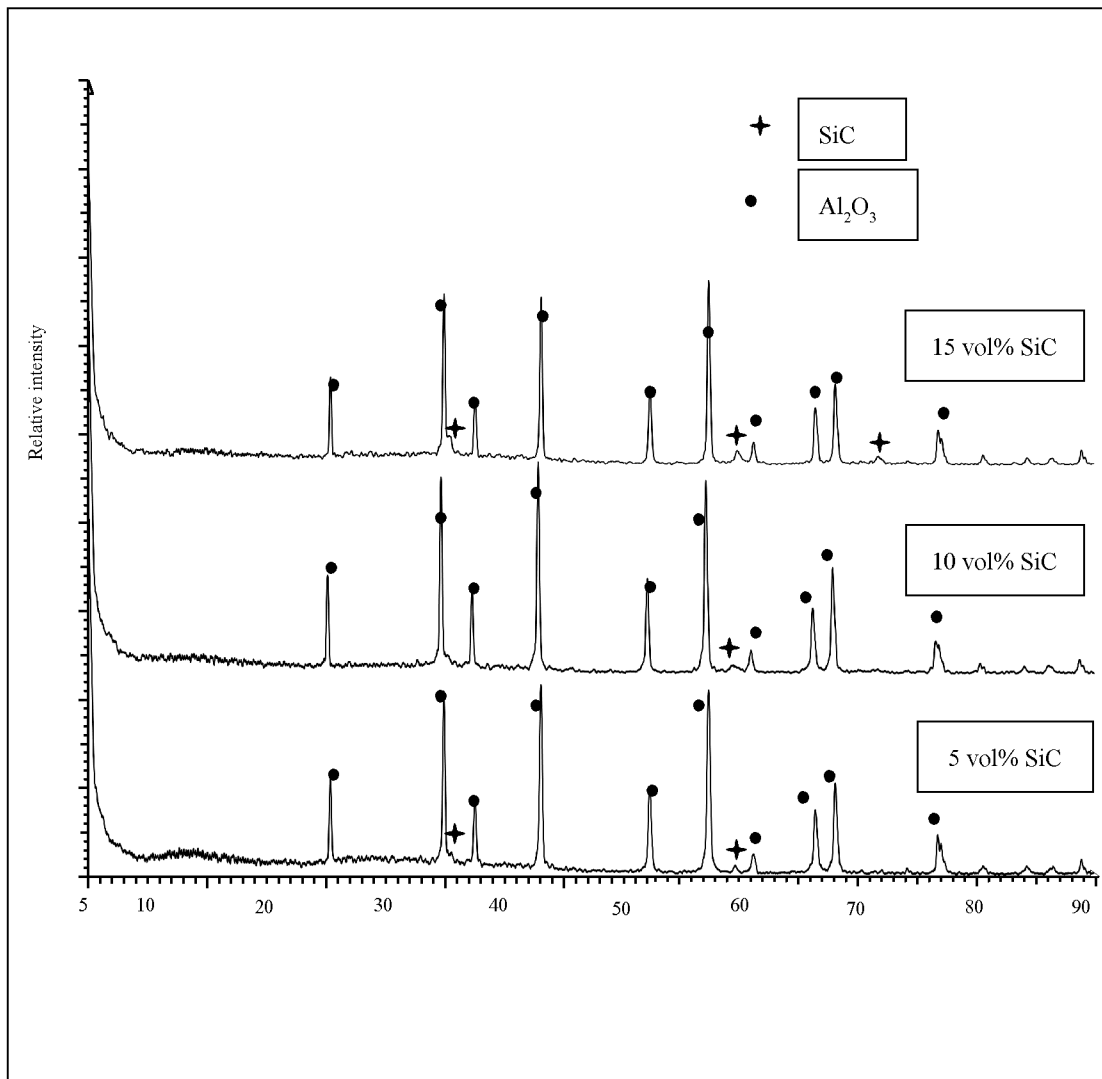
รูปที่ 4.12 ขนาดผลึกของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ ใช้ชาร์ทเรโซที่ 20:1 เวลาในการบด 5 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

จากรูปที่ 4.12 ภาพถ่าย TEM ของผงอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดผสมแบบเชิงกลโดยใช้ชาร์ทเรโซ 20:1 ใช้เวลาในการบด 5 ชั่วโมงและทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน พบว่าผงอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์มีขนาดประมาณ 20 นาโนเมตรและมีลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate)

จากผลการบดผสมแบบเชิงกลที่ระยะเวลาต่าง ๆ กันทำให้ทราบว่าระยะเวลาในการบดและอัตราส่วนลูกบดต่อปริมาณสารที่เหมาะสมคือระยะเวลา 5 ชั่วโมงและชาร์ทเรโซ 20:1 ตามลำดับเนื่องจากทำให้ได้ปริมาณสารที่พอเพียงและไม่เกิดการเจือปนของอะลูมินา ซึ่งเป็น impurity

### 4.3 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

#### 4.3.1 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.13 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 องศาเซลเซียส

วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์หลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C พบว่ามีพิกที่มุม 2θ 25.58 35.13 37.78 43.36 52.55 57.51 61.34 66.54 68.29 และ 77.22 เป็นวิฎภาคของอะลูมินา ซึ่งพิกที่มุม 2θ 35.39 59.97 และ 77.71 เป็นวิฎภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่าเมื่อใส่ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณ 5 vol% พิกยังไม่ค่อยชัดเจน เนื่องจากปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์มีปริมาณน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ 15 vol% จะเห็นวิฎภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์อย่างชัดเจน

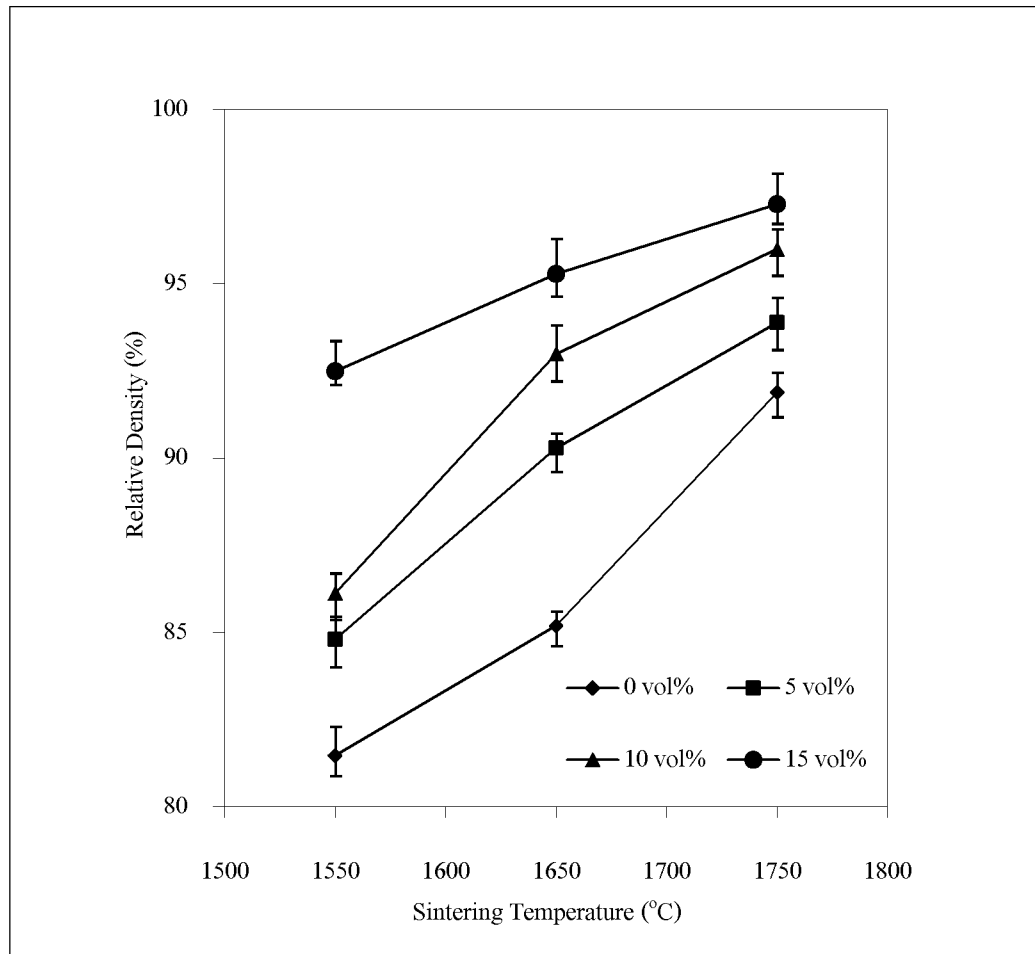
#### 4.3.2 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีผลต่อความหนาแน่น ของแต่ละตัวอย่าง เมื่อ AS0 (SiC 0 vol%) AS5 (SiC 5 vol%) AS10 (SiC 10 vol%) AS15 (SiC 15 vol%) ซึ่งซิลิกอนคาร์ไบด์ที่นำมาเสริมแรงได้จากการบดผสม 5 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์ทเรโซที่ 20:1 ทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน แสดงไว้ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Relative density) (%)	ปริมาณรูพรุน (%) (Apparent Porosity)
1550	AS0	81.48	17.48
	AS5	84.8	16.58
	AS10	86.13	15.13
	AS15	92.5	14.52
1650	AS0	85.2	15.22
	AS5	90.3	14.8
	AS10	93	13.29
	AS15	95.3	12.51
1750	AS0	91.9	10.5
	AS5	93.9	10.3
	AS10	96	9.82
	AS15	97.3	8.34

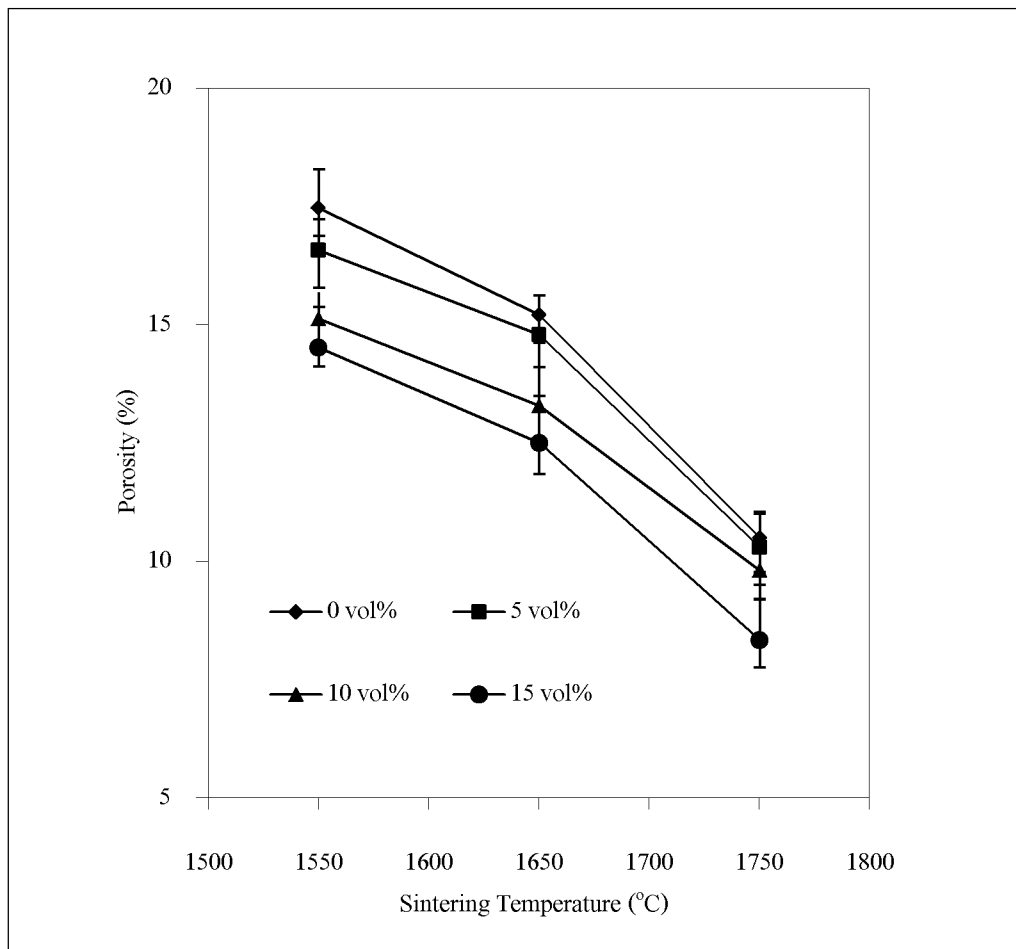




รูปที่ 4.14 ผล Relative density ที่มีผลต่อปริมาณของซีลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน

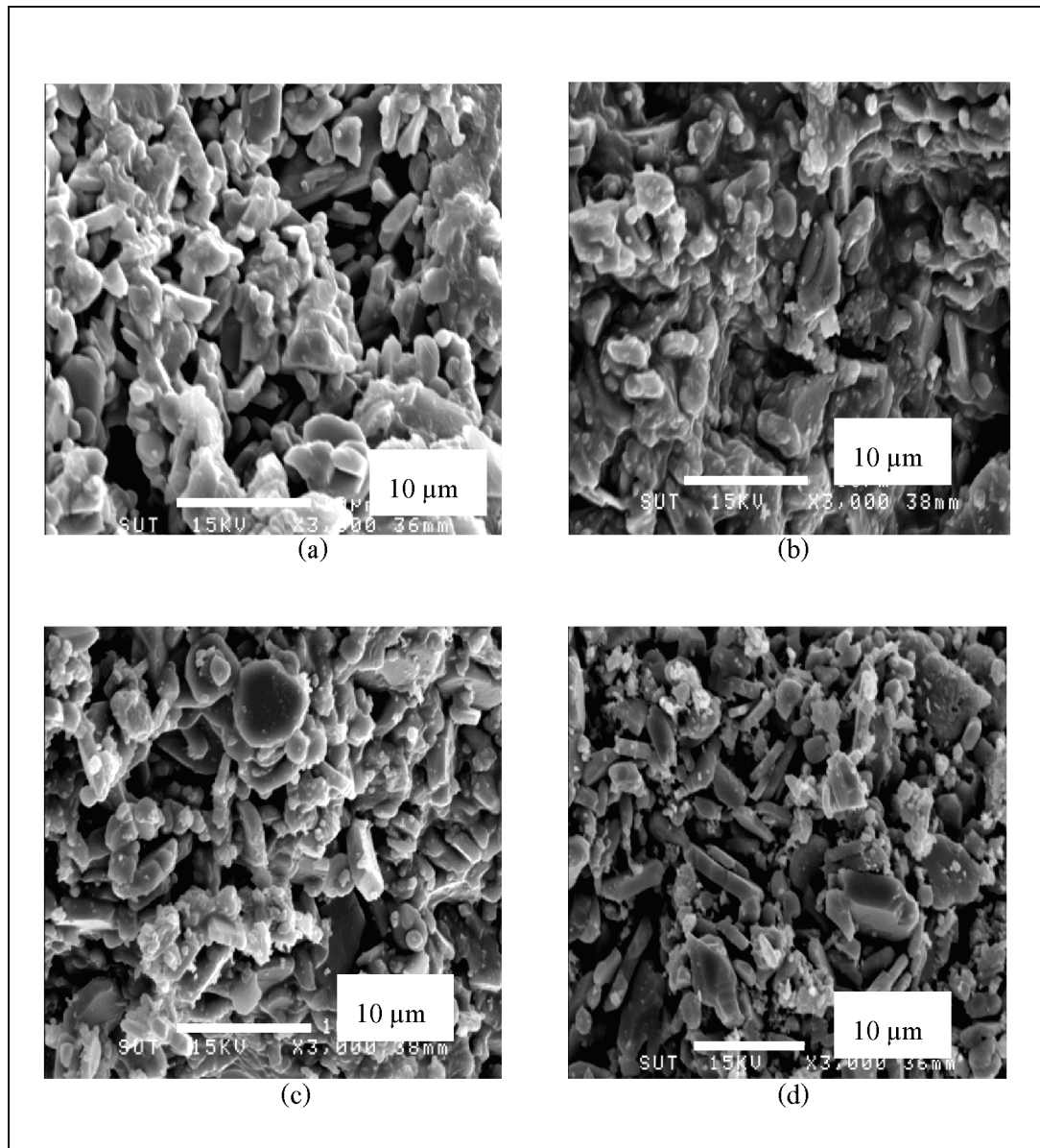
เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นและของแตงแต่ละตัวอย่าง ดังตารางที่ 4.4 รูปที่ 4.14 พบว่า ซีลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมเข้าไปในปริมาณร้อยละ 5 10 และ 15 โดยปริมาตร ส่งผลให้ความหนาแน่นของอะลูมินาเพิ่มขึ้นเนื่องจากซีลิกอนคาร์ไบด์นั้นมีจุดหลอมเหลวที่สูง (ประมาณ 2830°C) (Tairov and Tsvetkov, 1988) มีผลทำให้ความสามารถในการเผาผนึกของอะลูมินาลดลง จึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในอะลูมินา ซึ่งซีลิกอนคาร์ไบด์ได้เข้ามาอยู่รอดต่อระหว่างเกรน 3 เกรน (triple point junction) ทำให้เกิด pin effect จะทำให้ขนาดเกรนของอะลูมินามีขนาดที่ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณซีลิกอนคาร์ไบด์ (Deng, Shi, Zhang, Jian, and Guo, 1998) และขนาดของอนุภาคก็มีผลต่อความหนาแน่นด้วย การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นมาจาก  $Y_2O_3$  ที่ใส่เพื่อเป็น sintering aid ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ Shapiro เมื่อใส่  $Y_2O_3$  ที่ปริมาณ 0.15 wt% ทำให้ความหนาแน่นของ  $Al_2O_3$ -SiC โดยใส่ซีลิกอนคาร์ไบด์ที่ 5 vol% นั้นเพิ่มขึ้น (Shapiro, Todd, Titchmarsh, and Robert, 2009) จากงานวิจัยของ Jang พบว่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น เมื่อใส่ SiC ที่มีอนุภาคขนาด

นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่ SiC มีขนาดเล็กจะอยู่ภายในเกรน อนุภาค SiC ที่มีขนาดใหญ่กว่าจะอยู่ระหว่างเกรน จะทำให้ยับยั้งการเกิดการโตของเกรน (Jang, Kishi, and Oh, 1995)



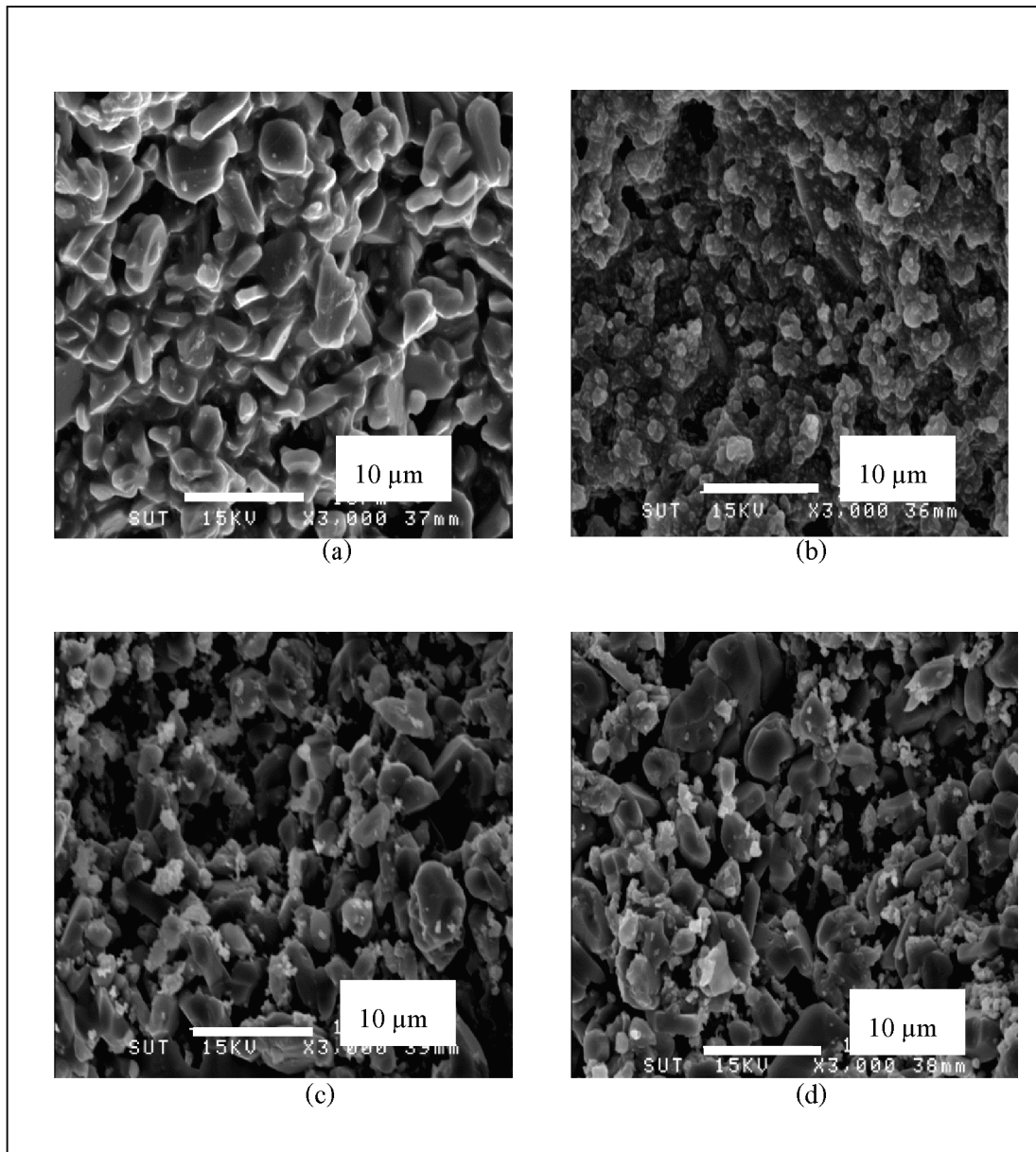
รูปที่ 4.15 ผล Apparent Porosity ที่มีผลต่อปริมาณของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน

