



รายงานการวิจัย

การปรับปรุงความเหนียวของอะลูมินาเซรามิกด้วยมุลไลต์และ
เซอร์โคเนีย

(Improvement Toughness of Al_2O_3 Ceramic with Mullite and
 ZrO_2)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุขเกษม กังวานตระกูล

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ. 2548

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กุมภาพันธ์ 2553

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จลุล่วงด้วยดีโดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2548 ผู้วิจัยขอขอบคุณ คุณอนุรัตน์ ภูวานคำ ผู้ช่วยวิจัย และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่างๆจนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

(ผศ.ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล)

ผู้วิจัย

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือการปรับปรุงความเหนียวของอะลูมินา ด้วยการเติมเซอร์คอน โดยการทดลองตอนที่ 1 เป็นการศึกษาผลกระทบของเซอร์คอนต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย และหาปริมาณของเซอร์คอนที่เหมาะสม การทดลองตอนที่ 2 เป็นการศึกษาผลกระทบของ ซีเรียออกไซด์ และ/หรือ โครเมียมออกไซด์ ต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ และการทดลองตอนที่ 3 เป็นการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลกระทบของการเผาผนึกแบบหนึ่งขั้นตอน ที่ $1575\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กับ การเผาผนึกแบบสองขั้นตอนโดยการเผาที่ $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น $1575\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมงผลการทดลองพบว่า วัสดุเชิงประกอบจะมีความแข็งแรงและความเหนียวที่ดีขึ้น เมื่อเติมเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนักโดยวัสดุเชิงประกอบจะมีความแข็งแรง $453\pm 4\text{ MPa}$ และความเหนียว $5.16\pm 0.28\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ การใช้สารเติมแต่งซีเรียออกไซด์และการใช้สารเติมแต่งซีเรียออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ โดยการเติมซีเรียออกไซด์จะทำให้วัสดุเชิงประกอบที่มีความเหนียวสูงสุด $7.28\pm 0.2\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ ในขณะที่การเติมซีเรียออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์จะทำให้วัสดุเชิงประกอบที่มีความแข็งแรงสูงสุด $492\pm 1.6\text{ MPa}$ การเผาผนึกแบบสองขั้นตอนไม่สามารถลดปริมาณรูพรุนภายในวัสดุเชิงประกอบ อย่างไรก็ตามความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจะมีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจาก การลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาจึงส่งผลให้ วัสดุเชิงประกอบซึ่งเติมซีเรียออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ มีความแข็งแรง เพิ่มขึ้นเป็น $519\pm 14\text{ MPa}$ ซึ่งเป็นค่าความแข็งแรงสูงสุดในงานวิจัยนี้

Abstract

The purpose of this investigation was to improve the toughness of alumina by the addition of zircon. The first part of the experiment was to study the effects of zircon on the properties of Al_2O_3 -mullite-zirconia composite and to determine the optimum amount of zircon. In the second part of the experiment, the effects of CeO_2 and/or Cr_2O_3 additions on the properties of composites were examined. In addition, the effects of different sintering processes on their properties were investigated. The comparison of the mechanical properties between one step of sintering processes at 1575°C for 2 h and two steps of sintering for 1 h at 1300°C following with 1 h at 1575°C was studied. As a result, the good flexural strength of 453 ± 4 MPa and fracture toughness, 5.16 ± 0.28 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ were obtained with the addition of zircon 20wt%. The CeO_2 and CeO_2 - Cr_2O_3 additives have shown strong influence on the mechanical properties of composites. The maximum value of toughness, 7.28 ± 0.2 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ was obtained with CeO_2 addition while the highest strength, 492 ± 1.6 MPa could be achieved with the mixture of CeO_2 and Cr_2O_3 addition. The sintering process with two steps could not reduce the porosity of composite. However, the strength of composite was increased due to the smaller grain size of alumina, whereas the strength of CeO_2 - Cr_2O_3 added composite was enhanced up to 519 ± 14 MPa to obtain the highest strength in this study.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ข
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญรูป	ฉ
บทที่	
1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย	2
1.3 สมมติฐานการวิจัย	2
1.4 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 อะลูมินา	4
2.2 เซอร์โคเนีย	6
2.3 รูปแบบเสถียรรูปของเซอร์โคเนีย	6
2.3.1 Partially stabilised zirconia	8
2.3.2 Tetragonal Zirconia Polycrystals (TZP)	9
2.3.3 Partially stabilised zirconia in a non zirconia matrix	10
2.4 มุลไลต์	10
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	12
2.6 โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินา และเซอร์คอน	15
2.7 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในมุลไลต์	17
2.7.1 ปริมาณของ t-ZrO ₂ ในวัสดุเชิงประกอบ	17

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.7.2 ผลของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนวัฏภาค	18
2.7.3 ขนาดวิกฤติสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย	19
2.7.4 การเปลี่ยนวัฏภาคโดยความเค้นที่เกิดจากความร้อน	19
2.8 กระบวนการเกิดความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ZTM	20
2.8.1 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย	20
2.8.2 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค	21
2.9 สมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้อง	22
2.9.1 ผลขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบต่อสมบัติเชิงกล	23
3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 อุปกรณ์การทดลอง	28
3.2 วัสดุและสารเคมี	29
3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder)	29
3.2.2 ผงเซอร์โคเนียซิลิเกต (Zirconium Silicate Powder)	29
3.3 วิธีทดลอง	30
3.3.1 การออกแบบการทดลอง	31
3.3.2 การเตรียมตัวอย่างและการตรวจสอบสมบัติตัวอย่าง	32
3.3.2.1 การเตรียมตัวอย่าง	32
3.3.2.2 การตรวจสอบลักษณะจำเพาะของสารตั้งต้น	33
3.3.3 การขึ้นรูปและสมบัติก่อนเผาผนึกของตัวอย่าง	36
3.3.3.1 การขึ้นรูป	36
3.3.4 การเผาผนึก (Sintering)	39
3.3.4.1 การตรวจสอบสมบัติหลังเผาผนึกของตัวอย่าง	40
3.3.5 การหารูปแบบการเผาผนึกที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ	49
4 ผลการทดลอง และ อภิปรายผล	
4.1 การศึกษาลักษณะจำเพาะของสารตั้งต้น	51
4.1.1 การศึกษาลักษณะจำเพาะของผงอะลูมินา	51
4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา	52

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา	53
4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา	54
4.1.2 การศึกษาลักษณะจำเพาะของผงเซอร์คอน	55
4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์คอน	56
4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์คอน	57
4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์คอน	58
4.2 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อลักษณะจำเพาะ และสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	58
4.2.1 การศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของชิ้นงาน	58
4.2.2 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของชิ้นงาน	61
4.2.3 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนียของวัสดุเชิงประกอบ	65
4.2.4 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ	66
4.2.5 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งวิกเกอร์ ของวัสดุเชิงประกอบ	68
4.2.6 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของวัสดุเชิงประกอบ	72
4.2.7 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ	73
4.3 การศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อลักษณะจำเพาะ และสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	75

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3.1 ผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน ของวัสดุเชิงประกอบ	75
4.3.2 ผลของสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวิภาคของ วัสดุเชิงประกอบ	78
4.3.3 ผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบ	79
4.3.4 ผลของสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของ วัสดุเชิงประกอบ	82
4.3.5 ผลการศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งวิกเกอร์ ของวัสดุเชิงประกอบ	85
4.3.6 ผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจาก ความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ	90
4.3.7 ผลของสารเติมแต่งต่อ ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ	92
4.4 ผลการศึกษาผลของการเผาผนึกต่อลักษณะจำเพาะและสมบัติ ของวัสดุเชิงประกอบ	94
4.4.1 ผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น ของวัสดุเชิงประกอบ	94
4.4.2 ผลของการเผาผนึก ต่อ ความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน ของวัสดุเชิงประกอบ	95
4.4.3 ผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบ	96
4.4.4 ผลของการเผาผนึกต่อ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ	97
4.4.5 ผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งวิกเกอร์ของวัสดุเชิงประกอบ	98
4.4.6 ผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจาก ความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ	100

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.7 ผลของการเผาผลาญต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลง โดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ	102
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการวิจัย	104
5.2 ข้อเสนอแนะ	105

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า	
2.1	แสดงสมบัติบางประการของอะลูมินา	4
2.2	ลักษณะเฉพาะของมุลไลต์-เซอร์โคเนีย	17
2.3	อุณหภูมิที่ทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนวัฏภาค	18
2.4	แสดงสมบัติของวัสดุเชิงประกอบด้วยการเติมสารเติมแต่งชนิดต่างๆ	25
2.5	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Y_2O_3 กับสมบัติเชิงกลของเซอร์โคเนีย	26
3.1	แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	28
3.2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	29
3.3	แสดงองค์ประกอบที่ต่างกันของตัวอย่าง	31
4.1	แสดงลักษณะจำเพาะที่วัดได้ของผงอะลูมินา	51
4.2	แสดงลักษณะจำเพาะของผงเซอร์คอน	55
4.3	แสดงสมบัติทางกายรูปของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 °C เวลา 2 ชั่วโมง	59
4.4	แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย	65
4.5	แสดง ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	68
4.6	แสดงผลของเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบ ในช่วง อุณหภูมิ 30 °C ถึง 1000 °C	72
4.7	แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดย ฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ	73
4.8	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น และ ปริมาณรูพรุน ของวัสดุเชิงประกอบ	75
4.9	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ	79
4.10	แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งวิกเกอร์ ของวัสดุเชิงประกอบ	85
4.11	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเชิงประกอบ ที่ความแตกต่างของอุณหภูมิ 30 °C กับ 1000 °C	90

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.12 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ลดลงหลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน	92
4.13 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ	95
4.14 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ	96
4.15 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและความแข็งวิกเกอร์ของวัสดุเชิงประกอบ	98
4.16 แสดงผลของการเผาผนึกต่อสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่ความแตกต่างของอุณหภูมิ 30 °C กับ 1000 °C	100
4.17 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งหลังการทดสอบ	102

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 อะลูมินาซึ่งอยู่วัฏภาคที่อยู่ในสภาวะอุปเสถียร	5
2.2 แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของ เซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่างๆ	6
2.3 แสดงลักษณะของ โครงสร้างจุลภาค ของ เซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ	7
2.4 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO ₂	8
2.5 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ Y ₂ O ₃ ใน ZrO ₂	9
2.6 แสดงผลของปริมาณ สารสร้างความเสถียร กับขนาด	10
2.7 แผนภูมิวัฏภาค ระหว่างอะลูมินาและซิลิกา	11
2.8 แสดงกระบวนการการเกิดปฏิกิริยา โดยเปรียบเทียบระหว่าง ของผสมที่แตกต่างกัน 3 ชนิด	15
2.9 ปริมาณของ ZrO ₂ ที่มีผลต่อ t-ZrO ₂	19
2.10 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค	21
2.11 แสดงกลไกการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค	22
2.12 ค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZAM	23
2.13 ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZAM	24
4.1 แสดงรูปแบบพีค XRD ของผงอะลูมินา	52
4.2 แสดงรูปถ่ายผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	53
4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา	54
4.4 แสดงรูปแบบพีค XRD ของผงเซอร์คอน	56
4.5 รูปถ่ายผงเซอร์คอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	57
4.6 แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคเซอร์คอน	58
4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณรูพรุนกับปริมาณเซอร์คอน	60
4.8 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของระบบ อะลูมินา เซอร์คอน	60
4.9 แสดงรูปแบบพีค XRD ของชิ้นงานผ่านการเผาผนึกประกอบด้วยอะลูมินา ร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก	61
4.10 แสดงรูปแบบพีค XRD ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินา ร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่าน การเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา มุลไลต์ m-ZrO ₂ และ t-ZrO ₂ ตามลำดับ	62

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.11	แสดงรูปแบบพีค XRD ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย เซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของ อะลูมินา มุลไลต์ m-ZrO ₂ และ t-ZrO ₂ ตามลำดับ	63
4.12	แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย	65
4.13	(ก)	66
4.13	(ข)	67
4.13	(ค)	67
4.13	(ง)	68
4.14	แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ	69
4.15	แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย	70
4.16	แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ	71
4.17	แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย	72
4.18	แสดงผลของเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน	74
4.19	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ	76
4.20	แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์	76
4.21	แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์	77
4.22	แสดงรูปแบบพีค XRD ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งใช้สารเติมแต่งที่ต่างกัน โดย A, M, m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของ อะลูมินา มุลไลต์ m-ZrO ₂ และ t-ZrO ₂	78
4.23	แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ	80
4.24	แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง	80
4.25	แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งเป็นซีเรียมออกไซด์	81
4.26	(ก)	82
4.26	(ข)	83
4.26	(ค)	83

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.26 (ง)	84
4.27 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ	86
4.28 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ	87
4.29 (ก)	88
4.29 (ข)	88
4.30 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ	89
4.31 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน	91
4.32 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ	93
4.33 แสดงผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ	94
4.34 แสดงผลของการเผาผนึกต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ	95
4.35 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ	96
4.36 (ก)	97
4.36 (ข)	98
4.37 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ	99
4.38 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ	99
4.39 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ	100
4.40 แสดงผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน	101
4.41 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบหลังการทดสอบการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน	102

บทที่ 1

บทนำ

1. ความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันอุตสาหกรรมต่างๆ ไม่ว่าจะเป็น อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมโลหะ อุตสาหกรรมเคมี เป็นต้น มีความต้องการวัสดุทางวิศวกรรมที่มีศักยภาพในการใช้งานที่สูงมากขึ้นกว่าในอดีต ซึ่งวัสดุทางวิศวกรรมที่อุตสาหกรรมเหล่านี้ต้องการคือ ต้องมีความคงทนต่อสภาวะการใช้งานในรูปแบบต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสภาวะการใช้งานที่อุณหภูมิสูง การใช้งานที่ต้องทนต่อการกัดกร่อนทางเคมีอย่างรุนแรง และ/หรือ สภาวะการใช้งานที่ต้องทนต่อการเสียดสีตลอดเวลา อะลูมินา (Alumina) เป็นวัสดุหนึ่งซึ่งสามารถตอบสนองความต้องการเหล่านี้ได้เนื่องจาก อะลูมินามีสมบัติที่โดดเด่นทางด้านความแข็ง (Hardness) ความแข็งแรง (strength) จุดหลอมเหลวที่สูง (High melting point), ความสามารถในการทนต่อการขีดสี และ ความสามารถในการทนต่อการสึกกร่อนทางเคมีได้ดี จึงทำให้อะลูมินาถูกนำไปใช้งานอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างกว้างขวาง

อย่างไรก็ตามในปัจจุบันอะลูมินายังมีข้อจำกัดต่อการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรมที่สำคัญคือ สมบัติทางด้านความเหนียว (Toughness) และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนอุณหภูมิโดยฉับพลัน (Thermal shock) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่ออะลูมินาถูกใช้กับงานในลักษณะที่ต้องอยู่ในสภาวะที่รับแรงกระแทก (Impact force) และ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน ตัวอย่างเช่น ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ใช้ทำลูกบิดและผนังกรูหม้ออบ เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ (Cutting tool) วัสดุยานยนต์ ชิ้นส่วนลดอันตรายจากกระสุน ตลอดจนชิ้นส่วนของอวัยวะทดแทนในทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น

ดังนั้น เพื่อให้ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีความคงทนต่อการใช้งานในลักษณะที่ต้องรับแรงกระแทกและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน เราจึงมีความจำเป็นต้องทำการวิจัยและปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียว และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนอุณหภูมิโดยฉับพลันของอะลูมินาให้ดีขึ้น เพื่อยืดอายุการใช้งานให้ยาวนานขึ้น อีกทั้งยังเป็นการเพิ่มขีดความสามารถของการใช้งาน (Application) อะลูมินาให้กว้างขึ้นอีกด้วย

2. วัตถุประสงค์การวิจัย

2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียวและความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของอะลูมินาโดยใช้เซอร์โคเนีย (Zirconia) และมุลไลต์ (Mullite) เป็นวัสดุเสริมแรง

2.2 เพื่อศึกษาหารูปแบบการเผาผนึก (Sintering) ที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย (Alumina-Mullite-Zirconia composites) เพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

2.3 เพื่อศึกษาผลของสารเติมแต่ง (Additive) ซีเรียออกไซด์ (CeO_2) และ โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ต่อการเกิดมุลไลต์ และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

2.4 เพื่อศึกษาปริมาณของสัดส่วนอะลูมินาต่อเซอร์คอน (Zircon) ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

2.5 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ได้แก่ องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Composition) วัฏภาค (Phase) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) และ สมบัติทางกายภาพ (Physical Properties)

2.6 เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติเชิงกล (Mechanical Properties) ได้แก่ ความเหนียว ความแข็ง ความสามารถทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน และ ความทนต่อการดัดโค้ง (Flexural Strength) ระหว่างวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาที่เติมเซอร์คอน และ ที่ไม่เติมเซอร์คอน

3. สมมติฐานการวิจัย

3.1 เมื่อเติมเซอร์คอนในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบจะดีขึ้น รวมทั้งค่าความแข็งแรง ความเหนียว และความสามารถทนต่อการแตกหัก เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน ของวัสดุเชิงประกอบจะดีขึ้น

3.2 ปริมาณของเตตระ โคนอลเซอร์โคเนีย ($t-ZrO_2$) จะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมสารเติมแต่ง CeO_2 ในวัสดุเชิงประกอบ

3.3 ความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจะเพิ่มขึ้น เมื่อเติมสารเติมแต่ง Cr_2O_3

3.4 เมื่อเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบด้วยรูปแบบการเผาที่เหมาะสม จะทำให้สมบัติเชิงกลซึ่งประกอบไปด้วย ค่าความแข็งแรง และความเหนียว ของวัสดุเชิงประกอบดีขึ้น

4. ขอบเขตของการวิจัย

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

4.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน

4.3 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล เช่น ความเหนียว ความแข็ง ความแข็งแรง และความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยจับปล้นของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมของอะลูมินาร้อยละ 40 – 60 โดยน้ำหนัก

4.4 ศึกษาอุณหภูมิและรูปแบบการเผาผลาญที่เหมาะสม เพื่อสร้างกราฟควบคุมการเผา

สำหรับการผลิตวัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

4.5 ศึกษาผลของสารเติมแต่ง CeO_2 และ Cr_2O_3 ต่อการเกิดมุลไลต์ และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

5. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

5.1 ทำให้ทราบลักษณะเฉพาะ ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน

5.2 ทำให้ทราบสมบัติเชิงกล ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณส่วนผสมแตกต่างกัน เพื่อการเลือกใช้งานทางวิศวกรรม

5.3 ทำให้ทราบรูปแบบการเผาที่เหมาะสม เพื่อทำให้ได้วัสดุเชิงประกอบมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน

5.4 ทำให้ทราบผลของสารเติมแต่ง CeO_2 และ Cr_2O_3 ต่อการเกิดมุลไลต์ และ สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

บทที่ 2

ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

อะลูมินา

อะลูมินาจัดว่าเป็นวัสดุที่มีมูลค่าสูงเนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายด้าน เช่น มีจุดหลอมเหลวที่สูง มีความแข็งแรงสูง และมีเสถียรภาพทางเคมีที่สูง ตารางที่ 1 แสดงสมบัติบางประการของอะลูมินา

ตารางที่ 1 แสดงสมบัติบางประการของอะลูมินา

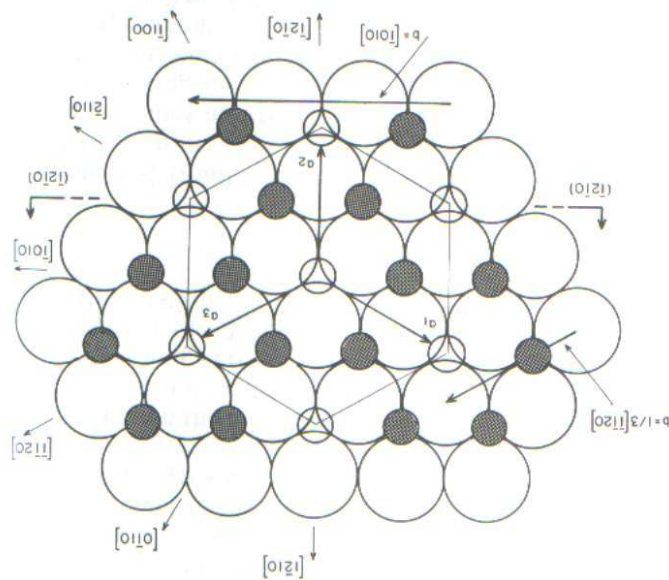
Table 1 Selected Properties of Alumina, Silicas, and Mullite

	α -Al ₂ O ₃	α -Quartz (cristobalite)	Vitreous silica	Mullite
Density, g/cm ³	3.96	2.65	2.20	3.13
Melting temperature, °C	2054	1734		1890
Elastic modulus [GPa]	520	72	73	250
Coefficient of thermal expansion (25–1000°C), 10 ⁶ /°C	8.5	12	0.5	5.5
Indentation hardness, GPa	20	8	8	12

ไพลิน (Sapphire) คือ อะลูมินาซึ่งอยู่ในรูปผลึกเดี่ยว (Single Crystal) ซึ่งเป็นอะลูมินาที่มีมูลค่าสูงมาก เนื่องจากถูกนำไปใช้เป็นส่วนประกอบระดับ ส่วนอะลูมินาที่อยู่ในรูปโครงสร้างผลึกที่ซับซ้อน (Poly Crystalline) นั้นจะมีราคาที่ถูกกว่า แต่เป็นวัสดุที่มีความทนทานอย่างมากในอุตสาหกรรมต่างๆ โดยเฉพาะอุตสาหกรรมที่ต้องการใช้งานที่อุณหภูมิสูง อะลูมินาถูกนำไปใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างหลากหลายเช่น ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ใช้ทำลูกบิดและผนังกรูหม้ออบ เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ วัสดุยานยนต์ ชิ้นส่วนลดอันตรายจากกระสุน ตลอดจนชิ้นส่วนของอวัยวะทดแทนในทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น

อะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูป อัลฟาอะลูมินา (α -Al₂O₃) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนจัดเรียงตัวกันแน่นแบบเฮกซาโกนอล และมีอะลูมิเนียมที่มีขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะสี่กรอล 2 ใน 3 ส่วนของช่องทั้งหมด ดังแสดงในรูปที่ 1 อะลูมินาซึ่งอยู่วัฏภาคที่อยู่ในสภาวะอุปเสถียร (Metastable) จะเกิดเมื่ออะลูมินาถูกเตรียมโดยกระบวนการซึ่งต้องทำให้อะลูมินาอยู่ในรูปของสารละลายหรืออยู่ในรูป ไฮเดรตอะลูมินา (Hydrate

Alumina) เช่น โบห์ไมต์ (Boehmite) ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ซึ่งสารประกอบเหล่านี้จะถูกทำให้สูญเสียน้ำโดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 1000°C ณ อุณหภูมิที่สูงกว่า 1000°C วัฏภาคซึ่งอยู่ในสภาวะอุปเสถียรจะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของอัลฟาอะลูมินา



รูปที่ 2.1 อะลูมินาซึ่งอยู่วัฏภาคที่อยู่ในสภาวะอุปเสถียร

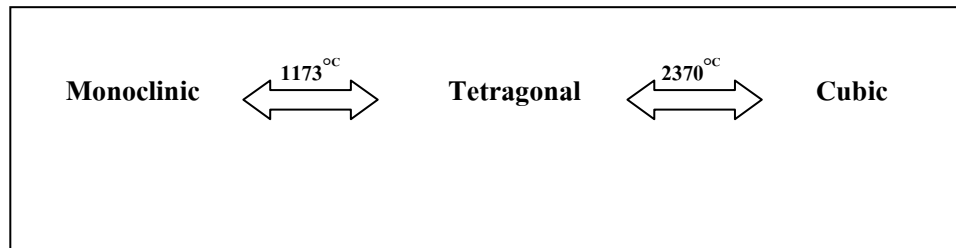
สมบัติโดยทั่วไปของอะลูมินาจะขึ้นอยู่กับสิ่งเจือปน (Impurity) ที่มากับอะลูมินา โดยส่วนใหญ่แล้วสิ่งเจือปนที่มากับอะลูมินาจะได้แก่ ซิลิกา (SiO_2) แคลเซียม (Calcium) แมกนีเซียม (Magnesium) และ โพแทสเซียม (Potassium) ออกไซด์เหล่านี้ จะหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่าอะลูมินา และจะมีสถานะเป็นของเหลว ระหว่างกระบวนการเผาผลาญ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

การคืบคือ การเปลี่ยนแปลงรูปร่างอย่างช้าๆ ของวัสดุภายใต้อุณหภูมิสูง โดยทั่วไปแล้วสิ่งเจือปนที่เป็น ซิลิกา และ ออกไซด์ตัวอื่นๆ จะเปลี่ยนสลับเป็นแก้วในระหว่างการทำให้วัสดุเย็นตัว แก้วเหล่านี้จะแยกตัวไปอยู่บริเวณขอบเกรน (Grain Boundary) และสามารถไหลตัว (Flow) ได้เมื่อวัสดุได้รับความร้อนสูง ซึ่งเป็นการส่งเสริมการเกิดการคืบ ดังนั้นปริมาณสิ่งเจือปนที่ติดมากับอะลูมินาจะแสดงถึงความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างหรือการคืบ ที่อุณหภูมิสูงของอะลูมินา

เซอร์โคเนีย

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

เซอร์โคเนีย บริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในวัฏภาคแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้องและจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และ ลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ดังรูปที่..... ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้



รูปที่ 2.2 แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของ เซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่างๆ

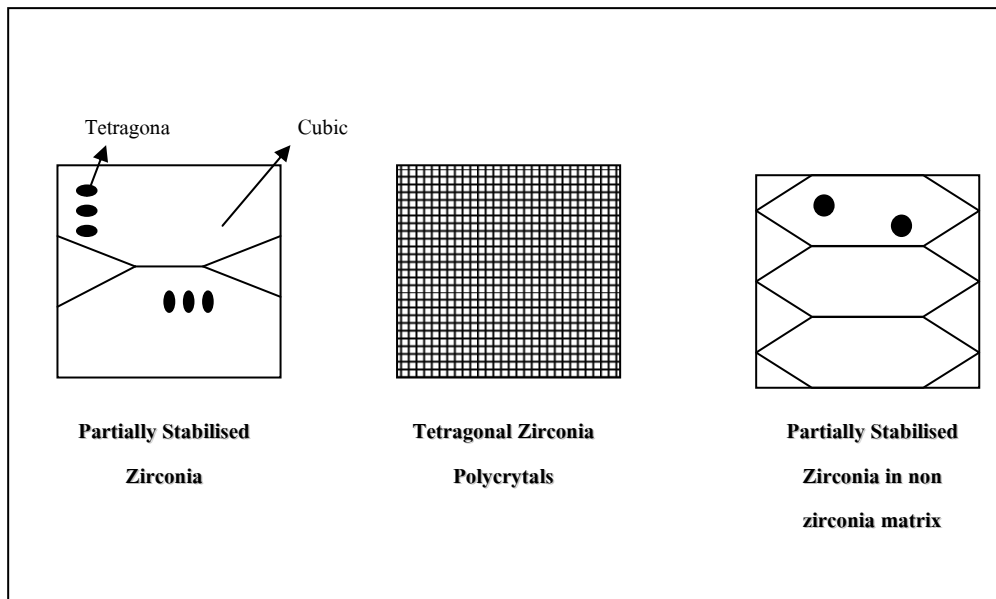
แต่ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรดังกล่าวนี้ก็เป็จุดเด่นพิเศษของเซอร์โคเนีย ที่เราสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ โดยการเติมสารบางตัวที่เรียกว่าสารสร้างความเสถียร (Stabilizer) เมื่อเติมสารดังกล่าวแล้ว เซอร์โคเนียจะสามารถนำมาใช้งานที่อุณหภูมิห้องได้และยังเกิดสมบัติพิเศษที่สำคัญประการหนึ่งคือ ความเหนียว

ระบบผสม (Alloy Systems)

ดังได้กล่าวในเบื้องต้นแล้วว่าเซอร์โคเนียไม่สามารถนำมาใช้งานได้ตามลำพังที่อุณหภูมิห้อง จำเป็นที่จะต้องเติมสารสร้างความเสถียรบางตัวเข้าไป โดยสารที่นิยมใช้โดยทั่วไปได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) อิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยสารดังกล่าวนี้จะทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะไปทำให้โครงสร้างของ เซอร์โคเนียเสถียรในรูปเตตระโกนอลหรือลูกบาศก์ การเติมสารสร้างความเสถียรที่ต่างชนิดและปริมาณที่

ต่างกันจะทำให้ได้ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะความต่างของโครงสร้างจุลภาค ได้เป็น 3 ลักษณะคือ

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



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะของ โครงสร้างจุลภาค ของ เซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ

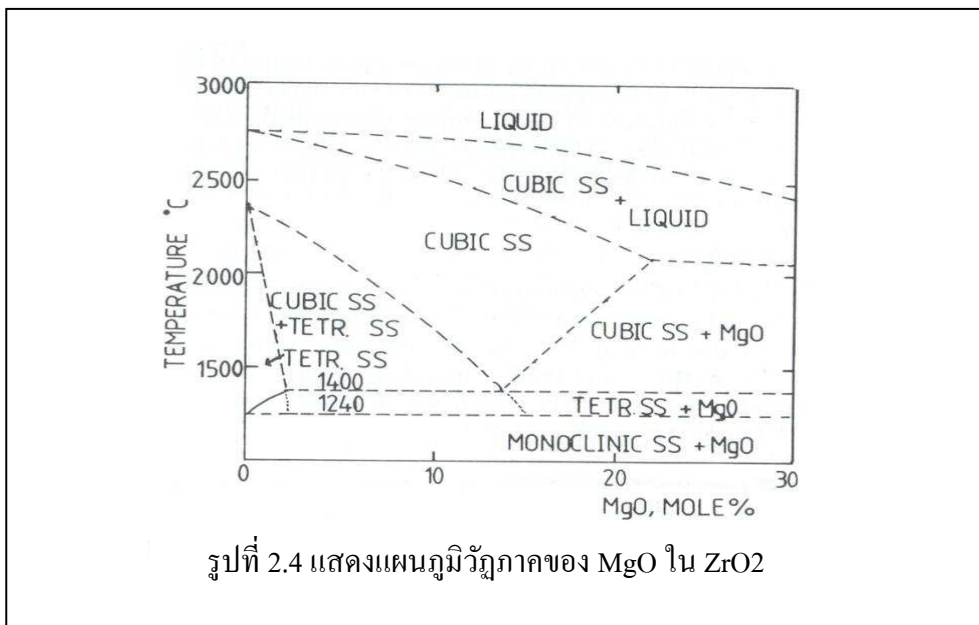
ซึ่งจากลักษณะของโครงสร้างจุลภาค ที่ต่างกันจึงทำให้เกิดชื่อเรียกและสัญลักษณ์ของเซอร์โคเนีย แตกต่างกันไปเช่น

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

Partially stabilised zirconia

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนเสถียร (Stable) ในวัฏภาคเตตระโกนอลแล้วกระจายอยู่ในวัฏภาคลูกบาศก์ โดยทั่วไปการทำให้เกิดโครงสร้างลักษณะนี้จะใช้ MgO, CaO เป็นสารสร้างความเสถียร โดยหากพิจารณาจากแผนภูมิวัฏภาค ในรูปที่ 2.4 ในระบบของ ZrO₂ และ MgO เมื่อเราพิจารณาปริมาณของ MgO ในช่วง 6%mol-8%mol จะพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 2000°C – 2450°C เกิดสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ในวัฏภาคลูกบาศก์ หากทำให้สารละลายของแข็งนี้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (Quench) มาอยู่ในบริเวณที่เกิดสารละลายของแข็ง วัฏภาคลูกบาศก์และวัฏภาคเตตระโกนอล ในบริเวณนี้จะเกิดนิวเคลียส (Nucleate) ของสารละลายของแข็งวัฏภาคเตตระโกนอล ซึ่งสามารถควบคุมขนาดของนิวเคลียสได้ โดยการคุมอัตราการลดอุณหภูมิ (Cooling Rate) จากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวมาที่อุณหภูมิต่ำ