เมื่ออะลูมินาได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจะเกิดการขยายตัวใหญ่ขึ้นส่งผลให้ปริมาณของรูพรุน ในวัสดุเชิงประกอบลดลงและเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างจะเพิ่มขึ้นเนื่องจากการสุกตัวเพิ่มขึ้น (Shi, Xu, Zhang, Dong, Tan, Wang and Yang, 2010) ขนาดของเกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้ปริมาณรูพรุนน้อยลง เมื่อนำซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อัตราส่วนต่างกัน ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wang เผาผนึกวัสดุเชิงประกอบ  $\text{Al}_2\text{O}_3/30 \text{ wt}\% \text{ TiCN}$  ในช่วงอุณหภูมิ 1700 ถึง 1850°C ทำให้ความหนาแน่นที่อุณหภูมิที่ได้มากกว่า 99% เมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่มากกว่า 1800°C (Wang, Guo, L., and Guo, J., 2000)



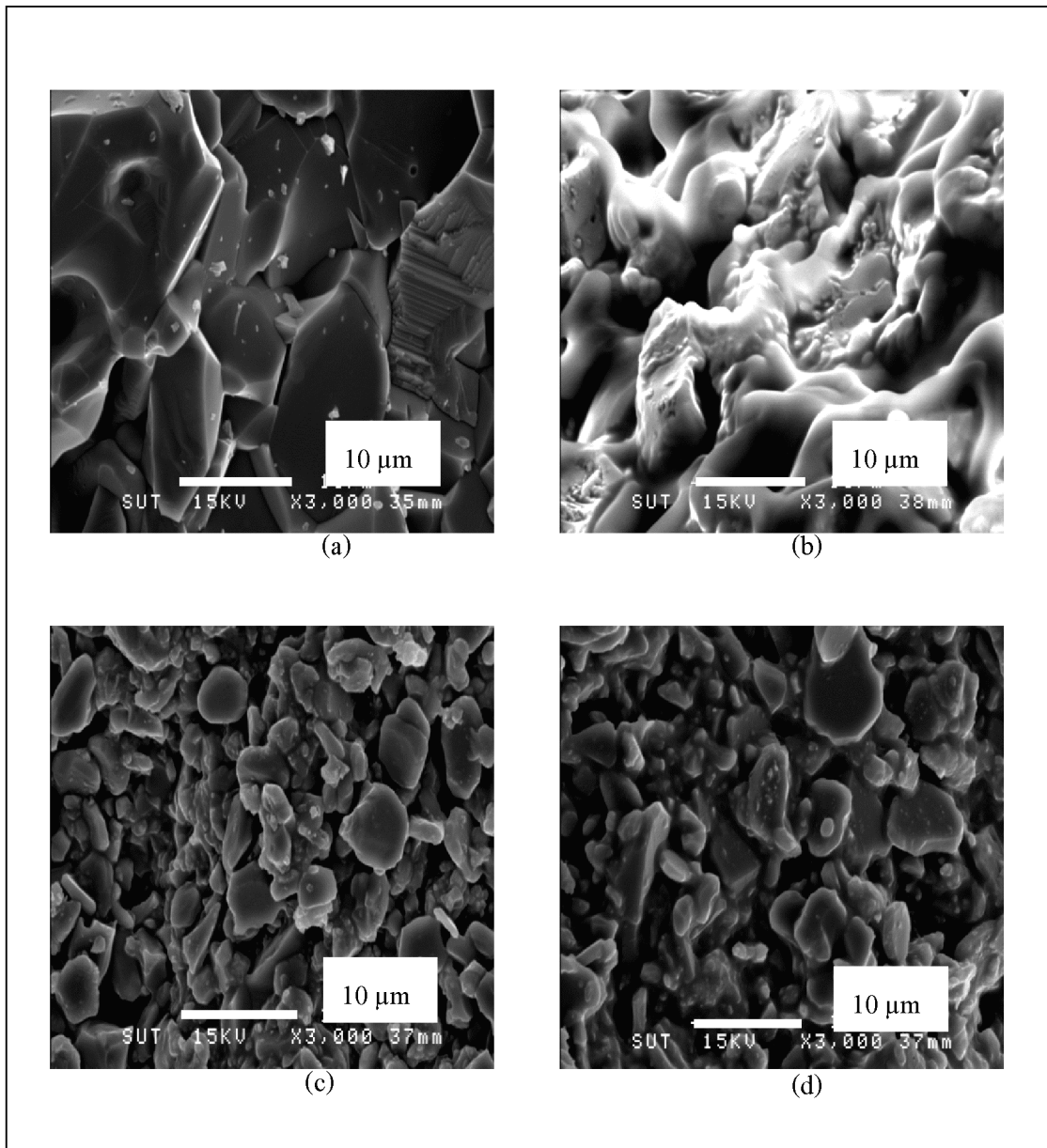
รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C (a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

จากรูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ดังที่ได้ อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 ก่อนหน้านี้คือ (a) แสดงวัฏภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วย ซิลิกอนคาร์ไบด์ (b) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดง วัฏภาคของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะ พบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงเมื่อปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิง ประกอบมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น พบการกระจายของซิลิกอนคาร์ไบด์ และขนาดเกรนของอะลูมินายังไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนักเมื่อทำการเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์



รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

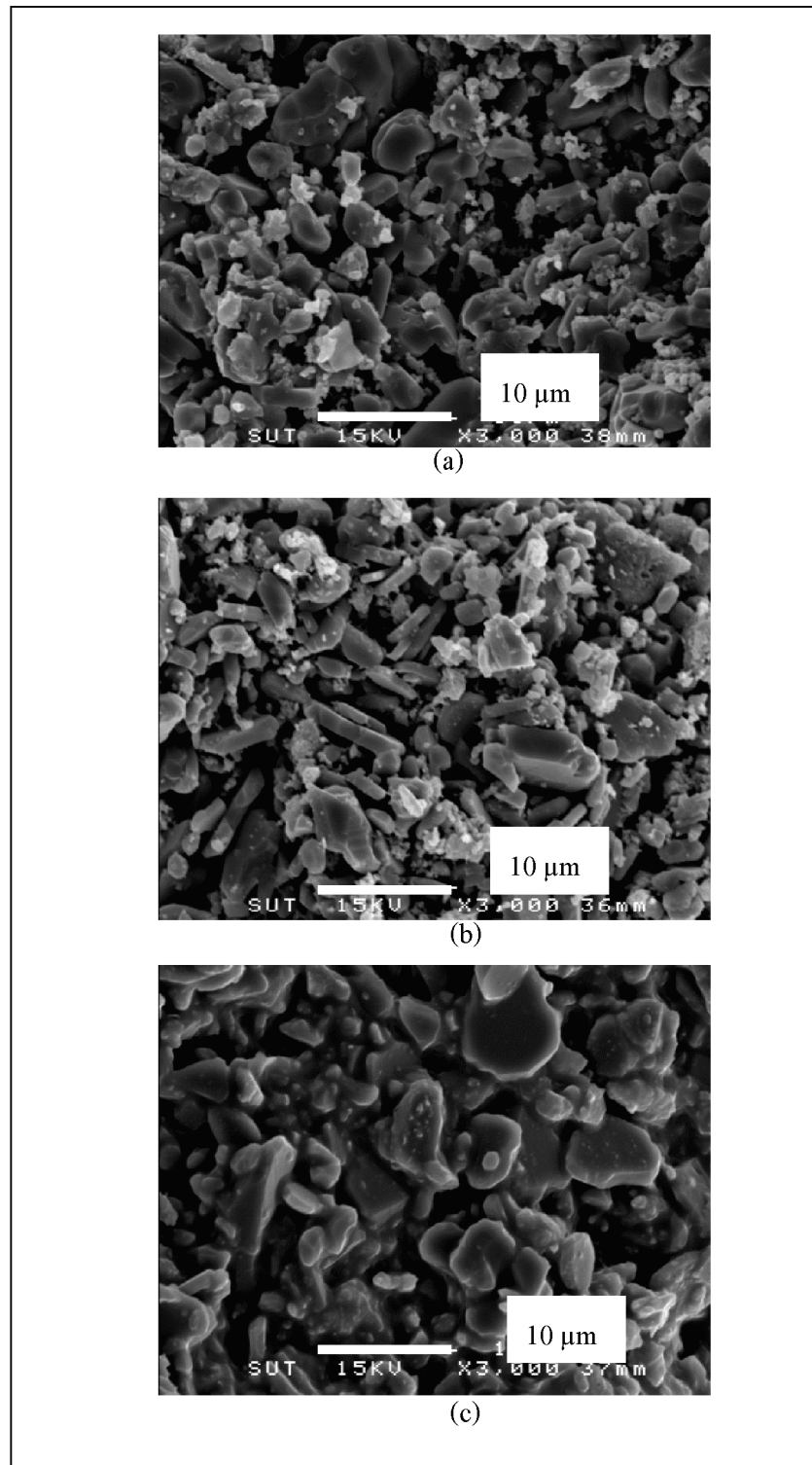
จากรูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM แสดงของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ (a) แสดงวัฏภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วยซลิคอนคาร์ไบด์ (b) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะพบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงเมื่อปริมาณของซลิคอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิงประกอบมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น และพบซลิคอนคาร์ไบด์กระจายตัวอยู่ทั่วไปภายในโครงสร้างขนาดเกรนของอะลูมินาที่ปรากฏจะมีขนาดใกล้เคียง เมื่อเทียบกับอะลูมินาผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1750°C (a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

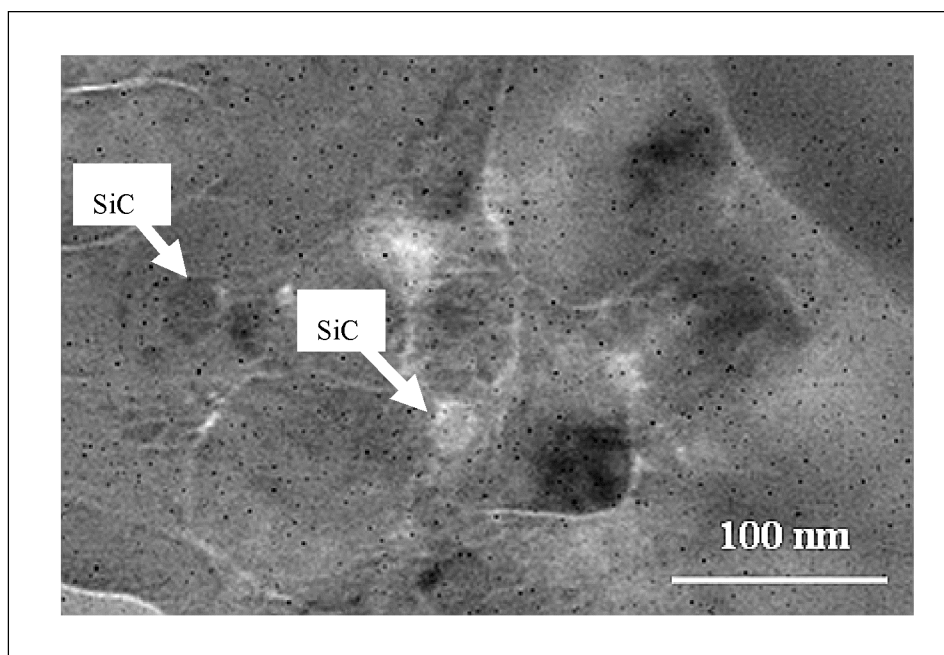
จากรูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ (a) แสดง ภูมิภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วยซิลิกอนคาร์ไบด์ (b) แสดงภูมิภาคของอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงภูมิภาคของอะลูมินาและซิลิกอน คาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดงภูมิภาคของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะพบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ จะลดลง เมื่อปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิงประกอบมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่า ความหนาแน่น ที่เพิ่มขึ้น ขนาดเกรนที่ของอะลูมินาที่ปรากฏในภาพ (a) จะมีขนาดโตขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมินาที่ทำ การเผาที่อุณหภูมิ 1550 และ 1750 องศาเซลเซียส เมื่อปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มมากขึ้น จะทำให้เกรนของอะลูมินามีขนาดลดลงเนื่องจากอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถยับยั้งโตของเกรน อะลูมินาได้





รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาที่อุณหภูมิ  
ต่างกันมีปริมาณ SiC 15 vol% (a) 1550°C (b) 1650°C (c) 1750°C

จากรูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคที่มีปริมาณ SiC 15 vol% ใช้ อุณหภูมิในการเผาผลาญที่ต่างกัน (a) 1550°C (b) 1650°C (c) 1750°C ซึ่งจะใช้เวลาในการเผาผลาญที่ 4 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าความพรุนตัวน้อยลง เมื่อเผาผลาญในอุณหภูมิที่สูงขึ้น และความหนาแน่นก็ เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดจนที่อุณหภูมิในการเผาผลาญที่ 1750°C พบว่าเกรนของอะลูมินาเชื่อมติดกัน มากขึ้น



รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย TEM ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ส่วนผสม 15vol% SiC ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1750°C

จากรูป 4.20 ปราบกฏอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ประมาณ 20 นาโนเมตร กระจายตัวอยู่ ภายในเกรนของอะลูมินาและขอบเกรน

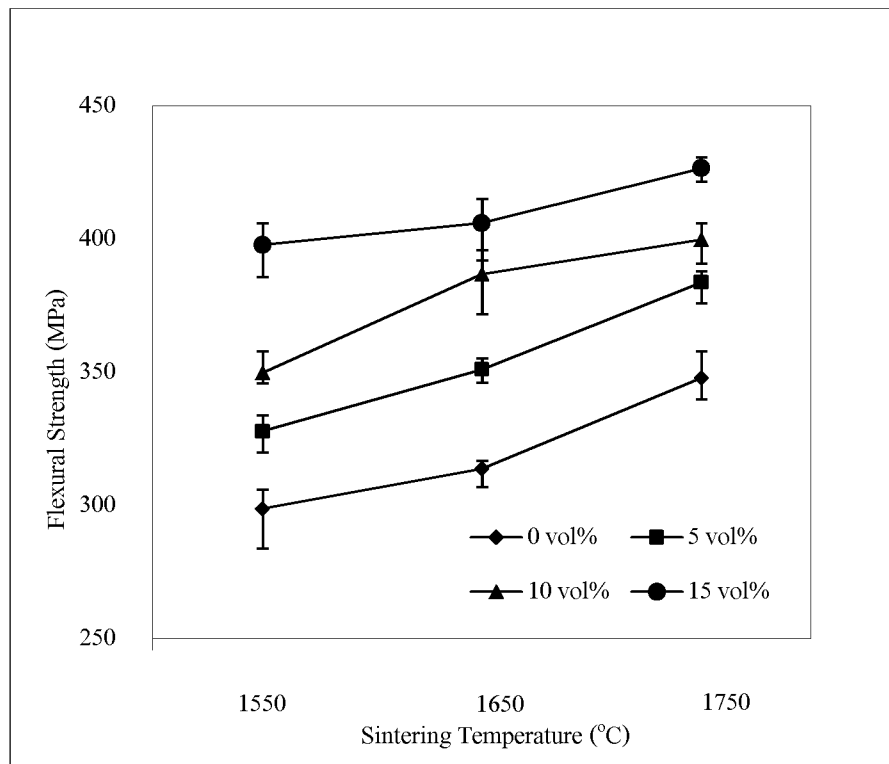
#### 4.3.3 ผลของปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัย ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ใช้ได้จากซาร์โรโซที่ 20:1 ใช้เวลาในการบดผสม 5 ชั่วโมงและ annealing ที่อุณหภูมิ 1350°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ซึ่ง AS0 (SiC 0 vol%) AS5 (SiC 5 vol%) AS10 (SiC 10 vol%) AS15 (SiC 15 vol%) แสดงไว้ใน ตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็งของวัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

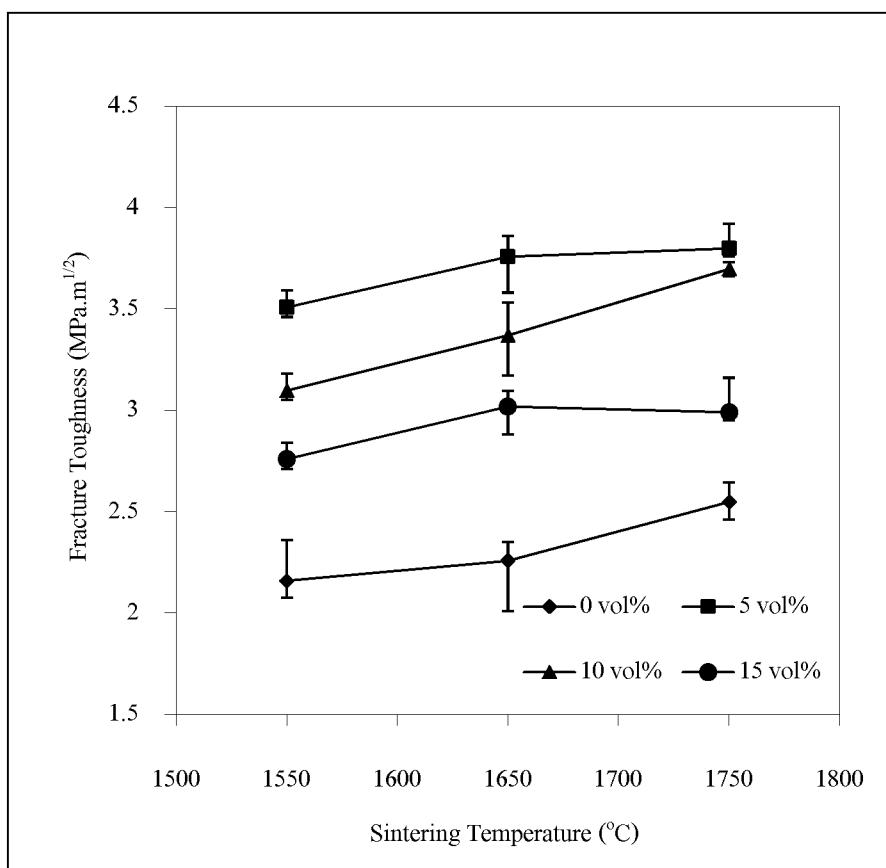
อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อ การดัดโค้ง (เมกกะ ปาสคาล)	ความเหนียว*(เมกกะ ปาสคาล× เมตร <sup>0.5</sup> )	ความแข็งวิกเกอร์ (จิกกะปาสคาล)
1550	AS0	299	2.16	12
	AS5	328	3.51	15.71
	AS10	350	3.1	18.76
	AS15	398	2.76	20
1650	AS0	314	2.26	14.82
	AS5	351.3	3.76	18.12
	AS10	387	3.37	20.18
	AS15	406.2	3.02	23.4
1750	AS0	348	2.55	14.62
	AS5	384	3.8	19.6
	AS10	400	3.7	22.2
	AS15	426.8	2.99	23.4

หมายเหตุ \* ความเหนียวคำนวณจากสมการที่ (3.6) หน้า 65



รูปที่ 4.21 ผล Flexural Strength ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน

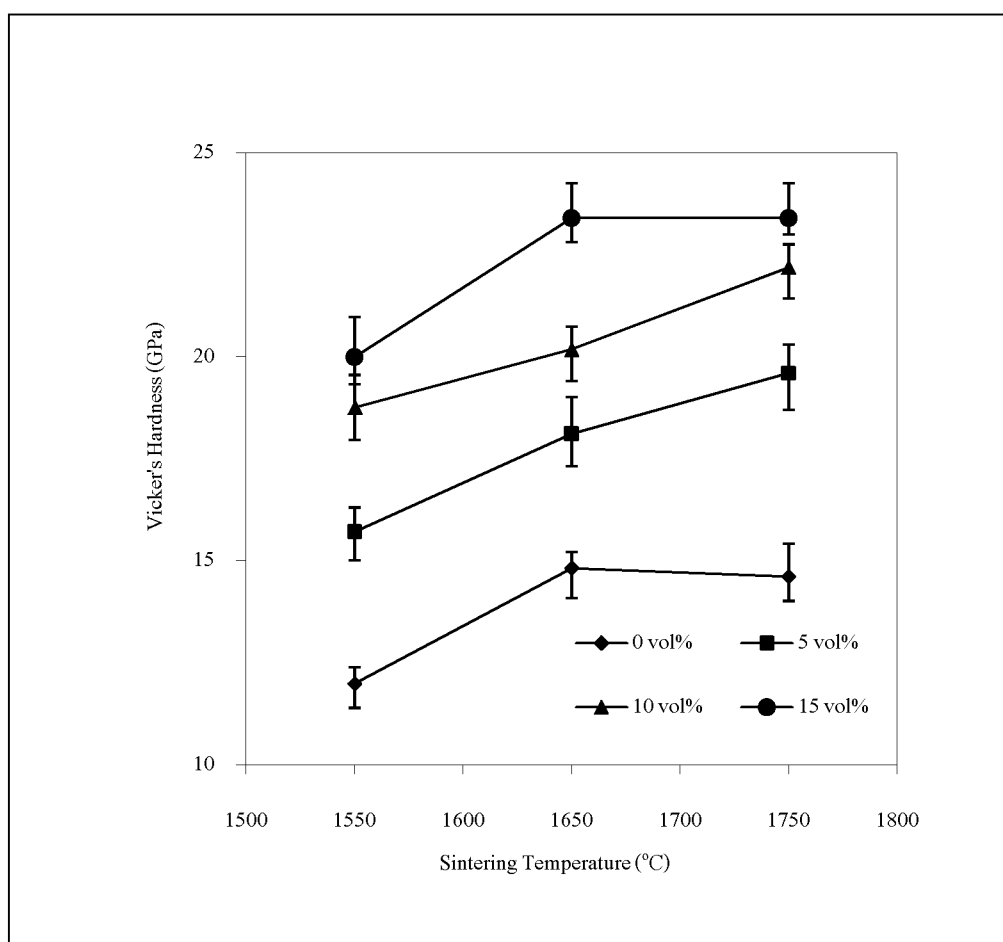
จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบพบว่าอุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิกอนคาร์ไบด์มีผลต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบเมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรงโดยพบว่าความแข็งแรงของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยพบว่าความแข็งแรงสูงสุดคือ 426.8 เมกะปาสคาล ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณผงซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร รูปที่ 4.21 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์และอุณหภูมิในการเผาผลาญทำให้ความแข็งแรงสูงขึ้น ซึ่งจะสอดคล้อง กับผลงานวิจัยในความแข็งแรงเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ ความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้น 30 ถึง 60% เมื่อเปรียบเทียบกับ monolithic  $Al_2O_3$  (Dong, Xu, Shi, Zhang, Yang, and Tan, 2009) วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อนำอนุภาคระดับนาโนเมตรใส่ในปริมาณ 10 ถึง 20 wt% ทำให้ความแข็งแรงมากกว่าการใส่อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ระดับไมโครเมตรในปริมาณที่เท่ากัน โดยใช้การเผาผลาญแบบไม่ใช้แรงดัน (Perez et al., 1998) งานวิจัยของ Carroll พบว่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นเกิดจากอนุภาคของ SiC ที่เล็กลงจากขนาดอนุภาคไมโครเมตรเป็นขนาดอนุภาคนาโนเมตร (Carroll, Sternitzke, and Derby, 1996)



รูปที่ 4.22 ผล Fracture toughness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิริโคนคาร์ไบด์ต่างกัน

จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิริโคนคาร์ไบด์ พบว่าอุณหภูมิและปริมาณของผงซิริโคนคาร์ไบด์มีผลต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ เมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรง โดยพบว่าความเหนียวของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิริโคนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยความเหนียวสูงสุดคือ 3.8 เมกะปาสคาล.เมตร<sup>0.5</sup> ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณผงซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร รูปที่ 4.22 เมื่อค่าความเหนียวสูงสุดอยู่ที่ปริมาณซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร แล้วจะลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณซิริโคนคาร์ไบด์ ความเหนียวที่เพิ่มขึ้นมาจาก monolithic Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> มีลักษณะการแตกแบบ intergranular และเมื่อเพิ่มปริมาณซิริโคนคาร์ไบด์จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงการแตกไปเป็นแบบ intragranular ซึ่งการแตกนั้นจะเกิดจากนาโนซิริโคนคาร์ไบด์ ที่กระจายตัวอยู่บนเกรนและขอบเกรน (Gao et al., 1999) จากงานวิจัยของ Wang พบว่าเมื่อใส่ ปริมาณซิริโคนคาร์ไบด์ที่ 5 wt% จะทำให้ความเหนียวเพิ่มขึ้นเป็น 4.7 MPa.m<sup>0.5</sup> เมื่อเปรียบเทียบกับ monolithic Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ซึ่งมีค่าความเหนียวจะอยู่ที่ 3.25 MPa.m<sup>0.5</sup> และพบว่าใส่ซิริโคนคาร์ไบด์ที่ 10 wt%

ความเหนียวจะเพิ่มขึ้นเป็น  $4.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  (Wang, Guo, L., and Guo, J.K., 1998) จากงานวิจัยของ Levin พบว่าความเหนียวที่เพิ่มขึ้นเกิดจากการเปลี่ยนแปลงการแตกจาก intergranular เป็น intragranular เนื่องจาก thermo-elastic mismatch ระหว่าง  $\text{Al}_2\text{O}_3$  และ SiC (Levin, Kaplan, Brandon, and Layous, 1995) จากงานวิจัยของ Dong พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ SiC เป็น 15 vol% และ 20 vol% จะทำให้ความเหนียวลดลง เนื่องมาจากการเพิ่มปริมาณ SiC ที่มากเกินไปทำให้เกิด high tensile residual stress (Dong, Xu, Shi, Zhang, Yang, and Tan, 2009) และงานวิจัยของ Shi พบว่าปริมาณของ SiC มีอิทธิพลโดยตรงต่อขนาดของเกรน ซึ่งความเหนียวที่ลดลงจะเกิดจาก grain-bridging เป็นผลมาจากขนาดเกรนที่เล็กลงจากการเติม SiC จะทำให้ค่าความเหนียวเพิ่มขึ้นถึงจนสูงสุดที่ปริมาณ 5 vol% จากนั้นเมื่อใส่ SiC เพิ่มขึ้นมากกว่านี้จะทำให้ความเหนียวลดลง เนื่องมาจากขนาดเกรนที่เล็กมาก ๆ (Shi et al., 2010)



รูปที่ 4.23 ผล Vicker's hardness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ต่างกัน

จากตารางแสดงที่ 4.5 ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่าอุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิกอนคาร์ไบด์มีผลต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบเมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรง โดยพบว่าความแข็งของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยความแข็งสูงสุดคือ 23.4 จิกกะปาสคาล ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณผงซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร ดังรูปที่ 4.23 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ความแข็งจะเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Gustafsson พบว่าความแข็งจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่น เมื่อเพิ่มปริมาณ SiC เพิ่มขึ้นเป็น 15 vol% ทำให้ความหนาแน่นสูงและความแข็งก็เพิ่มตามไปด้วย ซึ่งค่าความแข็งจะอยู่ในช่วง 17-18.5 GPa (Gustafsson, Falk, Liden, and Carlstrom, 2008)

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์สมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานลดลงวัสดุจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวลดลง
2. วัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก จะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ แต่ความเหนียวของวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีค่าน้อยกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากเกรนขนาดใหญ่จะเกิดการหักเหของรอยร้าวมากกว่าเกรนขนาดเล็ก
3. การเติมซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตรเข้าไปในอะลูมินามีผลให้ความแข็งแรงและความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้น โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1750^{\circ}\text{C}$  จะมีสมบัติดีที่สุด
4. การเติมซิลิกอนคาร์ไบด์ในอะลูมินาเนื้อหลักมีผลทำให้ความแข็งแรงของอะลูมินามีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าความแข็งแรงที่สูงสุดจะมีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่  $1750^{\circ}\text{C}$  ส่วนความเหนียวของอะลูมินามีค่าลดลงตามปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เพิ่มขึ้น โดยค่าความเหนียวที่สูงสุดจะได้จากตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1750^{\circ}\text{C}$
5. การเติมปริมาณอิฐเตรียมออกไซด์ร้อยละ 0.15 โดยน้ำหนัก ทำให้ลดอุณหภูมิ ที่ทำการเผาผนึกและยังทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น
6. การเผาผนึกแบบฝังกลบสามารถช่วยลดการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ได้และทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับ การเผาผนึกแบบทั่วไป



## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. การทดลองควรใช้ลูกบดและหม้อบดที่มีองค์ประกอบทางเคมีชนิดเดียวกับสารประกอบที่เราต้องการเพื่อลดปัญหาการเจือปน
2. การปรับปรุงสมบัติควรมีการทดลองใช้สารเติมแต่งชนิดอื่นเช่น แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) + อิทเรียมออกไซด์ ( $Y_2O_3$ ) เพื่อให้วัสดุเชิงประกอบมีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น
3. การทดลองควรทำการเผาผนึกโดยใช้แรงดัน เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกลให้ดียิ่งขึ้น
4. การเผาผนึกแบบฝังกลบ ซึ่งใช้ถ้วยอะลูมินาชั้น 2 ใบ ขณะทำการเผาผนึกจะทำให้ความร้อนเกิดการแพร่เข้าไปถึงชิ้นงานได้ช้า เนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุฉนวนกั้นความร้อน ดังนั้นจึงมีการควบคุมอัตราการให้ความร้อนให้เป็นไปอย่างช้า ๆ

## รายการอ้างอิง

- ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก. (2545). อะลูมินากับการนำไปใช้งานทางเซรามิก [ออนไลน์]. ได้จาก [http://www.dss.go.th/dssweb/st-articles/files/ct\\_2\\_2545\\_alumina.pdf](http://www.dss.go.th/dssweb/st-articles/files/ct_2_2545_alumina.pdf).
- ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. (2549). วัสดุความรู้: โพลีเมอร์คอมโพสิต [ออนไลน์]. ได้จาก [http://www.mtec.or.th/index.php?option=com\\_content&task=view&id=79&Itemid=176](http://www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=79&Itemid=176).
- สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. (2545). ผลิตภัณฑ์ซีลิกอนคาร์ไบด์ในปัจจุบัน [ออนไลน์]. ได้จาก <http://www.material.chula.ac.th/Radio45/April/radio4-1.htm>.
- สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. (2547). ซีลิกอนคาร์ไบด์ [ออนไลน์]. ได้จาก [www.material.chula.ac.th/RADIO47/April/radio4-2.htm](http://www.material.chula.ac.th/RADIO47/April/radio4-2.htm).
- Accuratus Corporation. (2003). **Aluminum Oxide, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** [online]. Available: <http://accuratus.com/alumox.html>.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorbtion, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fire Whiteware Product. **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.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Vicker Indentation Hardness of Advance Ceramics. **ASTM C1237-96a**. New York:ASTM.
- Anstis, G.P., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for mearsuring fracture toughness:I, direct crack measurement. **Journal of American Ceramic Society**. 64:533-538.
- Anya, C.C., and Robert, S.G. (1997). Pressureless sintering and elastic constant of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> –SiC nanocomposites. **Journal of the European Ceramic Society**. 17:565-573.
- Chen, H.J., Rainforth, W.M., and Lee, W.E. (2000). The wear behavior of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> –SiC ceramic nanocomposites. **Scripta Materialia**. 42:555-560.
- Carroll, L., Sternitzke, M., and Derby, B. (1996). Silicon carbide particle size effect in alumina-base nanocomposite. **Acta Materialia**. 44:4543-4552.

- Deng, Z.Y., Shi, J.L., Zhang, Y.-F., Jian, D.Y., and Guo, J.K. (1998). Pinning effect of SiC particle on mechanical properties. **Journal of the European Ceramic Society**. 18:501- 508.
- Dong, Y.L., Xu, F.M., Shi, X.L., Zhang, Z.J., Yang, J.M., and Tan, Y. (2009). Fabrication and mechanical properties of nano-/micro-size  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  composite. **Material Science**. 504: 49-54.
- Gao, L., Wang, H.Z., Hong, J.S., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Nishikawa, Y., and Torre, S.D.D.L. (1999). Mechanical properties and Microstructure of Nano-SiC- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite densified by spark plasma sintering. **Journal of the European Ceramic Society**. 19:609-613.
- Gustafsson, S., Falk, L.K.L., Liden, E., and Carlstrom, E. (2008). Pressureless sintered  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC nanocomposite. **Ceramic International**. 34:1609-1615.
- Jang, B.K., Kishi, T.M.E., and Oh, H.K. (1995). Effect of second phase on mechanical properties and toughness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  based ceramic composite. **Composite Engineering**. 5:1275-1286.
- Jeong, Y.K., and Niihara, K. (1997). Microstructure and mechanical properties of pressureless sintered  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC nanocomposites. **NanoStructured Materials**. 9:193-196.
- Jianxin, F., Helen, M.C., and Martin, P.H. (1995). Residual stress relaxation behavior in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC nanocomposite. **Material Science and Engineering**. 195:163-167.
- Jiao, S., Jenkin, M.L., and Davidge, R.W. (1997). Interfacial fracture energy-mechanical behavior relationship in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$  nanocomposites. **Acta Materialia**. 45:149-156.
- Jose, L.O.M., and Richard, I.T. (2005). Relationship between wear rate surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites. **Acta Materialia**. 53:3345-3357.
- Kim, B.N., Enoki, M.W.M., and Teruo, K. (1998). Simulation of fracture behavior in particle-dispersed ceramic composite. **Engineering Fracture Mechanics**. 59:289-303.
- Ko, Y. M., Kwon, W., and Kim, Y.W. (2004). Development of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC composite tool for machining application. **Ceramic International**. 30:2081-2086.

- Levin, I., Kaplan, W.D., Brandon, D.G., and Layous, A.A. (1995). Effect of SiC submicrometer particle size and content of fracture toughness of alumina-SiC nanocomposite. **Journal of the American Ceramic Society**. 78:254-256.
- Niihara, K. (1991). New design concept of structural ceramics-ceramic nanocomposites. **Journal of the Ceramic Society Japan**. 99:947-982.
- Perez, R.J., Pastor, J.Y., Llorca, J., Elices, M., Miranzo, P., and Moya, J.S. (1998). Revisiting the mechanical behavior of alumina/silicon carbide nanocomposite. **Acta Materialia**. 46:5399-5411.
- Shapiro, I.P., Todd, R.I., Titchmarsh, J.M., and Robert, S.G. (2009). Effect of  $Y_2O_3$  additives and powder purity on the densification and grainboundary composition of  $Al_2O_3/SiC$  nanocomposite. **Journal of the European Ceramic Society**. 29:1613-1624.
- Shi, Z.Y., X.L., Xu, F.M., Zhang, Z.J., Dong, Y.L., Tan, Y., Wang, L., and Yang, J.M. (2010). Mechanical properties of hot-pressed  $Al_2O_3/SiC$  composites. **Material Science and Engineering**. 15:1350-1359.
- Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. **Progress in Material Science**. 46:1- 184.
- Wang, H.Z., Guo, L., and Guo, J.K. (1998). Preparation and properties of the intergranular.  $Al_2O_3-SiC$  nanocomposites. **NanoStructured Materials**. 10:947-953.
- Wang, H.Z., Guo, L., and Guo, J.K. (2000). The effect of nanoscale SiC particle on the microstructure of  $Al_2O_3$  ceramic. **Ceramic International**. 26:391-396.
- Wu, H.Z., Lawrence, C.W., Robert, S.G., and Derby, B. (1998). The strength of  $Al_2O_3-SiC$  nano composites after grinding and annealing. **Acta Materialia**. 46:3839-3848.

**ภาคผนวก ก**

**XRD แพทเทิร์นของ อะลูมินา คาร์บอน ซิลิกอนและซิลิกอนคาร์ไบด์**

ตารางที่ ก.1 แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา

Pattern:00-010-0173		Radiation = 1.540600		Quality:Indexed				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		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 = 4.75800	z = 6	Dx = 3.989	46.184	2	2	0	2	
c = 12.99100		Dm = 4.050	52.553	45	0	2	4	
		I/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:CuKa1		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	

ตารางที่ ก.2 แสดง XRD แพทเทิร์นของคาร์บอน

Pattern:03-065-6212		Radiation = 1.540600		Quality:Calculated				
C  Graphite				2th	i	h	k	l
				26.543	999	0	0	2
				42.321	36	1	0	0
				44.518	171	1	0	1
				50.655	30	1	0	2
Lattice:Hexagonal		Mol. Weight = 12.01		54.662	39	0	0	4
S.G.:P63/mmc (194)		Volume [CD] = 35.29		59.852	37	1	0	3
a = 2.46400		Dx = 2.261		71.471	5	1	0	4
				77.400	48	1	1	0
c = 6.7110	z = 4	l/lcor = 2.13		83.527	67	1	1	2
				85.375	6	1	0	5
				87.053	4	0	0	6
<b>Nist M&amp;A collection code:L 51002 ST1378 0</b>				92.435	2	2	0	0
<b>Temperature factor:TF Anisotropic TF given by author</b>				93.974	10	2	0	1
<b>Common name:graphite</b>				98.504	3	2	0	2
<b>Data collection flag:Ambient</b>				101.739	28	1	1	4
				102.076	15	1	0	6
				106.238	6	2	0	3
				117.650	2	2	0	4
				123.488	1	1	0	7
				133.344	1	0	0	8
Trucano, P., Chen, R., Nature (London), volume 258, page				134.525	3	2	0	5
136 (1975)				136.924	13	1	1	6
Calculate from NiST using POWD-12++				145.522	3	2	1	0
Radiation:CuKa1		Filter: Not specified		148.287	15	2	1	1
Lambda:1.5406		d-sp:Calculate spacing						
SS/FOM:F24=								
1000(0.0004,24)								

ตารางที่ ก.3 แสดง XRD แพทเทิร์นของซิลิกอน

Pattern:00-027-1402		Radiation = 1.5406		Quality:High				
Si		2th	i	h	k	l		
Silicon		28.443	100	1	1	1		
Silicon, syn		47.304	55	2	2	0		
Lattice:Face centered cubic		Mol. Weight = 28.09	56.122	30	3	1	1	
S.G.:Fd-3m (227)		Volume [CD] = 160.18	69.132	6	4	0	0	
a = 5.43088	z = 4	Dx = 2.329	76.380	11	3	3	1	
			88.029	12	4	2	2	
			94.951	6	5	1	1	
			106.719	3	4	4	0	
			114.092	7	5	3	1	
			l/cor = 4.70					
<b>Temperature of data collection:</b> Patten taken at 25 (1) C.		127.547	8	6	2	0		
<b>Sample source or locality:</b> This sample is NBS Standard Reference Material No. 640.		136.897	3	5	3	3		
<b>General comment:</b> Reflections calculate from precision measurement of $a_0$								
<b>General comment:</b> $a_0$ uncorrected for refraction								
<b>Addition pattern:</b> To replace 00-005-00565 and 00-026-1481.								
Color:Gray								
Data collection flag:Ambient.								
Natul. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 13,page 35 (1976)								
CAS Number:7440-21-3								
Radiation: CuKa1		Filter:Monochromator						
Lambda:1.54050		crystal						
SS/FOM:F11		= d-sp:Diffractionmeter						
443(0.0019,13)		Internal standard:W						



ตารางที่ ก.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของซิลิกอนคาร์ไบด์