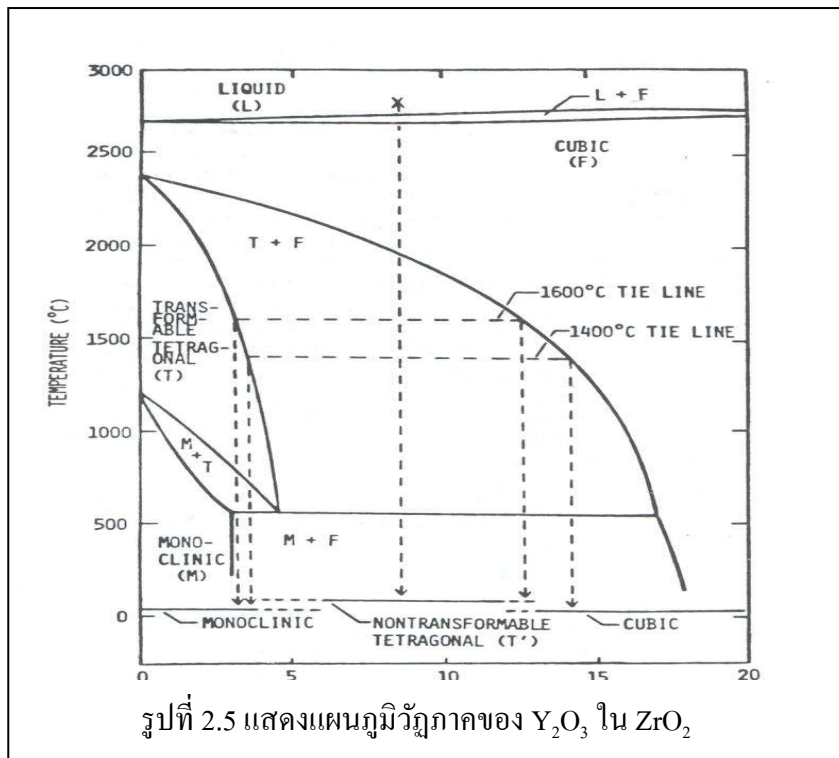
จากกระบวนการดังกล่าวจะได้ PSZ ซึ่งผลึกของ t-ZrO₂ นี้จะสามารถเปลี่ยนรูปเป็น โมโนคลินิกเซอร์โคเนีย (m-ZrO₂) ได้เมื่อมีแรงจากภายนอกมากกระทำ ซึ่งเป็นกระบวนการการเกิดความเหนียวที่สำคัญกระบวนการหนึ่ง ซึ่งจะกล่าวถึงในรายละเอียดต่อไป



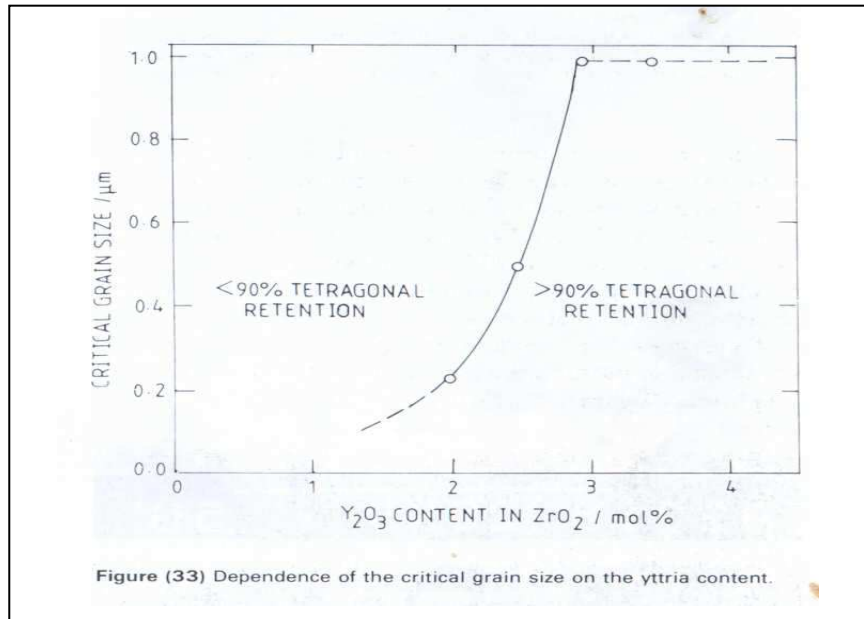
Tetragonal Zirconia Polycrystals (TZP)

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่เสถียรอยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลทั้งหมด โดยทั่วไปจะเกิดจากการใช้ Y_2O_3 เป็นสารสร้างความเสถียรหากพิจารณาแผนภูมิวัฏภาคในระบบ $Zr_2O_3 - Y_2O_3$ (รูปที่ 2.5) บริเวณ 0% mole-5% mole ของ Y_2O_3 จะพบว่าที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ $1300^{\circ}C$ ถึง $1650^{\circ}C$ เซอร์โคเนียจะอยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลเกือบ 100% ซึ่งหากทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปดังกล่าวเย็นตัวอย่างรวดเร็วมาที่อุณหภูมิห้อง จะได้เซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปของ TZP

จากการศึกษาสมบัติระหว่างความแข็งแรงกับขนาดอนุภาคของ TZP พบว่าเมื่อขนาดของอนุภาคใหญ่เกินกว่าขนาดหนึ่ง โครงสร้างเตตระโกนอลจะสามารถเปลี่ยนวัฏภาคได้เองตามธรรมชาติ ซึ่งจะเรียกขนาดดังกล่าวว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้ จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลง



จากที่กล่าวเบื้องต้นว่าขนาดของเกรน (Grain Size) ของ TZP มีผลต่อค่าความแข็งแรง ดังนั้นจึงมีการศึกษาหาขนาดวิกฤตที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียพบว่า ขนาดวิกฤตขึ้นอยู่กับปริมาณของสารสร้างความเสถียร ที่เติมลงไป ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.6 แสดงผลของปริมาณ สารสร้างความเสถียร กับขนาด

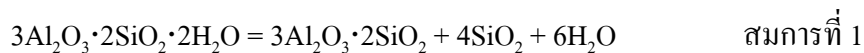
Partially stabilised zirconia in a non zirconia matrix

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่มีความละเอียดระดับไมโครเมตร กระจายอยู่ในเนื้อหลัก (Matrix) อื่นที่ไม่ใช่เซอร์โคเนียเช่นอะลูมินาหรือมุลไลต์ หากกระจายอยู่ในเนื้อหลักที่เป็นอะลูมินา โดยทั่วไปจะเรียกว่า Zirconia toughened alumina (ZTA) หรือหากเซอร์โคเนียถูกกระจายอยู่ในเนื้อหลักซึ่งเป็นมุลไลต์ก็จะถูกเรียกว่า Zirconia toughened mullite (ZTM)

มุลไลต์

มุลไลต์เป็นสถานะที่มีความเสถียรที่สุดในระบบ อะลูมินา:ซิลิกา มุลไลต์ถูกนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ หรือในงานที่ต้องการใช้งานที่อุณหภูมิสูง โดยปกติแล้วแร่ธรรมชาติเช่น เคโอลิน (Kaolin) หากได้รับความร้อนก็จะสามารถเกิดเป็นมุลไลต์ได้ดังสมการที่

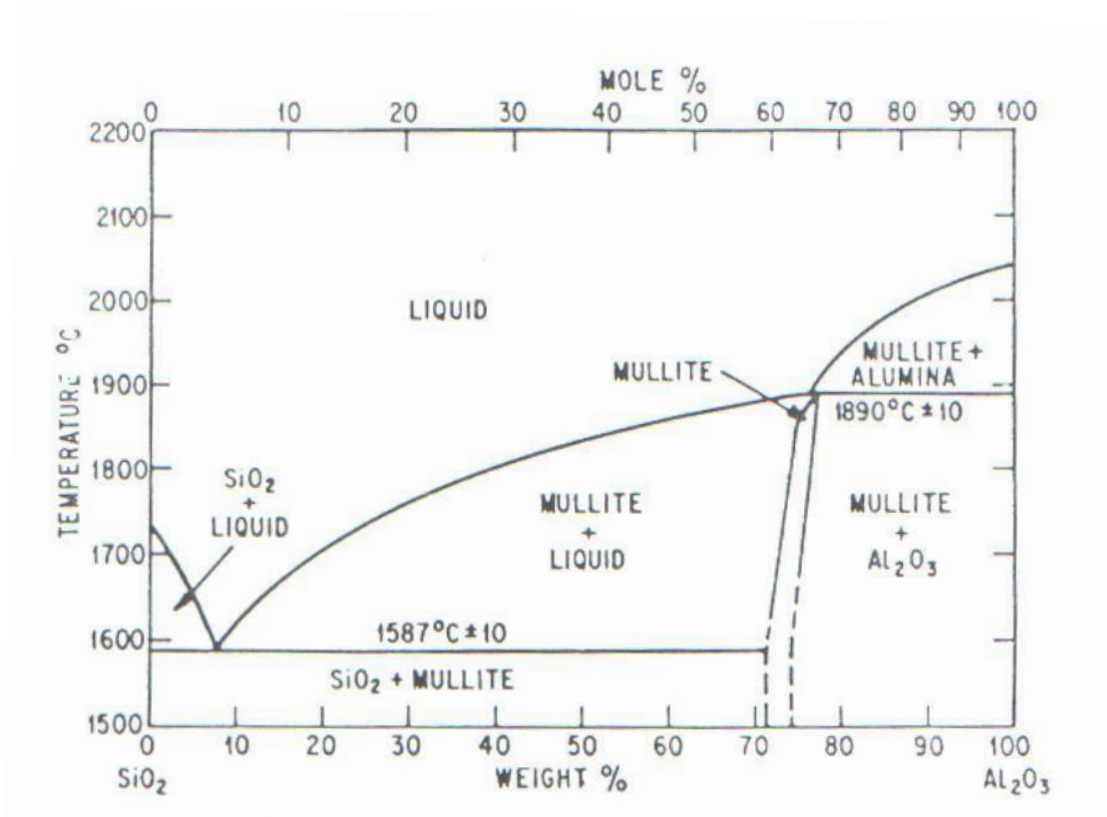
1



ซึ่งเคโอลินจะมีสิ่งเจือปนที่ปะปนมาเป็นจำนวนมากอันได้แก่ เหล็ก ออกไซด์ของแอลคาไล (Alkali) และ แอลคาไลน์เอิร์ท (Alkaline earth) ดังนั้นมุลไลต์ซึ่งเตรียมจากเคโอลินจะเป็นมุลไลต์ซึ่งไม่บริสุทธิ์ และเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของเคโอลินจะเหลือซิลิกา ซิลิกาเหล่านี้จะเปลี่ยนเป็น

แก้วซึ่งสามารถเกิดการไหลตัวได้เมื่อวัสดุได้รับความร้อนเกิน 1200°C นั้นคือข้อจำกัดของการเตรียมมุลไลต์จากแร่ธรรมชาติ

การเตรียมมุลไลต์เพื่อให้มีความหนาแน่นสูงโดยการทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกซิลิกาและอะลูมินา นั้นทำได้ยากมาก โดยทั่วไปแล้วผลิตภัณฑ์ที่ได้จะประกอบไปด้วยรูพรุนและวัฏภาคแก้ว (Glassy phase) จำนวนมาก วิธีการเตรียมมุลไลต์ที่ได้ความหนาแน่นที่สูงคือการเตรียมด้วยกระบวนการโซลเจล (Sol-gel) ซึ่งมุลไลต์ที่เตรียมด้วยกระบวนการดังกล่าว แสดงสมบัติที่ดีมากในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง และจากรายงานการเตรียมมุลไลต์ด้วยกระบวนการอื่นๆ เพื่อให้ได้มุลไลต์ที่มีสมบัติที่ดีนั้นยังคงเป็นเพียงการคาดหวังเท่านั้น [ref] อย่างไรก็ตามไม่ว่าจะเป็นเตรียมมุลไลต์ ด้วยกระบวนการใด จำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องอาศัยแผนภูมิวัฏภาค ระหว่างอะลูมินาและซิลิกา (ดังแสดงที่รูปที่ 2.7) เพื่อให้ได้มุลไลต์ที่บริสุทธิ์และมีความหนาแน่นสูง

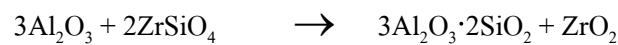


รูปที่ 2.7 แผนภูมิวัฏภาค ระหว่างอะลูมินาและซิลิกา

มุลไลต์มีโครงสร้างหลักแบบออร์โธรมบิก (Orthorhombic) ที่ซับซ้อนมากโดยสามารถเขียนสูตรโครงสร้างได้เป็น $Al_{(4+2x)}Si_{(2-2x)}O_{(10-x)}$ เมื่อ x คือจำนวนของช่องว่างเตตระฮีดรอล (Tetrahedral Site) ของออกซิเจนต่อหนึ่งเซลล์ ซึ่งในโครงสร้างของมุลไลต์นี้อะตอมของอะลูมินัม

(Aluminum) และ ซิลิคอน (Silicon) สามารถเคลื่อนที่เข้าไปในตำแหน่งของช่องว่างเตตระฮีดรอลที่ว่างอยู่ในโครงสร้างได้ จึงเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้มุลไลต์มีโครงสร้างที่ต่างกัน โดยหากปริมาณ x อยู่ในช่วง 0.25-0.4 จะทำให้เกิด มุลไลต์-อะลูมินา โดยเกิดในรูปสารละลายของแข็งด้วยอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกาเป็น 3:2 จนไปถึง 2:1 ซึ่งจะเป็นสถานะที่ทนทานต่อสภาวะความเป็นกรดของน้ำเหล็กและก๊าซต่างๆที่อุณหภูมิสูงได้ดี ยิ่งไปกว่านี้มุลไลต์ยังมีการขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่ต่ำมาก ซึ่งส่งผลให้มุลไลต์สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันได้ดี

การเกิดปฏิกิริยาระหว่าง อะลูมินาและเซอร์คอน



การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอนจะดำเนินไปตามสมการข้างต้น โดยการเกิดปฏิกิริยาจะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ 1.ขั้นตอนการแตกตัวของเซอร์คอน โดยเซอร์คอนจะเกิดการแตกตัวให้เซอร์โคเนียและซิลิกา และ 2.ขั้นตอนการเกิดมุลไลต์ การเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวนี้จะเกิดขึ้นได้ยากหากปราศจากสารเติมแต่ง

การแตกตัวของเซอร์คอนที่ปราศจากสารเติมแต่งจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 1360°C หลังเกิดการแตกตัวแล้ว ซิลิกาที่ได้จากการแตกตัวจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาใน 2 ลักษณะคือ 1.ซิลิกาจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาและเกิดมุลไลต์ในรูปไม่เป็นผลึก (Noncrystalline Mullite) ออกมาก่อน จากนั้นจึงค่อยๆกลายเป็นมุลไลต์ในที่สุด และ 2.อสัณฐานซิลิกา (Amorphouse SiO₂) จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปคริสโทบาลิต (Cristobalite) ก่อนจากนั้นจึงเกิดปฏิกิริยากับอะลูมินา ที่อุณหภูมิประมาณ 1420°C จากรายงานของ Rodriso และ Boch ยืนยันว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกของอะลูมินาและซิลิกา อสัณฐานซิลิกาจะเปลี่ยนรูปเป็นผลึก (Recrystallized) ก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยากับอะลูมินา

กระบวนการการเกิดปฏิกิริยาระหว่างเซอร์คอนและอะลูมินา จะเริ่มจากบริเวณส่วนเนคของอนุภาคอะลูมินาและเซอร์คอน โดยจะเกิดเป็นชั้นของมุลไลต์ขึ้นก่อน ณ บริเวณนี้ จากนั้นอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะลดลงหรืออาจหยุดลง จนกระทั่งอนุภาคได้รับพลังงานเพิ่มถึงระดับหนึ่ง กระบวนการแตกตัวของเซอร์คอนจึงจะเริ่มขึ้น จากนั้นอสัณฐานซิลิกา ซึ่งอยู่ในวัฏภาคของเหลว (Liquid Phase) ที่มีความหนืดสูง จะเป็นตัวช่วยส่งเสริมการแพร่ (Diffusion) ของสารตั้งต้นทำให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปได้

เนื่องจากสารตั้งต้นมีความหนาแน่นสูงกว่าผลิตภัณฑ์ ดังนั้นการดำเนินไปของปฏิกิริยาจึงส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีแนวโน้มที่จะมีขนาดเพิ่มขึ้น ในทางกลับกันการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน

มีแนวโน้มทำให้ขนาดของชิ้นงานลดลง ซึ่งผลของการขยายตัวดังกล่าวทำให้ผลิตภัณฑ์ (มุลไลท์) ที่เกิดขึ้นกลายเป็นตัวขัดขวางการหดตัวของชิ้นงาน ซึ่งเป็นสาเหตุของการหยุดกระบวนการเกิดความหนาแน่นของ (Dedensification) ส่งผลให้รูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงานไม่สามารถเคลื่อนที่ออกไปได้

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

อย่างไรก็ตาม Boch และ Giry ไม่ประสบผลสำเร็จจากการแบ่งการเผาออกเป็น 2 ขั้นตอน เนื่องจาก กระบวนการเกิดความหนาแน่นไม่สามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิใกล้ๆ 1450°C และ กระบวนการการเกิดปฏิกิริยานั้นก็ไม่สามารถหลีกเลี่ยงได้ที่อุณหภูมิเดียวกัน ในทางกลับกันจากการสังเกตพบว่ากระบวนการการเกิดปฏิกิริยาและการเผาผนึก ไม่สามารถแยกออกจากกันได้และเป็นการยากมากที่จะทำการควบคุมเนื่องจาก การชิงกันเกิด (Competition) ระหว่างการเกิดปฏิกิริยา และการเกิดความหนาแน่น

ปฏิกิริยาการเผาผนึกระหว่างเซอร์คอนและอะลูมินาซึ่งปราศจากสารเติมแต่ง กระบวนการหลักของการเกิดปฏิกิริยาคือการแพร่ในสถานะของแข็ง (Solid State Diffusion) ของสารตั้งต้น ซึ่งหมายความว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยานั้นจะเกิดได้ช้า และต้องใช้อุณหภูมิสูงสำหรับการเกิดปฏิกิริยา (ประมาณ 1600°C) ซึ่งการเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยานั้นทำได้โดยการลดขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นให้เล็กลง Boch (1990a,b, quoted in Schneider et al. 1994, p.174) ศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่าความสามารถในการเผาผนึก (Sinterability) จะเพิ่มขึ้นถ้าขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นมีขนาดเล็ก และยังพบอีกว่าสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลท์-เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราส่วนระหว่าง อะลูมินาต่อซิลิกา โดยชิ้นงานที่มีอะลูมินาในปริมาณ 68 mol% จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดในขณะที่ชิ้นงานที่มีอะลูมินาในปริมาณ 74 mol% จะมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำที่สุด และจากรายงานของ Khor และ Li (1998) ซึ่งศึกษาผลของเวลาการบดต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง เซอร์คอนและอะลูมินา พบว่าเมื่อใช้เวลาในการบดที่นานขึ้นจะส่งผลให้อุณหภูมิที่ใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยามุลไลท์ลดลง โดย ณ เวลาบด

40 ชั่วโมง อุณหภูมิสำหรับการเกิดปฏิกิริยาจะเท่ากับ 1421°C ในขณะที่เวลาบด 30 ชั่วโมง อุณหภูมิที่ใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยาเป็น 1529°C

การลดอุณหภูมิการเกิดมูลโลหะนอกจากการใช้สารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กแล้ว ยังสามารถทำได้ โดยการเติมอนุภาคมูลโลหะขนาดเล็กลงไป Zhao, Huang, Huang, Wang, และ Guo (2003a) ศึกษากระบวนการเกิดมูลโลหะ โดยการทำให้ปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกของอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่าการเติมอนุภาคของมูลโลหะขนาดเล็กลงไป จะช่วยให้อุณหภูมิการเกิดมูลโลหะลดลงประมาณ 50°C

การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน จะดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัดหากมีการเติมสารเติมแต่งเข้าไป เช่น MgO , CaO , TiO_2 , Y_2O_3 etc ซึ่งสารเติมแต่งเหล่านี้จะไปรวมตัวกับ วัฏภาคของเหลว ที่อยู่ในสถานะ ชั่วคราว/หรือถาวร และสารเติมแต่งเหล่านี้จะเกิดเป็นสารละลายของแข็งกับเซอร์โคเนียและมูลโลหะ การเติมสารเติมแต่งไม่เพียงแต่ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเท่านั้นหากยังเป็นการเปลี่ยนกระบวนการเผาผนึกไปด้วย

วัฏภาคของเหลวในรูปชั่วคราวนั้น โดยส่วนใหญ่จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิก่อนข้างแน่นอน โดยอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 1400°C - 1425°C ขึ้นอยู่กับชนิดของสารเติมแต่งที่ใช้ วัฏภาคของเหลวชั่วคราวนี้ไม่เพียงแต่เป็นตัวช่วยเพิ่มอัตราการแพร่ของสารตั้งต้นเท่านั้น แต่ยังมีผลต่อการจัดเรียงตัวของอนุภาค ซึ่งจะส่งผลต่ออัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนและอัตราการเกิดปฏิกิริยาก็มีค่าที่สูงขึ้นตามไปด้วย

ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยานอกจากจะขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค และการเติมสารเติมแต่งแล้ว ปริมาณของเซอร์คอนยังส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาด้วย Zhao et al. (2003b) ได้ศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการเผาผนึกของอะลูมินาและเซอร์คอน โดยการทดลองทำโดยเตรียมตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกา ในสัดส่วน 65:35 71.8:28.2 และ 80:20 โดยน้ำหนัก แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ ผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิก่อนปฏิกิริยาการเกิดมูลโลหะจะเริ่มขึ้นอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกา 65:35 โดยน้ำหนัก ให้ผลในการเผาผนึกที่ดีกว่าอัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก เนื่องจากตัวแปรที่ส่งผลต่อการเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิก่อนปฏิกิริยาการเกิดมูลโลหะคือ ผิวสัมผัสระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน ซึ่งตัวอย่างที่มีอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 65:35 โดยน้ำหนัก จะมีผิวสัมผัสระหว่างอะลูมินาและเซอร์คอน มากกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก และเมื่อปฏิกิริยาการเกิดมูลโลหะเกิดขึ้นเกือบสมบูรณ์พบว่าที่อัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก ให้ผลในการเผาผนึกที่ดีว่าอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก เนื่องจากตัวแปรที่ส่งผลต่อการเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิล่วงปฏิกิริยาการเกิดมูลโลหะคือ ปริมาณของอะลูมินา โดยตัวอย่างที่มีอัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกา 80:20 โดยน้ำหนัก มีปริมาณอะลูมินามากกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก จึงทำให้ตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก ให้ผล

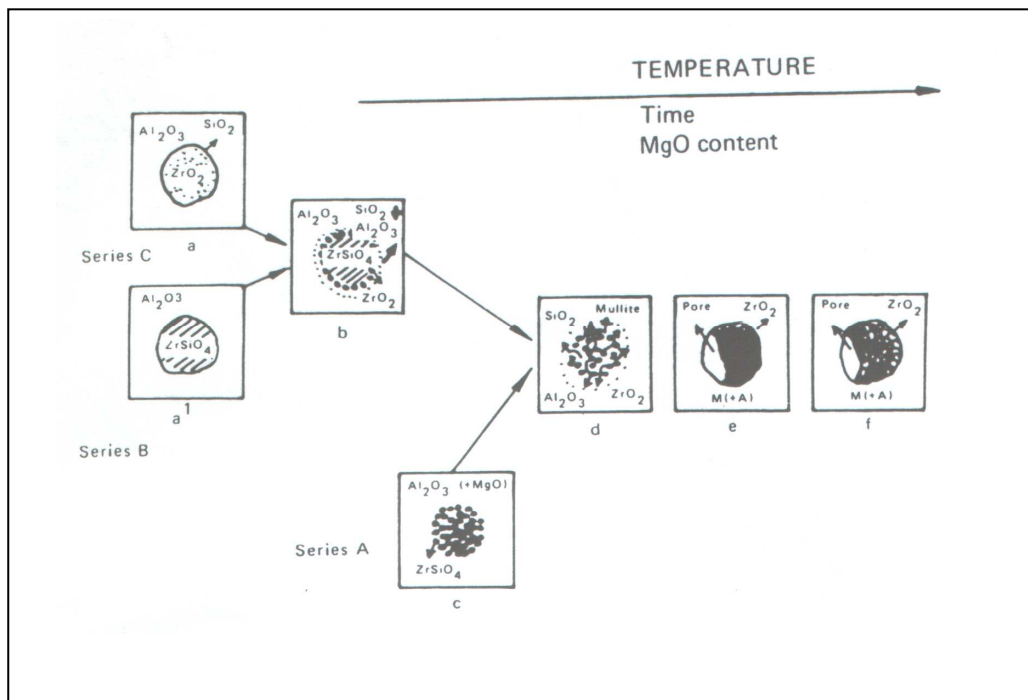
ในการเผาผลาญในช่วงอุณหภูมิหลังปฏิกิริยาการเกิดมุลไลต์ที่ต่ำกว่าตัวอย่างที่มีอัตราส่วน 65:35 โดยน้ำหนัก

โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง อะลูมินาและ เซอร์คอน

โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผลาญนั้น จะขึ้นอยู่กับสมบัติของเซอร์คอนที่เป็นสารตั้งต้น โดยส่วนใหญ่รูพรุนจะถูกปิดล้อมโดยอนุภาค หรือการรวมกลุ่มกันของอนุภาค (Agglomerate)

ระหว่างการเผาผลาญเซอร์คอนจะแตกตัวให้ซิลิกาอิสระ (Free Silica) ซึ่งกระบวนการนี้จะทิ้งรูพรุน (Pore) เอาไว้ขนาดของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับขนาดตั้งต้นของอนุภาค หรือขนาดของการรวมกลุ่มกันของอนุภาคเซอร์คอน ในทางกลับกันหากสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผลาญ มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวที่ดี ซิลิกาที่เกิดขึ้นจะสามารถทำปฏิกิริยากับอะลูมินาได้โดยทันที ซึ่งจะส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคปราศจากรูพรุน

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



รูปที่ 2.8 แสดงกระบวนการการเกิดปฏิกิริยา โดยเปรียบเทียบระหว่างของผสมที่แตกต่างกัน 3 ชนิด

ในการเกิดปฏิกิริยาสมบัติอย่างหนึ่งของโครงสร้างจุลภาคที่ไม่สามารถหลีกเลี่ยงได้คือ การเชื่อมต่อกันของเกรนมูลไลต์ (Crosslink) ซึ่งสามารถแบ่งการเชื่อมต่อนี้ได้เป็น 3 รูปแบบ ตามลักษณะของอนุภาคเซอร์โคเนีย

แบบที่ 1 เรียก intragranular คือ ลักษณะที่อนุภาคของเซอร์โคเนียถูกเกรนมูลไลต์ปิดล้อมเอาไว้ภายใน โดยทั่วไปอนุภาคเซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปแบบนี้จะมีขนาดเล็กและกลม

แบบที่ 2 เรียกว่า intergranular ลักษณะของอนุภาคของเซอร์โคเนียที่เกิดในรูปแบบนี้จะมีขนาดใหญ่และปลายคม โดยจะอยู่บริเวณขอบเกรนของมูลไลต์

แบบที่ 3 เป็นลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนอยู่ภายในและบางส่วนอยู่ที่ขอบเกรนของมูลไลต์

ลักษณะทั้ง 3 อย่างนี้จะส่งผลที่แตกต่างกันในการเกิดปฏิกิริยา, การเผาผนึก รวมไปถึงการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

สำหรับการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก อะลูมินาและเซอร์คอนนี้ โดยส่วนใหญ่จะไม่สามารถทำซ้ำให้ได้ผลเหมือนเดิม เนื่องจากระบบนี้ไว (Sensitive) ต่อลักษณะของสารตั้งต้นมาก ซึ่งจะส่งผลให้เกิดความไม่สมบูรณ์ของการเกิดปฏิกิริยาและการเกิดวัฏภาคของเหลว โดยส่วนใหญ่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะให้สมบัติที่ไม่คงที่เช่นเดียวกับโครงสร้างจุลภาค

Ebadzadeh และ Ghasemi (2000) ทำการศึกษาผลของสารตั้งต้นต่างๆ ต่อปฏิกิริยาการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบ มูลไลต์-เซอร์โคเนีย โดย Ebadzadeh และ Ghasemi ทดลองใช้สารตั้งต้นที่ต่างกัน 3 ประเภทคือ 1.อะลูมินา 2. อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Aluminium hydroxide) 3. อะลูมิเนียมไนเตรต (Aluminium nitrate) โดยสารตั้งต้นทั้งสามจะถูกเตรียมด้วยกระบวนการที่ต่างกัน ก่อนนำมาผสมกับเซอร์คอน สิ่งที่พบคือ การเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ที่สุดเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง อะลูมิเนียมไนเตรตกับเซอร์คอน ที่อุณหภูมิ 1600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และปริมาณของ t-ZrO₂ พบมากที่สุดโดยสารตั้งต้นที่เป็นอะลูมิเนียมไนเตรตเช่นเดียวกัน เนื่องจาก ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียที่ได้จากสารตั้งต้นที่เป็นอะลูมิเนียมไนเตรตนี้มีขนาดเล็กที่สุด และจากรายงานของ Chen, Lan, และ Tuan (2000) ซึ่งกล่าวถึงการเตรียมมูลไลต์จากสารตั้งต้นซึ่งเป็นอะลูมินา และ เคโอลิไนต์ (Kaolinite) กล่าวว่า ถึงแม้วิธีการเตรียมมูลไลต์จากสารตั้งต้นดังกล่าวเป็นวิธีการที่มีราคาถูก แต่มีข้อเสียคืออุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาจะสูง โดยก่อนถึงอุณหภูมิ 1200°C อะลูมินาจะไม่ทำปฏิกิริยาใดๆ ทั้งสิ้นกับเคโอลิไนต์ และปฏิกิริยาการเกิดมูลไลต์จะเริ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 1300°C และข้อเสียที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือ ชิ้นงานที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการดังกล่าว จะมีความหนาแน่นและความแข็งแรงต่ำ

ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิถัภาคของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในมุลไลต์

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่า การเกิดความเหนียวในระบบที่มีเซอร์โคเนียเป็นองค์ประกอบนั้น ส่วนหนึ่งของกระบวนการเกิดความเหนียวคือ การเปลี่ยนวิถัภาคของเซอร์โคเนีย จาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิถัภาคนั้นมีมากมาย ไม่ว่าจะเป็นปริมาณของเซอร์โคเนียที่อยู่ในระบบ ปริมาณของสารเติมแต่ง ขนาดของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในวัสดุเชิงประกอบ ฯลฯ ซึ่งองค์ประกอบต่างๆ เหล่านี้ล้วนส่งผลต่อพฤติกรรมของการเปลี่ยนวิถัภาคของเซอร์โคเนีย

ปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ ในวัสดุเชิงประกอบ

การเปลี่ยนวิถัภาคของเซอร์โคเนียจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ค่อนข้างเฉพาะเจาะจงในวิถัภาคหลัก (Matrix) ที่แตกต่างกันออกไป และสิ่งสำคัญอีกประการหนึ่งคือ กระบวนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ โดยทั่วไปแล้วการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกนั้น จะเหลือ $t\text{-ZrO}_2$ อยู่น้อยกว่าร้อยละ 60 ของปริมาณเซอร์โคเนียทั้งหมด [R] ถึงแม้ว่าปริมาณของเซอร์โคเนียจะคงที่แต่ด้วยกระบวนการ และลักษณะเฉพาะของโครงสร้างจุลภาค เช่น ขนาดของเกรน ลักษณะการกระจายตัวของเซอร์โคเนีย เป็นต้น จะทำให้ปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ แตกต่างกันไป