Pattern:00-029-1129		Radiation = 1.540600		Quality:Indexed				
SiC		2th	i	h	k	l		
		35.598	100	1	1	1		
		41.385	20	2	0	0		
Silicon Carbide		59.979	35	2	2	0		
Mossanite-3C, syn		71.779	25	3	1	1		
Lattice : Face-centered cubic		Mol. Weight = 40.01		75.494	5	2	2	2
S.G.:F-43m(216)		Volume [CD] = 82.82		90.007	5	4	0	0
a = 4.35890	z = 4	Dx = 3.216		100.776	10	3	3	1
				104.411	5	4	2	0
				119.992	5	4	2	2
				133.400	5	5	1	1
<b>Color:</b> Greenish yellow								
<b>Sample source or locality:</b> Specimen from PPG Industries, Inc., Submicron SiC–lot no. 373-652								
<b>Addition pattern:</b> To replace 00-001-1119.								
<b>General comments:</b> Described by Regis, A., L., Bull. Geol. Soc. Am., 69 1633 (1958).								
<b>Addition pattern:</b> See ICSD 24217 (PDF 01-073-1708); See ICSD 28895 (PFD 01-075-0254); See ICSD 24171 (PDF 01-073-1665); See ICSD 28389 (PDF 01-074-2307)								
<b>Data collection pattern:</b> Ambient								
Bind, J., Penn State Univ., University Park, USA., ICDD Gant in Aid (1997)								
CAS Number:409-21-2								
Radiation:CuK $\alpha$ 1		Filter:Monocromator						
Lambda:1.54178		crystal						
SS/FOM:F10 = 37(0.0270, 10)		d-sp:Not given						

## ภาคผนวก ข

ตารางการคำนวณ ชาร์ตเรโซที่อัตราส่วนต่างกัน ใช้เวลาการบดผสม 1 ชั่วโมง  
ชาร์ตเรโซที่อัตราส่วนเหมาะสม ใช้เวลาต่างกัน  
และชาร์ตเรโซที่อัตราเหมาะสมกับเวลาที่เหมาะสม

ตารางที่ ข.1 แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A10-1	15.7000	10:1	1.1001	0.4699	1	อาร์กอน
	15.2068		1.0655	0.4552		
	15.0004		1.0510	0.4490		
	15.2144		1.0660	0.4554		
	15.3793		1.0776	0.4603		
	16.0093		1.1217	0.4792		
	15.8279		1.1090	0.4738		
	15.2737		1.0702	0.4572		
A20-1	15.2706	20:1	0.5350	0.2285	1	อาร์กอน
	15.2017		0.5326	0.2275		
	15.7602		0.5521	0.2359		
	15.8061		0.5537	0.2366		
	15.4917		0.5427	0.2319		
	15.2722		0.5350	0.2286		
A30-1	15.2078	30:1	0.3552	0.1517	1	อาร์กอน
	15.6151		0.3647	0.1558		
	15.9676		0.3729	0.1593		
	16.2888		0.3804	0.1625		
	15.3226		0.3579	0.1529		
	15.4331		0.3605	0.1540		
	15.5982		0.3643	0.1556		
	15.8347		0.3698	0.1580		
A40-1	16.0875	40:1	0.2818	0.1204	1	อาร์กอน
	15.6998		0.2750	0.1175		
	15.0504		0.2636	0.1126		
	15.6995		0.2750	0.1175		
	15.8934		0.2784	0.1189		

ตารางที่ ข.1 แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง (ต่อ)

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A40-1	15.4710	40:1	0.2710	0.1158	1	อาร์กอน
	15.2735		0.2675	0.1143		
	15.8306		0.2773	0.1185		
	15.7093		0.2752	0.1176		
	15.6300		0.2738	0.1170		
	16.0589		0.2813	0.1202		
	16.0570		0.2813	0.1202		
A50-1	16.2994	50:1	0.2284	0.0976	1	อาร์กอน
	15.7682		0.2210	0.0944		
	15.501		0.2172	0.0928		
	15.3553		0.2152	0.0919		
	15.4577		0.2166	0.0925		
	16.244		0.2276	0.0972		
	14.9415		0.2094	0.0894		
	15.66		0.2195	0.0937		
	15.9459		0.2235	0.0955		
	15.8522		0.2221	0.0949		
	16.1908		0.2269	0.0969		
	16.388		0.2297	0.0981		
	15.7984		0.2214	0.0946		
	15.5431		0.2178	0.0930		
14.8477	0.2081	0.0889				

ตารางที่ ข.2 แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-10	15.2310	20:1	0.5336	0.2280	10	อาร์กอน
	15.4150		0.5400	0.2307		
	15.2100		0.5329	0.2276		
	15.5423		0.5445	0.2326		
	16.1560		0.5660	0.2418		
	16.0583		0.5626	0.2403		
	14.4644		0.5067	0.2165		
	15.5155		0.5436	0.2322		
A20-8	14.3766	20:1	0.5037	0.2152	8	อาร์กอน
	15.7554		0.5520	0.2358		
	15.6546		0.5484	0.2343		
	16.7153		0.5856	0.2502		
	15.1551		0.5309	0.2268		
	14.9874		0.5251	0.2243		
	15.4998		0.5430	0.2320		
	15.3310		0.5371	0.2294		
A20-6	15.3212	20:1	0.5368	0.2293	6	อาร์กอน
	15.0152		0.5260	0.2247		
	15.1132		0.5295	0.2262		
	15.0594		0.5276	0.2254		
	16.1211		0.5648	0.2413		
	15.7877		0.5531	0.2363		
	15.2356		0.5338	0.2280		
	15.2010		0.5325	0.2275		
A20-5	15.1011	20:1	0.5290	0.2260	5	อาร์กอน
	16.2323		0.5687	0.2429		
	14.7955		0.5183	0.2214		

ตารางที่ ข.2 แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1 (ต่อ)

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-5	14.2370	20:1	0.4988	0.2131	5	อาร์กอน
	15.1130		0.5295	0.2262		
	15.4846		0.5425	0.2317		
	15.6578		0.5486	0.2343		
	16.1765		0.5667	0.2421		
A20-4	16.0153	20:1	0.5611	0.2397	4	อาร์กอน
	15.3113		0.5364	0.2292		
	15.4563		0.5415	0.2313		
	15.0201		0.5262	0.2248		
	14.4604		0.5066	0.2164		
	15.1122		0.5294	0.2262		
	16.0598		0.5626	0.2404		
	15.4468		0.5412	0.2312		
A20-3	15.1139	20:1	0.5295	0.2262	3	อาร์กอน
	14.4458		0.5061	0.2162		
	14.3939		0.5043	0.2154		
	15.7672		0.5524	0.2360		
	14.5561		0.5100	0.2179		
	16.1112		0.5644	0.2411		
	15.8988		0.5570	0.2379		
	15.0189		0.5262	0.2248		
A20-2	15.1717	20:1	0.5315	0.2271	2	อาร์กอน
	15.2112		0.5329	0.2277		
	15.3111		0.5364	0.2292		
	14.9545		0.5239	0.2238		
	16.1255		0.5649	0.2413		

ตารางที่ ข.2 แสดงอัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1 (ต่อ)

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น (กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-2	15.4114	20:1	0.5399	0.2307	2	อาร์กอน
	14.9811		0.5248	0.2242		
	15.3346		0.5372	0.2295		
A20-1	15.6233	20:1	0.5473	0.2338	1	อาร์กอน
	15.5100		0.5434	0.2321		
	14.3337		0.5022	0.2145		
	16.1250		0.5649	0.2413		
	15.7140		0.5505	0.2352		
	15.6300		0.5476	0.2339		
	15.2013		0.5326	0.2275		
	14.6590		0.5136	0.2194		

ตารางที่ ข.3 ตารางของ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูก บด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น(กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-5	16.4528	20:1	0.5764	0.2462	5	อาร์กอน
	15.2286		0.5335	0.2279		
	14.1515		0.4958	0.2118		
	15.2322		0.5336	0.2280		
	15.4705		0.5420	0.2315		
	15.5991		0.5465	0.2335		
	15.2013		0.5326	0.2275		
	15.0156		0.5261	0.2247		
	14.5656		0.5103	0.2180		
	15.4911		0.5427	0.2318		
	15.2344		0.5337	0.2280		
	14.3131		0.5014	0.2142		
	14.9545		0.5239	0.2238		
	15.2211		0.5333	0.2278		
	14.7757		0.5176	0.2211		
	15.5882		0.5461	0.2333		
	15.6653		0.5488	0.2345		
	15.2120		0.5329	0.2277		
	15.3844		0.5390	0.2302		
	15.3022		0.5361	0.2290		
	15.4454		0.5411	0.2312		
	15.1615		0.5312	0.2269		
	14.7887		0.5181	0.2213		
	15.6563		0.5485	0.2343		
	15.0519		0.5273	0.2253		
	16.0014		0.5606	0.2395		
14.7573	0.5170	0.2209				



ตารางที่ ข.3 ตารางของ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม (ต่อ)

ตัวอย่าง	น้ำหนักลูกบด (กรัม)	charge ratio	สารตั้งต้น(กรัม)		เวลา (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
			Si	C		
A20-5	14.9811	20:1	0.5248	0.2242	5	อาร์กอน
	15.4255		0.5404	0.2309		
	16.2300		0.5686	0.2429		
	14.7899		0.5181	0.2214		
	14.9866		0.5250	0.2243		
	15.4232		0.5403	0.2308		
	16.0162		0.5611	0.2397		
	15.4965		0.5429	0.2319		
	15.3811		0.5389	0.2302		
	14.9912		0.5252	0.2244		
	15.4545		0.5414	0.2313		
	15.4344		0.5407	0.2310		
	14.4950		0.5078	0.2169		
	15.3737		0.5386	0.2301		
	15.1556		0.5310	0.2268		
	15.1988		0.5325	0.2275		
	16.2101		0.5679	0.2426		
	15.9800		0.5598	0.2392		
	14.9992		0.5255	0.2245		
	15.3313		0.5371	0.2295		
	15.4563		0.5415	0.2313		
	15.4677		0.5419	0.2315		
	15.5525		0.5449	0.2328		
	16.1679		0.5664	0.2420		
	14.3244		0.5018	0.2144		
	15.4590		0.5416	0.2314		
15.3218	0.5368	0.2293				

**ภาคผนวก ค**

**มาตรฐานการทดสอบ ASTM**



Designation: C 373 - 88 (Reapproved 1994)

## Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 373; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers procedures for determining water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired unglazed whiteware products.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Significance and Use

2.1 Measurement of density, porosity, and specific gravity is a tool for determining the degree of maturation of a ceramic body, or for determining structural properties that may be required for a given application.

### 3. Apparatus and Materials

3.1 *Balance*, of adequate capacity, suitable to weigh accurately to 0.01 g.

3.2 *Oven*, capable of maintaining a temperature of  $150 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $302 \pm 9^\circ\text{F}$ ).

3.3 *Wire Loop, Halter, or Basket*, capable of supporting specimens under water for making suspended mass measurements.

3.4 *Container*—A glass beaker or similar container of such size and shape that the sample, when suspended from the balance by the wire loop, specified in 3.3, is completely immersed in water with the sample and the wire loop being completely free of contact with any part of the container.

3.5 *Pan*, in which the specimens may be boiled.

3.6 *Distilled Water*.

### 4. Test Specimens

4.1 At least five representative test specimens shall be selected. The specimens shall be unglazed and shall have as much of the surface freshly fractured as is practical. Sharp edges or corners shall be removed. The specimens shall contain no cracks. The individual test specimens shall weigh at least 50 g.

### 5. Procedure

5.1 Dry the test specimens to constant mass (Note) by

heating in an oven at  $150^\circ\text{C}$  ( $302^\circ\text{F}$ ), followed by cooling in a desiccator. Determine the dry mass,  $D$ , to the nearest 0.01 g.

NOTE—The drying of the specimens to constant mass and the determination of their masses may be done either before or after the specimens have been impregnated with water. Usually the dry mass is determined before impregnation. However, if the specimens are friable or evidence indicates that particles have broken loose during the impregnation, the specimens shall be dried and weighed after the suspended mass and the saturated mass have been determined, in accordance with 5.3 and 5.4. In this case, the second dry mass shall be used in all appropriate calculations.

5.2 Place the specimens in a pan of distilled water and boil for 5 h, taking care that the specimens are covered with water at all times. Use setter pins or some similar device to separate the specimens from the bottom and sides of the pan and from each other. After the 5-h boil, allow the specimens to soak for an additional 24 h.

5.3 After impregnation of the test specimens, determine to the nearest 0.01 g the mass,  $S$ , of each specimen while suspended in water. Perform the weighing by placing the specimen in a wire loop, halter, or basket that is suspended from one arm of the balance. Before actually weighing, counterbalance the scale with the loop, halter, or basket in place and immerse in water to the same depth as is used when the specimens are in place. If it is desired to determine only the percentage of water absorption, omit the suspended mass operation.

5.4 After the determination of the suspended mass or after impregnation, if the suspended mass is not determined, blot each specimen lightly with a moistened, lint-free linen or cotton cloth to remove all excess water from the surface, and determine the saturated mass,  $M$ , to the nearest 0.01 g. Perform the blotting operation by rolling the specimen lightly on the wet cloth, which shall previously have been saturated with water and then pressed only enough to remove such water as will drip from the cloth. Excessive blotting will introduce error by withdrawing water from the pores of the specimen. Make the weighing immediately after blotting, the whole operation being completed as quickly as possible to minimize errors due to evaporation of water from the specimen.

### 6. Calculation


6.1 In the following calculations, the assumption is made that  $1\text{ cm}^3$  of water weighs 1 g. This is true within about 3 parts in 1000 for water at room temperature.

6.1.1 Calculate the exterior volume,  $V$ , in cubic centimetres, as follows:

$$V = M - S$$

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.03 on Fundamental Properties.

Current edition approved Sept. 30, 1988. Published November 1988. Originally published as C 373 - 55 T. Last previous edition C 373 - 72 (1982).

 C 373

6.1.2 Calculate the volumes of open pores  $V_{OP}$  and impervious portions  $V_{IP}$  in cubic centimetres as follows:

$$V_{OP} = M - D$$

$$V_{IP} = D - S$$

6.1.3 The apparent porosity,  $P$ , expresses, as a percent, the relationship of the volume of the open pores of the specimen to its exterior volume. Calculate the apparent porosity as follows:

$$P = [(M - D)/V] \times 100$$

6.1.4 The water absorption,  $A$ , expresses as a percent, the relationship of the mass of water absorbed to the mass of the dry specimen. Calculate the water absorption as follows:

$$A = [(M - D)/D] \times 100$$

6.1.5 Calculate the apparent specific gravity,  $T$ , of that portion of the test specimen that is impervious to water, as follows:

$$T = D/(D - S)$$

6.1.6 The bulk density,  $B$ , in grams per cubic centimetre, of a specimen is the quotient of its dry mass divided by the exterior volume, including pores. Calculate the bulk density as follows:

$$B = D/V$$

## 7. Report

7.1 For each property, report the average of the values obtained with at least five specimens, and also the individual values. Where there are pronounced differences among the individual values, test another lot of five specimens and, in addition to individual values, report the average of all ten determinations.

## 8. Precision and Bias

8.1 This test method is accurate to  $\pm 0.2$  % water absorption in interlaboratory testing when the average value recorded by all laboratories is assumed to be the true water absorption. The precision is approximately  $\pm 0.1$  % water absorption on measurements made by a single experienced operator.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1918 Race St., Philadelphia, PA 19103.*



Designation: C 1161 - 94 (Reapproved 1996)

## Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 1161; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of flexural strength of advanced ceramic materials at ambient temperature. Four-point- $1/4$  point and three-point loadings with prescribed spans are the standard. Rectangular specimens of prescribed cross-section sizes are used with specified features in prescribed specimen-fixture combinations.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>2</sup>  
E 337 Test Method for Measured Humidity with a Psychrometer (The Measurement of Wet- and Dry-Bulb Temperatures)<sup>3</sup>

#### 2.2 Military Standard:

MIL-STD-1942 (MR) Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature<sup>4</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions:

3.1.1 *flexural strength*—a measure of the ultimate strength of a specified beam in bending.

3.1.2 *four-point- $1/4$  point flexure*—configuration of flexural strength testing where a specimen is symmetrically loaded at two locations that are situated one quarter of the overall span, away from the outer two support bearings (see Fig. 1).

3.1.3 *three-point flexure*—configuration of flexural strength testing where a specimen is loaded at a location midway between two support bearings (see Fig. 1).

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-28 on Advanced Ceramics and is the direct responsibility of Subcommittee C28.01 on Properties and Performance.

Current edition approved July 25, 1994. Published February 1995. Originally published as C 1161 - 90. Last previous edition C 1161 - 90.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.03.

<sup>4</sup> Available from Standardization Documents, Order Desk, Bldg. 4, Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5094.

### 4. Significance and Use

4.1 This test method may be used for material development, quality control, characterization, and design data generation purposes.

4.2 The flexure stress is computed based on simple beam theory with assumptions that the material is isotropic and homogeneous, the moduli of elasticity in tension and compression are identical, and the material is linearly elastic. The average grain size should be no greater than one fiftieth of the beam thickness. The homogeneity and isotropy assumption in the standard rule out the use of this test for continuous fiber-reinforced ceramics.

4.3 Flexural strength of a group of test specimens is influenced by several parameters associated with the test procedure. Such factors include the loading rate, test environment, specimen size, specimen preparation, and test fixtures. Specimen sizes and fixtures were chosen to provide a balance between practical configurations and resulting errors, as discussed in MIL-STD 1942 (MR) and Refs (1) and (2).<sup>5</sup> Specific fixture and specimen configurations were designated in order to permit ready comparison of data without the need for Weibull-size scaling.

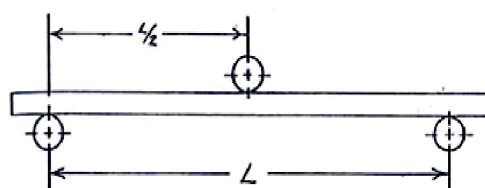
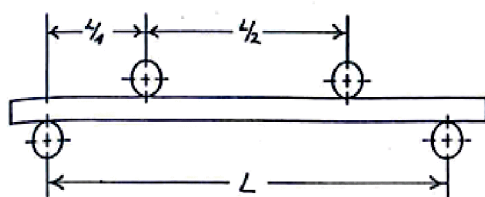
4.4 The flexural strength of a ceramic material is dependent on both its inherent resistance to fracture and the presence of defects. Analysis of a fracture surface, fractography, though beyond the scope of this test method, is highly recommended for all purposes, especially for design data as discussed in MIL-STD-1942 (MR) and Refs (2-5).

### 5. Interferences

5.1 The effects of time-dependent phenomena, such as stress corrosion or slow crack growth on strength tests conducted at ambient temperature, can be meaningful even for the relatively short times involved during testing. Such influences must be considered if flexure tests are to be used to generate design data.

5.2 Surface preparation of test specimens can introduce machining flaws which may have a pronounced effect on flexural strength. Machining damage imposed during specimen preparation can be either a random interfering factor, or an inherent part of the strength characteristic to be measured. Surface preparation can also lead to residual stresses. Universal or standardized test methods of surface preparation do not exist. It should be understood that final machining steps may or may not negate machining damage

<sup>5</sup> The boldface numbers in parentheses refer to the references at the end of this test method.

 C 1161


NOTE—Configuration:  
 A:  $L = 20$  mm  
 B:  $L = 40$  mm  
 C:  $L = 80$  mm

FIG. 1 The Four-Point- $\frac{1}{4}$  Point and Three-Point Fixture Configuration

introduced during the early course or intermediate machining.

## 6. Apparatus

6.1 *Loading*—Specimens may be loaded in any suitable testing machine provided that uniform rates of direct loading can be maintained. The load-measuring system shall be free of initial lag at the loading rates used and shall be equipped with a means for retaining read-out of the maximum load applied to the specimen. The accuracy of the testing machine shall be in accordance with Practices E 4 but within 0.5 %.

6.2 *Four-Point Flexure*—Four-point- $\frac{1}{4}$  point fixtures (Fig. 1) shall have support and loading spans as shown in Table 1.

6.3 *Three-Point Flexure*—Three-point fixtures (Fig. 1) shall have a support span as shown in Table 1.

6.4 *Bearings*—Three- and four-point flexure:

6.4.1 Cylindrical bearing edges shall be used for the support of the test specimen and for the application of load. The cylinders shall be made of hardened steel which has a hardness no less than HRC 40 or which has a yield strength no less than 1240 MPa ( $\sim 180$  ksi). Alternatively, the cylinders may be made of a ceramic with an elastic modulus between  $2.0$  and  $4.0 \times 10^5$  MPa ( $30$ – $60 \times 10^6$  psi) and a flexural strength no less than 275 MPa ( $\sim 40$  ksi). The portions of the test fixture that support the bearings may need to be hardened to prevent permanent deformation. The cylindrical bearing length shall be at least three times the specimen width. The above requirements are intended to ensure that ceramics with strengths up to 1400 MPa ( $\sim 200$  ksi) and elastic moduli as high as  $4.8 \times 10^5$  MPa ( $70 \times 10^6$  psi) can be tested without fixture damage. Higher strength

TABLE 1 Fixture Spans

Configuration	Support Span ( $L$ ), mm	Loading Span, mm
A	20	10
B	40	20
C	80	40

TABLE 2 Nominal Bearing Diameters

Configuration	Diameter, mm
A	2.0 to 2.5
B	4.5
C	9.0

TABLE 3 Specimen Size

Configuration	Width ( $b$ ), mm	Depth ( $d$ ), mm	Length ( $L_1$ ), min, mm
A	2.0	1.5	25
B	4.0	3.0	45
C	8.0	6.0	90

and stiffer ceramic specimens may require harder bearings.

6.4.2 The bearing cylinder diameter shall be approximately 1.5 times the beam depth of the test specimen size employed. See Table 2.

6.4.3 The bearing cylinders shall be carefully positioned such that the spans are accurate within  $\pm 0.10$  mm. The load application bearing for the three-point configurations shall be positioned midway between the support bearing within  $\pm 0.10$  mm. The load application (inner) bearings for the four-point configurations shall be centered with respect to the support (outer) bearings within  $\pm 0.10$  mm.

6.4.4 The bearing cylinders shall be free to rotate in order to relieve frictional constraints (with the exception of the middle-load bearing in three-point flexure which need not rotate). This can be accomplished by mounting the cylinders in needle bearing assemblies, or more simply by mounting the cylinders as shown in Figs. 2 and 3. Note that the outer-support bearings roll *outward* and the inner-loading bearings roll *inward*.

6.5 *Semiarticulating-Four-Point Fixture*—Specimens prepared in accordance with the parallelism requirements of 7.1 may be tested in a semiarticulating fixture as illustrated in Fig. 2. The bearing cylinders themselves must be parallel to each other to within 0.015 mm (over their length).

6.6 *Fully Articulating-Four-Point Fixture*—Specimens that are as-fired, heat treated, or oxidized often have slight twists or unevenness. Specimens which do not meet the parallelism requirements of 7.1 shall be tested in a fully articulating fixture as illustrated in Fig. 3.

6.7 The fixture shall be stiffer than the specimen, so that most of the crosshead travel is imposed onto the specimen.

## 7. Specimen

7.1 *Specimen Size*—Dimensions are given in Table 3 and shown in Fig. 4. Cross-sectional dimensional tolerances are  $\pm 0.13$  mm for B and C specimens, and  $\pm 0.05$  mm for A. The parallelism tolerances on the four longitudinal faces are 0.015 mm for A and B and 0.03 mm for C. The two end faces need not be precision machined.

7.2 *Specimen Preparation*—Depending upon the intended application of the flexural strength data, use one of

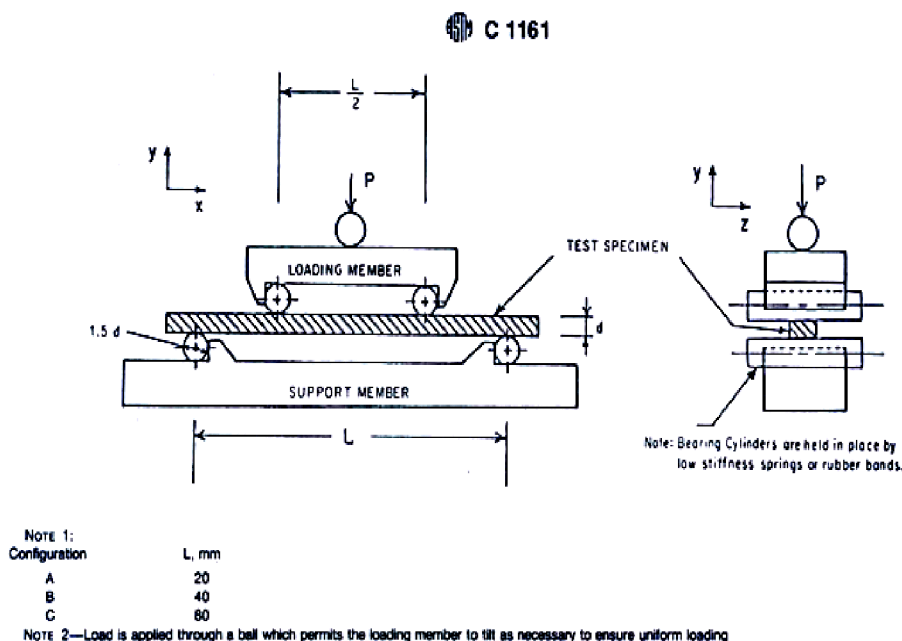


FIG. 2 Schematic of a Semiarticulated Four-Point Fixture Suitable for Flat and Parallel Specimens

the following four specimen preparation procedures:

**7.2.1 As-Fabricated**—The flexural specimen shall simulate the surface condition of an application where no machining is to be used; for example, as-cast, sintered, or injection-molded parts. No additional machining specifications are relevant. An edge chamfer is not necessary in this instance. As-fired specimens are especially prone to twist or warp and might not meet the parallelism requirements. In this instance, a fully articulating fixture (6.6 and Fig. 3) shall be used in testing.

**7.2.2 Application-Matched Machining**—The specimen shall have the same surface preparation as that given to a component. Unless the process is proprietary, the report shall be specific about the stages of material removal, wheel grits, wheel bonding, and the amount of material removed per pass.

**7.2.3 Customary Procedures**—In instances where a customary machining procedure has been developed that is completely satisfactory for a class of materials (that is, it induces no unwanted surface damage or residual stresses), this procedure shall be used.

**7.2.4 Standard Procedures**—In the instances where 7.2.1 through 7.2.3 are not appropriate, then 7.2.4 shall apply. This procedure shall serve as minimum requirements and a more stringent procedure may be necessary.

**7.2.4.1** All grinding shall be done with an ample supply of appropriate filtered coolant to keep workpiece and wheel constantly flooded and particles flushed. Grinding shall be in at least two stages, ranging from coarse to fine rates of material removal. All machining shall be in the surface grinding mode, and shall be parallel to the specimen long axis shown in Fig. 5. No Blanchard or rotary grinding shall be used.

**7.2.4.2** The stock-removal rate shall not exceed 0.03 mm (0.001 in.) per pass to the last 0.06 mm (0.002 in.) per face.

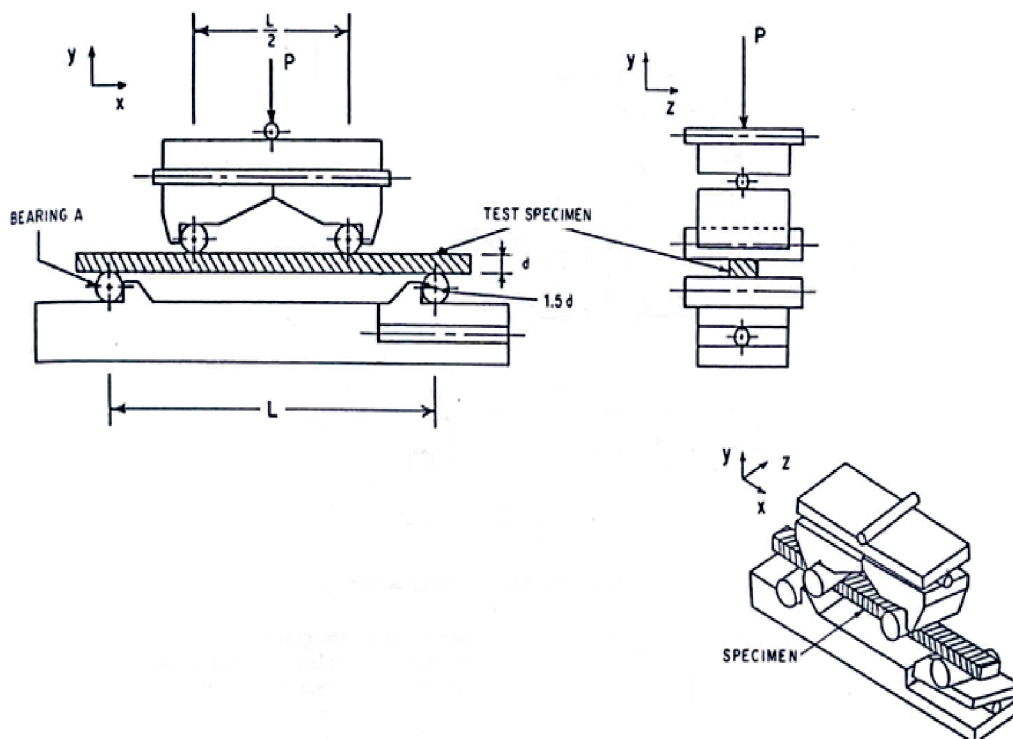
Final (and intermediate) finishing shall be performed with a diamond wheel that is between 320 and 500 grit. No less than 0.06 mm per face shall be removed during the final finishing phase, and at a rate of not more than 0.002 mm (0.0001 in.) per pass. Remove approximately equal stock from opposite faces.

**7.2.4.3** Materials with low fracture toughness and a greater susceptibility to grinding damage may require finer grinding wheels at very low removal rates.

**7.2.4.4** The four long edges of each specimen shall be uniformly chamfered at 45°, a distance of  $0.12 \pm 0.03$  mm as shown in Fig. 4. They can alternatively be rounded with a radius of  $0.15 \pm 0.05$  mm. Edge finishing must be comparable to that applied to the specimen surfaces. In particular, the direction of machining shall be parallel to the specimen long axis. If chamfers are larger than the tolerance allows, then corrections shall be made to the stress calculation (1). Alternatively, if a specimen can be prepared with an edge that is free of machining damage, then a chamfer is not required.

**7.2.5 Handling Precautions**—Care should be exercised in storing and handling of specimens to avoid the introduction of random and severe flaws, such as might occur if specimens were allowed to impact or scratch each other.

**7.3 Number of Specimens**—A minimum of 10 specimens shall be required for the purpose of estimating the mean. A minimum of 30 shall be necessary if estimates regarding the form of the strength distribution are to be reported (for example, a Weibull modulus). The number of specimens required by this test method has been established with the intent of determining not only reasonable confidence limits on strength distribution parameters, but also to help discern multiple-flaw population distributions. More than 30 specimens are recommended if multiple-flaw populations are present.

 C 1161


NOTE 1:

Configuration	L, mm
A	20
B	40
C	80

NOTE 2—Bearing A is fixed so that it will not pivot about the x axis. The other three bearings are free to pivot about the x axis.

FIG. 3 Schematic of a Fully Articulating Four-Point Fixture Suitable for Twisted or Uneven Specimens

### 8. Procedure

8.1 Test specimens on their appropriate fixtures in specific testing configurations. Test specimens Size A on either the four-point A fixture or the three-point A fixture. Similarly, test B specimens on B fixtures, and C specimens on C fixtures. A fully articulating fixture is required if the specimen parallelism requirements cannot be met. An alternative procedure with a D specimen is given in the Appendix.

8.2 Carefully place each specimen into the test fixture to preclude possible damage and to ensure alignment of the specimen in the fixture. In particular, there should be an equal amount of overhang of the specimen beyond the outer bearings and the specimen should be directly centered below the axis of the applied load.

8.3 Slowly apply the load at right angles to the fixture. The maximum permissible stress in the specimen due to initial load shall not exceed 25 % of the mean strength. Inspect the points of contact between the bearings and the specimen to ensure even line loading and that no dirt or contamination is present. If uneven line loading of the specimen occurs, use fully articulating fixtures.

8.4 Mark the specimen to identify the points of load application and also so that the tensile and compression faces

can be distinguished. Carefully drawn pencil marks will suffice.

8.5 Put cotton, crumbled tissues, or other appropriate material around specimen to prevent pieces from flying out of the fixtures upon fracture. This step may help ensure operator's safety and preserve primary fracture pieces for subsequent fractographic analysis.

8.6 *Loading Rates*—The crosshead rates are chosen so that the strain rate upon the specimen shall be of the order of  $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

8.6.1 The strain rate for either the three- or four-point- $1/4$  point mode of loading is as follows:

$$\dot{\epsilon} = 6 ds/L^2$$

where:

$\dot{\epsilon}$  = strain rate,

TABLE 4 Crosshead Speeds for Displacement-Controlled Testing Machine

Configuration	Crosshead Speeds, mm/min
A	0.2
B	0.5
C	1.0



## C 1161

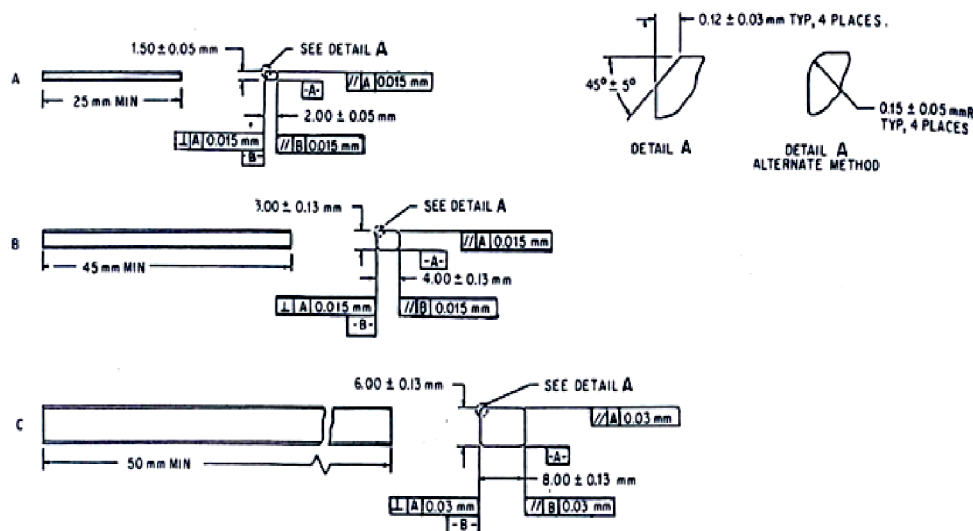


FIG. 4 The Standard Test Specimens

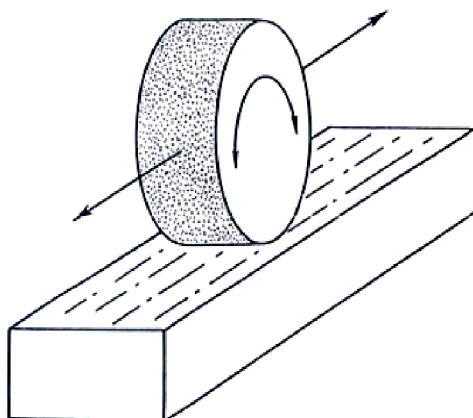


FIG. 5 Surface Grinding Parallel to the Specimen Longitudinal Axis

$d$  = specimen thickness,  
 $s$  = crosshead speed, and  
 $L$  = outer (support) span.

8.6.2 Crosshead speeds for the different testing configurations are given in Table 4.

8.6.3 Times to failure for typical ceramics will range from 3 to 30 s. It is assumed that the fixtures are relatively rigid and that most of the testing-machine crosshead travel is imposed as strain on the test specimen.

8.7 *Breakload*—Measure the breakload with an accuracy of  $\pm 0.5\%$ .

8.8 *Specimen Dimension*—Determine the thickness and width of each specimen to within 0.0025 mm (0.0001 in.). In

order to avoid damage in the critical area, it is recommended that measurement be made after the specimen has broken at a point near the fracture origin. It is highly recommended to retain and preserve all primary fracture fragments for fractographic analysis.

8.9 Determine the relative humidity in accordance with Test Method E 337.

8.10 The occasional use of a strain-gaged specimen is recommended to verify that there is negligible error in stress, in accordance with 11.2.

## 9. Calculation

9.1 The standard formula for the strength of a beam in four-point- $1/4$  point flexure is as follows:

$$S = \frac{3PL}{4bd^2} \quad (1)$$

where:

$P$  = breakload,  
 $L$  = outer (support) span,  
 $b$  = specimen width, and  
 $d$  = specimen thickness.

9.2 The standard formula for the strength of a beam in three-point flexure is as follows:

$$S = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (2)$$

9.3 Equations 1 and 2 shall be used for the reporting of results and are the common equations used for the flexure strength of a specimen.

NOTE 1—It should be recognized however, that Eqs 1 and 2 do not necessarily give the stress that was acting directly upon the flaw that caused failure. (In some instances, for example, for fracture mirror or fracture toughness calculations, the fracture stress must be corrected for subsurface origins and breaks outside the gage length.)

 C 1161

NOTE 2—The conversion between pounds per square inch (psi) and megapascals (MPa) is included for convenience (145.04 psi = 1 MPa; therefore, 100 000 psi = 100 ksi = 689.5 MPa.)

## 10. Report

10.1 Test reports shall include the following:

10.1.1 Test configuration and specimen size used.

10.1.2 The number of specimens ( $n$ ) used.

10.1.3 All relevant material data including vintage data or billet identification data. (Did all specimens come from one billet?) As a minimum, the date the material was manufactured shall be reported.

10.1.4 Exact method of specimen preparation, including all stages of machining.

10.1.5 Heat treatments or exposures, if any.

10.1.6 Test environment including humidity (Test Method E 337) and temperature.

10.1.7 Strain rate or crosshead rate.

10.1.8 Report the strength of every specimen in megapascals (pounds per square inch) to three significant figures.

10.1.9 Mean ( $\bar{S}$ ) and standard deviation ( $SD$ ) where:

$$\bar{S} = \frac{\sum S}{n} \quad (3)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (S - \bar{S})^2}{(n - 1)}} \quad (4)$$

10.1.10 Report of any deviations and alterations from the procedures described in this test method.

## 11. Precision and Bias

11.1 The flexure strength of a ceramic is not a deterministic quantity, but will vary from one specimen to another. There will be an inherent statistical scatter in the results for finite sample sizes (for example, 30 specimens). Weibull statistics can model this variability as discussed in Refs (1) and (6–10). This test method has been devised so that the precision is very high and the bias very low compared to the inherent variability of strength of the material.

### 11.2 Experimental Errors:

11.2.1 The experimental errors in the flexure test have been thoroughly analyzed and documented in Ref (1). The specifications and tolerances in this test method have been chosen such that the individual errors are typically less than 0.5 % each and the total error is probably less than 3 % for

four-point configurations B and C. (A conservative upper limit is of the order of 5 %.) This is the maximum possible error in stress for an individual specimen.

11.2.2 The error due to cross-section reduction associated with chamfering the edges can be of the order of 1 % for configuration B and less for configuration C in either three or four-point loadings, as discussed in Ref (1). The chamfer sizes in this test method have been reduced relative to those allowed in MIL-STD-1942 (MR). Chamfers larger than specified in this test method shall require a correction to stress calculations as discussed in Ref (1).

11.2.3 Configuration A is somewhat more prone to error which is probably greater than 5 % in four-point loading. Chamfer error due to reduction of cross-section areas is 4.1 %. For this reason, this configuration is not recommended for design purposes, but only for characterization and materials development.

11.3 An intralaboratory comparison of strength values of a high purity (99.9 %) sintered alumina was held (7). Three different individuals with three different universal testing machines on three different days compared the strength of lots of 30 specimens from a common batch of material. Three different fixtures, but of a common design, were used. The mean strengths varied by a maximum of 2.4 % and the Weibull moduli by a maximum of 27 % (average of 11.4). Both variations are well within the inherent scatter predicted for sample sizes of 30 as shown in Refs (1), (7), and (9).

11.4 An interlaboratory comparison of strength of the same alumina as cited in 11.3 was made between two laboratories. A 1.3 % difference in the mean and an 18 % difference in Weibull modulus was observed, both of which are well within the inherent variability of the material.

11.5 An interlaboratory comparison of strength of a different alumina and of a silicon nitride was made between seven international laboratories. Reference (7) is a comprehensive report on this study which tested over 2000 specimens. Experimental results for strength variability on B specimens, in both three- and four-point testing, were generally consistent with analytical predictions of Ref (9). For a material with a Weibull modulus of 10, estimates of the mean (or characteristic strength) for samples of 30 specimens will have a coefficient of variance of 2.2 %. The coefficient of variance for estimates of the Weibull modulus is 18 %.

## 12. Keywords

12.1 advanced ceramics; flexural strength; four-point flexure; three-point flexure

 C 1161

## APPENDIX

(Nonmandatory Information)

## XI. ALTERNATIVE PROCEDURE

X1.1 An alternative procedure is given in the following paragraphs. This alternate procedure may be used when the procedures in the main text are not suitable.

X1.2 *Fixture Spans*—A support span of 38.10 mm (1.5 in.) shall be used for three- or four-point loading, and a loading span of 19.05 mm (0.75 in.) shall be used for the four-point loading.

X1.3 *Bearing Diameter*—A bearing diameter of 4.5 to 5.0 mm diameter shall be used.

X1.4 *Specimen Size*—The specimen size D shall be as given in Fig. X1.1. The width is 6.35 mm (0.25 in.); the

thickness, 3.18 mm (0.125 in.) and the length greater than 45 mm (1.8 in.).

X1.5 *Crosshead Speed*—Crosshead speed shall be 0.5 mm/min (0.02 in./min).

X1.6 All other testing procedures and tolerances are as specified in the main text for the B configuration.

X1.7 *Precision and Bias*—Data on precision and bias obtained during an interlaboratory round robin study of the flexure strength of a sintered silicon nitride will be published soon. This study was conducted as a subtask of a larger International Energy Agency (IEA) round robin effect (11).