ตารางที่ 2.1 ลักษณะเฉพาะของมุลไลต์-เซอร์โคเนีย

Table 1 Characteristics of Sintered Mullite-ZrO₂ Compositions^a

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

โดยทั่วไปแล้วเมื่อปริมาณของเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ $t\text{-ZrO}_2$ ลดลง และจะส่งเสริมให้ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนียโตขึ้นดังแสดงในตารางที่ 2.1 ซึ่งเป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าเซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคใหญ่จะเกิดการเปลี่ยนวิถัภาคได้ง่าย ในขณะที่เซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาค

เล็กจะมีเสถียรรูปที่ดีกว่า Prochazka (1983, quoted in Schneider et al. 1994, p.169) ทำการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ มุลไลท์-เซอร์โคเนีย โดยการผสมมุลไลท์กับผงเซอร์โคเนีย พบว่าผลของการเพิ่มเซอร์โคเนียจาก 10% เป็น 25% โดยปริมาตร ส่งผลให้ปริมาณของ t-ZrO₂ ลดลงจาก 65% เป็น 11% โดยปริมาตร ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดของเซอร์โคเนียที่โตขึ้น

ยิ่งไปกว่านั้นการใช้อุณหภูมิที่สูง และเวลาในการเผาผนึกที่นานยังส่งผลให้อนุภาคเซอร์โคเนียโตขึ้นด้วย เช่น ในตัวอย่างที่เปลี่ยนอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1575°C เป็น 1650°C ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียจะเพิ่มจาก 1.5 เป็น 4 μm และปริมาณของ t-ZrO₂ จะลดลงจาก 88% เป็น 49%

ผลของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนวัฏภาค

วิธีที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการศึกษาการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียคือ การใช้เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงขนาดระหว่างการเผาขึ้นงาน (Dilatometer) โดยการสังเกตความชันของกราฟที่เปลี่ยนไปเราสามารถบอกได้ว่า อุณหภูมิที่เซอร์โคเนียเริ่มเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคในระหว่างการลดอุณหภูมิ (Ms) และ อุณหภูมิที่เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคโดยสมบูรณ์ระหว่างการลดอุณหภูมิ (Mf) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิเท่าไร Ms เป็นตัวแปรที่ขึ้นโดยตรงกับขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียซึ่งกระจายอยู่ในวัฏภาคหลัก Ms จะมีค่าลดลงเมื่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียลดลง และในทางกลับกันการเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียและการใช้อุณหภูมิการเผาผนึกที่สูง จะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียโตขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้ Ms มีค่าเพิ่มขึ้น

Ms ของเซอร์โคเนียที่กระจายอยู่ในวัสดุเชิงประกอบจะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างมากหากมีการเติมสารสร้างความเสถียรเช่น Y₂O₃ จากตารางที่ 2.2 แสดงให้เห็นว่า Ms จะมีค่าลดลงตามลำดับเมื่อมีปริมาณของ Y₂O₃ เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่า อะลูมินาและซิลิกาจะไม่จัดอยู่ในกลุ่มของสารสร้างความเสถียรแต่พบว่า สารทั้งสองตัวมีผลทำให้ Ms ของเซอร์โคเนียลดลง

ตารางที่ 2.2 อุณหภูมิที่ทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนวัฏภาค

Sample	Conditions of thermal treatment	Strength (MPa)	
		Treated	As-fired
G ₂	1060°C, 3 h	360	273
	1000°C, 2 h/1100°C, 2 h/1160°C, 0.5 h	385 ± 17	
Fracture toughness (MPa·m ^{1/2})			
Sample	Conditions of thermal treatment	Treated	As-fired
G ₁	1000°C, 2 h/1100°C, 2 h/1160°C, 2 h	5.5	4.6
Young's modulus (GPa)			
Sample	Conditions of thermal treatment	Treated	As-fired
G ₁	1060°C, 3 h	215	190
	1250°C, 3 h	192	

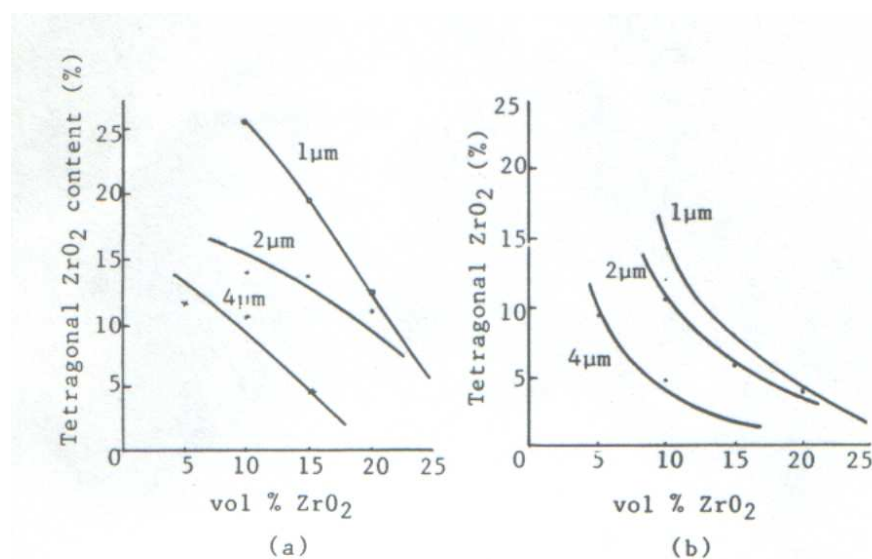
G₁ (wt%): 44.97 Al₂O₃, 52.67 ZrSiO₄, 2.00 MgO, 0.36 impurity.
G₂ (wt%): 47.22 Al₂O₃, 50.47 ZrSiO₄, 2.00 MgO, 0.31 impurity.
Source: Based on Ref. 39.

ขนาดวิกฤติสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

สมบัติอย่างหนึ่งของการเปลี่ยนวัฏภาคตามธรรมชาติของเซอร์โคเนีย คือการเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีขนาดอนุภาคโตเกินกว่าขนาดวิกฤติ ซึ่งขนาดวิกฤตินี้มีความสัมพันธ์กับ M_s โดยการศึกษาของ Claussen และทีมงาน ในระบบของวัสดุเชิงประกอบ มวลไลท์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมจากการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก พบว่าขนาดของอนุภาคที่ทำให้ M_s ลดลงมาอยู่ที่อุณหภูมิห้องคือ $1.2 \mu\text{m}$ ซึ่งผลของขนาดวิกฤติที่เพิ่มขึ้นนี้อาจมาจากการที่ อะลูมินาและซิลิกาที่อยู่ในระบบเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) กับเกรนของเซอร์โคเนีย

การเปลี่ยนวัฏภาคโดยความเค้นที่เกิดจากความร้อน (Thermal Stress)

จากการศึกษา ความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิโดยฉับพลันของ ZTM พบว่าการทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็ว นั้นมีผลทำให้ $t\text{-ZrO}_2$ สามารถเปลี่ยนไปอยู่ในรูป $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งจากรูปที่ 2.9 จะพบว่าการทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็วส่งผลให้เกิดแรงเค้นขึ้นในชิ้นงาน แรงเค้นที่เกิดขึ้นทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปร่างที่ผิดปกติซึ่งทำให้ง่ายต่อการเกิดนิเวศของอนุภาค $m\text{-ZrO}_2$ ดังนั้นจึงเป็นเหตุผลให้ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนมาอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งจากเหตุผลดังกล่าว จึงสามารถกล่าวได้ความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน นั้นส่งผลให้คุณสมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิปานกลางเปลี่ยนแปลงไป



รูปที่ 2.9 ปริมาณของ ZrO₂ ที่มีผลต่อ $t\text{-ZrO}_2$

กระบวนการเกิดความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ZTM

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

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

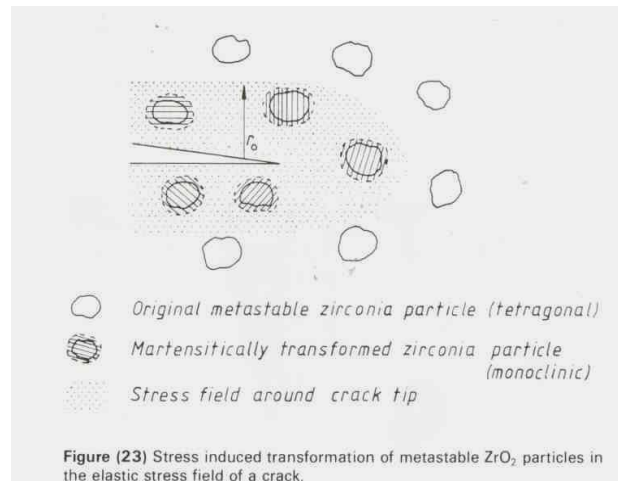
กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

คือ การเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ โดยทั่วไปแล้วเมื่อทำการลดอุณหภูมิหลังจากการเผาผนึก เซอร์โคเนียจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ที่อุณหภูมิประมาณ 1200°C อย่างไรก็ตามเซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคเล็ก หรือ ถูกบังคับโดยวัฏภาคหลัก (เช่น เซอร์โคเนียที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของอะลูมินา) เซอร์โคเนียเหล่านี้จะสามารถคงตัวอยู่ในสภาวะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ ได้

กระบวนการการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวัฏภาคนี้อาจจะเริ่มขึ้นเมื่อ มีรอยร้าวเกิดขึ้นภายในชิ้นงาน รอยร้าวที่เกิดขึ้นนี้จะส่งผลทำให้บริเวณที่มีรอยร้าวเกิดแรงเค้น ซึ่งพลังงานส่วนนี้จะทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสภาวะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนกลับไปอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้อาจจะทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตร โดยจะขยายตัวประมาณ 3% ส่งผลให้เกิดแรงกดบริเวณปลายของรอยร้าว จึงทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้

ตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการเกิดความเหนียวนี้คือ ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เซอร์โคเนียจะมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคเนื่องจากแรงเค้นที่เกิดโดยรอยร้าวขนาดหนึ่งเท่านั้น ซึ่งจะเรียกขนาดนี้ว่าขนาดวิกฤต (Critical size) ถ้าอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กไปกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะไม่ยอมเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวขึ้นในชิ้นงาน แต่ถ้า เซอร์โคเนียมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนวัฏภาคเองโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดวิกฤตนี้จะถูกกำหนดโดย การบังคับของวัฏภาคหลัก และธรรมชาติของเซอร์โคเนียเอง

จากกระบวนการดังกล่าวข้างต้นอาจกล่าวได้ว่าความเหนียวของชิ้นงานขึ้นอยู่กับปริมาณของ t-ZrO₂ หากชิ้นงานมี t-ZrO₂ มาก ชิ้นงานก็มีแนวโน้มที่จะมีความเหนียวเพิ่มขึ้น

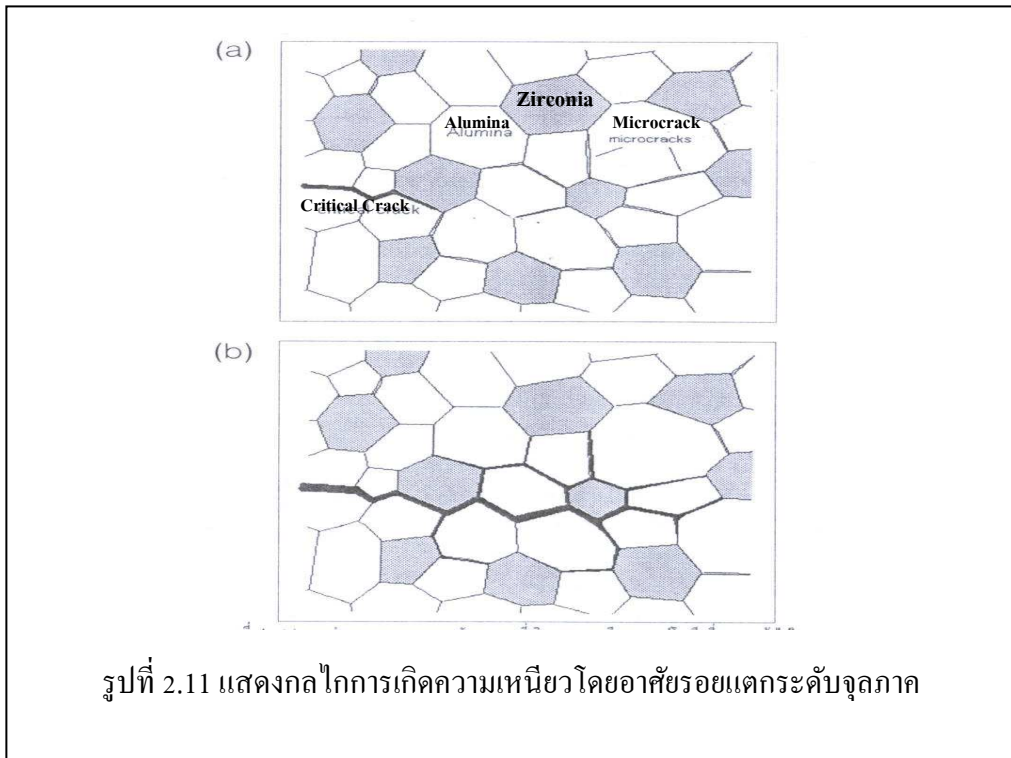


รูปที่ 2.10 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค

กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค

วัสดุที่อยู่ในโครงสร้างปรากฏรอยแตกระดับจุลภาค อาจเตรียมได้โดยการกระจายผลึกเซอร์โคเนียที่ละเอียดระดับไมครอนในเนื้อของเซรามิกอื่น เช่น อลูมินา หรือ มุลไลต์ ในระหว่างที่ชิ้นงานเย็นตัวผ่านอุณหภูมิที่ผลึกเซอร์โคเนียเหล่านั้นเปลี่ยนวัฏภาคจาก t-ZrO₂ เป็น m-ZrO₂ เซอร์โคเนียจะเกิดการขยายตัว ซึ่งในขณะที่เซอร์โคเนียพยายามจะขยายตัว วัฏภาคหลักซึ่งอยู่รอบๆ เซอร์โคเนียจะต้านทานไว้จึงส่งผลให้บริเวณรอบผลึกเซอร์โคเนียเกิดความเค้นขึ้น วิธีหนึ่งที่จะลดความเค้นที่เกิดขึ้นบริเวณนั้นคือ การเกิดรอยแตกที่เล็กระดับจุลภาค ซึ่งขยายออกจากผลึกเซอร์โคเนียในทิศทางตามแนวของเกรนของผลึกที่ล้อมรอบอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 (a)

เมื่อชิ้นงานเกิดรอยแตก และรอยแตกขยายตัวผ่านมาถึงบริเวณที่มีผลึกเซอร์โคเนียอยู่ รอยแตกนั้นจะเปลี่ยนทิศทาง ความเค้นที่อยู่ปลายสุดของรอยแตกจะกระจายและถูกดูดกลืนโดยรอยแตกระดับจุลภาค ดังแสดงในรูปที่ 2.11(b) และนั่นส่งผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุสูงขึ้น



รูปที่ 2.11 แสดงกลไกการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค

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

ผลที่ตามมาจากการเพิ่มความเหนียวที่เพิ่มขึ้นโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาคคือ ค่าความแข็งแรงซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะมีค่าคงที่หรือลดลงเล็กน้อยขณะที่ความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่ปรากฏการณ์ดังกล่าวนี้ไม่พบในระบบของ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย แต่ปรากฏการณ์ดังกล่าวจะเกิดกับระบบ เซอร์โคเนียอะลูมินา ซึ่งหมายความว่าในระบบของมุลไลต์-เซอร์โคเนียนั้นค่าความแข็งแรงและความเหนียวจะเกิดขึ้นพร้อมๆกัน

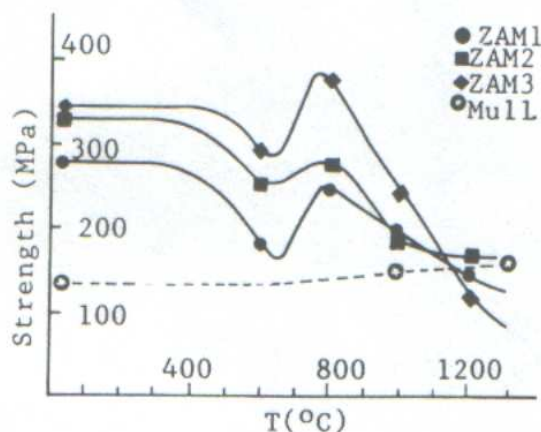
สมบัติเชิงกลของ ZTM ที่อุณหภูมิห้อง

ค่าความแข็งแรงและความเหนียวของมุลไลต์ที่อุณหภูมิห้อง นั้นโดยทั่วไปจะมีค่าน้อยกว่าออกไซด์ตัวอื่น ซึ่งวิธีทางหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มค่าความแข็งแรงและความเหนียว คือการทำให้อยู่ในรูปของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งคุณลักษณะของสมบัติเชิงกลของระบบดังกล่าวจะได้กล่าวถึงในบทนี้

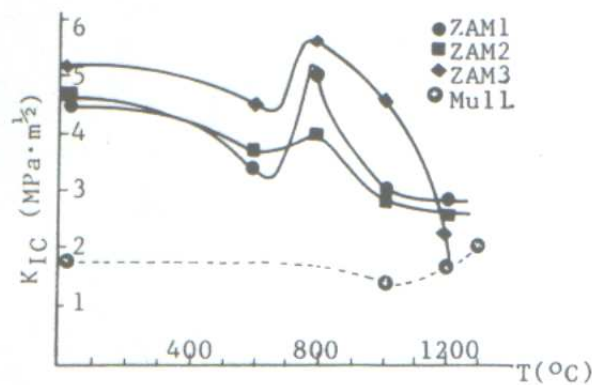
ผลขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบต่อสมบัติเชิงกล

ค่าความแข็งแรงสูงสุดของส่วนผสมระหว่าง อะลูมินาและเซอร์คอนที่มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 97% และมีปริมาณเซอร์คอน 30% อยู่ที่ประมาณ 310 MPa ซึ่งในความเป็นจริงแล้วค่าความแข็งแรงดังกล่าวยังมีค่าที่ต่ำอยู่เมื่อเทียบกับค่าที่คณะทำงานของ Wallace เตรียมได้ซึ่งค่าที่เขาเตรียมได้คือ 500 MPa โดยทั่วไปแล้วค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์ เซอร์โคเนีย นั้นจะมีค่าสูงกว่า อะลูมินา หรือมุลไลต์เดี่ยวๆ และดูเหมือนว่าเป็นผลมาจากกระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ มุลไลต์-เซอร์โคเนีย จะลดลงเมื่ออัตราส่วนระหว่าง อะลูมินาต่อซิลิกาน้อยกว่า 3:2 เนื่องจากหากมีปริมาณของซิลิกามากเกินไป ซิลิกาที่เกินมานี้จะเข้าไปรวมกับเซอร์โคเนียกลับไปอยู่ในรูปของเซอร์คอนอีกครั้ง หรือหากไม่ไปรวมกับเซอร์คอนก็จะเหลือเป็นซิลิกาอิสระ ซึ่งส่งผลให้ปริมาณของเซอร์โคเนียลดลงและยังทำให้สมบัติเชิงกลลดลงด้วย ดังนั้นจึงเป็นเหตุผลที่ดีว่าการเตรียมวัสดุเชิงประกอบในระบบนี้ควรใช้อัตราส่วนอะลูมินาต่อซิลิกาอยู่ที่ 3:2 กับ 19% โดยปริมาตรของเซอร์โคเนีย

เมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างอะลูมินาบริสุทธิ์ กับ อะลูมินาที่อยู่ในระบบ ZTM พบว่าเมื่ออะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZTM ค่าความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้นจาก 270 เป็น 330 MPa และค่าความเหนียวจะเพิ่มจาก $4.6 \text{ Mpa/m}^{0.5}$ เป็น $5.25 \text{ Mpa/m}^{0.5}$ เมื่อมีปริมาณอะลูมินา 72% โดยปริมาตร ดังแสดงในรูปที่ 2.12 และ 2.13



รูปที่ 2.12 ค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZAM



รูปที่ 2.13 ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาเข้าไปอยู่ในระบบ ZAM

จากรายงานของ Aksel (2003a) ซึ่งทำการศึกษาเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลระหว่าง วัสดุทนไฟ อะลูมินากับวัสดุทนไฟ อะลูมินา-มุลไลท์ พบว่าวัสดุทนไฟอะลูมินาที่เติมมุลไลท์จะมีความแข็งแรงและความเหนียว ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นประมาณร้อยละ 30 ของวัสดุทนไฟอะลูมินาที่ไม่ได้เติมมุลไลท์ ซึ่งมุลไลท์ที่เติมในวัสดุทนไฟทำให้เกิดปรากฏการณ์สำคัญอย่างหนึ่งคือ การหักเหของรอยแตกช้า (Crack Deflection) ซึ่งส่งผลให้พลังงานของรอยร้าวที่เกิดขึ้นภายในชิ้นงานลดลง ทำให้ชิ้นงานมีความเหนียวเพิ่มขึ้น และ ขนาดของรอยร้าวสูงสุดที่ชิ้นงานสามารถทนได้ก่อนการแตกหัก (Critical Crack Size) ของตัวอย่างที่เติมมุลไลท์จะเพิ่มขึ้นมากกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เติมประมาณร้อยละ 20 ต่อมาภายหลัง Aksel (2003b) ได้ศึกษาเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของวัสดุทนไฟ อะลูมินา-มุลไลท์ กับ วัสดุทนไฟอะลูมินา-มุลไลท์-เซอร์โคเนีย โดยเตรียมจากการเติมเซอร์คอนลงในวัสดุทนไฟ พบว่าการเติมเซอร์คอนในวัสดุทนไฟช่วยให้การเกิดความหนาแน่นของชิ้นงานเกิดได้ดีขึ้น และยังช่วยลดปริมาณรูพรุนของชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานมีความเหนียว และความแข็งแรงมากกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เติมเซอร์คอน เนื่องจากเซอร์คอนที่เติมลงไปส่งผลให้เกิด การหด/ขยายตัว ที่แตกต่างกันระหว่างวัฏภาคต่างๆภายในชิ้นงาน ทำให้เกิดรอยร้าวระดับจุลภาค กระจายตัวอยู่ในเนื้อของชิ้นงาน ซึ่งเป็นเหตุผลสำคัญที่ทำให้ค่าความเหนียวของชิ้นงานที่เติมเซอร์คอนเพิ่มขึ้น

มีการใช้สารเติมแต่งหลายชนิดเพื่อช่วยส่งเสริมการเผาผนึก และเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยสารเติมแต่งที่ใช้โดยส่วนใหญ่สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิดคือ 1. สารเติมแต่งที่เมื่อเติมแล้วจะทำให้เกิดวัฏภาคของเหลว เช่น MgO, CaO ฯลฯ และ 2. สารเติมแต่งที่เมื่อเติมแล้วจะทำให้เกิดวัฏภาคของแข็ง เช่น TiO₂, Y₂O₃, ฯลฯ การใช้สารเติมแต่งชนิดที่ 1 จะทำให้เกิดวัฏรูปแก้ว (Glass Phase) ซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะเป็นสาเหตุทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุลดลง ตารางที่ 2.3 แสดงให้เห็น

ว่าในตัวอย่างที่มีปริมาณ CaO น้อยจะมีค่าความแข็งแรงและความเหนียวมากกว่าตัวอย่างที่มีปริมาณ CaO มาก ซึ่งสาเหตุมาจากในตัวอย่างที่มีปริมาณ CaO น้อย จะมีวัฏภาคของเหลวเกิดขึ้นน้อยกว่า

ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติของวัสดุเชิงประกอบด้วยการเติมสารเติมแต่งชนิดต่างๆ

Table 3 Properties of Reaction-Sintered Composites with Additives at Room Temperature

Additive	Composition	t-ZrO ₂ content (%)	σ_F (MPa)	K_{IC} (MPa·m ^{1/2})	Sintering condition	Ref.
MgO	75% mullite/25% ZrO ₂ ^a		270 ± 22	4.6 ± 0.2	1500°C, 15 min	37
	56% mullite/26% Al ₂ O ₃ /18% ZrO ₂ ^a		315 ± 20	4.75 ± 0.2	1500°C, 30 min	
	72% Al ₂ O ₃ /11% mullite/17% ZrO ₂ ^a		330 ± 20	5.25 ± 0.2	1500°C, 2 h	
	64.26% Al ₂ O ₃ /34.60% ZrSiO ₄ /1.14% MgO ^b		341 ± 33	4.0 ± 0.2		30
	2ZrSiO ₄ /3Al ₂ O ₃ /0.3(Al ₂ O ₃ + MgO) ^c	70	329 ± 8	4.6	1500°C, 0.25 h	13
2ZrSiO ₄ /3Al ₂ O ₃ /(Al ₂ O ₃ + MgO) ^c	21	258 ± 26	4.46	1450°C, 1.5 h		
CaO	4ZrSiO ₄ /4Al ₂ O ₃ /CaO ^c	20	235 ± 30	4.3 ± 0.1	1425°C, 2 h	11
	4ZrSiO ₄ /3.37Al ₂ O ₃ /0.37CaO ^c	5	270 ± 15	4.4 ± 0.1	1450°C, 2 h	
TiO ₂	2ZrSiO ₄ /4Al ₂ O ₃ /TiO ₂ ^c	49	250 ± 21	4.7 ± 0.1	1500°C, 1 h	14
	2ZrSiO ₄ /3.25Al ₂ O ₃ /0.25TiO ₂ ^c	5	310 ± 23	4.9 ± 0.1	1500°C, 2 h	
Spinel	61.38% Al ₂ O ₃ /34.60% ZrSiO ₄ /4.02% MgO·Al ₂ O ₃ ^b		316 ± 33	4.3 ± 0.3		30

^a Vol%.

^b Wt%.

^c Molar composition.

ในทางกลับกันการใช้สารเติมแต่งชนิดที่ 2 จะหลีกเลี่ยงการเกิดวัฏภาคที่ก่อให้เกิดปัญหาพร้อมยังช่วยให้ปฏิกิริยาที่ดำเนินไปในระหว่างการเผาขึ้นได้ดีขึ้น จึงส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุไม่ลดลงหรือลดลงในปริมาณที่น้อยมากตารางที่ 2.4 แสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Y₂O₃ กับค่าความเหนียว จากตารางจะพบว่าตัวอย่างที่มี Y₂O₃ จะมีความเหนียวน้อยกว่าตัวอย่างที่ไม่มี Y₂O₃ เล็กน้อยโดยขีดจำกัดของปริมาณ Y₂O₃ อยู่ในช่วงระหว่าง 0.5-5% โดยน้ำหนัก จากค่าในตารางที่ 2.4 จะพบว่าไม่มีบางตัวอย่างที่เติม Y₂O₃ เกินขีดจำกัดจึงทำให้ค่าความเหนียวลดลงมาก ในตารางที่ 2.3 แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีปริมาณ TiO₂ เพิ่มขึ้นสมบัติเชิงกลของวัสดุจะมีค่าลดลง

ตารางที่ 2.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Y_2O_3 กับสมบัติเชิงกลของเซอร์โคเนีย

Table 2 Tetragonal Zirconia Mechanical Properties and Open Porosity of ZTM Composites with Y_2O_3 fired during 120 min at $1500^\circ C$

Y_2O_3 (w/o)	$t-ZrO_2$ (stabilized) (%)	$t-ZrO_2$ (transformable) (%)	E (GPa)	H_v (GPa)	K_{IC} ($MPa \cdot m^{1/2}$)	P_o (w/o)
0	3	9	150	6.0	4.7	2.4
0.5	9	4	123	5.4	4.1	5.5
1.0	9	0	119	5.2	3.8	5.6
2.0	8	4	127	5.6	4.0	3.4
3.0	7	3	116	4.5	3.5	6.0
5.0	24	40	153	6.0	3.8	0.1
10.0	97	2	163	6.0	2.5	0.1

Source: Reprinted with permission from Ref. 16.