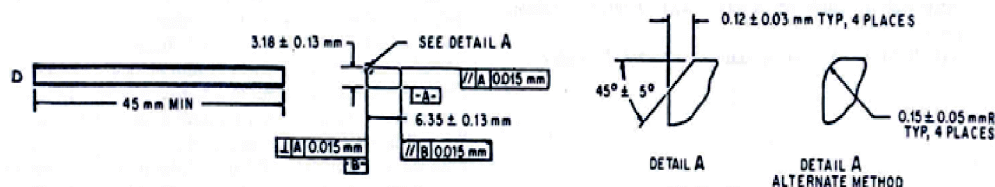


FIG. X1.1 The Alternative 'D' Test Specimen

## REFERENCES

- (1) Baratta, F. I., Quinn, G. D., and Matthews, W. T., "Errors Associated With Flexure Testing of Brittle Materials," U.S. Army MTL TR 87-35, July 1987.
- (2) Quinn, G. D., Baratta, F. I., and Conway, J. A., "Commentary on U.S. Army Standard Test Method for Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature," U.S. Army AMMRC 85-21, August 1985.
- (3) Hoagland, R., Marshall, C., and Duckworth, W., "Reduction of Errors in Ceramic Bend Tests," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 59, No. 5-6, May-June, 1976, pp. 189-192.
- (4) Quinn, G. D., and Baratta, F. I., "Flexure Data, Can It Be Used For Ceramics Part Design?" *Advanced Materials and Processes*, December 1985, pp. 31-35.
- (5) Quinn, G. D., "Properties Testing and Materials Evaluation," *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Vol 5, May-June 1984, pp. 298-311.
- (6) Quinn, G. D., "Fractographic Analysis and the Army Flexure Test Method," *Fractography of Glass and Ceramics*, Vol 22 of *Advances in Ceramics*, American Ceramic Society, 1988, pp. 314-334.
- (7) Quinn, G. D., "Flexure Strength of Advanced Ceramics—A Round Robin Exercise," U.S. Army MTL TR 89-62, July 1989.
- (8) Davies, D. G. S., "The Statistical Approach to Engineering Design in Ceramics," *Proceedings of the British Ceramic Society*, Vol 22, 1979, pp. 429-452.
- (9) Ritter, J. Jr., Bandyopadhyay, N., and Jakus, K., "Statistical Reproducibility of the Dynamic and Static Fatigue Experiments," *Ceramic Bulletin*, Vol 60, No. 8, 1981, pp. 798-806.
- (10) Weibull, W., "Statistical Distribution Function of Wide Applicability," *Journal of Applied Mechanics*, Vol 18, 1951, p. 293.
- (11) Tennery, V., "International Energy Agency Annex II," *Ceramic Technology Newsletter*, Number 23, April-June 1989.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.



Designation: C 1327 - 96a

## Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 1327; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the Vickers indentation hardness of advanced ceramics.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>2</sup>
- E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods<sup>3</sup>
- E 380 Practice for Use of the International System of Units (SI) (the Modernized Metric System)<sup>3</sup>
- E 384 Test Method for Microhardness of Materials<sup>2</sup>
- E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>3</sup>

#### 2.2 European Standard:

CEN ENV 843-4 Advanced Technical Ceramics, Monolithic Ceramics, Mechanical Properties at Room Temperature, Part 4: Vickers, Knoop and Rockwell Superficial Hardness<sup>4</sup>

#### 2.3 Japanese Standard:

JIS R 1610 Testing Method for Vickers Hardness of High Performance Ceramics<sup>5</sup>

#### 2.4 ISO Standard:

ISO 6507/2 Metallic Materials—Hardness test—Vickers test—Part 2: HV0.2 to less than HV5<sup>6</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definition:

3.1.1 *Vickers hardness number (HV), n*—the number obtained by dividing the applied load in kilograms-force by the surface area of the indentation in square millimetres computed from the mean of the measured diagonals of the indentation. It is assumed that the indentation is an imprint of the undeformed indenter.

### 4. Summary of Test Method

4.1 This test method describes an indentation hardness test using a calibrated machine to force a pointed, square base, pyramidal diamond indenter having specified face angles, under a predetermined load, into the surface of the material under test and to measure the surface-projected diagonals of the resulting impression after removal of the load.

NOTE 1—A general description of the Vickers indentation hardness test is given in Test Method E 384. The present method is very similar, has most of the same requirements, and differs only in areas required by the special nature of advanced ceramics. This test method also has many elements in common with standards ENV 843-4 and JIS R 1610, which are also for advanced ceramics.

### 5. Significance and Use

5.1 For advanced ceramics, Vickers indenters are used to create indentations whose surface-projected diagonals are measured with optical microscopes. The Vickers indenter creates a square impression from which two surface-projected diagonal lengths are measured. Vickers hardness is calculated from the ratio of the applied load to the area of contact of the four faces of the undeformed indenter. (In contrast, Knoop indenters are also used to measure hardness, but Knoop hardness is calculated from the ratio of the applied load to the projected area on the specimen surface.)

5.2 Vickers indentation hardness is one of many properties that is used to characterize advanced ceramics. Attempts have been made to relate Vickers indentation hardness to other hardness scales, but no generally accepted methods are available. Such conversions are limited in scope and should be used with caution, except for special cases where a reliable basis for the conversion has been obtained by comparison tests.

5.3 Vickers indentation diagonal lengths are approximately 2.8 times shorter than the long diagonal of Knoop indentations, and the indentation depth is approximately 1.5 times deeper than Knoop indentations made at the same load.

5.4 Vickers indentations are influenced less by specimen surface flatness, parallelism, and surface finish than Knoop indentations, but these parameters must be considered nonetheless.

5.5 Vickers indentations are much more likely to cause cracks in advanced ceramics than Knoop indentations. The cracks may influence the measured hardness by fundamentally altering the deformation processes that contribute to the formation of an impression, and they may impair or preclude measurement of the diagonal lengths due to excessive damage at the indentation tips or sides.

5.6 A full hardness characterization includes measure-

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-28 on Advanced Ceramics and is the direct responsibility of Subcommittee C28.01 on Properties and Performance.

Current edition approved Dec. 10, 1996. Published February 1997. Originally published as C 1327 - 96. Last previous edition C 1327 - 96.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>4</sup> Available from European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.

<sup>5</sup> Available from Japanese Standards Association, Tokyo, Japan.

<sup>6</sup> Available from International Standards Organization, Geneva, Switzerland.

C 1327

ments over a broad range of indentation loads. A comprehensive characterization of this type is recommended but is beyond the scope of this test method, which measures hardness at a single, designated load.

## 6. Interferences

6.1 Cracking from the indentation tips can interfere with determination of tip location and thus the diagonal length measurements.

6.2 Cracking or spalling around the Vickers impression may occur and alter the shape and clarity of the indentation, especially for coarse-grained ceramics whereby grains may cleave and dislodge. The cracking may occur in a time-dependent manner (minutes or hours) after the impression is made.

6.3 Porosity (either on or just below the surface) may interfere with measuring Vickers hardness, especially if the indentation falls directly onto a large pore or if the indentation tip falls in a pore.

6.4 At higher magnifications in the optical microscope, it may be difficult to obtain a sharp contrast between the indentation tip and the polished surface of some advanced ceramics. This may be overcome by careful adjustment of the lighting as discussed in Test Method E 384.

## 7. Apparatus

### 7.1 Testing Machines:

7.1.1 There are two general types of machines available for making this test. One type is a self-contained unit built for this purpose, and the other type is an accessory available to existing microscopes. Usually, this second type is fitted on an inverted-stage microscope. Descriptions of the various machines are available (1-3).<sup>7</sup>

7.1.2 Design of the machine should be such that the loading rate, dwell time, and applied load can be set within the limits set forth in 10.5. It is an advantage to eliminate the human element whenever possible by appropriate machine design. The machine should be designed so that vibrations induced at the beginning of a test will be damped out by the time the indenter touches the sample.

7.1.3 The calibration of the balance beam should be checked monthly or as needed. Indentations in standard reference materials may also be used to check calibration when needed.

### 7.2 Indenter:

7.2.1 The indenter shall meet the specifications for Vickers indenters. See Test Method E 384. The four edges formed by the four faces of the indenter shall be sharp. Chamfered edges (as in Ref (4)) are not permitted. The tip offset shall be not more than 0.5  $\mu\text{m}$  in length.

7.2.2 Figure 1 shows the indenter. The depth of the indentation is  $\frac{1}{2}$  the length of the diagonal. The indenter has an angle between opposite faces of  $136^\circ 0 \text{ min}$  ( $\pm 30 \text{ min}$ ).

7.2.3 The diamond should be examined periodically; and if it is loose in the mounting material, chipped, or cracked, it shall be replaced.

<sup>7</sup> The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this test method.

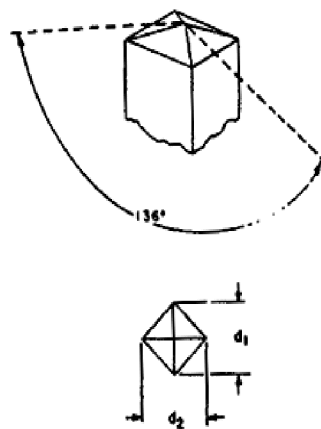


FIG. 1 Vickers Indenter

NOTE 2—This requirement is from Test Method E 384 and is especially pertinent to Vickers indenters used for advanced ceramics. Vickers indenters are often used at high loads in advanced ceramics in order to create cracks. Such usage can lead to indenter damage. The diamond indenter can be examined with a scanning electron microscope, or indents can be made into soft copper to help determine if a chip or crack is present.

### 7.3 Measuring Microscope:

7.3.1 The measurement system shall be constructed so that the length of the diagonals can be determined with errors not exceeding  $\pm 0.0005 \text{ mm}$ .

NOTE 3—Stage micrometres with uncertainties less than this should be used to establish calibration constants for the microscope. See Test Method E 384. Ordinary stage micrometres, which are intended for determining the approximate magnification of photographs, may be too coarsely ruled or may not have the required accuracy and precision.

7.3.2 The numerical aperture (NA) of the objective lens shall be between 0.65 and 0.90.

NOTE 4—The apparent length of a Vickers indentation will increase as the resolving power and NA of a lens increases. The variation is much less than that observed in Knoop indentations, however (2, 5, 6). The range of NA specified by this test method corresponds to 40 to 100X objective lenses. The higher power lenses may have higher resolution, but the contrast between the indentation tips and the polished surface may be less.

7.3.3 A filter may be used to provide monochromatic illumination. Green filters have proved to be useful.

## 8. Preparation of Apparatus

8.1 *Verification of Load*—Most of the machines available for Vickers hardness testing use a loaded beam. This beam shall be tested for zero load. An indentation should not be visible with zero load, but the indenter should contact the sample. Methods of verifying the load application are given in Practices E 4.

8.2 *Separate Verification of Load, Indenter, and Measuring Microscope*—Procedures in Test Method E 384, Section 14, may be followed.

8.3 *Verification by Standard Reference Materials*—Standard reference blocks, SRM No. 2831, of tungsten carbide that are available from the National Institute of Standards

 C 1327

and Technology<sup>8</sup> can be used to verify that an apparatus produces a Vickers hardness within  $\pm 5\%$  of the certified value.

## 9. Test Specimens

9.1 The Vickers indentation hardness test is adaptable to a wide variety of advanced ceramic specimens. In general, the accuracy of the test will depend on the smoothness of the surface and, whenever possible, ground and polished specimens should be used. The back of the specimen shall be fixed so that the specimen cannot rock or shift during the test.

9.1.1 *Thickness*—As long as the specimen is over ten times as thick as the indentation depth, the test will not be affected. In general, if specimens are at least 0.50 mm thick, the hardness will not be affected by variations in the thickness.

9.1.2 *Surface Finish*—Specimens should have a ground and polished surface. The roughness should be less than 0.1  $\mu\text{m}$  rms. However, if one is investigating a surface coating or treatment, one cannot grind and polish the specimen.

NOTE 5—This requirement is necessary to ensure that the surface is flat and that the indentation is sharp. Residual stresses from polishing are of less concern for most advanced ceramics than for glasses or metals. References (7) and (8) report that surfaces prepared with 1  $\mu\text{m}$  or finer diamond abrasive had no effect on measured ceramic hardness. Hardness was only affected when the surface finish had an optically resolvable amount of abrasive damage (7). (Extra caution may be appropriate during polishing of transformation toughening ceramics, such as some zirconias, since the effect upon hardness is not known.)

## 10. Procedure

10.1 *Specimen Placement*—Place the specimen on the stage of the machine so that the specimen will not rock or shift during the measurement. The specimen surface shall be clean and free of any grease or film.

### 10.2 Specimen Leveling:

10.2.1 The surface of the specimen being tested shall lie in a plane normal to the axis of the indenter. The angle of the indenter and specimen surface should be within  $2^\circ$  perpendicular.

NOTE 6—Greater amounts of tilting produce nonuniform indentations and invalid test results. A  $2^\circ$  tilt will cause an asymmetrical indentation which is just noticeable, and will cause a 1% error in hardness (9).

10.2.2 If one leg of a diagonal is noticeably longer than the other leg of the same diagonal, resulting in a deformed indentation, misalignment is probably present and should be corrected before proceeding with any measurements. See Test Method E 384.

10.2.3 Leveling the specimen is facilitated if one has a leveling device.<sup>9</sup>

10.3 *Magnitude of Test Load*—A test load of 9.81 N (1 kgf) is specified. If another load is used because of a special

requirement, or due to cracking problems at 9.81 N, then the reporting procedure of 12.6 shall be used.

10.4 *Clean the Indenter*—The indenter shall be cleaned prior to and during a test series. A cotton swab with ethanol, methanol, or isopropanol may be used. Indenting into soft copper also may help remove debris.

NOTE 7—Ceramic powders or fragments from the ceramic test piece can adhere to the diamond indenter.

### 10.5 Application of Test Load:

10.5.1 Start the machine smoothly. The rate of indenter motion prior to contact with the specimen shall be 0.015 to 0.070 mm/s. If the machine is loaded by an electrical system or a dash-pot lever system, it should be mounted on shock absorbers which damp out all vibrations by the time the indenter touches the specimen.

NOTE 8—This rate of loading is consistent with Test Method E 384.

10.5.2 The time of application of the full test load shall be 15 s ( $\pm 2$ ) unless otherwise specified. After the indenter has been in contact with the specimen from this required dwell time, raise it carefully off the specimen to avoid a vibration impact.

10.5.3 The operator shall not bump or inadvertently contact the test machine or associated support (for example, the table) during the period of indenter contact with the specimen.

10.6 *Spacing of Indentations*—Allow a distance of at least four diagonal lengths between the centers of the indentations as illustrated in Fig. 2. If there is cracking from the indentations, the spacing shall be increased to at least five times the length of the cracks, as shown in Fig. 2.

### 10.7 Acceptability of Indentations:

10.7.1 If there is excessive cracking from the indentation tips and sides, or the indentation is asymmetric, the indent shall be rejected for measurement. Figure 3 provides guid-

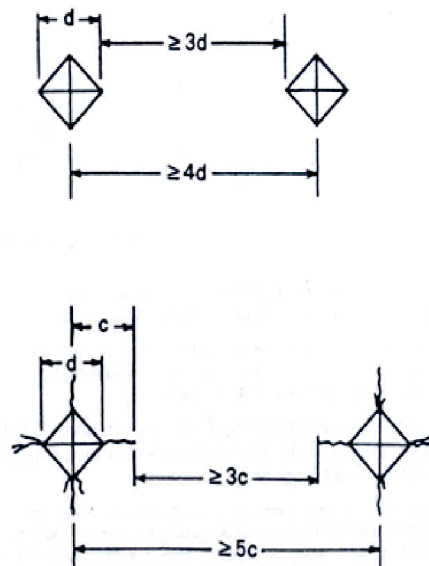


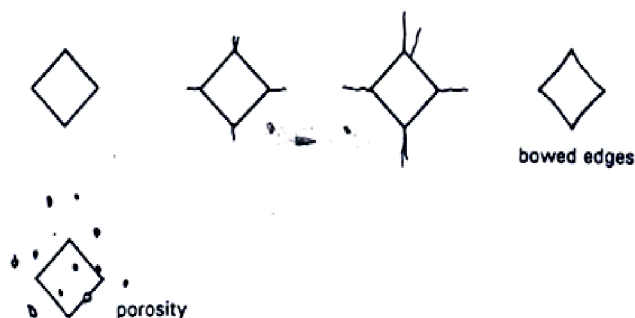
FIG. 2 Closest Permitted Spacing for Vickers Indentations

<sup>8</sup> National Institute of Standards and Technology, Standard Reference Materials Program, Gaithersburg, MD 20899.

<sup>9</sup> The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is the Tukon Tester leveling device, available from the Wilson Division of Instron Corp. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend.

 C 1327

## ACCEPTABLE INDENTATIONS



## UNACCEPTABLE INDENTATIONS

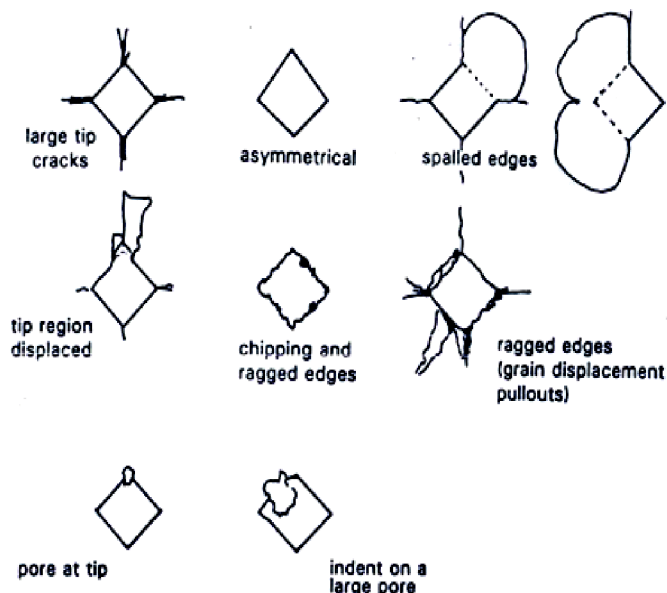


FIG. 3 Guidelines for the Acceptance of Indentations

ance in this assessment. If this occurs on most indentations, a lower indentation load (recommended 4.90 N) may be tried.

NOTE 9—If the indentations are still not acceptable, this test method shall not be used to measure hardness. It is recommended that hardness be evaluated by the Knoop hardness method.

10.7.2 If an indentation tip falls in a pore, the indentation shall be rejected. If the indentation lies in or on a large pore, the indent shall be rejected.

NOTE 10—In many ceramics, porosity may be small and finely distributed. The indentations will intersect some porosity. The measured hardness in such instances properly reflects a diminished hardness relative to the fully dense advanced ceramic. The intent of the restrictions in 10.6 is to rule out obviously unsatisfactory or atypical

indentations for measurement purposes.

10.7.3 If the impression has an irregularity that indicates the indenter is chipped or cracked, the indent shall be rejected and the indenter shall be replaced.

10.8 In some materials, cracking around the indent may occur in a time dependent manner. If this occurs, the indentation size measurements specified in Section 11 should be made as soon as is practical after the indentation is made. That is, each indent should be measured immediately after it is made (instead of making five or ten indentations and then measuring them).

10.9 *Location of Indentations*—Indentations shall be made in representative areas of the advanced ceramic

 C 1327

microstructure. They shall not be restricted to high density regions if such regions exist.

10.10 *Number of Indentations*—For homogeneous and fully dense advanced ceramics, at least five and preferably ten acceptable indentations shall be made. If the ceramic is multiphase, not homogeneous, or not fully dense, ten acceptable indentations shall be made.

### 11. Measurement of Indentation

11.1 The accuracy of the test method depends to a very large extent on this measurement, as follows:

11.1.1 If the measuring system contains a light source, take care to use the system only after it has reached equilibrium temperature. This is because the magnification of a microscope depends on the tube length.

11.1.2 Calibrate the measuring system carefully with an accurate and precision stage micrometer or with an optical grating.

11.1.3 Adjust the illumination and focusing conditions carefully as specified in Test Method E 384 to obtain the optimum view and clarity of the impression. Proper focus and illumination are critical for accurate and precise readings. Both indentation tips shall be in focus at the same time. Do not change the focus once the measurement of the diagonal length has begun.

NOTE 11—The lighting intensity and the settings of the field and aperture diaphragms can have a noticeable effect upon the apparent location of the tips in Vickers indentations. Consult the manufacturer's guidelines for optimum procedures. Additional information is presented in Test Method E 384. In general, the field diaphragm can be closed so that it barely enters or just disappears from the field of view. The aperture diaphragm can be closed in order to reduce glare and sharpen the image, but it should not be closed so much as to cause diffraction that distorts the edges of the indentation.