Das และ Banerjee (2000) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมจากการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก อะลูมินาและเซอร์คอน โดยสารเติมแต่งที่ใช้คือ ไดสโปรไซด์ (Dysprosia) พบว่า ไดสโปรไซด์มีบทบาท 2 ประการ คือ 1. ส่งเสริมให้เกิดความหนาแน่นโดยการเกิดวัฏภาคของเหลว 2. เป็นตัวสร้างเสถียรรูป ให้กับ $t-ZrO_2$ โดยเกิดเป็นสารละลายของแข็งระหว่าง ไดสโปรไซด์ เซอร์โคเนีย และมุลไลต์ โดยปริมาณของ ไดสโปรไซด์ที่เหมาะสมที่สุดคือ 2.5 mol%

Rincon (1986, quoted in Schneider et al. 1994, p.175) ศึกษาผลการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ลงในวัสดุเชิงประกอบเซอร์โคเนีย-มุลไลต์ พบว่า TiO_2 บางส่วนจะไปรวมตัว (incorporate) กับมุลไลต์และเซอร์โคเนีย และ/หรือ จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปสารประกอบ Al_2TiO_5 ต่อมาภายหลัง Ebadzaden และ E.Ghasemi (2002) ทำการศึกษาผลของ TiO_2 ต่อเสถียรรูป (stability) ของ $t-ZrO_2$ ในวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย พบว่าตัวอย่างที่เติม TiO_2 สามารถตรวจพบ $t-ZrO_2$ ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิการเผาผนึก นอกจากนี้ TiO_2 ยังช่วยลดอุณหภูมิการแตกตัวของเซอร์คอนและลดอุณหภูมิการเกิดมุลไลต์ด้วยเช่นกัน

Wu และ Lin (1991, quoted in Schneider et al. 1994, p.175) ศึกษาผลการเติมซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) ลงในวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย ซึ่งเตรียมโดยการทำปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึกอะลูมินาและเซอร์คอน พบว่า CeO_2 จะช่วยในการส่งเสริมการเกิดมุลไลต์และช่วยเพิ่มปริมาณของ $t-ZrO_2$ และยังพบว่าวัสดุเชิงประกอบที่เติม CeO_2 มีความเหนียวสูงกว่าวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนียตัวอื่นๆ นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยอีกชิ้นหนึ่งที่มีการศึกษาในลักษณะคล้ายกับงานวิจัยของ Wu และ Lin โดย Wen-Cheng, Wei, และ Kao (1996) ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคและเกรนที่โตขึ้นของวัสดุเชิงประกอบมุลไลต์-เซอร์โคเนีย โดยส่วนหนึ่ง

ของการทดลองคือการศึกษาการเติม CeO_2 ลงในวัสดุเชิงประกอบ มุลไลท์-เซอร์โคเนีย พบว่า CeO_2 สามารถช่วยให้ปริมาณ $t\text{-ZrO}_2$ ในชิ้นงานเพิ่มขึ้นแต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจนเกิน 1450°C พบว่าปริมาณ CeO_2 ที่เพิ่มขึ้นกลับทำให้ปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ ลดลง

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

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

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบทั้งหมดแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

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

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

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

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder)

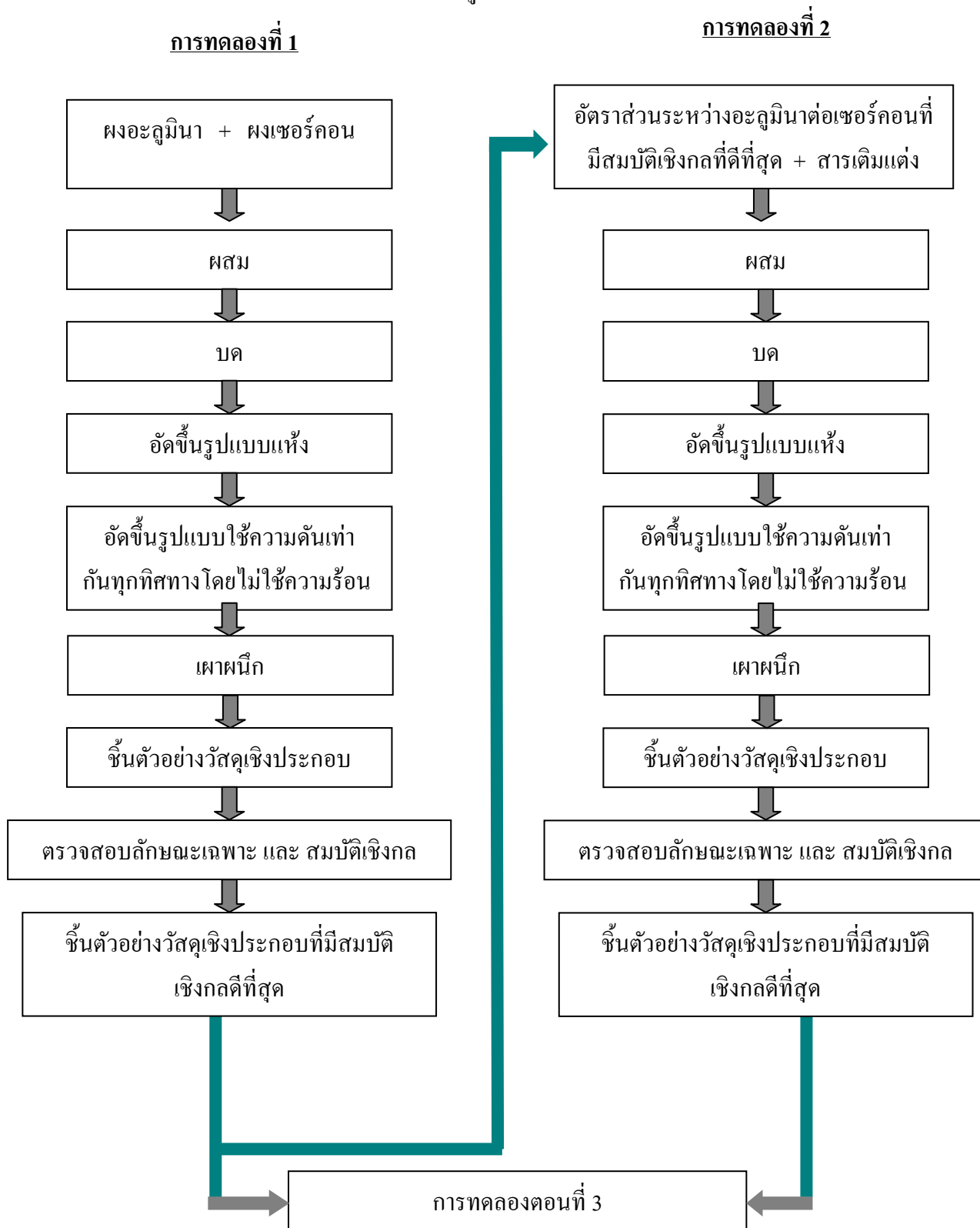
ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al_2O_3 ใช้เกรด AM-21 เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมร้อยละ 0.26 โดยน้ำหนัก ซิลิกา ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก

3.2.2 ผงเซอร์โคเนียมซิลิเกต (Zirconium Silicate Powder)

ผงเซอร์โคเนียมซิลิเกต (เซอร์คอน) สูตรเคมี $ZrSiO_4$ เป็นวัสดุที่มีความบริสุทธิ์สูง อนุภาค

3.3 วิธีการทดลอง

ขั้นตอนและวิธีการทดลอง แสดงในรูปที่ 1.3



จากแผนรูปสามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

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

ตารางที่ 3.3 แสดงองค์ประกอบที่ต่างกันของตัวอย่าง

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

การทดลองตอนที่ 2 เป็นการทดลองเพื่อหาชนิดของสารเติมแต่งที่เหมาะสมที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน โดยการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อเซอร์คอน ที่ทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบดีที่สุดจากการทดลองที่ 1 นำมาเติมสารเติมแต่ง โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และเติมสารเติมแต่งทั้ง 2 ชนิดรวมกันโดยปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้คือ โครเมียมออกไซด์ ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก, ซีเรียมออกไซด์ ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก และส่วนผสมของโครเมียมออกไซด์ และ ซีเรียมออกไซด์อย่างละ 1.5% โดยน้ำหนัก

การทดลองตอนที่ 3 เป็นการศึกษาหารูปแบบการเผาที่เหมาะสม เพื่อให้วัสดุเชิงประกอบมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน โดยการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดจากการทดลองที่ 1 และการทดลองที่ 2 นำไปเผาพริกด้วยรูปแบบการเผาพริกแบบต่างๆ

3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่างและการตรวจสอบสมบัติผงตัวอย่าง

3.3.2.1 การเตรียมผงตัวอย่าง

1. เตรียมส่วนผสมโดยการชั่งอะลูมินา เซอร์คอนในอัตราส่วนตามตารางที่ 3.3 และซังพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของส่วนผสมทั้งหมดแล้วนำไปละลายในน้ำร้อน

2. บดผสมวัตถุดิบตามข้อ 1 โดยบดอะลูมินาและเซอร์คอนก่อนโดยใช้การบดเปียกในน้ำกลั่น ด้วยเครื่องบดแอตทริชัน (Attrition Mill) ซึ่งใช้ลูกบดชนิดเซอร์โคเนีย ความเร็วรอบในการบด 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติม PVA แล้วทำการบดต่ออีก 1 ชั่วโมง

3. นำสารละลาย (Slurry) ที่ได้จากการบดมาเลี้ยงบนภาคร้อนด้วยอุณหภูมิ 80°C จนกระทั่งน้ำระเหยออกเกือบหมด เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการแยกตัวของส่วนผสม

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

5. ใช้โกร่งบดตัวอย่างที่ผ่านการอบแห้งแล้วเพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน จากนั้นนำผงที่ได้ร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 325 เมช (Mesh)



3.3.2.2 การตรวจสอบลักษณะจำเพาะของสารตั้งต้น

ก. การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง (Particle Size Distribution, PDS)

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ: Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd,



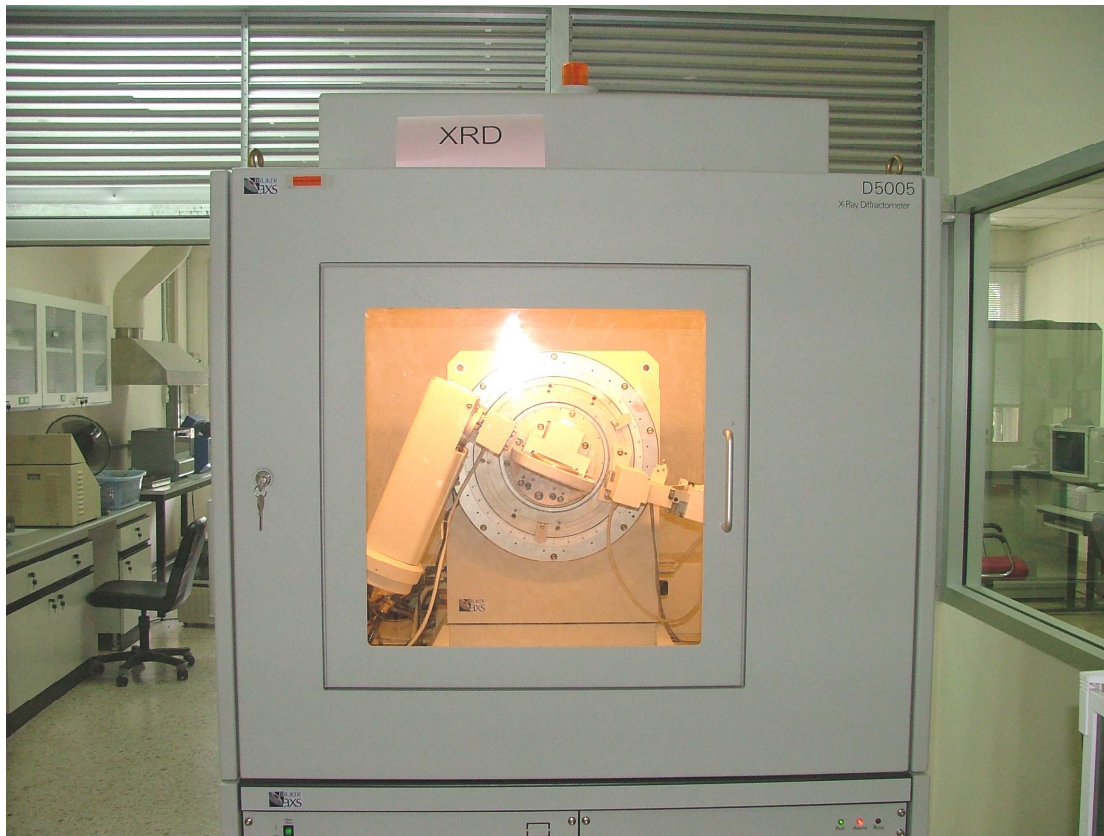
วิธีการทดสอบ

1. ชั่งผงตัวอย่างโดยสุ่มปริมาณ 2 กรัม
2. เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
3. เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic Bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป

ข. การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (Phase Analysis)

การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (Pattern) การหักเหเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg)

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



วิธีการทดสอบ

1. โปรงแผ่นตัวอย่างลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (Sample holder)
2. ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่าง ให้เรียบและแน่น
3. นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

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

3.3.3 การขึ้นรูปและสมบัติก่อนเผาผนึกของตัวอย่าง

3.3.3.1 การขึ้นรูป

ก. การขึ้นรูปแบบเย็น (Cold Press)

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

เครื่องมือ: Hydraulic Press ของบริษัท Carver



ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

1. ความดัน = 15 MPa
2. เวลาอัดแซ่ = 30 วินาที

ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้ จะมีลักษณะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมจตุรัสขนาด
ประมาณ

35.2 x 35.2 x 5.4 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร นำตัวอย่างที่ได้ไปอัดขึ้นรูปแบบใช้ความดันเท่ากัน
ทุกทิศทาง (Cold Isostatic Pressing, CIP)

ข. การอัดขึ้นรูปแบบใช้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง (Cold Isostatic Press, CIP)

นำชิ้นงานจากที่ได้จากข้อ ก. มาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง CIP เพื่อเพิ่มความหนาแน่นและ ความ
แข็งแรงให้กับชิ้นงานกรีน (Green Body)

เครื่องมือ: DR. CIP ของบริษัท Convum Corp



วิธีการทดลอง

1. นำชิ้นงานจากข้อ 3.3.3.1 มาห่อหุ้มด้วยถุงยางอนามัยชนิดผิวเรียบเพื่อป้องกันไม่ให้น้ำมันถูกปนเปื้อนจากของเหลวที่อยู่ภายในภาชนะความดันของ CIP
2. ทำให้บรรยากาศภายในถุงยางอนามัยซึ่งห่อหุ้มชิ้นงานอยู่ให้เป็นสุญญากาศ โดยใช้เครื่องมือทำสุญญากาศ (Vacuum Pump)
3. นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง CIP

ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

แรงดัน = 120 MPa

เวลาอัดแซ่ = 3 นาที

3.3.4 การเผาผนึก (Sintering)

นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปจากข้อ ข. ในหัวข้อ 3.3.3.1 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง เพื่อให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

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

ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

- อุณหภูมิ = 1575 °C
- เวลาเผาแซ่ = 120 นาที
- อัตราความร้อน = 10 °C/นาที
- บรรยากาศ = ปกติ



3.3.4.1 การตรวจสอบสมบัติหลังเผาผลาญของตัวอย่าง

ก. การตรวจสอบสมบัติเคมีของตัวอย่าง

ตรวจเฟสของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผลาญ โดยการนำชิ้นงานไปทำความสะอาดด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic bath) จากนั้นนำไปบดให้เป็นผง แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD)

ข. การตรวจสอบสมบัติเชิงกล

ข.1. ทดสอบการทนต่อการดัดโค้ง (Flexural Strength)

ทดสอบการทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

เครื่องมือ : เครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ ISOMET 1000 ของบริษัท BUEHLER



วิธีการเตรียม

1. ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 4.3 x 4.5 x 29 มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (Low Speed Diamond Saw)
2. ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ
3. ภาวะที่ใช้ในการเตรียม
 - ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว
 - ความเร็วรอบ = 150 รอบ/นาที
 - น้ำหนักกดตัด = 150 กรัม
 - ใช้น้ำมันหล่อเย็นขณะตัด

วิธีการทดสอบการทดสอบการตัดโค้ง

เป็นการทดสอบการทนต่อการตัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ในแรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-Point Flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

1. นำตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมขนาดมาตรฐานมาทดสอบ
 2. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ
 - ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดรองรับตัวอย่าง (Bearing) = 2 มิลลิเมตร
 - ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร
 - ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร/ นาที
- ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง



ข.2. ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness test)

การทดสอบความแข็งจุลภาค ตามมาตรฐาน ASTM E384-89 ใช้หัวกดวัดแบบวิกเกอร์ส์

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท GALILEO



วิธีทดสอบ

1. เตรียมตัวอย่าง โดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยจานขัดเพชรขนาด 15 ไมครอน ด้วยจานขัดแบบก้นหอยติดตั้งกับเครื่องขัดแบบจานหมุน
2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับด้วยจานขัดแบบผ้า

3. ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน
4. ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออกด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

5. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

- น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)
- เวลากดแช่ = 15 วินาที
- กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า
- หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

สูตรคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV)

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์ส (นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร)} = \frac{0.1891F}{d^2}$$

- โดย d = เส้นทแยงมุมของรอยกด เป็น มิลลิเมตร = $(d_1 + d_2) / 2$
- F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

ข.3. การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทนชันของแอนทิสและคณะ (Anstis และคณะ, 1981) คำนวณได้จากสมการที่.....

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

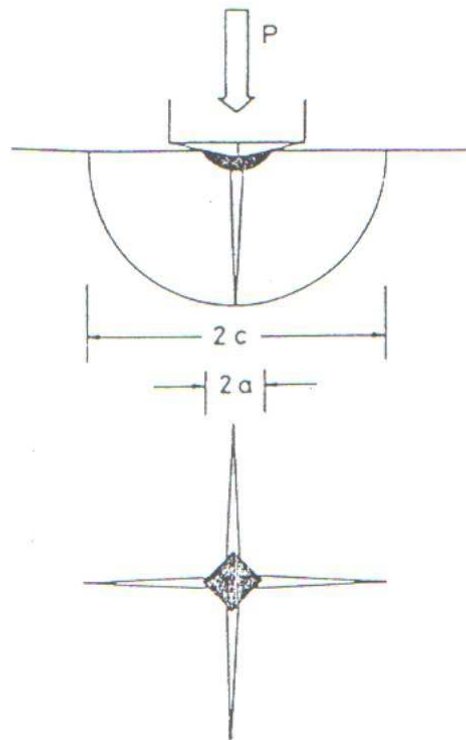
- โดย K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว)
- E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus)
- H = ค่าความแข็ง

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทนชัน

C = ความยาวรอยแตก/2

ξ = ค่าคงที่ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทนชัน โดยการใช้หัดกดแบบวิก

เกอร์ของ Ansis และ คณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004



ข.4. การทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

การเตรียมตัวอย่าง

การเตรียมตัวอย่างจะทำลักษณะเดียวกันกับ การเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ ค.1.

การทดสอบ

1. นำตัวอย่างที่เตรียมได้ เข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
2. นำตัวอย่างในข้อที่ 1 จุ่มลงในน้ำซึ่งมีอุณหภูมิ 25 °C ทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที
3. ทำซ้ำในหัวข้อที่ 1 และ 2 เป็นจำนวน 5 ครั้ง
4. นำตัวอย่างจากข้อที่ 4 ไปทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง
5. ทำการเปรียบเทียบค่าความทนต่อการดัดโค้งก่อนและหลังการทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

ค. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ค.1. ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

เครื่องมือ : เครื่องขัดจานหมุน ของบริษัท BUEHLER



วิธีการเตรียมตัวอย่าง

1. เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวด้วยจานขัดเพชรขนาด 15 ไมครอน
2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1 มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
3. ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์แล้วใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
4. ขจัดอนุภาคที่เกาะอยู่บนผิวหน้าออกโดยใช้เครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง
5. ภาชนะที่ใช้เตรียม
 1. จากข้อ 1 ใช้ความเร็วรอบของจานขัด 120 รอบ/นาที เวลาประมาณ 4 นาที
 2. จากข้อ 2 ใช้ความเร็วรอบของจานขัด 240 รอบ/นาที เวลาประมาณ 6 นาที

ค.2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค

เครื่องมือ : (Scanning electron microscope, SEM ของบริษัท JEOL)



วิธีการเตรียมตัวอย่าง

1. เหมือนข้อ 1. ในหัวข้อ ง.1. (การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค)
2. นำตัวอย่างมากัดผิวด้วยความร้อน (Thermal etch)
3. ภาวะที่ใช้ในการกัดผิวน้ำตัวอย่าง
 - อุณหภูมิที่ใช้ = 1475°C
 - เวลาแช่ = 1 ชั่วโมง
 - อัตราความร้อน = 10 องศาเซลเซียส/นาที
 - บรรยากาศ = ปกติ

4. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3 มาฉายภาพถ่ายรูปตัวอย่างหลังผ่านการขัดผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.5 การหารูปแบบการเผาผลาญที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบ

การหารูปแบบการเผาผลาญที่เหมาะสม จะดำเนินการ โดยการอ้างอิงการเผาผลาญจากรายงานการวิจัยของ Claussen และ Janh (1980, quoted in Schneider et al. 1994, p.174) ซึ่งแบ่งการเผาผลาญออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการเผาผลาญและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งงานวิจัยนี้จะดำเนินการหาอุณหภูมิที่เกิดซึ่งมีอัตราการเผาผลาญที่สูง โดยเครื่องมือวัดการหด/ขยายตัว เนื่องจากความร้อน (Dilatometer)

การเตรียมตัวอย่าง

1. เตรียมส่วนผสมโดยการชั่งอะลูมินาและเซอร์คอน ในอัตราส่วนที่ส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน ซึ่งหาได้จาก การทดลองตอนที่ 1
2. ทำการบด ขึ้นรูป ส่วนผสมในข้อ 1 ตามขั้นตอนในหัวข้อ 3.3.2.1 (การเตรียมผงตัวอย่าง) และ หัวข้อ 3.3.3.1 (การอัดขึ้นรูป)
3. ทำการตัดชิ้นงานในข้อ 2 ให้ได้ขนาด 4.3 x 4.5 x 29 มิลลิเมตร
4. นำชิ้นงานในข้อ 3 ไปทดสอบการหดตัวเนื่องจากความร้อน จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณหาอัตราการเผาผลาญตามสมการ

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

เมื่อ

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

ซึ่งความหนาแน่น ณ อุณหภูมิต่างๆ สามารถหาได้จากสมการ

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

เมื่อ	ρ	คือ ความหนาแน่น
ณ อุณหภูมิต่างๆ	ρ_0	คือ ความหนาแน่น
เริ่มต้น	$(\Delta L / L_0)$	คือ การเปลี่ยนแปลงขนาดเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง

บทที่ 4

ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะจำเพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การศึกษาลักษณะจำเพาะของผงอะลูมินา

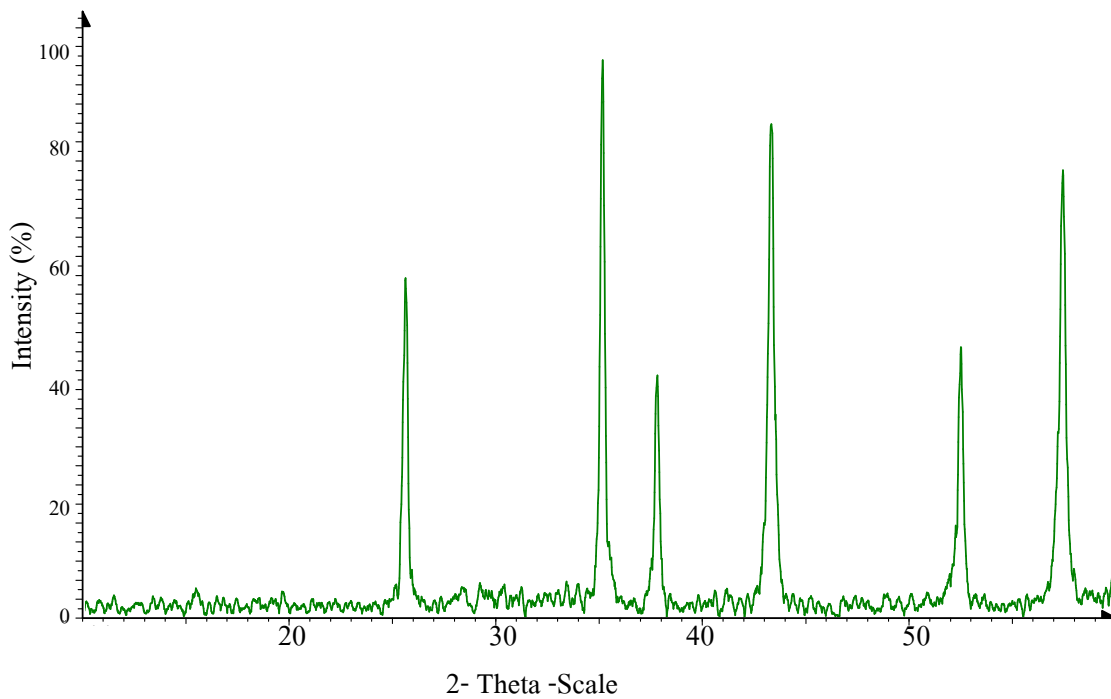
ผลการวิเคราะห์ลักษณะจำเพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะจำเพาะที่วัดได้ของผงอะลูมินา

ลักษณะจำเพาะ	ค่าที่วัดได้
ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	3.95
การกระจายขนาด (ไมครอน)	
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 10	0.26
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 50	0.49
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 90	3.02
สิ่งเจือปน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
Na ₂ O	0.26
SiO ₂	0.02
Fe ₂ O ₃	0.01
วัฏภาค	α -Al ₂ O ₃

4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัสดุศาสตร์ของผงอะลูมินา

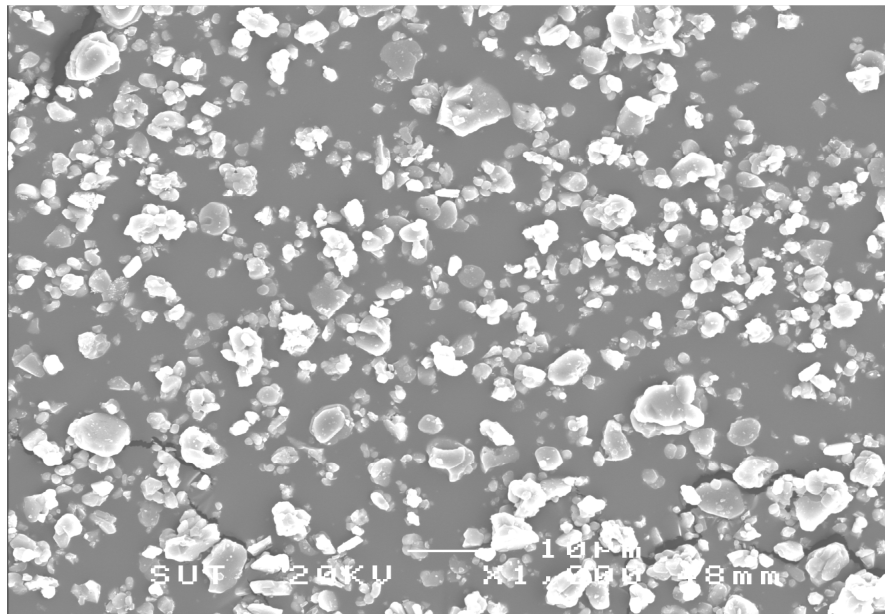
การวิเคราะห์ทางวัสดุศาสตร์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) รูปแบบพิกที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.15 องศา พิกที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 43.35 และ 57.49 องศาตามลำดับ มีวัสดุที่อยู่ในรูป แอลฟา-อะลูมินา (α - Al_2O_3) มีโครงสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรัล (Rhombohedral)



รูปท 4.1 แสดงรูปแบบพิก XRD ของผงอะลูมินา

4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา

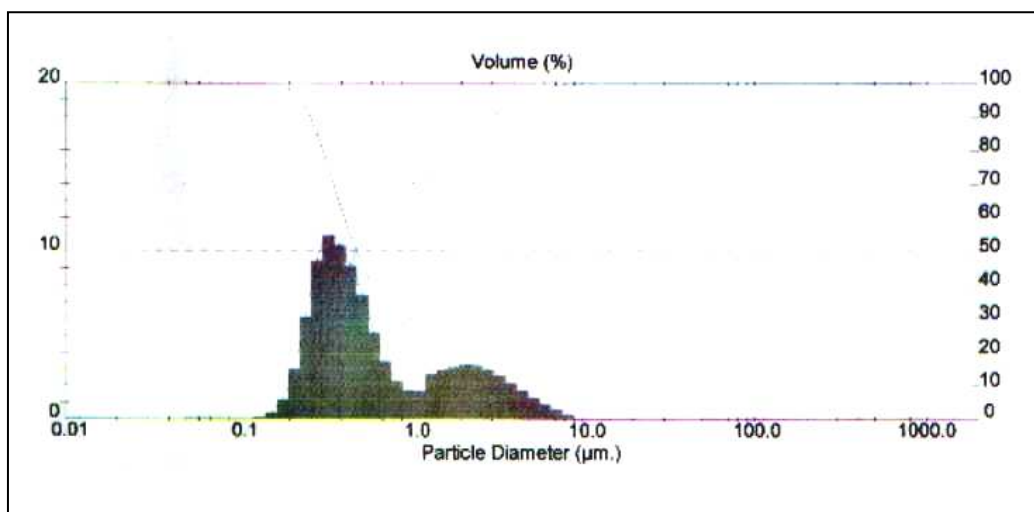
รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าผงอะลูมินามีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก โดยมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.49 ไมครอน



รูปที่ 4.2 แสดงรูปถ่ายผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดของอนุภาคอะลูมินาจากกราฟในรูปที่ 4.3 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 0.49 ไมครอน ช่วงการกระจายขนาดมีลักษณะกว้าง การกระจายขนาดอนุภาคโดยส่วนใหญ่มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน



รูปที่ 4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

4.1.2 การศึกษาลักษณะจำเพาะของผงเซอร์คอน

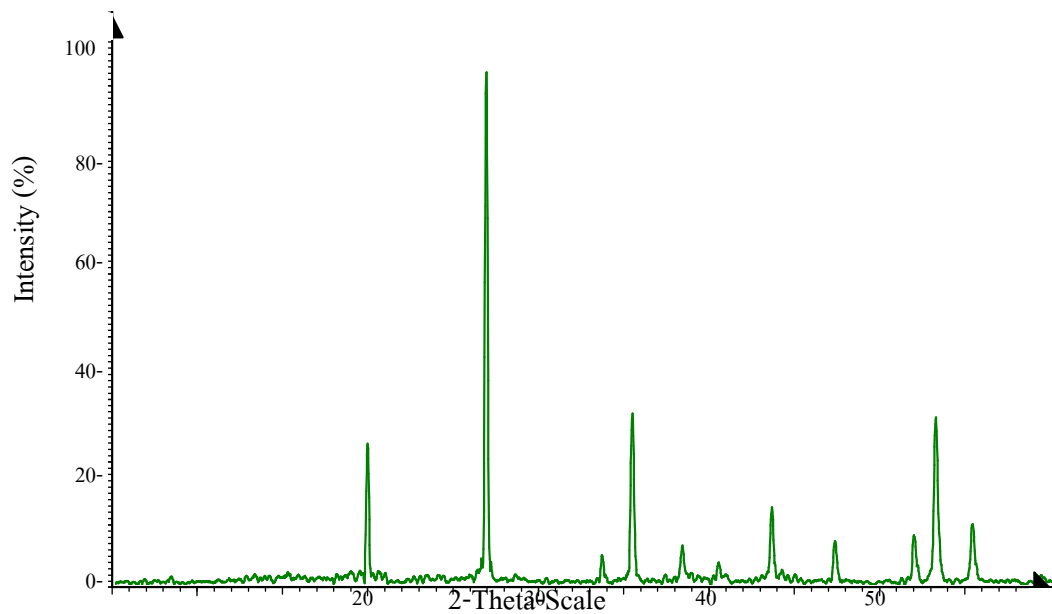
ผลการวิเคราะห์ลักษณะจำเพาะของผงเซอร์คอน แสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะจำเพาะของผงเซอร์คอน

ลักษณะจำเพาะ	ค่าที่วัดได้
ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	4.67
การกระจายขนาด (ไมครอน)	
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 10	0.28
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 50	0.50
- ปริมาณสะสม ร้อยละ 90	2.75
สิ่งเจือปน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
HfO ₂	1.18
Na ₂ O	0.24
P ₂ O ₅	0.24
SO ₃	0.21
Al ₂ O ₃	0.20
Fe ₂ O ₃	0.17
TiO ₂	0.15
Cl	0.11
Y ₂ O ₃	0.10
วัฏภาค	ZrSiO ₄

4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงเซอร์คอน

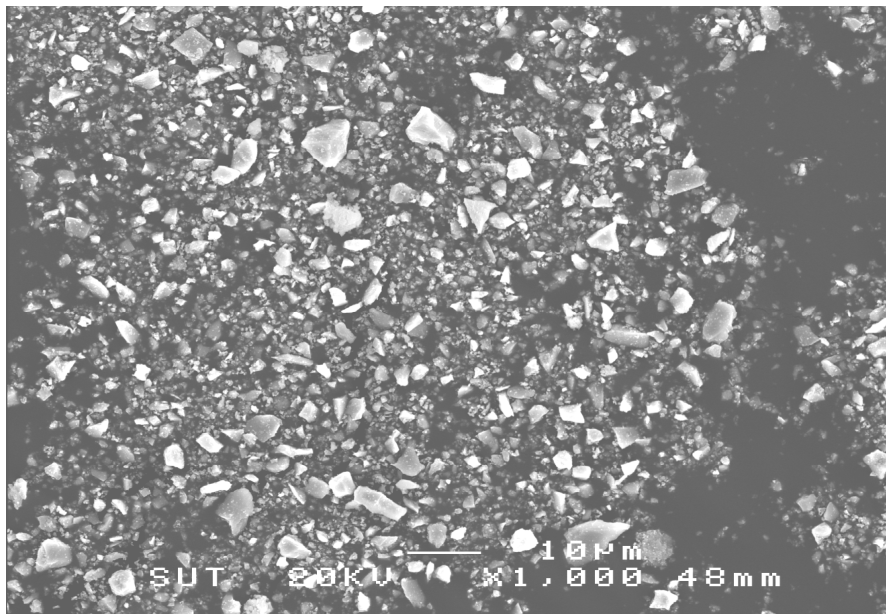
การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) รูปแบบพิกที่แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 26.97 องศา พิกที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.62 53.47 และ 20.00 องศา ตามลำดับ มีโครงสร้างผลึกแบบ เตตระโกนอล (Tetragonal)



รูปที่ 4.4 แสดงรูปแบบพิก XRD ของผงเซอร์คอน

4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์คอน

รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่า ผงเซอร์คอน มีรูปร่างแบบไม่สม่ำเสมอ มีอนุภาคขนาดใหญ่กระจายปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็กขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยประมาณ 0.5 ไมครอน

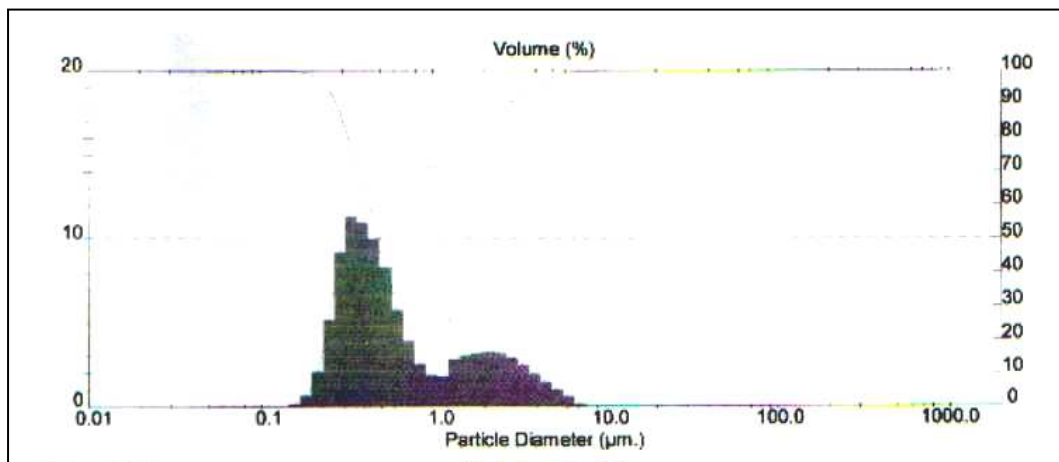


รูปที่ 4.5 รูปถ่ายผงเซอร์คอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.2.3

การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์คอน

รูปแบบการกระจายขนาดของอนุภาคเซอร์คอน แสดงในรูปที่ 4.6 จากกราฟรูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 0.5 ไมครอน ช่วงการกระจายขนาดมีลักษณะกว้าง การกระจายขนาดอนุภาคโดยส่วนใหญ่มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน



รูปที่ 4.6 แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคเซอร์คอน

4.2 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อลักษณะจำเพาะ และ สมบัติของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผลาญ ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

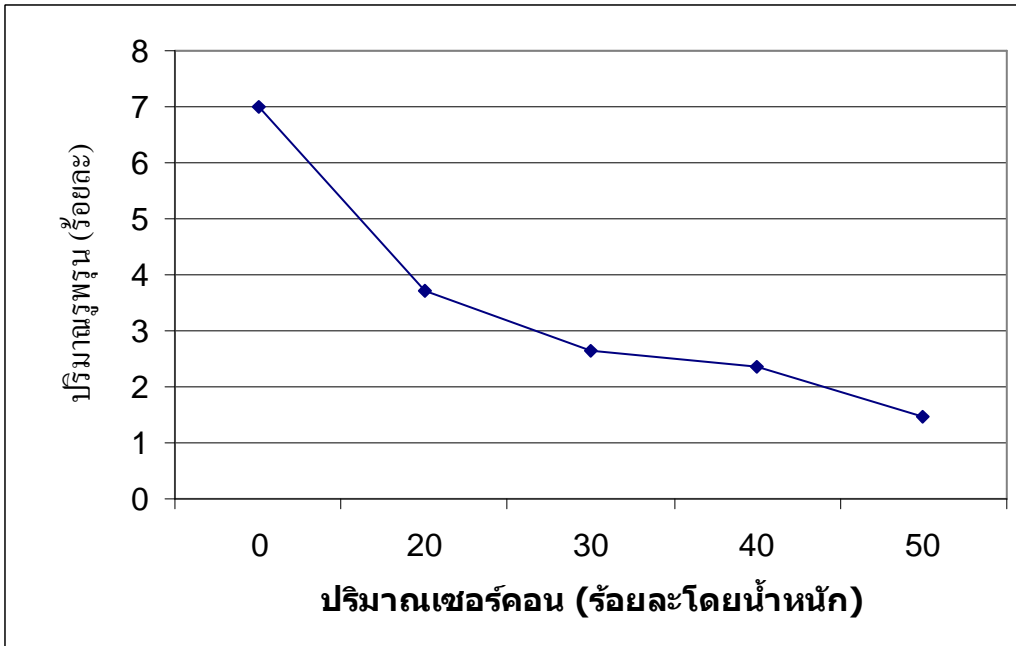
4.2.1 การศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของชิ้นงาน

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเซอร์คอนกับความหนาแน่น และ ปริมาณรูพรุน ของชิ้นงาน แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.7

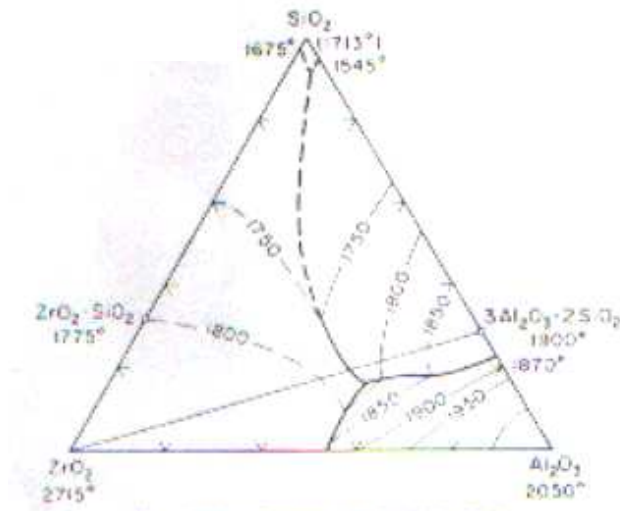
ตารางที่ 4.3 แสดงสมบัติทางกายรูปของวัสดุเชิงประกอบหลังผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575°C เวลา 2 ชั่วโมง

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

จากตารางที่ 4.3 และ รูปที่ 4.7 พบว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนในตัวอย่างเพิ่มมากขึ้น ปริมาณรูพรุนของชิ้นงานมีค่าลดลง จากความสัมพันธ์ดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณเซอร์คอนที่เพิ่มขึ้นในตัวอย่างช่วยเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบและหากเปรียบเทียบตัวอย่างที่ 1 กับ ตัวอย่างที่ 2 พบว่าการเติมเซอร์คอนในอะลูมินา สามารถลดจุดสุกตัวของอะลูมินาได้ ซึ่งสามารถยืนยันได้จากปริมาณรูพรุนของชิ้นงานที่ลดลงหลังเติมเซอร์คอน ผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับแผนภูมิวิภูภาคในรูปที่ 4.8 และสอดคล้องกับผลการทดลองของ Cemail Aksel (2003) ซึ่งพบว่าการเติมเซอร์คอนในอะลูมินาช่วยให้การเกิดความแน่นของชิ้นงานเกิดได้ดีขึ้นและยังช่วยลดปริมาณรูพรุนของชิ้นงาน



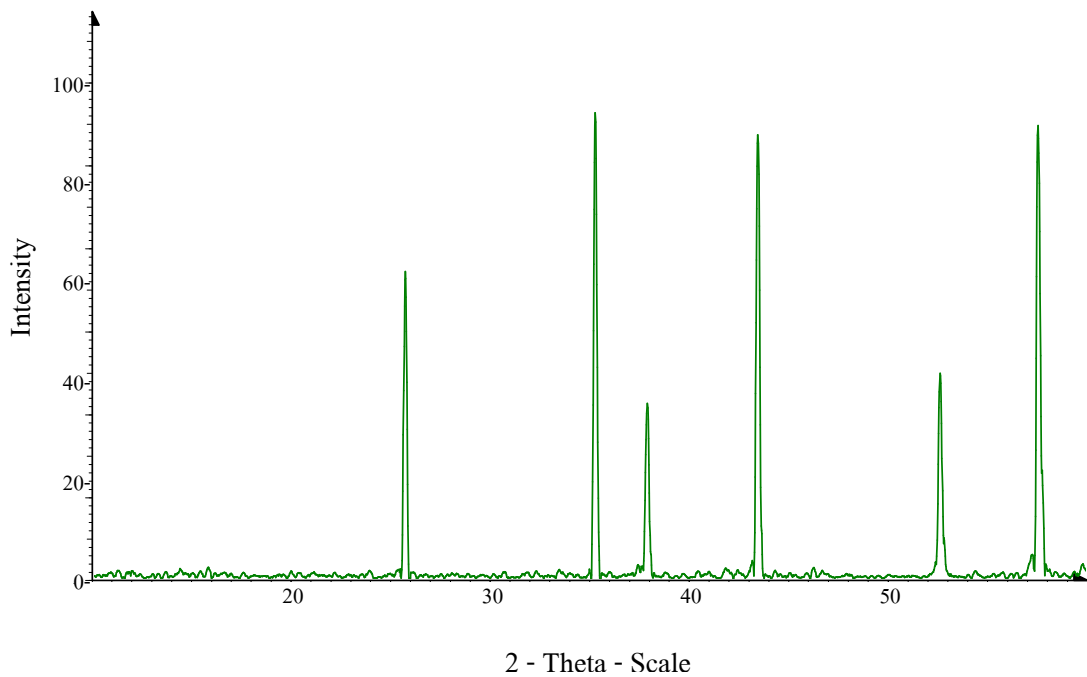
รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณรูพรุนกับปริมาณเซอร์คอน



รูปที่ 4.8 แสดงแผนภูมิวิภาคของระบบ อะลูมินา เซอร์คอน

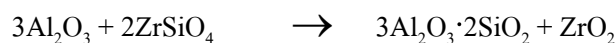
4.2.2 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของชิ้นงาน

รูปที่ 4.9 แสดงผลการวิเคราะห์ทางวัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ของชิ้นงานผ่านการเผาผนึกซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก แสดงพีคของอัลฟาอะลูมินาซึ่งมีลักษณะเหมือนกับรูปแบบพีค XRD ของผงอะลูมินาซึ่งแสดงในรูปที่ 4.1

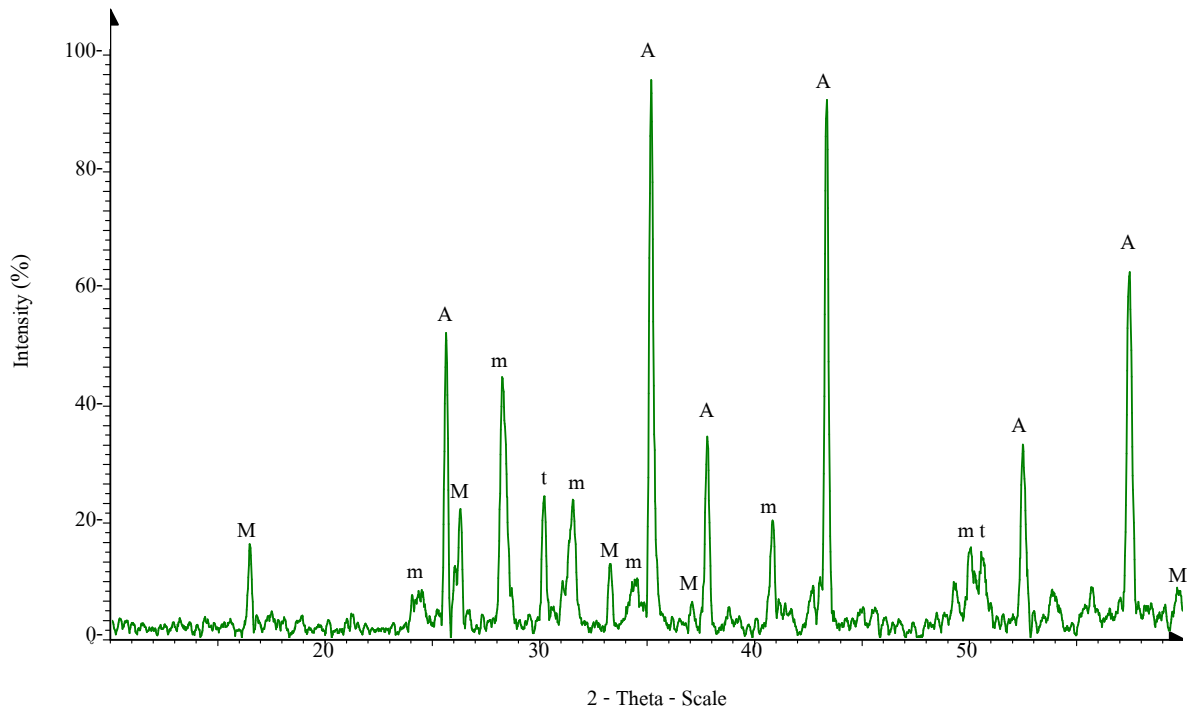


รูปที่ 4.9 แสดงรูปแบบพีค XRD ของชิ้นงานผ่านการเผาผนึกประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก

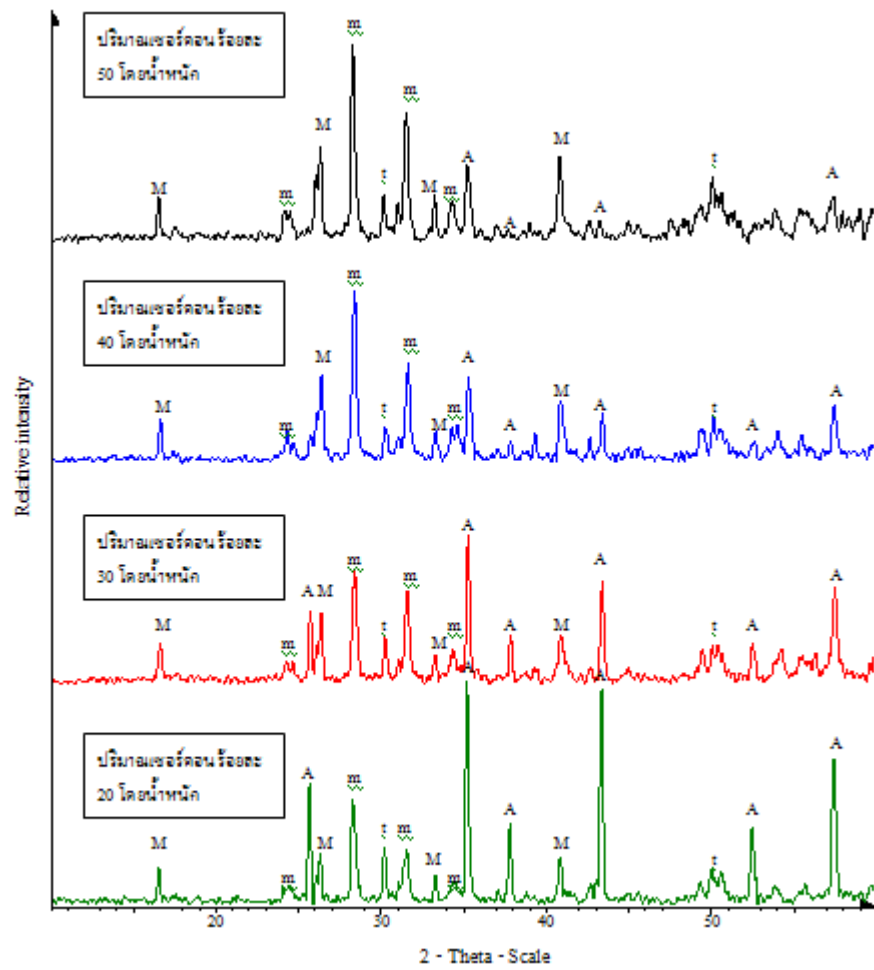
รูปที่ 4.10 แสดงผลการวิเคราะห์วัฏภาคของตัวอย่างซึ่งประกอบด้วย อะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนักและเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากรูปพบว่าหลังการเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบ วัฏภาคจะประกอบด้วย มุลไลต์ t-ZrO₂ และ m-ZrO₂ วัฏภาคเหล่านี้เกิดจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการเผาผนึก โดยเซอร์คอนจะเกิดการแตกตัวให้ซิริคาและเซอร์โคเนีย จากนั้นซิริคาที่เกิดจากการแตกตัว จะเข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมินาเกิดเป็นมุลไลต์ ดังสมการ



จากรูปไม่พบว่ามีพีคของเซอร์คอนและซิติกาเกิดขึ้น เนื่องจากเซอร์คอนเกิดการแตกตัวอย่างสมบูรณ์ และซิติกาที่ได้จากการแตกตัวของเซอร์คอนจะเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์กับอะลูมินา จึงส่งผลให้ไม่มีเซอร์คอนและซิติกาเหลืออยู่ในตัวอย่าง



รูปที่ 4.10 แสดงรูปแบบพีค XRD ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก และเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา มุลไลต์ $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ



รูปที่ 4.11 แสดงรูปแบบพีด XRD ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย เซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่ ๑๖๕๐ °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย A, M, m, และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา มุลไลต์ m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ

รูปที่ 4.11 แสดงการเปรียบเทียบการวิเคราะห์วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งมีปริมาณเซอร์คอนร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ จากรูป พบว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนในตัวอย่างเพิ่มขึ้น ปริมาณวัฏภาคของเซอร์โคเนียจะเพิ่มขึ้นตาม แต่สัดส่วนของวัฏภาค t-ZrO₂ ต่อ m-ZrO₂ จะลดลง เนื่องจากเซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้สัดส่วนระหว่าง t-ZrO₂ ต่อ m-ZrO₂ ลดลง ผลดังกล่าวสอดคล้องกับคำอธิบายของ S.Pochazka, J.S.wallace และ N. Claussen (1983) ซึ่งอธิบายว่าในตัวอย่างที่มีปริมาณเซอร์โคเนียมาก ระยะห่างระหว่างอนุภาคจะลดลง ส่งผลทำให้การโตของเกรนเกิดได้ง่าย ซึ่งเป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าอนุภาคเซอร์โคเนียที่มีขนาดใหญ่จะเปลี่ยนวัฏภาคจาก t-ZrO₂ เป็น m-ZrO₂ ได้ง่าย จึงเป็นผลให้อัตราส่วนระหว่างวัฏภาค t-ZrO₂ ต่อ m-ZrO₂ ลดลง และเหตุผลอีกประการ อาจเนื่องมาจากเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์คอนในตัวอย่าง จะทำให้จุดศูนย์กลางของตัวอย่างลดลง ซึ่งยืนยันได้จากตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.8 ในขณะที่จุดศูนย์กลางลดลง แต่อุณหภูมิในการทดลองคงที่ที่ 1575°C ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าในตัวอย่างที่มีปริมาณเซอร์คอนมาก จะถูกเผาผลาญที่อุณหภูมิสูงกว่าตัวอย่างที่มีปริมาณเซอร์คอนน้อย จึงส่งผลทำให้เกิดการโตของเกรน และจากรูปยังพบว่า เมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นปริมาณของมูลไคท์ก็มีแนวโน้มเพิ่มตามไปด้วย เนื่องจากเมื่อมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นซิลิกาซึ่งเกิดจากการแตกตัวของเซอร์คอนก็จะมีปริมาณที่เพิ่มขึ้นตาม ส่งผลให้ซิลิกาเกิดปฏิกิริยากับอะลูมินามากขึ้นจึงเป็นผลให้ปริมาณมูลไคท์เพิ่มขึ้น

อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.11 พบว่าในทุกตัวอย่างไม่สามารถสังเกตเห็นฟิสิกของซิลิกา แสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่เกิดจากการแตกตัวของเซอร์คอน ได้เกิดปฏิกิริยากับอะลูมินาอย่างสมบูรณ์ในทุกตัวอย่าง

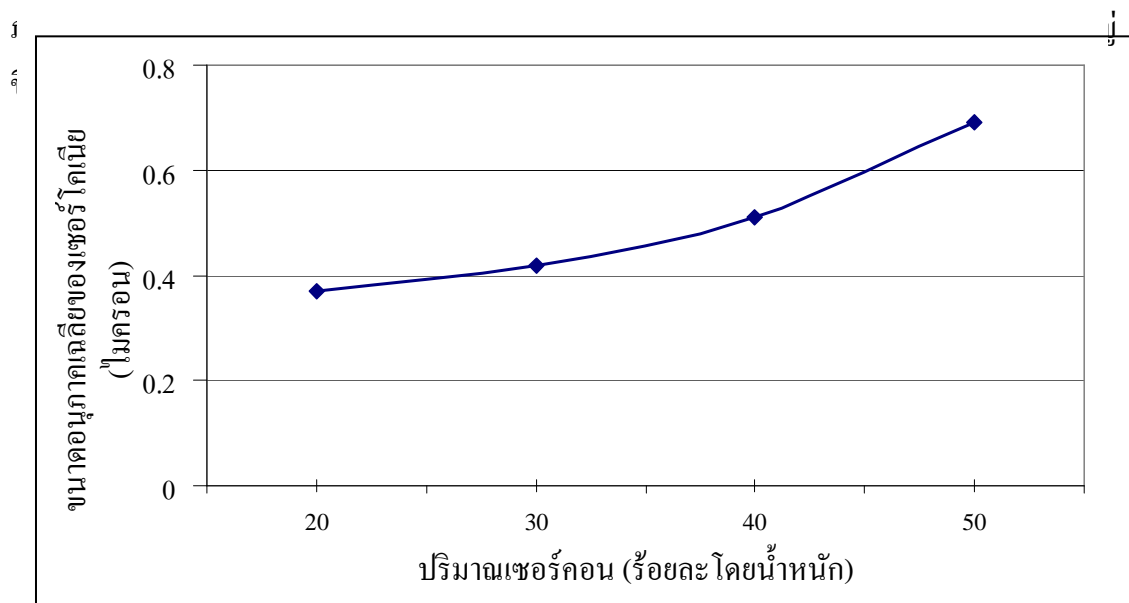
4.2.3 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนียของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.4 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย

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

หมายเหตุ : เป็นค่าที่ได้จากการวัดอนุภาคเซอร์โคเนียจำนวน 150 อนุภาค

ตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.12 แสดงการเปรียบเทียบผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย (รายละเอียดแสดงใน

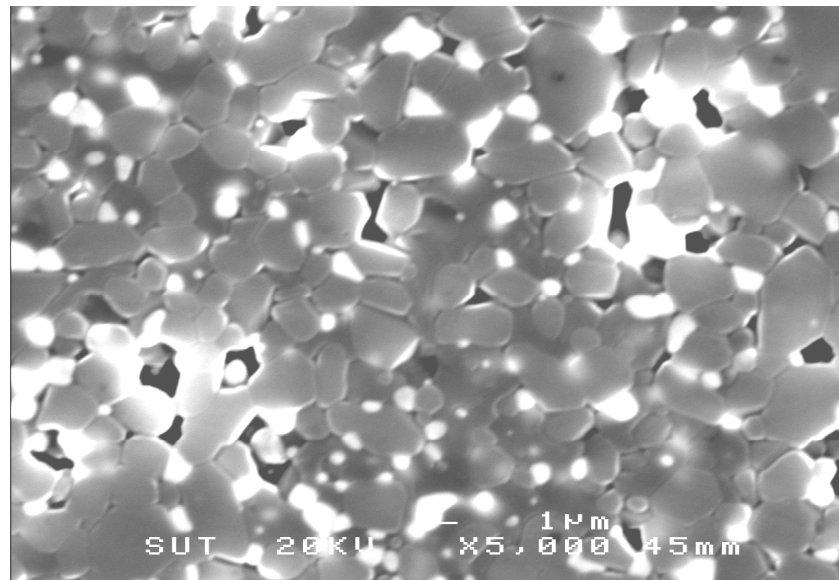


รูปที่ 4.12 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

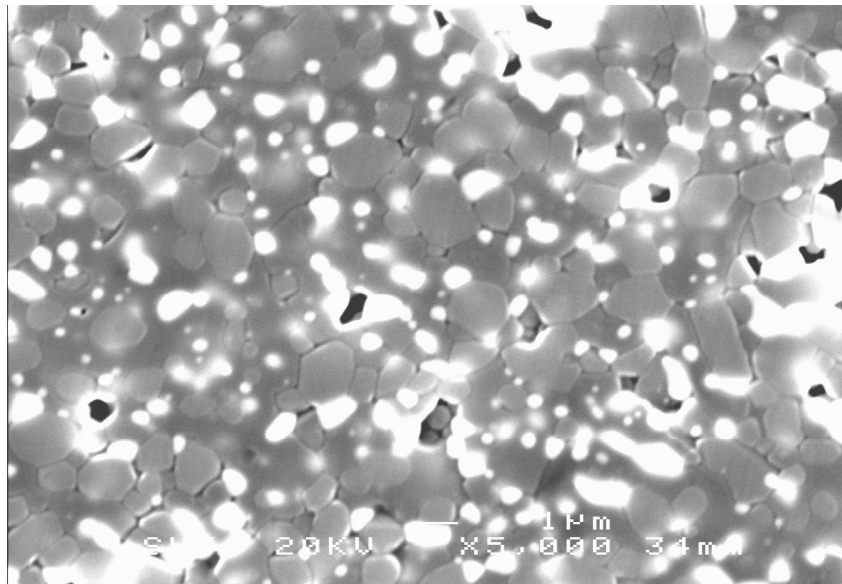
4.2.4 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุเซิงประกอบ

รูปที่ 4.13 แสดงรูปถ่ายวัสดุเซิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย ที่ผ่านการเผาผืนิกที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จุดสีขาวในรูปแสดงวัฏภาคของเซอร์โคเนีย พื้นสีเทาแสดงวัฏภาคของอะลูมินา อย่างไรก็ตามวัฏภาคของมุลไลต์ที่ไม่สามารถสังเกตเห็นได้จากรูป แต่สามารถยืนยันการเกิดขึ้นของ วัฏภาคมุลไลต์ได้จาก พีค XRD ในรูปที่ 4.11

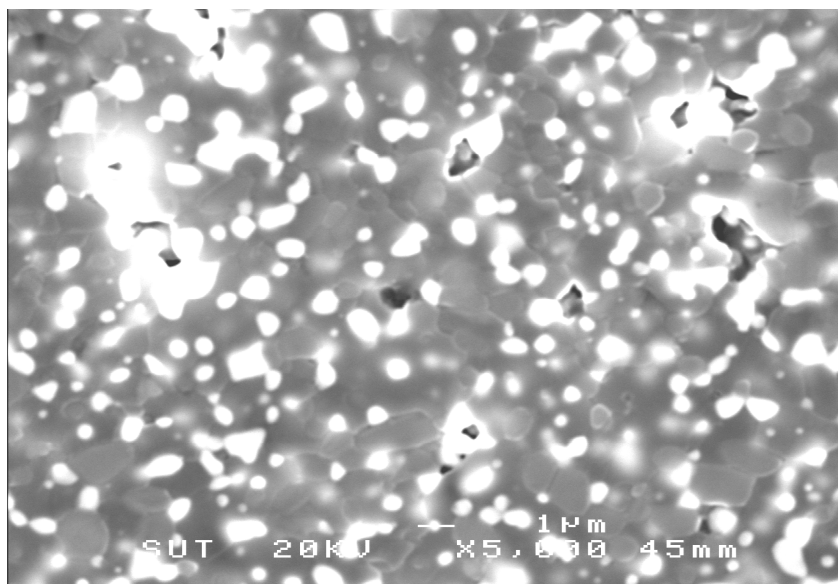
จากรูปแสดงให้เห็นว่า เมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มมากขึ้นจำนวนและขนาดของเซอร์โคเนียมีแนวโน้มมากขึ้น และในรูปที่ 4.13(ง) แสดงให้เห็นว่าระยะห่างระหว่างอนุภาคเซอร์โคเนียลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับรูป 4.13 (ก) และในรูปที่ 4.13 (ง) ยังพบว่า อนุภาคของเซอร์โคเนียบางกลุ่มซึ่งอยู่ใกล้กันมากมีการรวมตัวกันส่งผลให้ขนาดอนุภาคโตขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.3 ยิ่งไปกว่านั้นรูปที่ 4.13 ยังแสดงให้เห็นว่าปริมาณรูพรุนในวัสดุเซิงประกอบมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.1



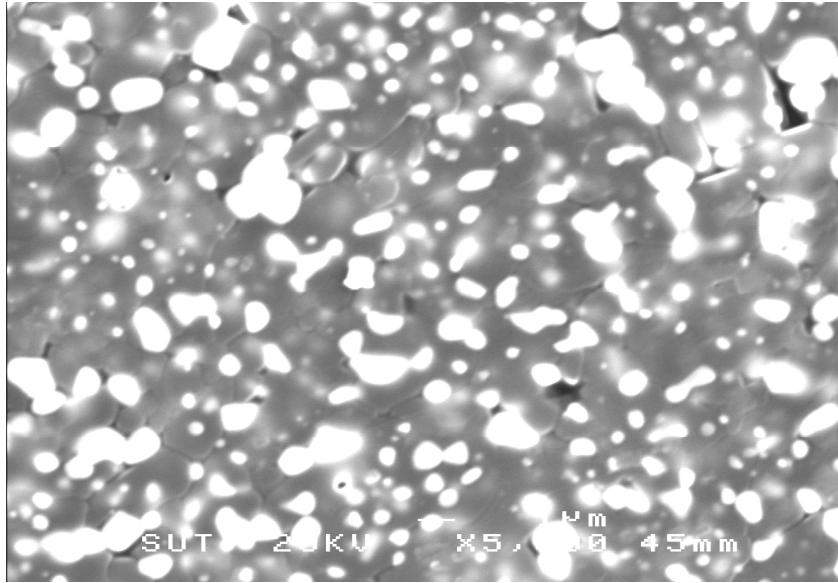
รูปที่ 4.13 (ก)



รูปที่ 4.13 (ข)



รูปที่ 4.13 (ค)



รูปที่ 4.13 (ง)

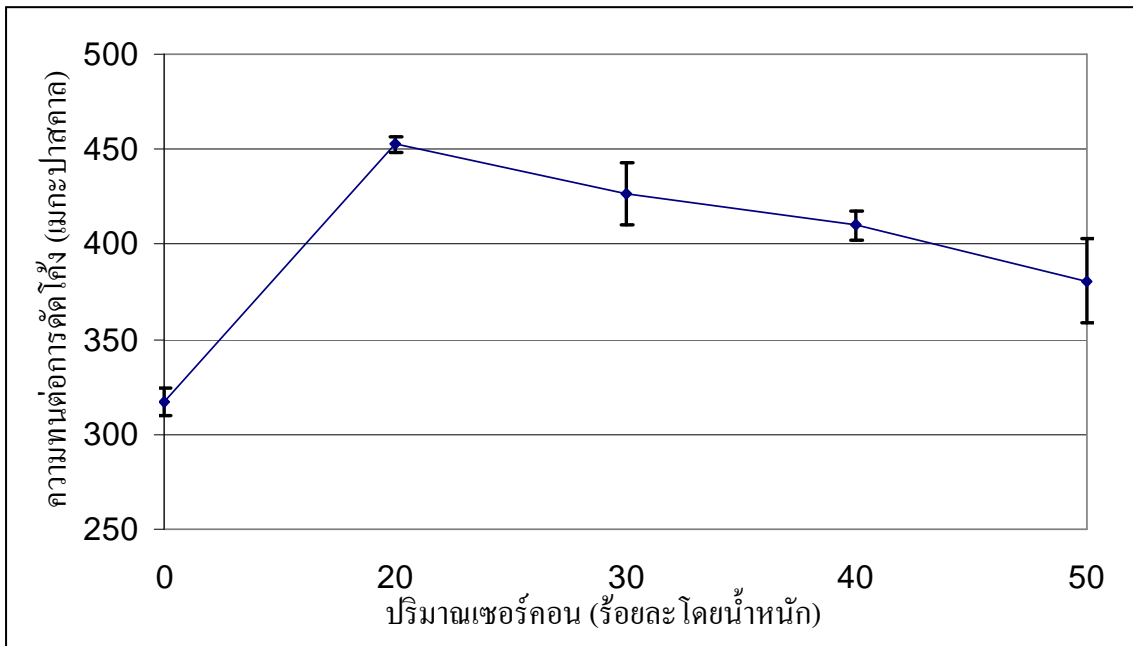
รูปที่ 4.13 แสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย รูป (ก) (ข) (ค) (ง) แสดงปริมาณเซอร์คอนในวัสดุเชิงประกอบร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนักตามลำดับ

4.2.5 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็งวิกเกอร์ ของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.5 แสดง ค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และความแข็ง ของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา—มุลไลท์—เซอร์โคเนีย ซึ่งผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

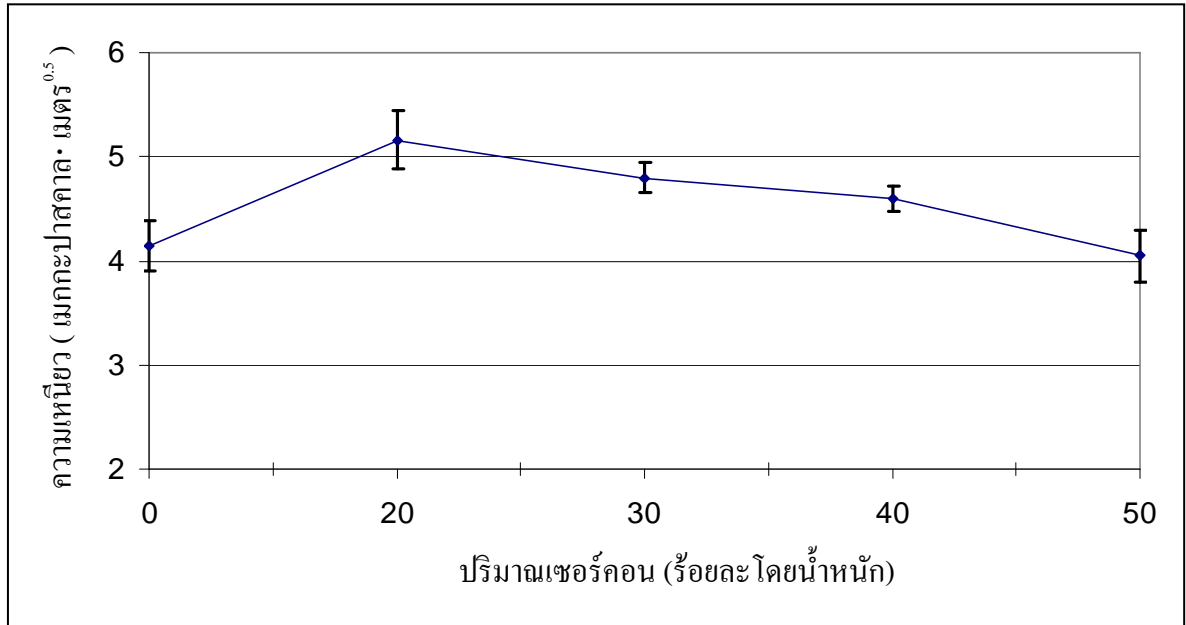
ปริมาณสารตั้งต้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสคาล)	ความเหนียว (เมกกะปาสคาล·เมตร ^{0.5})	ความแข็ง วิกเกอร์ (จิกะปาสคาล)
อะลูมินา	เซอร์คอน			
100	0	317 ± 7.2	4.14 ± 0.24	16.01 ± 0.31
80	20	453 ± 4.1	5.16 ± 0.28	15.42 ± 0.32
70	30	427 ± 16.5	4.80 ± 0.15	14.24 ± 0.16
60	40	410 ± 7.6	4.59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

หมายเหตุ : ทดสอบซ้ำจำนวน 5 ครั้ง



รูปที่ 4.14 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

จากตารางที่ 4.5 และ รูปที่ 4.14 พบว่าวัสดุมีค่าความทนต่อการตัดโค้งเพิ่มขึ้นเมื่อเติมเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเซอร์คอนช่วยลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบ ดังอธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 และ จากรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าเกิดวัฏภาคมูลไธท์ขึ้นในวัสดุ ซึ่งวัฏภาคมูลไธท์ที่เกิดขึ้นนี้มีส่วนช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุเชิงประกอบ (Cemail Aksel) อย่างไรก็ตามพบว่าหลังจากเพิ่มปริมาณเซอร์คอนจากร้อยละ 20 เป็น 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงตามลำดับ ซึ่งเป็นผลจากการลดลงของอะลูมินา ปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ลดลงมีผลต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ โดยจากผลงานการตีพิมพ์ของ Nicholas P. Cheremisinoff (1990) อธิบายว่าการพัฒนาความเหนียวและความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบ มูลไธท์-เซอร์โคเนีย จะให้ผลที่ดีมาก หากมีการเพิ่มปริมาณวัสดุที่มีค่าความแข็งและค่าโมดูลัสที่สูงลงในวัสดุเชิงประกอบ และนอกจากนี้ยังพบว่าการลดปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบลงจากร้อยละ 72 โดยปริมาตร เป็น ร้อยละ 26 โดยปริมาตร จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงลดลงจาก 330 เมกะปาสกาล เหลือ 270 เมกะปาสกาล และความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงจาก 5.25 เหลือ 4.6 เมกะปาสกาล·เมตร^{0.5}

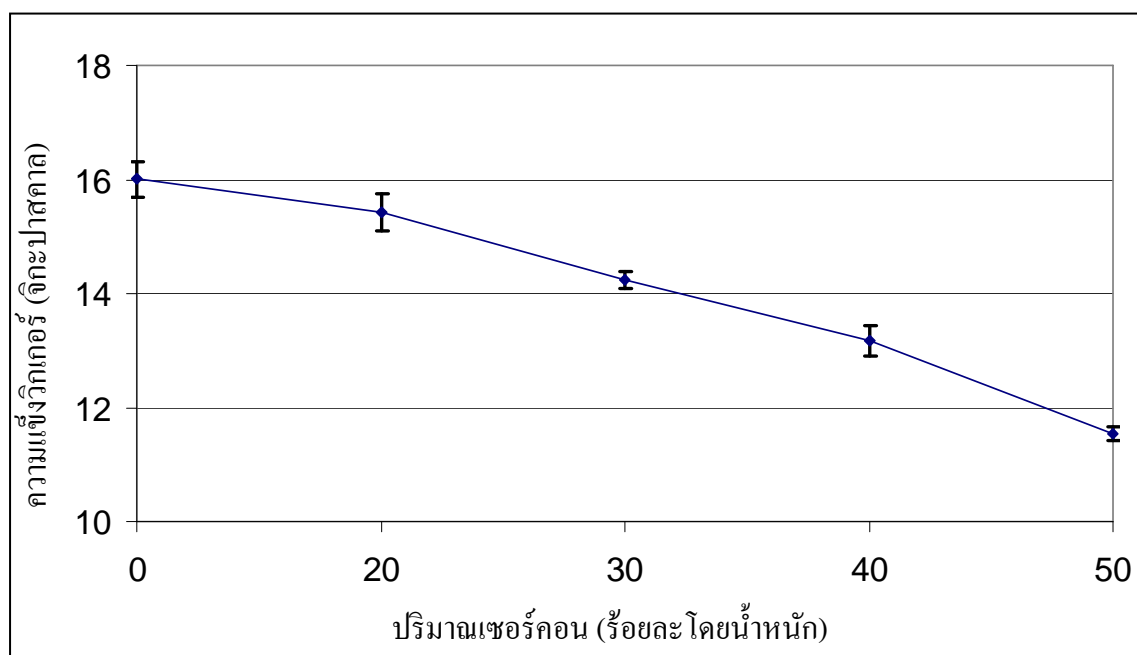


รูปที่ 4.15 แสดงความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

จากตารางที่ 4.5 และ รูปที่ 4.15 แสดงให้เห็นว่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติมเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก เนื่องจากการเติมเซอร์คอนในวัสดุจะส่งผลให้เกิดวัฏภาคของมุลไลต์และเซอร์โคเนีย อนุภาคเซอร์โคเนียที่เกิดขึ้นส่งผลให้ภายในวัสดุเชิงประกอบเกิดรอยร้าวระดับจุลภาค ซึ่งเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของเซอร์โคเนียในระหว่างการเผาพูน รอยร้าวระดับจุลภาคที่เกิดขึ้นจะส่งผลให้ภายในวัสดุเกิดกลไกการเกิดความเหนียวโดยอาศัยรอยแตกระดับจุลภาค เป็นผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น และ จากรูปที่ 4.10 ยังแสดงให้เห็นว่า ภายในวัสดุเกิดวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ ขึ้นซึ่งวัฏภาคดังกล่าวมีผลในการช่วยเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุโดยการเกิดกระบวนการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวัฏภาค จึงเป็นสาเหตุให้วัสดุมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.15 พบว่าเมื่อเพิ่มเซอร์คอนในปริมาณที่มากขึ้นค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบกลับลดลง โดยเหตุผลที่ใช้อธิบายปรากฏการณ์ดังกล่าวมี 2 ประการคือ เหตุผลของ Nicholas P. Cheremisinoff (1990) ซึ่งได้อธิบายไว้ในข้างต้น และ เหตุผลประการที่สอง เกิดจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณรอยร้าวระดับจุลภาค โดย R.V. Mangalaraja, B.K. Chandrasekhar และ P. Manohar (2003) ได้อธิบายการลดลงของค่าความเหนียวหลังจากเติมเซอร์โคเนียลงในอะลูมินาว่า ค่าความเหนียวที่ลดลงเกิดจากการเพิ่มขึ้นของ

ปริมาณรอยร้าวระดับจุลภาค เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่ารอยร้าวระดับจุลภาคมีผลในการช่วยเพิ่มความเหนียวของวัสดุ แต่หากภายในวัสดุมีรอยร้าวระดับจุลภาคมากเกินไปจะส่งผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุลดลง จะเห็นได้จากเหตุผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดลองเป็นอย่างดี โดยในตัวอย่างที่มีปริมาณเซอร์คอนมากขึ้นจะส่งผลให้ทั้งปริมาณและขนาดของเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงส่งผลให้ทั้งปริมาณและขนาด ของรอยร้าวภายในชิ้นงานเพิ่มขึ้นเช่นกัน จึงเป็นผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบลดลง และเมื่อวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้น ปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานจะลดลง ดังนั้นการดูดซับพลังงานจากรอยแตกจึงลดลง (สุขเกษม กิ่งวานตระกุล, 2540)

จากตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.16 แสดงให้เห็นว่าค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มที่ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์คอน เป็นผลมาจากการลดลงของปริมาณอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ เนื่องจากอะลูมินามีความแข็งมากกว่าเซอร์โคเนีย ดังนั้นเมื่อวัสดุมีปริมาณสัดส่วนของอะลูมินา ลดลง จึงเป็นผลให้ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบลดลง ซึ่งคำอธิบายดังกล่าว สอดคล้องกับงานวิจัยของ D. Casellas, M.M. Nagl, Llanes, และ M. Anglada (2003)

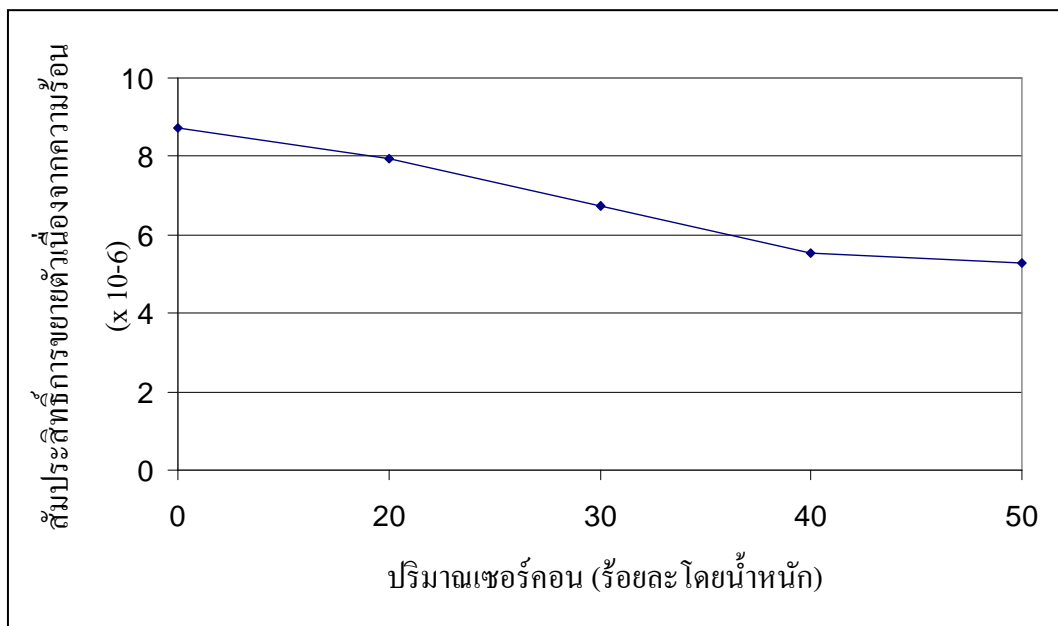


รูปที่ 4.16 แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

4.2.6 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของวัสดุเซิงประกอบ

ตารางที่ 4.6 แสดงผลของเซอร์คอนต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซิงประกอบ ในช่วง อุณหภูมิ 30°C ถึง 1000°C

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



รูปที่ 4.17 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.17 พบว่าเมื่อปริมาณของเซอร์คอนในวัสดุเซิงประกอบเพิ่มขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซิงประกอบลดลง เนื่องจากเมื่อปริมาณ เซอร์คอนในวัสดุเซิงประกอบเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ปริมาณมูลไคท์ในวัสดุเซิงประกอบสูงขึ้น ซึ่ง ปริมาณมูลไคท์ที่เพิ่มขึ้นจะมีผลให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของวัสดุเซิง ประกอบลดลง

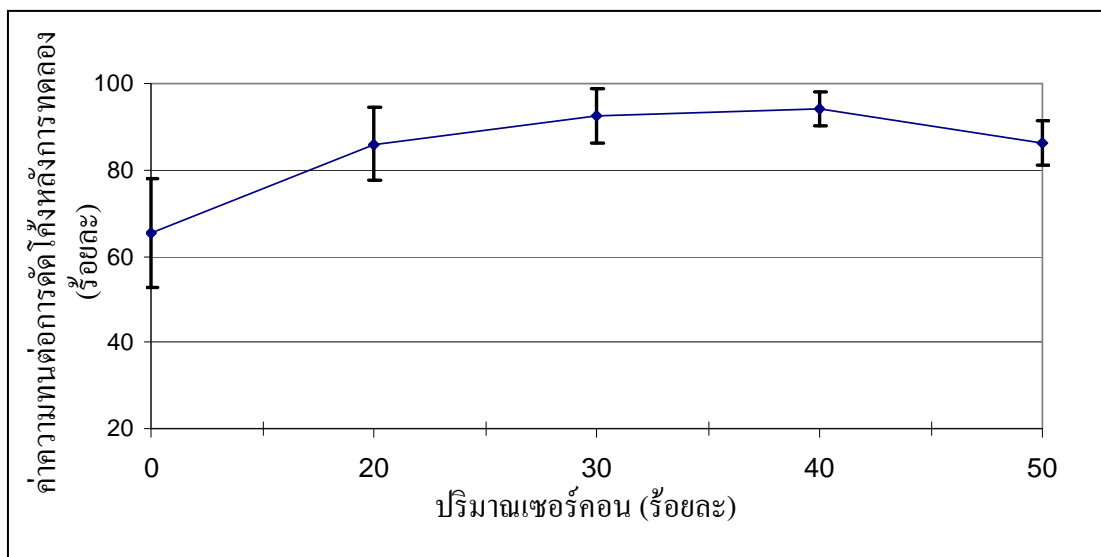
4.2.7 ผลการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอน ต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดย ฉับพลันของวัสดุเซิงประกอบ

ตารางที่ 4.7 แสดงผลของปริมาณเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดย
ฉับพลันของวัสดุเซิงประกอบ

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

หมายเหตุ: ค่าเฉลี่ยจากการวัดจำนวน 5 ตัวอย่าง

จากตารางที่ 4.7 และ รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าเมื่อวัสดุเซิงประกอบมีปริมาณเซอร์คอนมากขึ้น ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุจะดีขึ้น เนื่องจากเมื่อมีปริมาณ เซอร์คอนมากขึ้นค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซิงประกอบจะลดลง (ดัง แสดงในหัวข้อ 4.2.6) ประกอบกับการเกิดวัฏภาคมูลไคท์ในวัสดุเซิงประกอบ ซึ่งวัฏภาคมูลไคท์ที่ เกิดขึ้นนี้จะมีส่วนในการช่วยเพิ่มความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน จึงเป็นผลให้ ความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเซิงประกอบดีขึ้น



รูปที่ 4.18 แสดงผลของเซอร์คอนต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

อย่างไรก็ตามจากตารางที่ 4.7 และ รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าเมื่อปริมาณเซอร์คอนเพิ่มขึ้นจนถึงร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก จะพบว่าความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบลดลง ทั้งนี้เนื่องจากในส่วนผสม (Composition) นี้จะมีขนาดของรอยร้าวเริ่มต้นในชิ้นงานใหญ่กว่าส่วนผสมอื่น

Nicholas P. Cheremissinoff อธิบายการเกิดรอยแตกในชิ้นงานเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันว่า การเกิดรอยแตกในวัสดุเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันจะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อความเค้น (Stress) ซึ่งเกิดจากผลของการเปลี่ยนอุณหภูมิโดยฉับพลัน นั้นมีค่ามากกว่าค่าความแข็งแรงของวัสดุ

ดังนั้น จึงกล่าวได้ว่าสาเหตุที่ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบลดลง เนื่องจากวัสดุมีรอยร้าวเริ่มต้นขนาดใหญ่ในขณะที่ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนลดลงค่อนข้างน้อย เมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบซึ่งมีเซอร์คอนร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก (ดังแสดงในรูปที่ 4.17) ซึ่งรอยร้าวดังกล่าวช่วยส่งเสริมให้เกิดรอยแตกในชิ้นงานเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งได้ว่า รอยร้าวเริ่มต้นดังกล่าว จะส่งผลให้ความทนต่อความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันลดลง

4.3 การศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อลักษณะจำเพาะ และสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ

อะลูมินา-มูลไลท์เซอร์โคเนีย ซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 80 โดยน้ำหนักและเซอร์คอน ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

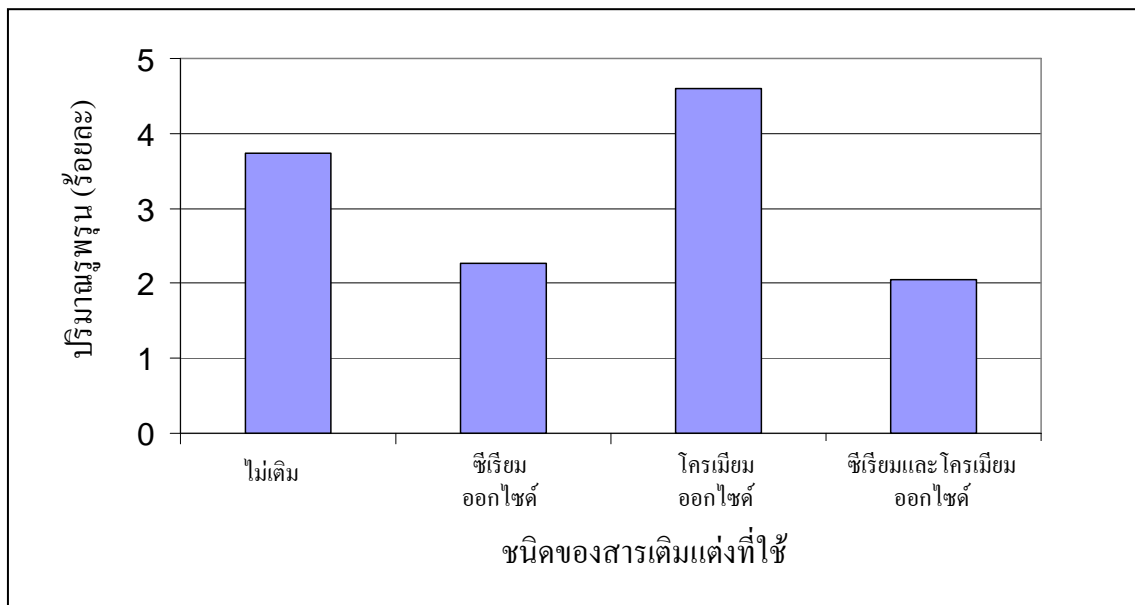
4.3.1 ผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.8 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น และ ปริมาตรรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

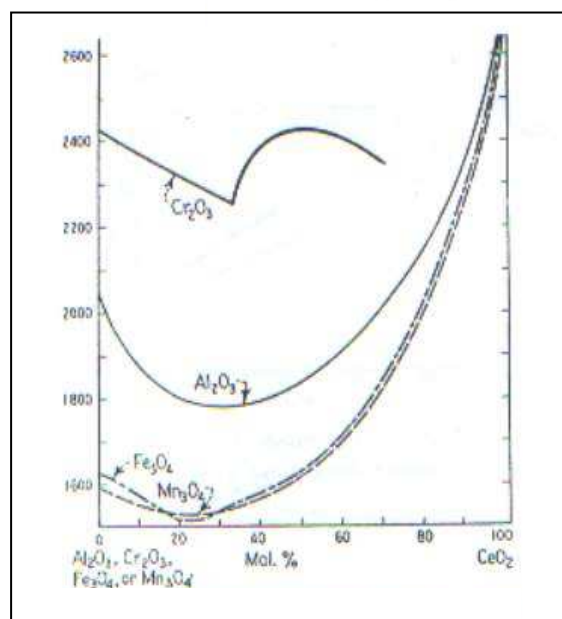
ตัวอย่างที่	ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)		ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ปริมาณรูพรุน (ร้อยละ)
	ซีเรียมออกไซด์	โครเมียมออกไซด์		
1	-	-	3.73	3.7
2	1.5	-	3.83	2.3
3	-	1.5	3.72	4.6
4	1.5	1.5	3.84	2.1

จากตารางที่ 4.8 และ รูปที่ 4.19 พบว่าเมื่อเติมซีเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ ปริมาตรรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบจะลดลง เนื่องจากซีเรียมออกไซด์ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดความหนาแน่น (Densification rate) ของวัสดุเชิงประกอบ (Wen-Cheng J Wei, H.C. Kao และ M.H. Lo, 1996) และหากพิจารณาแผนภูมิวิภูภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์ในรูปที่ 4.20 จะพบว่าซีเรียมออกไซด์สามารถลดจุดสุกตัวของอะลูมินาได้ จึงเป็นไปได้ว่าซีเรียมออกไซด์มีผลในการลดจุดสุกตัวของวัสดุเชิงประกอบเช่นกัน เนื่องจากวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณอะลูมินาสูงมากเมื่อเทียบกับวิภูภาคอื่น และเมื่อพิจารณาผลของโครเมียมออกไซด์ต่อวัสดุเชิงประกอบพบว่า ผลที่ได้มีผล ในทำนองเดียวกันกับผลของโครเมียมออกไซด์ต่ออะลูมินา กล่าวคือโครเมียมออกไซด์มีผลในการลดความสามารถในการเผาผนึกและยับยั้งการโตของเกรนของอะลูมินา (Smothers และ Reynolds, quoted in Walter H. Gitzen, 1997, p.132) ซึ่งจากรูปที่ 4.19 แสดงให้เห็นว่าการเติมโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ มีผลให้ความสามารถในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบลดลง จึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น และหากพิจารณาแผนภูมิวิภูภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์ในรูปที่ 4.21 จะพบว่าโครเมียมออกไซด์มีผลในการเพิ่มจุดสุกตัวของอะลูมินา ดังนั้นจึงเป็นไปได้ว่าโครเมียมออกไซด์ส่งผลต่อวัสดุเชิงประกอบในทำนอง

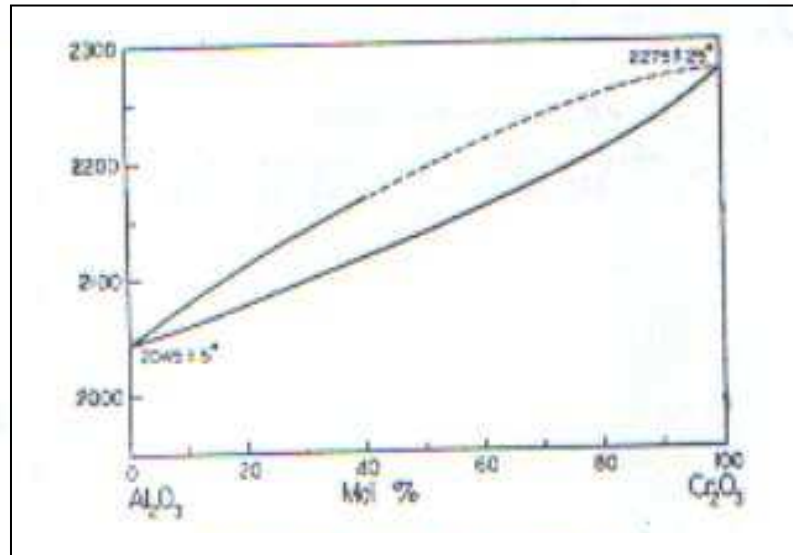
เดียวกัน อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อใช้สารเติมแต่งทั้งสองตัวร่วมกัน ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบลดลง ซึ่งอาจเป็นผลจากซีเรียมออกไซด์มีผลในการลดจุดสุกตัวของวัสดุเชิงประกอบ ในขณะที่โครเมียมออกไซด์มีผลในการยับยั้งการโตของเกรน ดังนั้นเมื่อมีการเติมสารเติมแต่งที่มีผลยับยั้งการโตของเกรนจะส่งผลให้ปริมาณรูพรุนในวัสดุลดลง เนื่องจากรูพรุนภายในวัสดุสามารถเคลื่อนตัวออกจากวัสดุได้ทันก่อนที่กระบวนการโตของเกรนจะสิ้นสุดลง (สุธรรม ศรีหล่มสัก, 2542)



รูปที่ 4.19 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

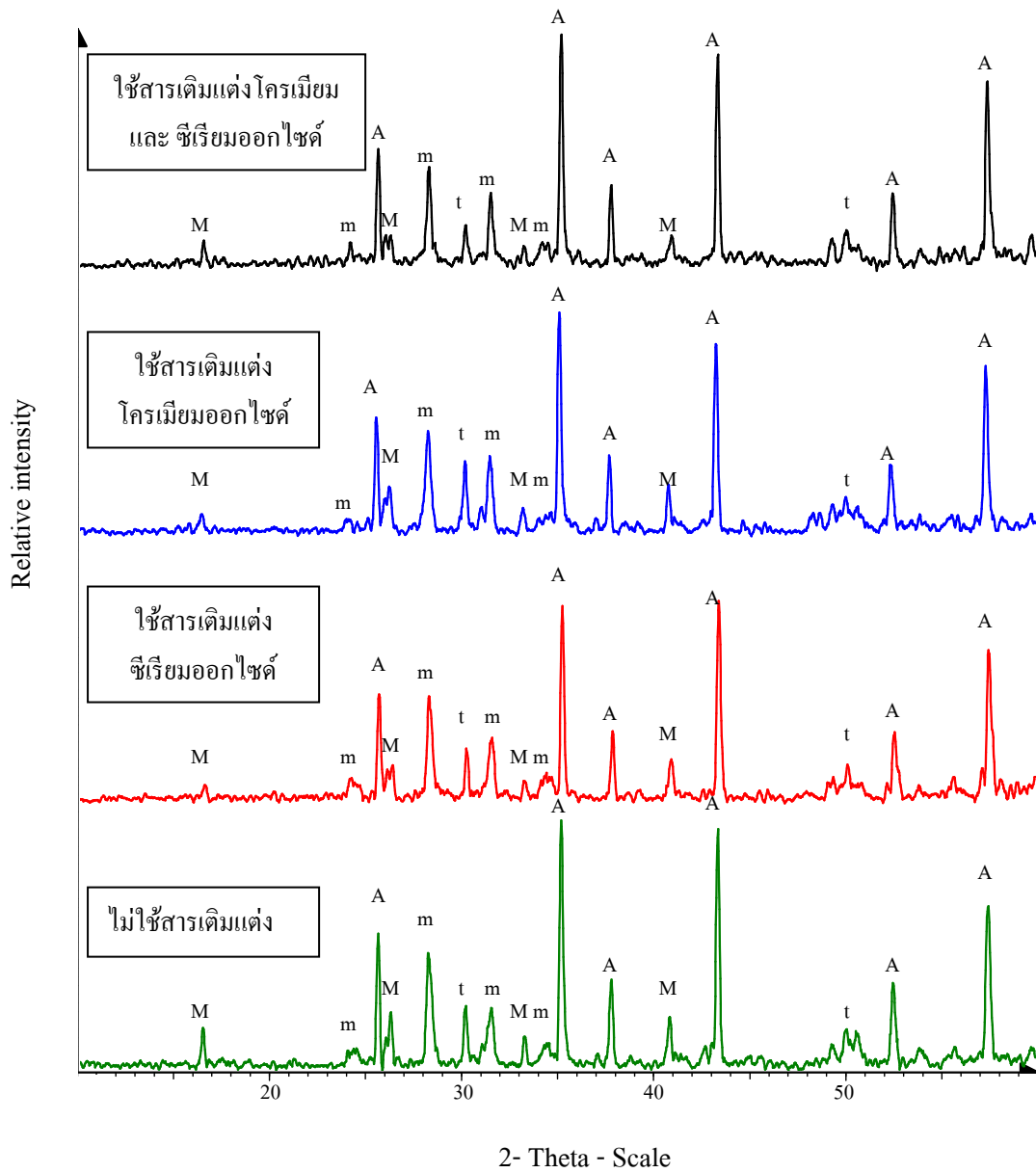


รูปที่ 4.20 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและซีเรียมออกไซด์



รูปที่ 4.21 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์

4.3.2 ผลของสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคของวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 4.22 แสดงรูปแบบพีด XRD ของวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งใช้สารเติมแต่งที่ต่างกัน โดย A, M, m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวิฤภาคของ อะลูมินา มุลไลต์ $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$

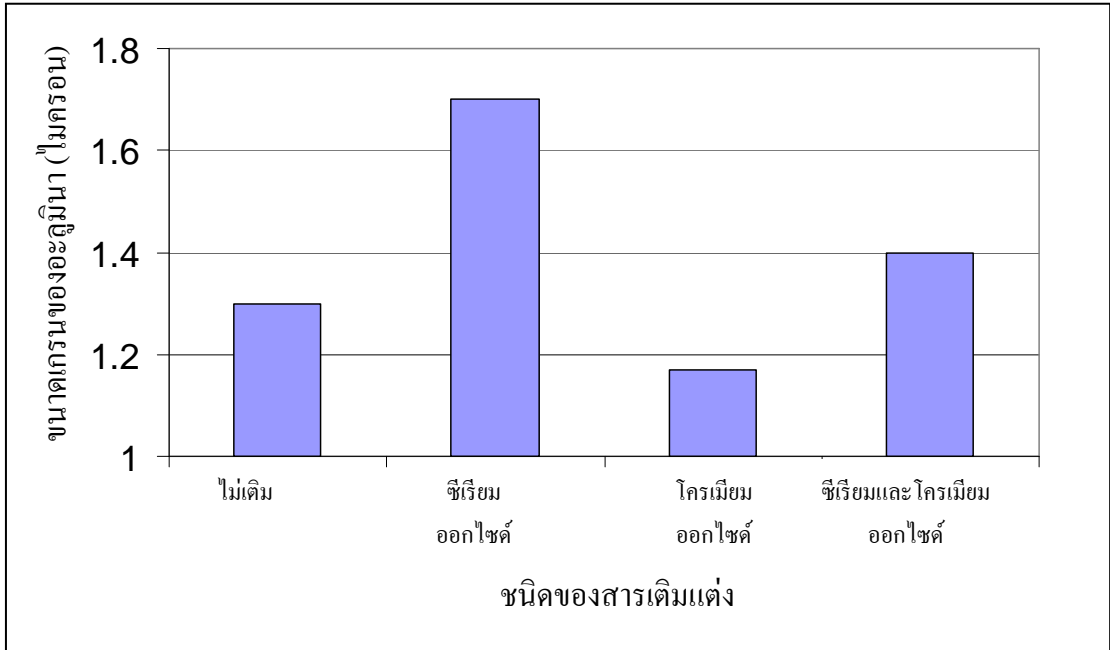
จากรูปที่ 4.22 พบว่า เซอร์คอนในวัสดุเชิงประกอบทุกตัวอย่างเกิดการแตกตัวอย่างสมบูรณ์ในวัสดุเชิงประกอบทุกตัวอย่างเกิดวิฤภาคของอะลูมินา มุลไลต์และเซอร์โคเนีย ในอัตราส่วนที่เท่ากันและจากรูปพบว่า สารเติมแต่งที่ใช้ในวัสดุเชิงประกอบไม่มีผลต่อปริมาณ t-ZrO₂ เนื่องจากไม่เกิดความแตกต่างของปริมาณ t-ZrO₂ ในตัวอย่างที่เติมหรือไม่เติมสารเติมแต่ง แม้แต่ซีเรียมออกไซด์ที่ถูกคาดหวังว่าจะสามารถเพิ่มปริมาณ t-ZrO₂ ได้ ก็ไม่แสดงผลใดๆ ต่อปริมาณของ t-ZrO₂ สาเหตุเนื่องจาก โดยทั่วไปแล้ว t-ZrO₂ จะเกิดขึ้นในสัดส่วนที่น้อยเมื่อเทียบกับปริมาณของเซอร์โคเนียทั้งหมดโดยปกติจะมีปริมาณน้อยกว่าร้อยละ 60 ของปริมาณเซอร์โคเนียทั้งหมด (Nicholas P. Cheremisinoff, 1990, p41) ซึ่งหากเปรียบเทียบกับวัสดุเชิงประกอบในการทดลองจะพบว่า t-ZrO₂ มีสัดส่วนในปริมาณที่น้อยมาก ดังนั้นสารเติมแต่งที่ใช้จึงไม่มีผลต่อปริมาณของ t-ZrO₂ ในวัสดุเชิงประกอบ