NOTE 12—Uplift and curvature of the sides of the impressions may be substantial in impressions in advanced ceramics, which may cause the sides of the impression to be slightly out of focus. The tips of the impression shall be focused on for measurement of the indentation diagonals. It may be helpful to focus on a small microstructural feature on the flat specimen surface just beyond the indentation tips.

11.1.4 If either a measuring microscope or a filar micrometer eyepiece is used, always rotate the drum in the same direction to eliminate backlash errors.

11.1.5 Follow the manufacturer's guidelines for the use of crosshairs or graduated lines. To eliminate the influence of the thickness of the line, always use the same edge of the crosshair or graduation line. CAUTION—Serious systematic errors can occur due to improper crosshair usage. Procedures vary considerably between different equipment. In nearly all instances, the crosshairs should not be placed entirely over or fully cover the indentation tip as shown in Fig. 4a. The indentation tip should be just visible in the fringe of light on the side of the crosshair or graduated line as shown in Fig. 4b or 4c. In some measuring systems with twin crosshairs, the measurement is made with the inside edge of the two lines as shown in Fig. 4b. In other measuring systems, particularly those with a single moveable crosshair, the measurement is made with the same side of the crosshair as shown in Fig. 4c.

11.1.6 Read the two diagonals of the indent to within 0.00025 mm and determine the average of the diagonal lengths.

11.1.7 Use the same filters in the light system at all times. Usually a green filter is used.

11.1.8 For transparent or translucent ceramics, where contrast is poor, the specimen may be coated (for example, a gold/palladium coating) to improve the measurability of the indents (4). Such coatings shall be less than 50 nm thick and shall be applied after the indentations have been made. Never indent into coatings made to enhance visibility.

### 12. Calculation

12.1 Vickers hardness may be calculated and reported either in units of GPa (12.2) or as Vickers hardness number (12.3).

12.2 The Vickers hardness with units of GPa is computed as follows:

$$HV = 0.0018544 (P/d^2) \quad (1)$$

where:

$P$  = load, N, and

$d$  = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 13—This computation and set of units are in accordance with the recommendations of Practice E 380.

12.3 The Vickers hardness number is computed as follows:

$$HV = 1.8544 (P/d^2) \quad (2)$$

where:

$P$  = load, kgf, and

$d$  = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 14—This computation is consistent with Test Method E 384.

Alternately, the Vickers hardness number also may be computed as follows:

$$HV = (0.102)(1.8544)(P/d^2) \quad (3)$$

where:

$P$  = load, N, and

$d$  = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 15—This computation is consistent with ISO 6507/2, ENV 843-4, and JIS R 1610.

NOTE 16—Equations 2 and 3 compute the Vickers hardness number, which is a dimensionless number; for example,  $HV = 1500$ .  $HV$  formerly had been assigned units of kgf/mm<sup>2</sup>. Equations 2 and 3 produce the same Vickers hardness number.

NOTE 17—The factor 0.102 in Eq 3 becomes necessary through the introduction of the SI unit newton for the test force instead of kilogram-force to avoid changing the value of the Vickers hardness number from its traditional units.

12.4 The mean hardness,  $\overline{HV}$ , is:

$$\overline{HV} = \frac{\sum HV_n}{n} \quad (4)$$

where:


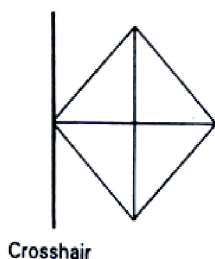
$HV_n$  =  $HV$  obtained from  $n$ th indentation and

$n$  = number of indentations.

12.5 The standard deviation,  $S$ , is:

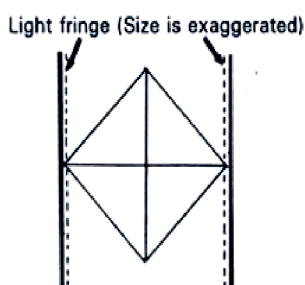
$$S = \sqrt{\frac{\sum (HV - \overline{HV})^2}{n - 1}} \quad (5)$$




 C 1327


Crosshair

- (a) INCORRECT. Crosshair completely covers the tip.

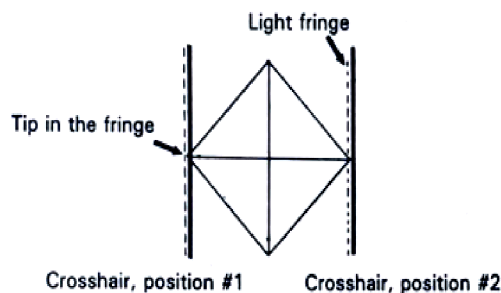


Crosshair 1      Crosshair 2

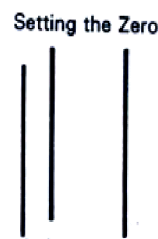


Setting the Zero

- (b) CORRECT. Double crosshair measurement system, whereby the indentation is intended to be measured between two crosshairs or measuring lines. Indentation tips should be on the inside edge (in the fringe) of each crosshair. The measuring system is zeroed by bringing the inside measuring line inside edges together as shown on the right.



Crosshair, position #1      Crosshair, position #2



Setting the Zero

- (c) CORRECT. Single crosshair and some double crosshair measurement systems. The indentation tip is on the same side of the crosshair line(s). The measuring system is zeroed with the tip on the same side of one line for a single crosshair system, or with both lines superimposed in a double crosshair system as shown on the right.

FIG. 4. Crosshair Measurement Systems

12.6 The hardness symbol *HV* shall be supplemented by a number indicating the test force used, expressed in newtons multiplied by 0.102 (and therefore equal to the test force expressed in kilograms-force), and optionally a number indicating the duration of test force applications in seconds. So,

for example, *HV*1/15 means the Vickers hardness for an applied test force of 9.81 N (1 kgf) applied for 15 s at full load.

### 13. Report

13.1 The report shall include the following information:

 C 1327

- 13.1.1 Mean  $HV$ ,
- 13.1.2 Test load,
- 13.1.3 Duration of test load,
- 13.1.4 Standard deviation,
- 13.1.5 Test temperature and humidity,
- 13.1.6 Number of satisfactory indentations measured, as well as the total number of indents made,
- 13.1.7 Surface conditions and surface preparation,
- 13.1.8 Thermal history of the sample,
- 13.1.9 The extent of cracking (if any) observed, and
- 13.1.10 Deviations from the specified procedures, if any.

#### 14. Precision and Bias

14.1 The precision and bias of microhardness measurements depend on strict adherence to the stated test procedure and are influenced by instrumental and material factors and indentation measurement errors.

14.2 The consistency of agreement for repeated tests on the same material is dependent on the homogeneity of the material, repeatability and reproducibility of the hardness tester, and consistent, careful measurements of the indents by a competent operator.

14.3 Instrumental factors that can affect test results include accuracy of loading, inertia effects, speed of loading, vibrations, the angle of indentation, lateral movement of the indenter or sample, indentation, and indenter shape deviations. Results are particularly sensitive to vibration or impact, which will produce larger indents and lower apparent hardness results.

14.4 The largest source of error or uncertainty in hardness usually arises from the error and uncertainty in the measurement of the diagonal length.

14.4.1 The harder the material, the smaller the indent size is. Therefore, hardness uncertainties are usually greater for harder materials.

14.4.2 Diagonal length measurement errors include inaccurate calibration of the measuring device, inadequate resolving power of the objective, insufficient magnification, operator bias in sizing the indents, poor image quality, and nonuniform illumination. These can contribute to both bias and precision errors.

14.4.3 The numerical aperture (NA) of the objective lens determines the maximum useful magnification and the resolving power of the microscope. The higher the NA of the lens, the longer the indentation will appear. This limited resolution leads to a bias error since the microscope is not able to resolve the exact tip and thus leads to underestimates

**TABLE 1 Precision of Diagonal Length Measurements Estimated from an Interlaboratory Round Robin Project (10, 11)**

Load, $P$ (N)	Number of Labora- tories	Average Diagonal Length, $d$ ( $\mu\text{m}$ )	Within-Laboratory Repeatability		Between-Laboratory Reproducibility	
			Expanded Uncer- tainty <sup>c</sup> ( $\mu\text{m}$ )	Coeffi- cient of Variation, %	Expanded Uncer- tainty <sup>c</sup> ( $\mu\text{m}$ )	Coeffi- cient of Variation, %
9.81 <sup>A</sup>	10	34.52	0.56	0.58	2.94	3.05
9.81 <sup>B</sup>	8	34.57	0.62	0.64	2.70	2.79

<sup>A</sup> Indentations made by organizing laboratory. Outlier results from one laboratory deleted.

<sup>B</sup> Indentations made by participating laboratories. Outlier results from two laboratories deleted. One other laboratory did not do this part of the exercise.

<sup>C</sup> Coverage factor of 2.8, corresponding to a 95 % confidence interval.

of the true length. The theoretical shortening is estimated to be  $\lambda/2NA$ , where  $\lambda$  is the wavelength of the light used (2, 5). Experimental evidence indicates that actual shortening is less than this, but the use of different NA objective lenses will contribute to a reproducibility (between-laboratory) uncertainty of less than  $\pm 0.2 \mu\text{m}$  (5, 6). (This error is substantially less for Vickers indentations than for Knoop indentations.)

14.5 A round robin was conducted to evaluate the suitability of tungsten carbide-cobalt specimens as standard hardness test blocks (10, 11). The results of this eleven-laboratory round robin can be used to evaluate the precision of Vickers hardness measurements for a hard material ( $\sim 15$  GPa) that does not pose difficult measuring problems. Within-laboratory repeatability and between-laboratory reproducibility were evaluated in accordance with Practices E 177 and E 691. The results are listed in Table 1, which shows the repeatability and reproducibility in measured diagonal lengths. The hardness repeatability interval when expressed as a percentage is double the diagonal-length repeatability interval. Participants read five indents made at 9.81 N at the organizing laboratory, and also made and measured five of their own indents at the same load. The within-laboratory hardness repeatabilities were 1.2 and 1.3 % (coefficient of variation, COV), respectively. The between-laboratory hardness reproducibilities were 6.1 and 5.6 % (COV), respectively. The reproducibility estimates were made after deleting one or two outlier sets as noted in Table 1. The reproducibility uncertainty includes both the hardness measurement uncertainty and the variations in hardness ( $\pm 2.8$  %, COV) of the eight blocks used in the round robin.

#### 15. Keywords

15.1 advanced ceramics; cracks; indentation; microscope; Vickers hardness

 C 1327

## REFERENCES

- (1) Small, L., *Hardness Theory and Practice (Part I: Practice)*, Service Diamond Tool Co., Ann Arbor, MI, 1960, pp. 241-243.
- (2) Mott, B. W., *Micro-Indentation Hardness Testing*, Butterworth's Scientific Publications, London, 1956.
- (3) Blau, P. J., "Methods and Applications of Microindentation Hardness Testing," *Applied Metallography*, Vander Voort, G. F., ed., Van Nostrand-Reinhold, 1986, pp. 123-138.
- (4) Clinton, D. J., and Morrell, R., "Hardness Testing of Ceramic Materials," *Material Chemistry and Physics*, Vol 17, 1987, pp. 461-473.
- (5) Brown, A. R. G., and Ineson, E., "Experimental Survey of Low-Load Hardness Testing Machines," *Journal of Iron and Steel Institute*, Vol 169, 1951, pp. 376-388.
- (6) Gahn, J., "Neurere Erkenntnisse zur Mikro-Härte," (New Results on Microhardness), Verein Deutscher Ingenieure-Berichte (*Society of German Engineers, Reports*), Nr 160, 1972, pp. 25-41.
- (7) Naylor, M. G. S., and Page, T. F., "Microhardness, Friction and Wear of SiC and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Materials as a Function of Load, Temperature and Environment," Third Annual Technical Report, October 1981, Cambridge University, England.
- (8) Thibault, N. W., and Nyquist, H. L., "The Measured Hardness of Hard Substances and Factors Affecting Its Determination," *Transactions of the American Society of Metals*, Vol 38, 1947, pp. 271-330.
- (9) Mulhearn, T. O., and Samuels, L. E., "The Errors Introduced into Diamond Pyramid Hardness Testing by Tilting the Specimen," *Journal of Iron and Steel Institute*, August 1955, pp. 354-359.
- (10) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Development of Ceramic Hardness Reference Materials," *New Horizons for Materials, Proceedings of the 8th World Congress on Ceramics*, Florence, Italy, July 1994, Vincenzini, P., ed., Techna, Faenza, 1995, pp. 617-624.
- (11) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Hardness Standard Reference Materials (SRM) for Advanced Ceramics," *Verein Deutscher Ingenieure Reports*, 1194, 1995, pp. 255-264.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.*

**ภาคผนวก ง**

**ตัวอย่างการคำนวณ Modulus of Rupture (MOR)**

**Hardness และ Toughness**

## ง.1 การคำนวณค่า Modulus of rupture

การคำนวณค่า Modulus of Rupture จะใช้ค่าขนาดน้ำหนักที่กด ความกว้าง ความกว้างของ จูดรองรับและความสูง มาทำการคำนวณตามสมการที่ ง.1

$$\text{MOR} = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (\text{ง.1})$$

โดย MOR = ความทนต่อการดัดโค้งของชิ้นงาน (MPa)  
 P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก (N)  
 L = ความกว้างของจูดรองรับตัวอย่าง (mm)  
 b = ความกว้างของตัวอย่าง (mm)  
 d = ความสูงของตัวอย่าง (mm)

ตารางที่ ง.1 ข้อมูลขนาดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C

กว้าง (b, mm)	สูง (d, mm)	ความกว้างของจูดรองรับ (L, mm)
5	5	20

จากค่าที่ได้ในตารางที่ ง.1 สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{MOR} &= 3 \times (1245.83 \text{ N})(20 \text{ mm}) / (2 \times (5 \text{ mm})(5 \text{ mm})^2) \\ &= 74749.8 / 250 \\ &= 299 \text{ MPa} \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่า MOR ที่อุณหภูมิที่ต่างกันและปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ต่างกันจะแสดงไว้ในตารางที่ 4.5

## ง.2 การคำนวณค่า Hardness

การคำนวณค่า Hardness จะใช้ค่าขนาดน้ำหนักรีด เส้นทแยงมุมของรอยกด มาทำการคำนวณตามสมการที่ ง.2

$$Hv = 0.1891F/d^2 \quad (ง.2)$$

โดย Hv = ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร  
d = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็นมิลลิเมตร =  $(d_1 + d_2)/2$   
F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

ตารางที่ ง.2 ข้อมูลชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1550°C

แรงที่ใช้กด (N)	สูง $((d_1 + d_2)/2, \text{ mm})$
49.033	0.028

จากค่าที่ได้ในตารางที่ ง.2 สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\begin{aligned} Hv &= 0.1891 \times (49.033 \text{ N}) / (0.027 \text{ mm})^2 \\ &= 9.272 / (7.84 \times 10^{-4}) \\ &= 12 \text{ GPa} \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่า Hv ที่อุณหภูมิที่ต่างกันและปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ต่างกันจะแสดงไว้ในตารางที่ 4.5

### ง.3 การคำนวณค่า Toughness

การคำนวณค่า Toughness จะใช้ค่า Hardness ค่าโมดูลัสของยัง ค่าขนาดแรงกดอินเดนเทนชัน ค่าความยาวรอยแตก/2 มาทำการคำนวณตามสมการที่ ง.3

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P/C^{3/2} \quad (ง.3)$$

โดย  $K_{IC}$  = ค่าความต้านทานการร้าวออกของรอย (ความเหนียว)

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)

H = ค่าความแข็ง

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทนชัน

C = ความยาวรอยแตก/2

$\xi$  = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลอง ซึ่งมีค่าประมาณ  $0.016 \pm 0.004$

ตารางที่ ง.3 ข้อมูลชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C

E (GPa)	H (GPa)	P (N)	C (mm)
27.76	12	49.033	0.673

จากค่าที่ได้ในตารางที่ ง.3 สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\begin{aligned} K_{IC} &= 0.016 \times [(27.76 \text{ GPa})/(12 \text{ GPa})]^{0.5} \times (49.033 \text{ N})/0.673^{1.5} \\ &= (0.016 \times 1.521 \times 49.033)/0.673^{1.5} \\ &= 2.16 \text{ MPa.m}^{0.5} \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่า  $K_{IC}$  ที่อุณหภูมิที่ต่างกันและปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ต่างกันจะแสดงไว้ในตารางที่ 4.5

**ภาคผนวก จ**

**ตัวอย่างการคำนวณ Crystal size**



## จ.1 การคำนวณค่า Crystal size

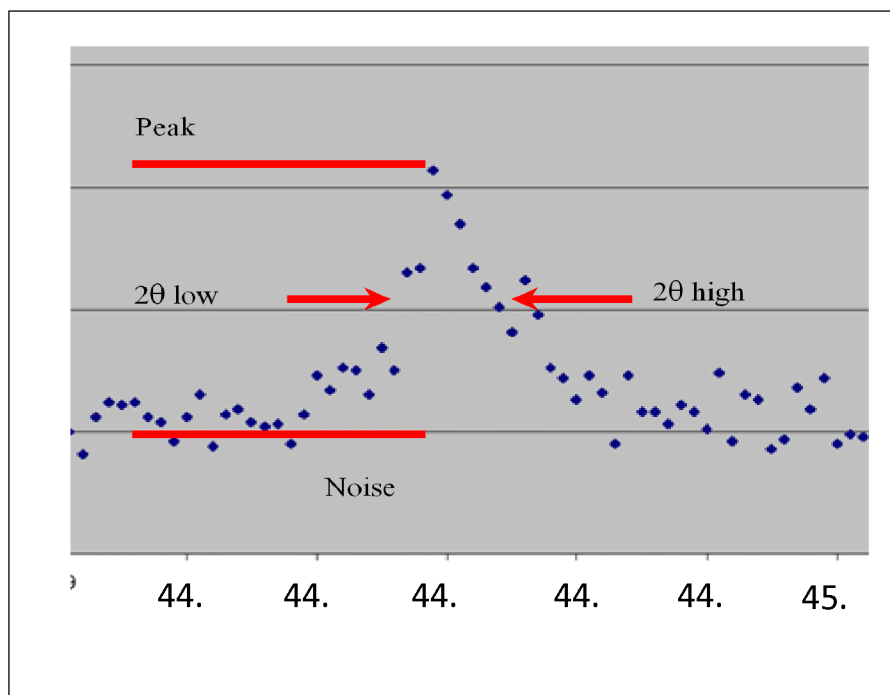
การคำนวณค่า Crystal size จะใช้ค่า full width half maximum (FWHM) และมุมองศา มาทำการคำนวณตามสมการที่ จ.1

$$t = 0.9 \lambda / B \cos \theta \quad (\text{จ.1})$$

โดยที่  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha$

$B$  คือ full width half maximum (FWHM) หาได้จากโปรแกรมในเครื่อง XRD

$\theta$  คือ มุมองศา (2 theta scale)



รูปที่ จ.1 ตัวอย่างการหาค่า B (FWHM)

หาค่า FWHM ได้จากโปรแกรม EVA ในเครื่อง XRD จะได้ค่า FWHM ออกมา นำมาแทนในสมการ ซึ่งค่ามุมที่ได้นั้นจะเป็น  $2\theta$  ดังนั้นจึงต้องนำมาหาร 2 ก่อนและค่า  $\lambda = 1.5406\text{\AA}$

ซึ่งค่า FWHM จะอยู่ในรูปมุมองศา degree ทำให้เป็นมุมองศา radian โดยการนำมาคูณค่า Pi แล้วหารด้วย 180

ตารางที่ ง.1 ข้อมูลที่ได้จากโปรแกรม EVA เครื่อง XRD เพื่อหาค่า FWHM

$2\theta$	$\theta$	FWHM	FWHM x ( $\pi/180$ )
35.644	17.822	0.379	0.006615

จากค่าที่ได้ในตารางที่ ง.1 สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\begin{aligned}
 t &= 0.9 \times (1.5406 \text{ \AA}) / (0.006615 \times (\cos 17.822)) \\
 &= 1.386 / 6.292 \times 10^{-3} \\
 &= 220.171 \text{ \AA} \\
 &= 22.01 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

**ภาคผนวก ฉ**

**บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา**



PMO33

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีบดผสมแบบเชิงกล

Synthesis of SiC nanoparticles by mechanical alloying

หัสณันท์ เหลืองชนารักษ์ (Hussanai Luangtharak) \* ดร.สุภกษม กังวานตระกูล (Dr.Sukasem Kangwantrakool) \*\*

บทคัดย่อ

การบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical alloying) เป็นการใช้แรงทางกลเพื่อทำให้เกิดสารประกอบทางเคมี และยังสามารถสร้างสารประกอบที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษา Charge Ratio และเวลาที่เหมาะสมที่จะทำให้เกิดสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) โดยใช้สารตั้งต้น คือ ซิลิกอน (Si) กับ คาร์บอน (C) ในปริมาณ 50Si:50C ร้อยละน้ำหนัก ผสมด้วยเครื่องบดพลังงานสูง (High energy ball mill) จากนั้นทำการ Annealing ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (Ar) สารประกอบที่ได้จะนำมาวิเคราะห์เฟสด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) จากการทดลองพบว่าสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จะเกิดขึ้นจากการใช้ Charge Ratio 20:1 เวลาการบด 5 ชั่วโมง ซึ่งจะได้สารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร

ABSTRACT

In this work, charge ratio and milling time of the mechanical alloyed SiC have been studied. Silicon and carbon powder were used as the starting material with the mass ratio 50:50. Powders were milled in a SPEX 8000 shaker/mill. Then, the charge ratio and milling of mechanical alloyed powders have been characterized time by mean of x-ray diffraction. The particle size and particle shape were observed by mean of transmission electron microscopy (TEM). The result shown that, SiC nano particles were obtained with the charge ratio of 20:1 and milling time of 5 hrs.