4.3.3 ผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินา ในวัสดุเชิงประกอบ

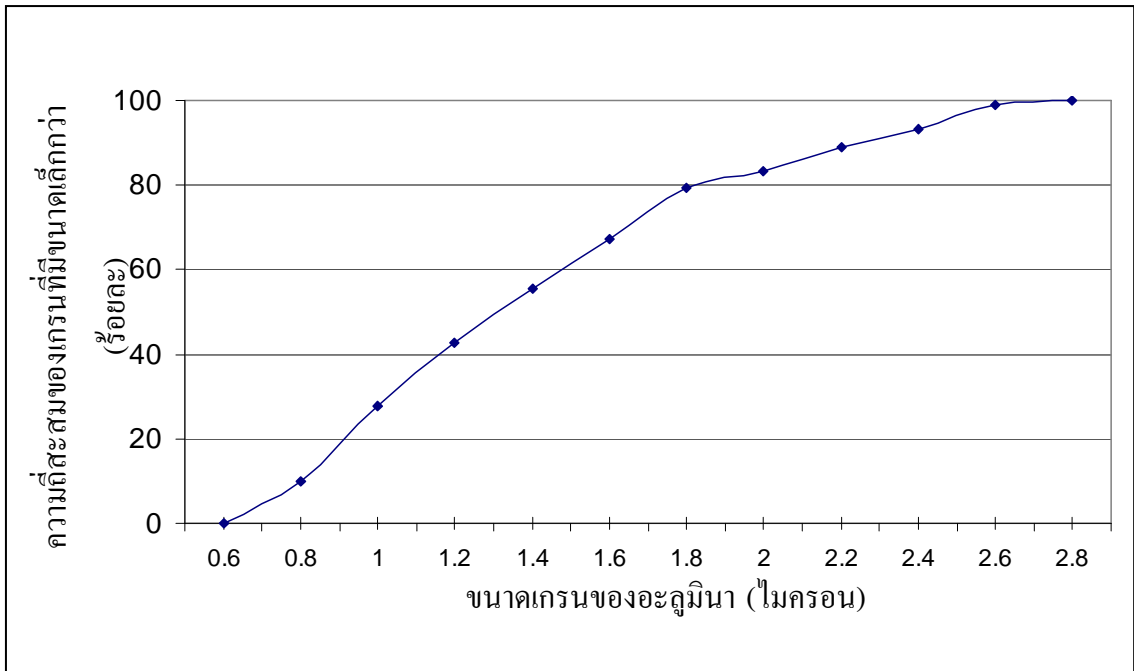
ตารางที่ 4.9 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

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

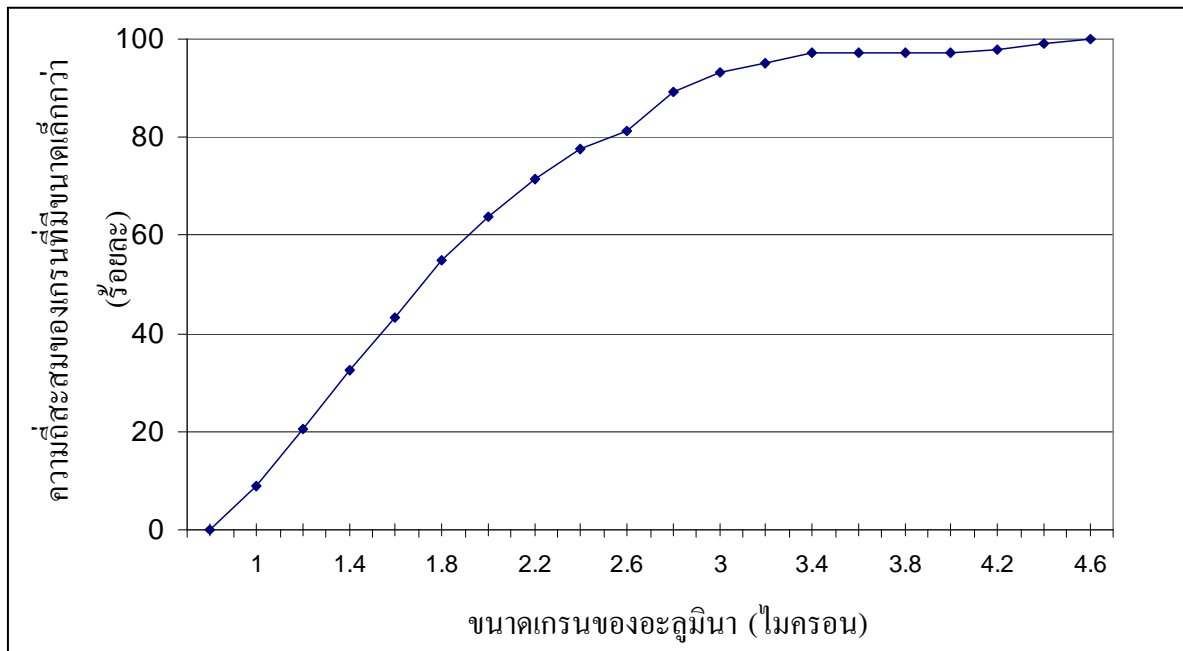
หมายเหตุ: เป็นค่าที่ได้จากการวัดเกรนของอะลูมินาจำนวน 150 เกรน



รูปที่ 4.23 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 4.24 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง

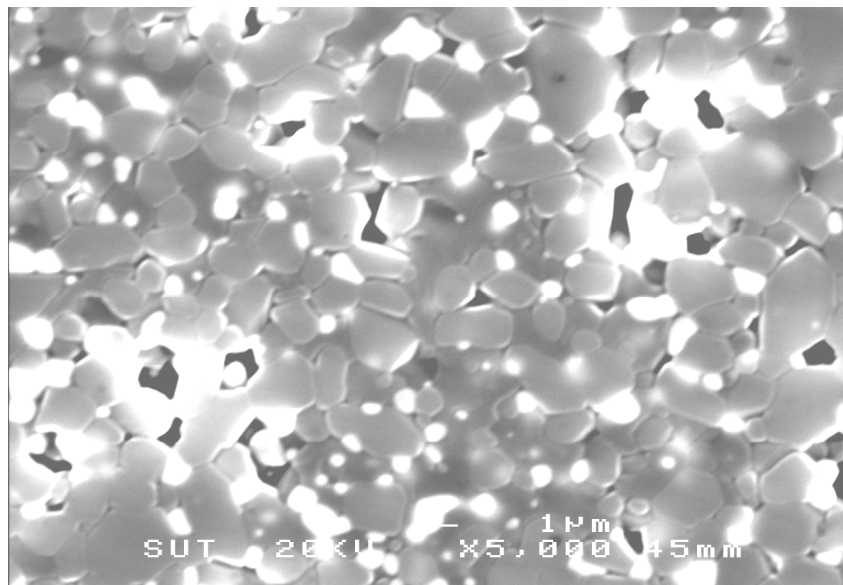


รูปที่ 4.25 แสดงการกระจายขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งเป็น ซิเรียมออกไซด์

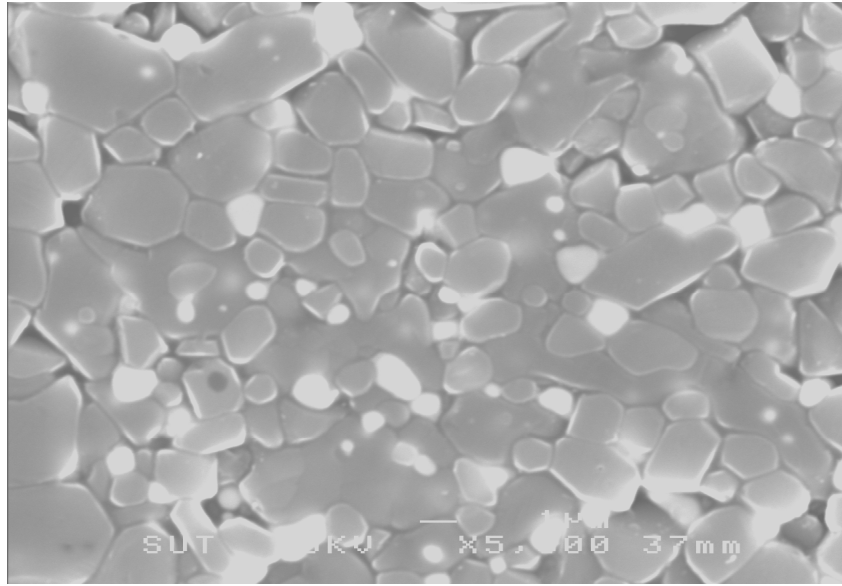
จากตารางที่ 4.9 และ รูปที่ 4.23 พบว่าการเติมซิเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ จะส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบโตขึ้นอย่างเห็นได้ชัด หากเปรียบเทียบรูปที่ 4.24 กับ รูปที่ 4.25 จะพบว่าในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง จะมีขนาดเกรนของอะลูมินา ที่ใหญ่กว่าขนาดเกรนของอะลูมินาที่ใหญ่ที่สุดในวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่งประมาณร้อยละ 10 และวัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง เป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาที่ใหญ่ที่สุด ในขณะที่ขนาดเกรนของอะลูมินาจะมีขนาดเล็กที่สุดเมื่อใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง เนื่องจากโครเมียมออกไซด์สามารถยับยั้งการโตของเกรนของอะลูมินาได้ ซึ่งสอดคล้องกับเหตุผลที่ได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 นอกจากนี้พบว่าเมื่อใช้โครเมียมออกไซด์ร่วมกับซิเรียมออกไซด์ ขนาดของเกรนของอะลูมินาจะมีขนาดเล็กกว่าการใช้ซิเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว

4.3.4 ผลของสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ

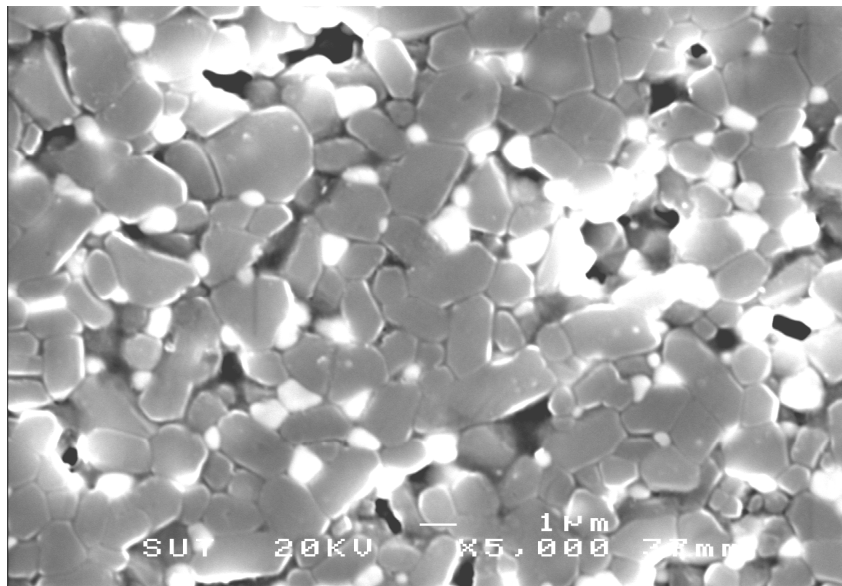
จากรูปที่ 4.26 แสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ จุดสีขาวในรูปแสดงวิภาคของเซอร์โคเนีย พื้นสีเทาแสดงวิภาคของอะลูมินา ดังได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.4 จากรูป 4.26 (ข) แสดงให้เห็นปริมาณรูพรุนที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.26 (ก) ในขณะที่ขนาดเกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.26 (ข) มีขนาดโตขึ้นอย่างเห็นได้ชัด รูปที่ 4.26 (ค) แสดงให้เห็นถึงขนาดเกรนของอะลูมินาที่เล็กลง เมื่อเทียบกับรูปที่ 4.26 (ข) แต่มีปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับรูป 4.26 (ก) และ 4.26 (ข) ในขณะที่รูปที่ 4.26 (ง) แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับโครเมียมออกไซด์ จากรูปพบว่าขนาดเกรนของอะลูมินา มีขนาดเล็กกว่าการใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูปที่ 4.26 (ข) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 4.3.3



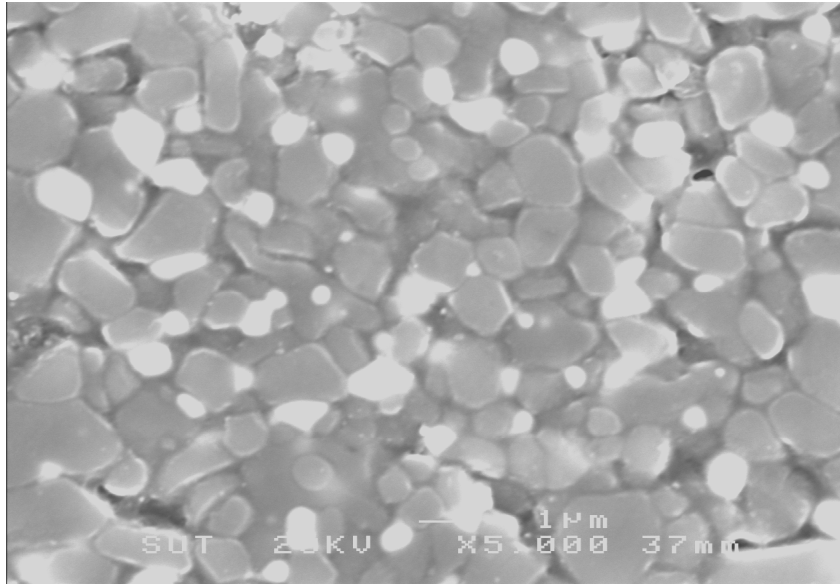
รูปที่ 4.26 (ก)



รูปที่ 4.26 (ข)



รูปที่ 4.26 (ค)



รูปที่ 4.26 (ง)

รูปที่ 4.39 แสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1575 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย รูป (ก) (ข) (ค) (ง) แสดงวัสดุเชิงประกอบซึ่งไม่ใช่สารเติมแต่ง ใช้สารเติมแต่งเป็นซีเรียมออกไซด์ โครเมียมออกไซด์ และ ใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ร่วมกับ โครเมียมออกไซด์ ตามลำดับ

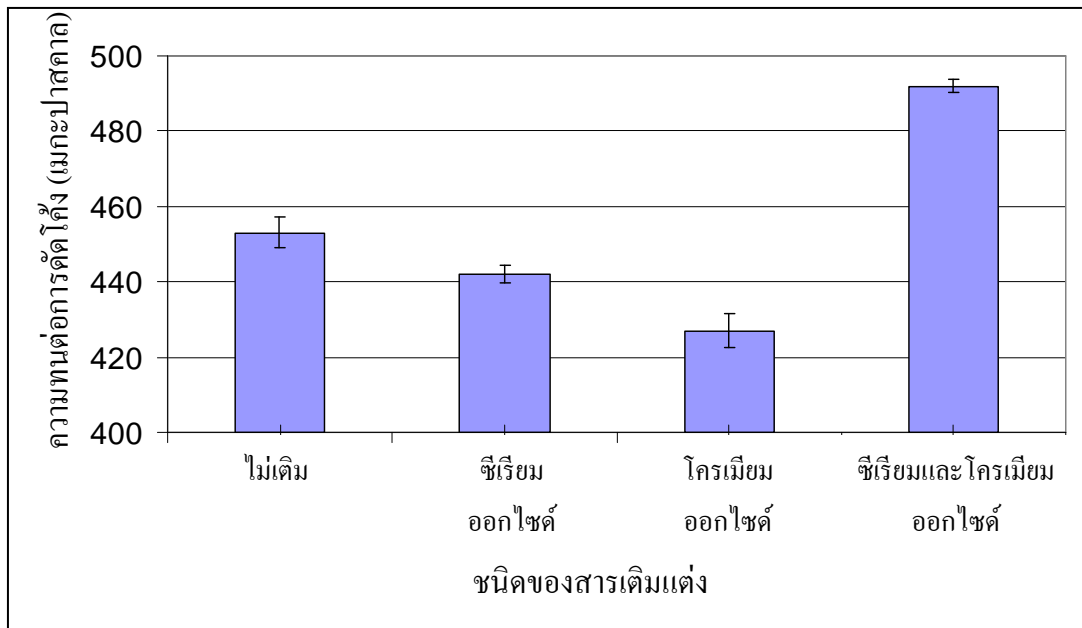
4.3.5 ผลการศึกษาผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งแรงวิกเกอร์ ของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.10 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว และ ความแข็งแรงวิกเกอร์ของวัสดุเชิงประกอบ

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

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง

จากรูปที่ 4.27 แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ ในวัสดุเชิงประกอบ มีผลให้ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง เนื่องจาก อิทธิพลของซีเรียมออกไซด์ส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงในหัวข้อ 4.3.3 ซึ่งเป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าเกรนที่มีขนาดใหญ่จะส่งผลให้ความแข็งแรงของวัสดุลดลง (M.N. Rahaman, 2003, p545) และจากรูปที่ 4.27 แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบ มีผลให้ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง เนื่องจากโครเมียมออกไซด์มีผลให้จุดศูนย์กลางของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น จึงส่งผลให้ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มมากขึ้น ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มนี้เป็นสาเหตุให้ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบลดลง อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อใช้สารเติมแต่งทั้ง 2 ชนิดร่วมกันความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบกลับมีค่าสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งเป็นผลมาจากภายในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณรูพรุนที่น้อยและมีขนาดเกรนของอะลูมินาที่เล็กลงเมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 และ 4.3.3

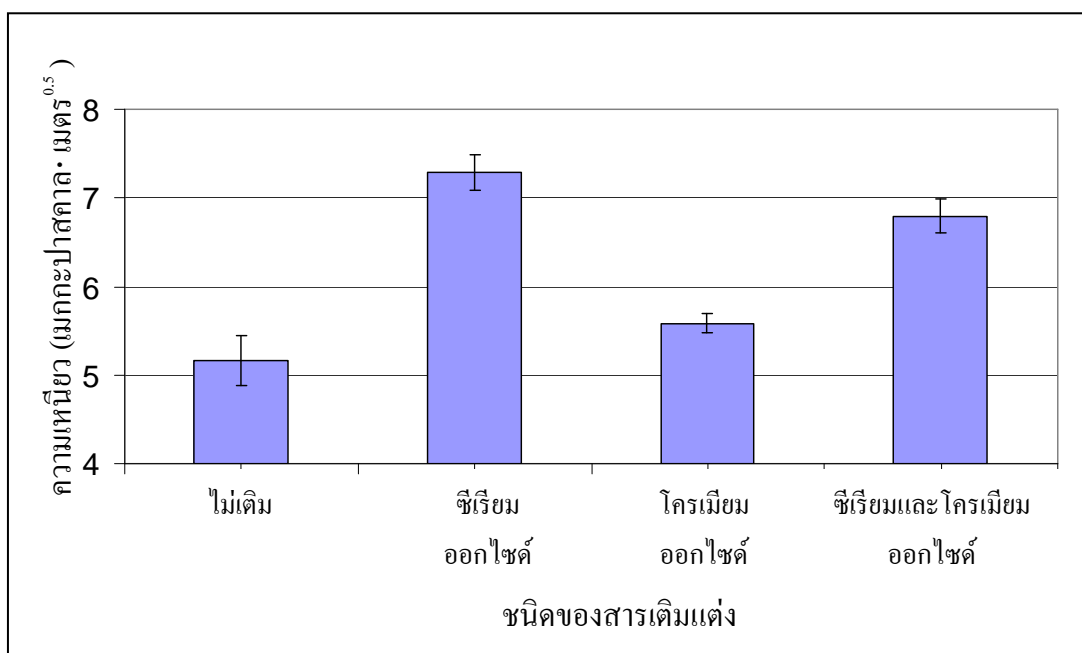


รูปที่ 4.27 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

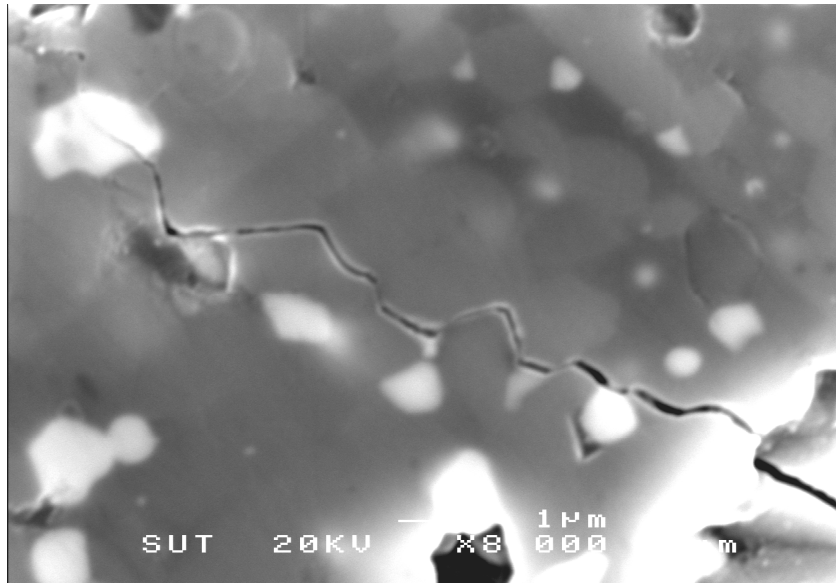
รูปที่ 4.28 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ จากรูปแสดงให้ เห็นว่าวัสดุเชิงประกอบมีความเหนียวเพิ่มขึ้นสูงสุดเมื่อใช้สารเติมแต่งเป็นซีเรียมออกไซด์ เนื่องจาก ซีเรียมออกไซด์ส่งผลให้ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดโตขึ้น จนมีขนาดใหญ่ ที่สุด ซึ่งเกรนที่โตขึ้นนี้ส่งผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น (Chonghai Xu, 2005) เนื่องจากการหักเหของรอยร้าวในเกรนที่มีขนาดใหญ่ (Crack deflection) จะเกิดการหักเหมากกว่า เกรนที่มีขนาดเล็ก (Annamaria Celli, Antonella Tucci, Leonardo Esposito และ Carlo Palmonari, 2003) ซึ่งสามารถสังเกตได้จากรูปที่ 4.29 ซึ่งเป็นรูปแสดงการเปรียบเทียบการหักเหของรอยร้าวใน วัสดุเชิงประกอบ โดยรูปที่ 4.29 (ก) แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซีเรียม ออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ซึ่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาใหญ่ที่สุด กับ รูปที่ 4.29 (ข) แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบที่ใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ซึ่งเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีขนาดเกรนของอะลูมินาเล็กที่สุด จากรูปพบว่า การหักเหของรอยร้าวใน วัสดุเชิงประกอบที่ใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง มีการหักเหของรอยร้าวมากกว่า วัสดุเชิงประกอบที่ใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง และเหตุผลอีกประการคือในวัสดุที่มีเกรน ขนาดใหญ่จะสามารถยับยั้งการแพร่ของรอยร้าว

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

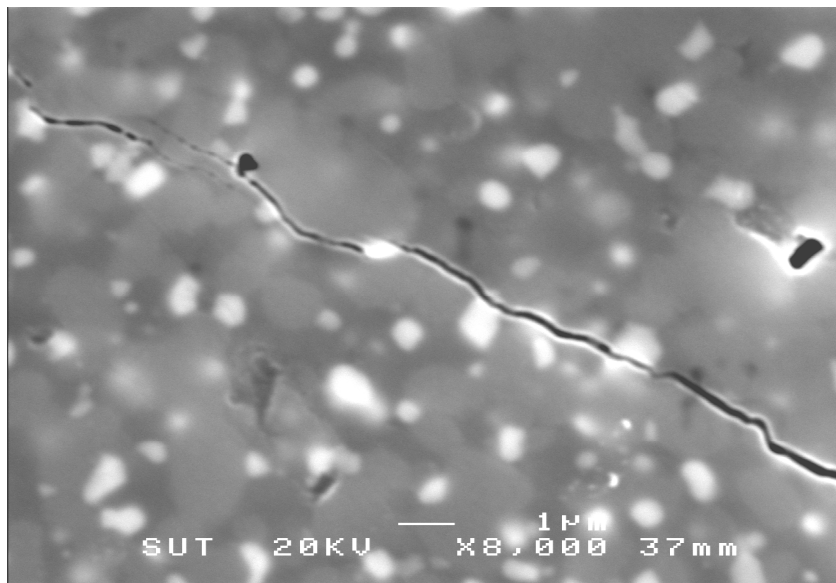
จากรูปที่ 4.28 ยังแสดงให้เห็นว่าเมื่อเติมโครเมียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากภายในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณรูพรุนที่เพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นดังกล่าวจะช่วยในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าว ดังอธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.5 และจากรูปที่ 4.28 พบว่าการใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดร่วมกัน ส่งผลให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้สารเติมแต่ง อย่างไรก็ตามความเหนียวที่เพิ่มขึ้นนี้พบว่ามีค่าน้อยกว่าการใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์เพียงอย่างเดียว เนื่องจากขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งสองชนิดร่วมกัน มีขนาดที่ใหญ่กว่าการไม่ใช้สารเติมแต่งแต่มีขนาดที่เล็กกว่าการใช้ซีเรียมออกไซด์เพียงอย่างเดียว ดังแสดงในหัวข้อ 4.3.3



รูปที่ 4.28 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ

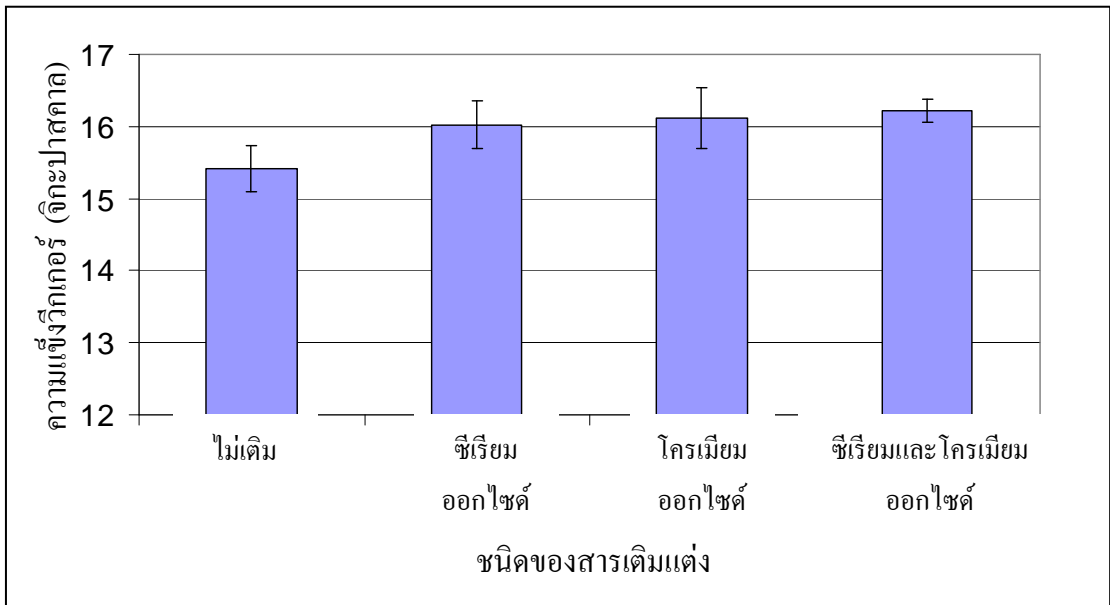


รูปที่ 4.29 (ก)



รูปที่ 4.29 (ข)

รูปที่ 4.29 แสดงการหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบโดยรูปที่ 4.29 (ก) คือ การหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง และ รูปที่ 4.29 (ข) คือ การหักเหของรอยร้าวในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.30 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบ

รูปที่ 4.30 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบ จากรูปพบว่าสารเติมแต่งที่เติมในวัสดุเชิงประกอบทั้งสองชนิด สามารถเพิ่มความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบได้ และวัสดุเชิงประกอบที่เติมสารเติมแต่งทุกตัวอย่างมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นในสัดส่วนใกล้เคียงกัน เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ไม่เติมสารเติมแต่ง

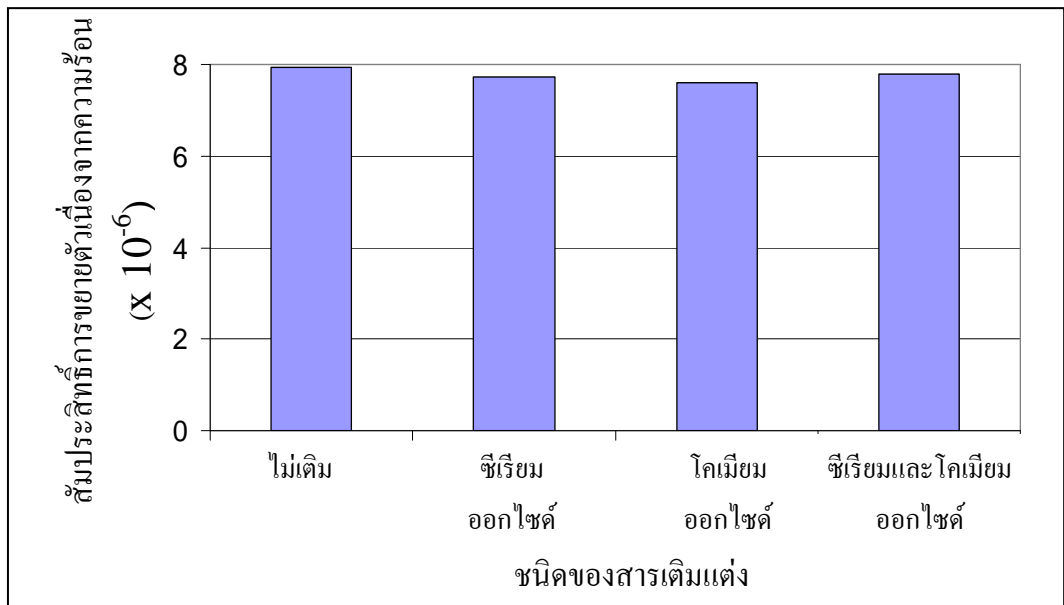
สาเหตุที่ซีเรียมออกไซด์สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุเชิงประกอบได้ ก็คือซีเรียมออกไซด์ช่วยในการลดปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบ โดยทั่วไปแล้ววัสดุที่มีรูพรุนน้อยจะมีค่าความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีรูพรุนมาก (R.Morrell, 1987, p28)

เหตุผลที่อธิบายการเพิ่มขึ้นของความแข็งแรงเมื่อใช้สารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์ เนื่องจากโครเมียมออกไซด์สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) กับอะลูมินาได้อย่างสมบูรณ์ และการเกิดสารละลายของแข็งนี้เป็นเหตุผล ของการเพิ่มขึ้นของค่าความแข็งแรง (Attinger and Stern quoted in Walter H. Gitzen, 1970, p61) และสาเหตุอีกประการคือ ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้สารเติมแต่งโครเมียมออกไซด์มีขนาดเล็กลง เมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ซึ่งโดยทั่วไปวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ (R.Morrell, 1987, p7) ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดร่วมกันค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าที่สูงขึ้น เนื่องจากการใช้สารเติมแต่งทั้งสองชนิดร่วมกันจะส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบมีขนาดเกรนที่เล็กและมีปริมาณรูพรุนต่ำ

**4.3.6 ผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุ
เชิงประกอบ**

ตารางที่ 4.11 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ของ
วัสดุเชิงประกอบ ที่ความแตกต่างของอุณหภูมิ 30°C กับ 1000°C