คำสำคัญ : การบดผสมแบบเชิงกล ซิลิกอนคาร์ไบด์ อัตราส่วนน้ำหนักกบดต่อน้ำหนักสาร

Key Words : Mechanical alloying, SiC, Charge Ratio

\* มหามัณฉัตต์ หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมขรรวมถัก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

\*\* ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมขรรวมถัก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



## บทนำ

การบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical alloying) เป็นเทคโนโลยีใหม่ที่มีประสิทธิภาพในการสร้างสารประกอบ ผลึกระดับนาโนเมตร (Nano crystalline) และ โลหะผสมพิเศษ (Advance alloy) เมื่อนำเข้าสู่กระบวนการจะทำให้ได้วัสดุใหม่ขึ้นมา โดยใช้การบดพลังงานสูง (High energy ball mill) (Banjamin, JS., 1990) ได้มีงานวิจัยจำนวนมากได้นำมาใช้ในการเตรียมวัสดุพิเศษ (Advance material) ซึ่งมีประสิทธิภาพมากสมรรถนะสร้างโครงสร้างที่มีลักษณะเฉพาะ (Specific structure) ตัวอย่างเช่น โลหะผสมอัญรูป (Amorphous alloy) สารละลายของแข็ง (Solid solution) วัฏภาคใหม่ (Intermediate phase) เป็นต้น (Suryanarayana, C., 2001) โครงสร้างที่มีลักษณะเฉพาะที่ได้กลกมานั้นจะเกิดขึ้นเมื่อมีการควบคุมสภาวะในการบดให้เหมาะสม มีหลายส่วนประกอบกันไม่ว่าจะเป็น ชนิดของลูกบด ชนิดของเครื่องมือ ชนิดของหม้อบด เวลาในการบด เป็นต้น ก็มีส่วนทำให้เพิ่มหรือลดประสิทธิภาพของการบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical alloying) ได้ (Harris, JR., Walis, JAD., and Wood, JV., 2001)

## วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษา Charge Ratio ที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดสารประกอบ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)
2. เพื่อศึกษาเวลาที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดสารประกอบ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)

## วิธีการดำเนินการวิจัย

ในการศึกษาวิจัยจะใช้ซิลิกอน (Si) กับคาร์บอน (C) เป็นสารตั้งต้น ก่อนที่จะนำเข้าสู่การบด

## PMO33-2

ผสมแบบเชิงกล (Mechanical alloying) โดยจะชั่งซิลิกอน (Si) กับ คาร์บอน (Carbon) ตามอัตราส่วน น้ำหนักลูกบดต่อน้ำหนักสาร ซึ่งเรียกว่า "Charge Ratio" โดยในการทดลองจะใช้ Charge Ratio ในอัตราส่วนต่างๆกันคือ 10:1, 20:1, 30:1, 40:1 และ 50:1 ปริมาณซิลิกอน (Si) กับ คาร์บอน (C) จะได้จากการคำนวณคือ

$$Y = Z/X$$

เมื่อ Y คือ น้ำหนักสารที่ต้องการบดผสม  
Z คือ น้ำหนักของลูกบดต่อ 1 หม้อบด (ปริมาณ 15 กรัม)  
X คือ อัตราส่วน Charge Ratio ที่ใช้ในแต่ละครั้ง

ดังนั้นเมื่อใช้ Charge Ratio ที่ 10:1 จะได้

$$Y = 15/10$$

$$Y = 1.5 \text{ g/ batch}$$

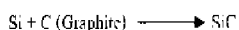
จะได้ซิลิกอน (Silicon) กับคาร์บอน (Carbon) ที่รวมกันอยู่ 1.5 กรัม ที่ต้องเตรียมเพื่อการบดผสม จะใช้ 50Si50C ร้อยละโดยน้ำหนัก จากนั้นนำเข้าสู่เครื่องบดพลังงานสูง (High energy ball mill, SPEX 8000D CerPrep, Metuchen, NJ, Speed about 1200 rpm) โดยใช้หม้อบดเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) และลูกบดอะลูมินา (Alumina ball mill) ซึ่งเครื่อง High energy ball mill จะอยู่ในตู้ควบคุมบรรยากาศ ภายใต้แก๊สอาร์กอน (Ar) เวลาบดผสม 1 ชั่วโมงนำไปทำการ Annealing ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (Ar) ผงสารประกอบที่ได้นำมาวิเคราะห์หวัฏภาคด้วย XRD เพื่อหา Charge Ratio ที่เหมาะสมกับการเกิดสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จากนั้นจะทำการบดผสมโดยใช้ Charge Ratio ที่ได้เลือกมา ทำการ



เปลี่ยนแปลงเวลาในการบดผสมจาก 1 ชั่วโมงแล้วนำมาวิเคราะห์อีกครั้ง จากนั้นนำมาตรวจสอบขนาดและรูปร่างของขนาดอนุภาคสารที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ทำการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจสอบกับสารละลาย Polyvinylpyrrolidone (Jungxian Zhang, Dong jiang, and Qingling Lin, 2005) แล้วนำมาหยดใน Micro grid เพื่อจะส่องดูภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

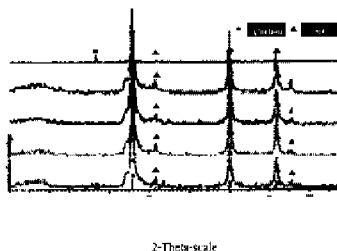
**ผลการวิจัยและอภิปรายผล**

การใช้ Charge ratio ที่เหมาะสมทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นสารประกอบได้มากขึ้น การเพิ่ม Charge Ratio จะทำให้เกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น จากสารตั้งต้น ซึ่งในการศึกษาวิจัยสารที่ใช้ซิลิกอน (Silicon) กับ คาร์บอน (Carbon) ขงนั้นที่ การบดผสมเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาเพื่อให้เกิดเป็นสารประกอบ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) (Matteazzi, P., Basset, D., Miami, F., and LeCaer, G.,1993) ดังสมการ



ในการเพิ่มอัตราส่วน Charge Ratio สามารถเพิ่มโอกาสให้ ซิลิกอน (Silicon) กับ คาร์บอน (Carbon) นั้น ได้มีการทำปฏิกิริยา ทำให้เกิดสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ได้มากขึ้น

PMO33-3

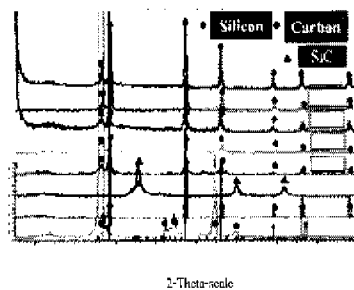


รูปที่ 1 XRD diffractogram ของ Charge Ratio 10:1 เวลาการบดผสม 1 ชั่วโมง

รูปที่ 1 แสดงการวิเคราะห์โดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงตัวอย่างที่ใช้ Charge Ratio ในอัตราส่วน 10:1 ใช้เวลาบดผสม 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไป Annealing ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (Ar) จากกราฟแสดงให้เห็น peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่เกิดขึ้น แต่การเกิดของปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ เนื่องจากยังมีสารบางส่วนที่ทำปฏิกิริยาไม่หมดได้แก่ คาร์บอนอิสระ (Free carbon) จะพบจากตำแหน่ง peak ใน XRD diffratogram คือ 26.5, 44.5, 55 องศาเดกรี ซึ่งยังคงเหลือให้เห็นเป็น peak อย่างชัดเจน อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่ม Charge Ratio จากอัตราส่วน 10:1 เปลี่ยนเป็น 20:1 โดยใช้เวลาบดผสม 1 ชั่วโมง และผ่านการ Annealing ที่ 1400 องศาเซลเซียส เหมือนกัน จะเห็นได้ว่ากราฟที่ปรากฏนั้นจะเห็น peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) อย่างชัดเจน เมื่อพิจารณาจากกราฟแล้ว ไม่มี peak ของ คาร์บอนอิสระ (Free carbon) หลงเหลืออยู่เลย และเมื่อทำการเพิ่ม Charge Ratio เป็น 30:1, 40:1 และ 50:1 ตามลำดับ จะพบว่า การเพิ่ม Charge Ratio จะทำให้ peak ของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) สูงขึ้นและการทำปฏิกิริยาเป็นไปได้อย่างสมบูรณ์ (Xi, S., Zhou, J., and Wang, D., 1996) เมื่อนำกราฟก่อนการ Annealing มาเปรียบเทียบกับ จะเห็นได้ว่ากราฟที่ใช้ Charge Ratio ที่อัตราส่วน 10:1 ยังคงมี

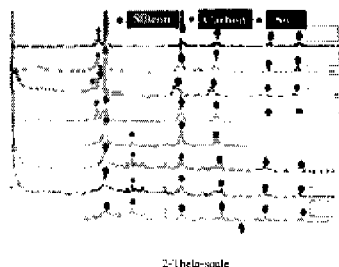


คาร์บอนอิสระ (Free carbon) และ ซิลิกอนอิสระ (Free silicon) อยู่ จะพบจากค่าหนึ่ง peak ใน XRD diffractogram คือ 28.5, 47.5, 56 ตามลำดับ ได้มีการเพิ่ม Charge Ratio ขึ้นจากอัตราส่วน 10:1 เป็น 20:1, 30:1, 40:1 และ 50:1 โดยใช้เวลาในการอบผสมเท่าเดิม คือ 1 ชั่วโมง พบว่าเมื่อมีการเพิ่ม Charge Ratio เพิ่มขึ้นเป็นอัตราส่วน 40:1 เริ่มปรากฏ peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เพียงเล็กน้อย และเมื่อมีการเพิ่ม Charge Ratio ที่อัตราส่วน 40:1 เป็น 50:1 ใช้เวลาการอบผสมเหมือนกัน ผลที่ได้เริ่มมี peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่เด่นชัดขึ้น ปริมาณของคาร์บอนอิสระ (Free carbon) และ ซิลิกอนอิสระ (Free silicon) ลดลงอย่างมากเมื่อเทียบกับ Charge Ratio ที่ 10:1 หลังผ่านการที่ Annealing แล้ว Peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จะเห็นได้อย่างชัดเจน เนื่องจากการเพิ่มของ Charge Ratio ทำให้เพิ่มโอกาสในการชนกันของลูกบอล เมื่อลูกบอลมีการชนกันมากขึ้นการทำปฏิกิริยาก็คงได้มากขึ้น ทำให้คาร์บอนอิสระ (Free carbon) และซิลิกอนอิสระ (Free silicon) มีโอกาสทำปฏิกิริยามากได้ขึ้นด้วย ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 XRD diffractogram ของ Charge Ratio ที่อัตราส่วน 10:1, 20:1, 30:1, 40:1 และ 50:1 ใช้เวลาการอบผสม 1 ชั่วโมง

PMO33-4



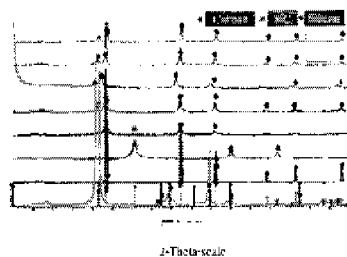
รูปที่ 3 XRD diffractogram ของ Charge Ratio ที่อัตราส่วน 20:1 เวลาอบผสม 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8 และ 10 ชั่วโมง

จากรูปที่ 3 การอบผสมใช้อัตราส่วน Charge Ratio ที่ 20:1 โดยใช้เวลาดั้งแต่เวลา 1 ชั่วโมงถึง 10 ชั่วโมง จากกราฟก่อนการ Annealing จะพบว่ามีซิลิกอนอิสระและคาร์บอนอิสระอยู่ เมื่อทำการเพิ่มจำนวนชั่วโมงให้มากขึ้นทำให้ซิลิกอนอิสระและคาร์บอนอิสระ นั้นมีปริมาณที่น้อยลง Peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ปรากฏครั้งแรกที่ 5 ชั่วโมงก่อนที่จะนำไป Annealing จากกราฟเห็นว่าคาร์บอนอิสระ (Free carbon) นั้นออกไปหมดจะพบแต่ซิลิกอนอิสระ (Free silicon) ยังคงอยู่แต่มีปริมาณที่น้อยมาก เมื่อเทียบกับการอบผสมที่ 1 ชั่วโมง เมื่อเพิ่มจำนวนชั่วโมงเป็น 6, 8 และ 10 ชั่วโมงในการอบผสมขึ้นไปอีก ซิลิกอนอิสระเริ่มลดลง Peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) นั้นเพิ่มเด่นชัดขึ้น และเมื่อเพิ่มจำนวนชั่วโมงสูงขึ้นเรื่อยๆ Peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์และซิลิกอนอิสระนั้นเริ่มไม่คมชัดและเห็นได้จากกราฟการอบผสมในชั่วโมงที่ 10 ซึ่งคงที่มีขนาดเล็กมาก จากกราฟวิเคราะห์ วัตถุภาพ XRD จะเกิดการคลาดเคลื่อนทำให้ Peak ที่ออกมานั้นมีลักษณะไม่คมชัด เวลาที่สั้นที่สุดและเหมาะสมที่ทำให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ จะได้จากการใช้ อัตราส่วน



Charge Ratio ที่ 20:1 เวลาในการบดผสม 5 ชั่วโมง และเมื่อเริ่มบดผสมชั่วโมงที่ 6 เริ่มจะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มมากขึ้น และจะไม่แตกต่างกันมากเมื่อเปรียบเทียบกับชั่วโมงที่ 5 ในชั่วโมงที่ 8 และ 10 ด้วย ซึ่งจะมีปริมาณแตกต่างกับชั่วโมงที่ 5 น้อยมาก

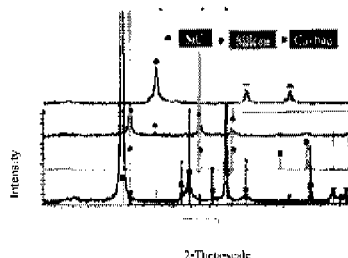
จากการวิเคราะห์จากชั่วโมงที่ 5, 6, 8 และ 10 แล้วเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับ 1 ถึง 5 ชั่วโมง พบว่าเริ่มมีซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เกิดขึ้นในชั่วโมงที่ 5 โดยใช้อัตราส่วน Charge Ratio อยู่ที่ 20:1 ภายทำ Annealing จะเห็น Peak ของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ได้เป็นอย่างดีเช่นในรูปที่ 4



รูปที่ 4 XRD diffractogram ของ Charge Ratio ที่ อัตราส่วน 20:1 เวลาบดผสม 1, 2, 3, 4 และ 5 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4 พบว่าซิลิกอนคาร์ไบด์เริ่มเกิดขึ้นมาอย่างเห็นได้ชัดที่ชั่วโมงที่ 5 ของการบดผสม เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับทั้งก่อนและหลังการทำ Annealing โดยใช้ Charge Ratio ที่ 20:1 เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ดังรูปที่ 5

PMO33-5



รูปที่ 5 XRD diffractogram ของ Charge Ratio ที่ อัตราส่วน 20:1 เวลาบดผสม 5 ชั่วโมง ทั้งก่อน และหลัง Annealing

และจากการเปรียบเทียบสเปกตรัมของคาร์บอนอิสระ (Free carbon) และซิลิกอนอิสระ (Free silicon) นั้นจะไม่หลงเหลืออยู่เลย ซึ่งหมายความว่า จะเกิดการทำปฏิกิริยาเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ได้ทั้งหมด

จากรูปที่ 6 เมื่อนำซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่ได้จากการบดผสมที่อัตราส่วน Charge Ratio อยู่ที่ 20:1 ใช้เวลาในการบดผสม 5 ชั่วโมง โดยใช้อุณหภูมิในการ Annealing ที่ 1400 องศาเซลเซียส นำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)





**รูปที่ 6** ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์กำลังขยาย 50000 เท่า

จะพบว่าอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่สังเคราะห์ได้ จะมีขนาดประมาณ 150-200 นาโนเมตร แสดงถึงประสิทธิภาพของการบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical alloying) นั้นมีประสิทธิภาพอย่างมากสามารถสร้างสารประกอบที่มีอนุภาคในระดับนาโนเมตรได้

### สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาพบว่า การเพิ่ม Charge Ratio ทำให้เพิ่มโอกาสในการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และทำให้ได้ปริมาณสารที่ต้องการผสมออกมาน้อยลง ดังนั้น Charge Ratio ที่เลือกควรเลือกให้เหมาะสม ซึ่งจากการศึกษาทดลองแล้ว Charge Ratio ที่เหมาะสมจะอยู่ที่ 10:1 กับ 20:1 จากที่กล่าวมาแล้วข้างต้นแล้วว่า หลังจาก Annealing ที่ 10:1 นั้นยังคงมีคาร์บอนอิสระ (Free carbon) อยู่ ซึ่งเป็นภาระทำปฏิกิริยาไปเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ไม่หมด และเมื่อใช้อัตราส่วน

### PMO33-6

Charge Ratio 20:1 จะพบว่าเวลาจะมีผลต่อการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ด้วยเช่นกัน ซึ่งพบว่าเวลาที่น้อยที่สุดในการเกิดเป็นสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จะอยู่ที่ 5 ชั่วโมง โดยใช้ Charge Ratio ที่ 20:1

### กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ได้ให้ทุนสนับสนุนในการทำวิจัย รวมทั้งคณาจารย์ที่ให้คำแนะนำ และปรึกษาเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีที่ได้อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือทำการวิจัยครั้งนี้

### เอกสารอ้างอิง

- Banjamin, JS. 1990. Mechanical alloying –a perspective. *Metal Powder Rep.*45: 122-7.
- Harris, JR., Wattis, JAD., and Wood, JV. 2001. A comparison of different model for mechanical alloying. *Acta Mater.* 49(19):3991-4003.
- Jungxian Zhang, Dong jiang, and Qingling Lin. 2005. Poly(vinyl Pyrrolidone), a Dispersant for Non-Aqueous Processing of Silicon Carbide. *J. Am Ceram. Soc.* 88(4):1054-1056.
- Matteazzi, P., Basset, D., Miami, F., and LeCaer, G. 1993. *Nanastured Mater.*2:217-219
- Schoenitz, M., Ward, T., Dreizin EL 2003. Preparation of energetic metastable nanocomposite material by arrested reactive milling. *Mater Res Soc Symp- Proc.* 800:85-90.



Suryanarayana, C., Chen, GH., Froes, FH. 1992.

Scripta Metal Mater. 26: 1727-32.

Suryanarayana, C. 2001. Mechanical alloying and

milling. Prog Mater Sci, 46, 1-184.

Xi, S., Zhou, J., and Wang, D. 1996. J Mater Sci.

Lett.15:634-5

### PMO33-7

Yamazaki, Terayama, K., Shimasaki, T., Sugimoto,

K. 1997. J Mater Sci Lett.16: 1357-9.

Zhang, DI., 2004. Processing of advanced Mater

using high-energy mechanical milling.

Prog Mater Sci. 49(3-4):537-60.

## ประวัติผู้เขียน

นายหส์นัยน์ เหลืองธนารักษ์ เกิดเมื่อวันที่ 16 เมษายน พ.ศ. 2524 ที่จังหวัดสุพรรณบุรี เริ่มการศึกษาชั้นประถมศึกษาที่โรงเรียนจิระศาสตร์วิทยา จังหวัดอยุธยา ชั้นมัธยมศึกษาที่โรงเรียนสมเด็จพระปิยมหาราชรมณียเขต จังหวัดกาญจนบุรี และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี (วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต) สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปี พ.ศ. 2546 จากนั้นจึงได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปีการศึกษา 2547 ระหว่างศึกษาได้มี การนำเสนอผลงานวิจัย ในงานรวมบทคัดย่อการประชุมเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 12 เมื่อวันที่ 13 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2552 ณ มหาวิทยาลัยขอนแก่น โดยมีรายละเอียดปรากฏใน ภาคผนวก ฉ.