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว ($\times 10^{-6}$)
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	
0	0	7.93
1.5	0	7.73
0	1.5	7.59
1.5	1.5	7.79



รูปที่ 4.31 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบที่ใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน

จากรูปที่ 4.3 พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนระหว่างวัสดุเชิงประกอบที่เติมและไม่เติมสารเติมแต่ง มีความแตกต่างกันน้อยมาก แสดงให้เห็นว่าสารเติมแต่งที่เติมในวัสดุเชิงประกอบ ไม่ส่งผลใดๆต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน ซึ่งอาจมีผลมาจากปริมาณของสารเติมแต่งที่ใช้ในวัสดุเชิงประกอบมีปริมาณที่น้อยมากจนไม่ส่งผลใดๆ ต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ

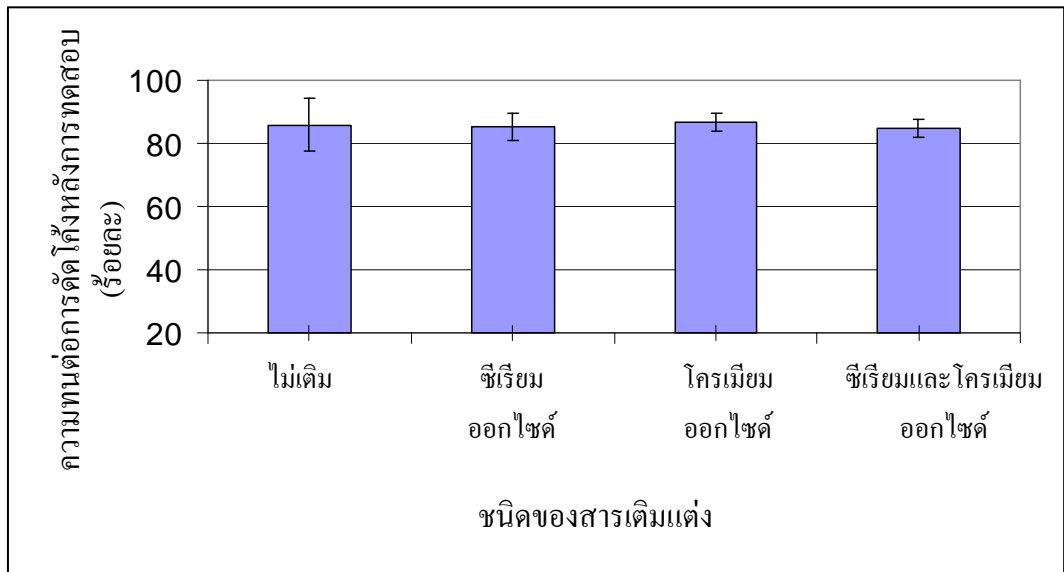
4.3.7 ผลของสารเติมแต่งต่อ ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลันของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.12 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ลดลงหลังการทดสอบความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลัน

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

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง

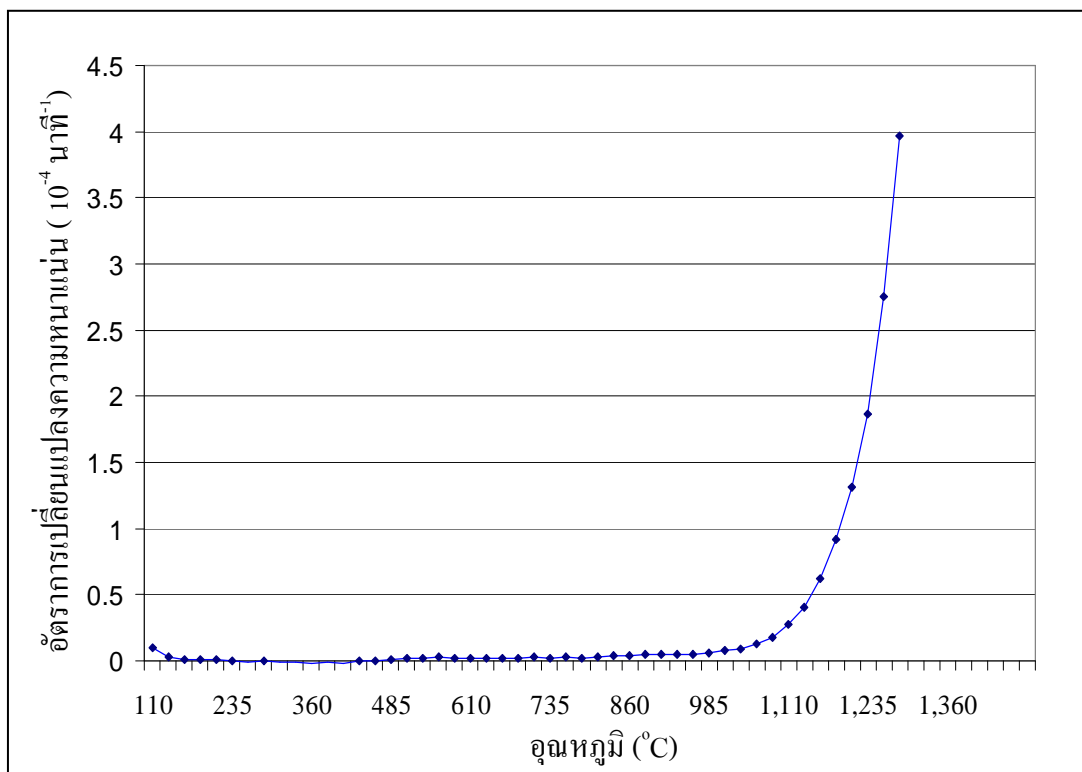
จากตารางที่ 4.12 และ รูปที่ 4.32 แสดงให้เห็นว่าสารเติมแต่งไม่ส่งผลใดๆ ต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลันของวัสดุเชิงประกอบ อาจมีสาเหตุเนื่องมาจากปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้มีปริมาณที่น้อยมากจึงไม่ส่งผลใดๆ ต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนและไม่ส่งผลต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยนับพลันด้วย



รูปที่ 4.32 แสดงผลของสารเติมแต่งต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยน้ำหนักของวัสดุเชิงประกอบ

4.4 ผลการศึกษาผลของการเผาพูนึกต่อลักษณะจำเพาะและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ

4.4.1 ผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 4.33 แสดงผลของอุณหภูมิต่ออัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.33 พบว่าอุณหภูมิในช่วงก่อนถึงอุณหภูมิ 1000°C อัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเกิดการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก แต่หลังจากอุณหภูมิ 1000°C ไปแล้วพบว่า ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว จนมีอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 1300°C

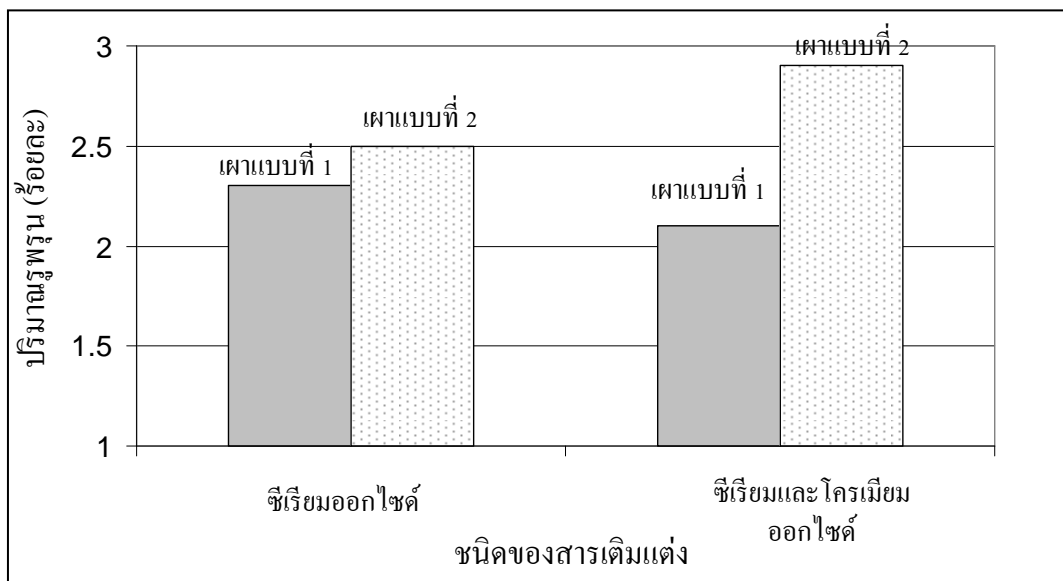
4.4.2 ผลของการเผาผนึก ต่อ ความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.13 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

ปริมาณสารเติมแต่ง		ความหนาแน่น (กรัม/เซ็นติเมตร ³)		ปริมาณรูพรุน (ร้อยละ)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
1.5	0	3.83	3.80	2.3	2.5
1.5	1.5	3.84	3.83	2.1	2.9

* เผาแบบที่ 1 คือการเผา ที่ อุณหภูมิ 1575°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

* เผาแบบที่ 2 คือการเผา ที่ อุณหภูมิ 1300oC เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิ เป็น 1575°C แล้วเผาแซ่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



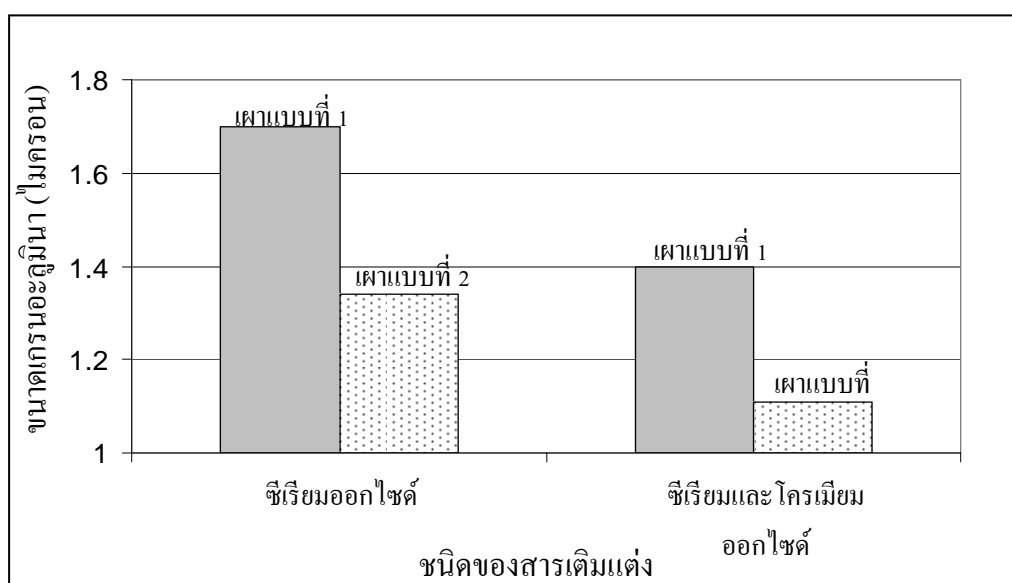
รูปที่ 4.34 แสดงผลของการเผาผนึกต่อปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.34 พบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ปริมาณรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งจากข้อสันนิษฐานที่ว่าเมื่อแยกการเผาผนึกออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ แยกเป็นขั้นตอนการเผาผนึกและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาจะสามารถลดปริมาณรูพรุนในชิ้นงานได้ (Claussen and Janh) พบว่าในการศึกษาครั้งนี้ไม่เป็นไปตามข้อสันนิษฐานดังกล่าว เนื่องจากในความเป็นจริงแล้วการแยกขั้นตอนระหว่างการเผาผนึกและการเกิดปฏิกิริยาออกจากกันนั้นเป็นเรื่องที่เป็นไปได้ยากมาก (Boch and Girry quoted in Nicholas P. Cheremisinoff)

4.4.3 ผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.14 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

ปริมาณสารเติมแต่ง		ขนาดเกรนของอะลูมินา (ไมครอน)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
1.5	0	1.7	1.34
1.5	1.5	1.4	1.11

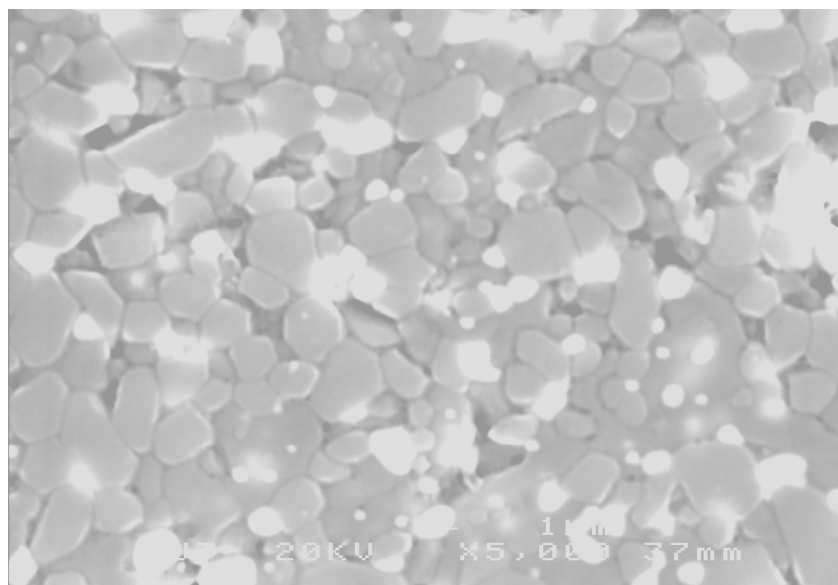


รูปที่ 4.35 แสดงผลของการเผาผนึกต่อขนาดเกรนอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบ

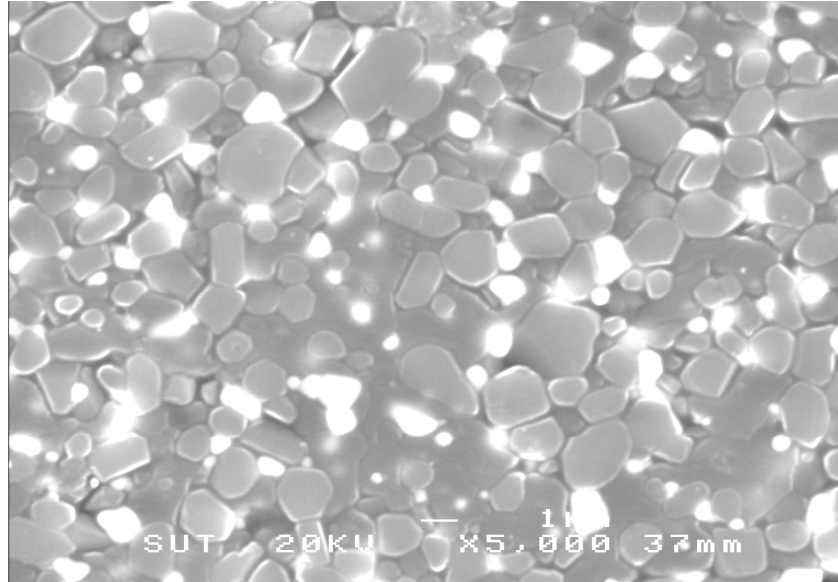
จากรูปที่ 4.35 พบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ขนาดเกรนของอะลูมินามีแนวโน้มที่เล็กลง ซึ่งเป็นผลจากการลดเวลาการเผาผนึก ที่ อุณหภูมิ 1575°C ลง จาก 2 ชั่วโมงเหลือ 1 ชั่วโมง เนื่องจากการลดเวลาการเผาผนึกจะมีผลทำให้ขนาดเกรนของวัสดุลดลง

4.4.4 ผลของการเผาผนึกต่อ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.36 แสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ หลังผ่านการเผาผนึก ในรูปแบบการเผาผนึกแบบที่ 2 โดยจุดสีขาวในรูปแสดงวัฏภาคของเซอร์โคเนีย พื้นสีเทาในรูปแสดงวัฏภาคของอะลูมินา จากรูปพบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึก เป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดที่เล็กลงเมื่อเทียบกับรูปที่ 4.26 (ข) และ 4.26 (ง) และเมื่อเปรียบเทียบขนาดเกรนของอะลูมินาระหว่างรูปที่ 4.36 (ก) ซึ่งแสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง กับรูป 4.36 (ข) ซึ่งแสดงรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้โครเมียมออกไซด์ร่วมกับซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง พบว่าขนาดเกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.36 (ข) มีขนาดที่เล็กกว่าเกรนของอะลูมินาในรูปที่ 4.36 (ก) ซึ่งเหตุผลได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.3



รูปที่ 4.36 (ก)



รูปที่ 4.36 (ข)

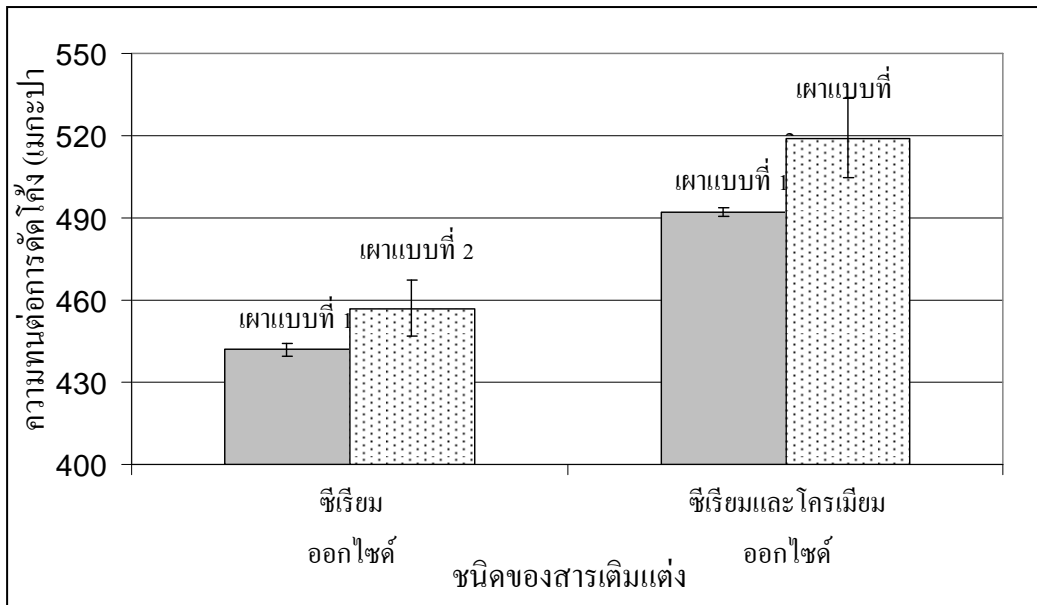
รูปที่ 4.36 แสดงรูปโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกแบบที่ 2 โดยรูป (ก) แสดงวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง รูป(ข) แสดงรูปวัสดุเชิงประกอบซึ่งใช้ซีเรียมและ โครเมียมออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง

4.4.5 ผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว และความแข็งวิกเกอร์ของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.15 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียวและความแข็งวิกเกอร์ของวัสดุเชิงประกอบ

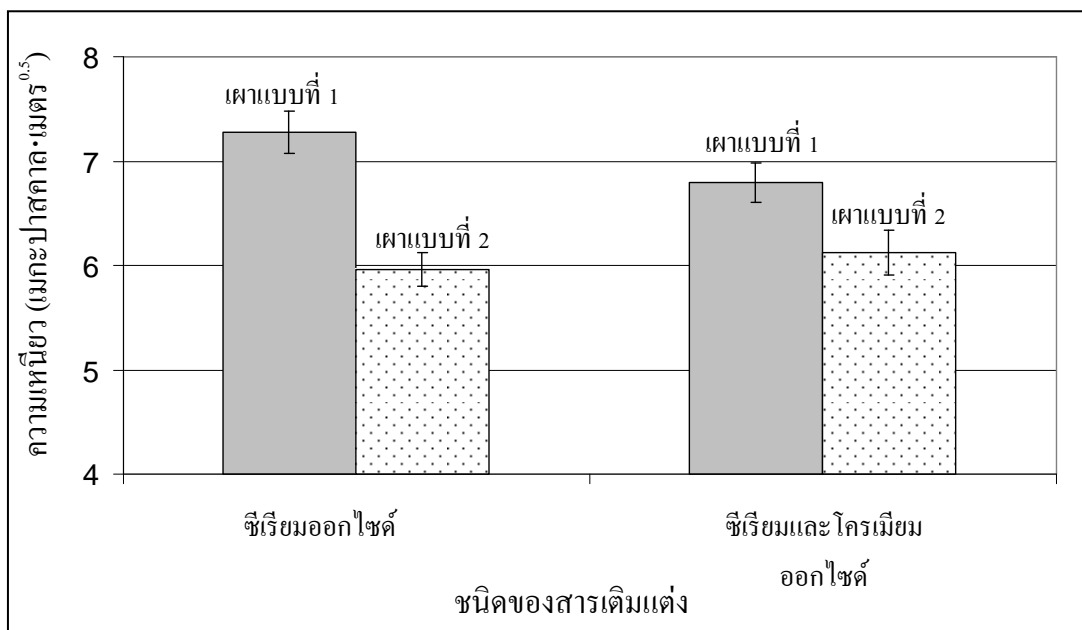
ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการดัด โค้ง (เมกะปาสคาล)		ความเหนียว (เมกะปาสคาล ·เมตร ^{0.5})		ความแข็ง (จิกะปาสคาล)	
		เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์						
1.5	0	442±2.3	457±10.2	7.28±0.20	5.96±0.16	16.02±0.33	17.06±0.35
1.5	1.5	492±1.6	519±14.5	6.79±0.19	6.12±0.21	16.21±0.16	17.42±0.40

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง



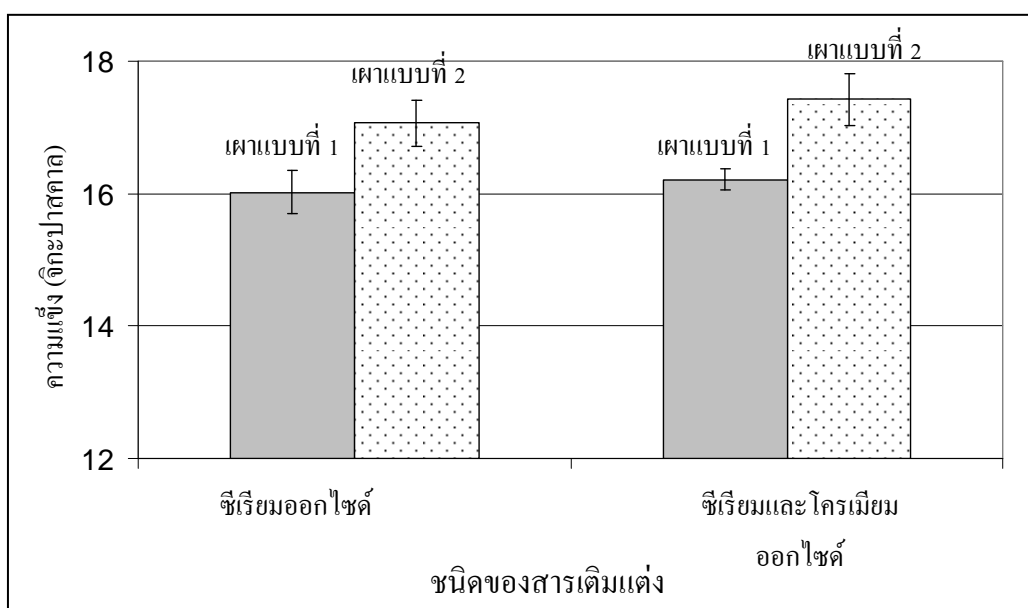
รูปที่ 4.37 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.37 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบมีแนวโน้มสูงขึ้น เนื่องจากขนาดเกรนของอะลูมินาในวัสดุเชิงประกอบมีขนาดที่เล็กลง ดังแสดงในหัวข้อ 4.4.3 ซึ่งการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินามีผลให้ความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ดังอธิบายในหัวข้อ 4.3.5



รูปที่ 4.38 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 4.38 พบว่าเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกแบบที่ 2 ส่งผลให้ความ
 ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบลดลง ซึ่งเป็นผลจากการลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาใน
 วัสดุเชิงประกอบ ดังแสดงในหัวข้อ 4.4.3 การลดลงของขนาดเกรนของอะลูมินาส่งผลให้ความ
 เหนียวของวัสดุเชิงประกอบลดลง ดังอธิบายในหัวข้อ 4.3.5 และในทำนองเดียวกันพบว่าการลดลง
 ของขนาดเกรนของอะลูมินามีผลให้ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่
 4.38

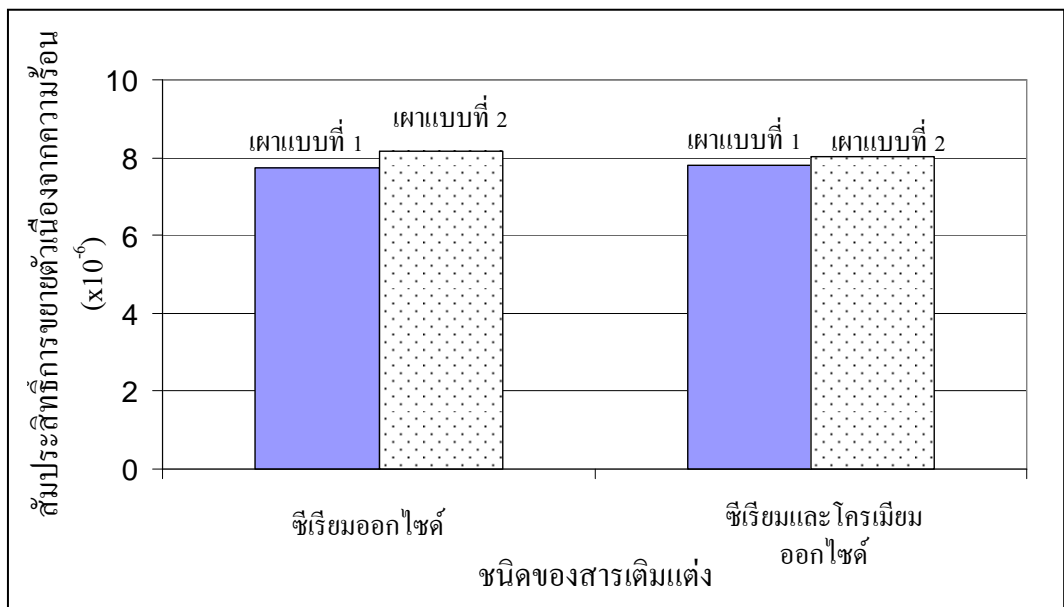


รูปที่ 4.39 แสดงผลของการเผาผนึกต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ

4.4.6 ผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.16 แสดงผลของการเผาผนึกต่อสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่ความ
 แตกต่างของอุณหภูมิ 30°C กับ 1000°C

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)		ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว เนื่องจากความร้อน ($\times 10^{-6}$)	
ซีเรียมออกไซด์	โคโรเมียมออกไซด์	เผาแบบที่ 1	เผาแบบที่ 2
1.5	0	7.73	8.18
1.5	1.5	7.79	8.03



รูปที่ 4.40 แสดงผลของการเผาผนึกต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

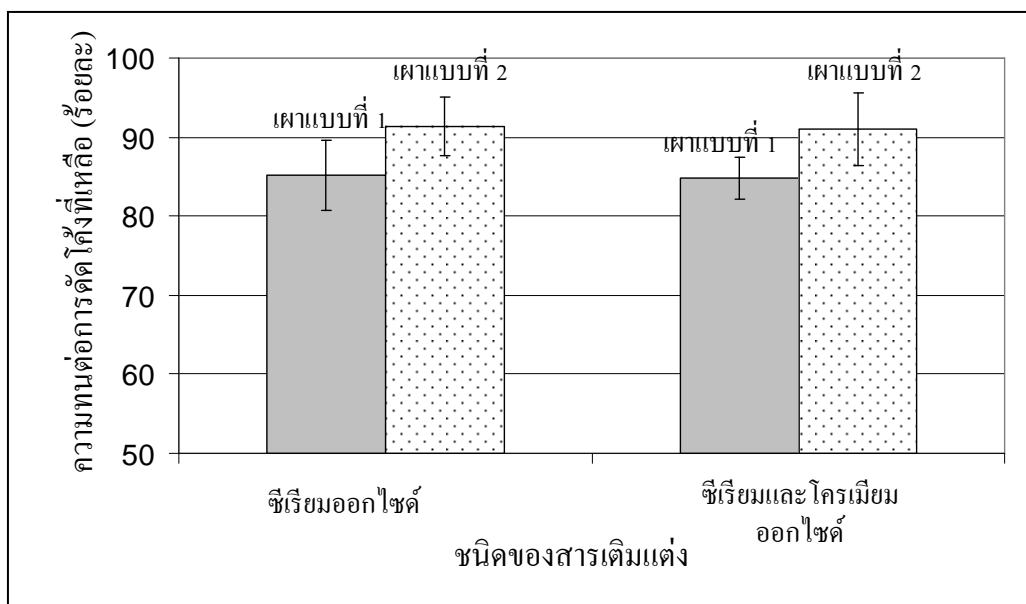
จากรูปที่ 4.40 แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึก มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเล็กน้อย กล่าวคือมีผลทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นเล็กน้อย อย่างไรก็ตามจากรูปพบว่าสารเติมแต่งที่ใช้ไม่ส่งผลใดๆ ต่อค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนเนื่องจาก ถึงแม้มีการใช้สารเติมแต่งที่ต่างชนิดกัน แต่ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบมีค่าไม่ต่างกันซึ่งเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.7

4.4.7 ผลของการเผาพริกต่อความทนต่อการเปลี่ยนแปลงโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ

ตารางที่ 4.17 แสดงผลของการเผาพริกต่อความทนต่อการตัดโค้งหลังการทดสอบ

ปริมาณสารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ความทนต่อการตัด โค้งก่อนการทดสอบ (เมกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัด โค้งหลังการทดสอบ (เมกะปาสกาล)		ความทนต่อการตัด โค้งที่ลดลง (ร้อยละ)	
ซีเรียม ออกไซด์	โครเมียม ออกไซด์	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2	เผา แบบที่ 1	เผา แบบที่ 2
1.5	0	442±2.3	457±10.2	377±16	418±15	14.8±4.4	8.6±3.7
1.5	1.5	492±1.6	519±14.5	417±11	472±21	15.2±2.7	9.0±4.6

หมายเหตุ : ค่าจากการทดสอบซ้ำ จำนวน 5 ครั้ง



รูปที่ 4.41 แสดงผลของการเผาพริกต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบหลังการทดสอบการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

จากรูปที่ 4.41 พบว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นการเผาผนึกรูปแบบที่ 2 ส่งผลให้ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบ มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ถึงแม้ว่าการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 จะส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นเล็กน้อยก็ตาม ซึ่งอาจเป็นผลมาจากปริมาณรูพรุนในชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 เนื่องจากรูพรุนที่เพิ่มขึ้นมีผลให้การถ่ายเทความร้อนในวัสดุเชิงประกอบดีขึ้น จึงส่งผลให้ความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันดีขึ้น และ เหตุผลอีกประการที่เป็นไปได้คือ จากหัวข้อ 4.4.5 พบว่าหลังการเปลี่ยนรูปแบบการเผาผนึกเป็นแบบที่ 2 ค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น ซึ่งเมื่อวัสดุมีความแข็งแรงมากขึ้น จึงส่งผลให้ความสามารถทนต่อความเค้นซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันดีขึ้น ดังนั้นจึงอาจเป็นสาเหตุของความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลันของวัสดุเชิงประกอบที่มีค่าสูงขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาความเป็นไปได้ ในการพัฒนาวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับการใช้งานทางวิศวกรรม โดยการศึกษาผลของปริมาณเซอร์คอน ผลของสารเติมแต่งและผลของการเผาผนึกต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

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

2) การเติมสารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย มีผลทำให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าดีที่สุด และการใช้สารเติมแต่งซีเรียมออกไซด์ ร่วมกับโครเมียมออกไซด์มีผลให้วัสดุเชิงประกอบมีค่าความแข็งแรงที่ดีที่สุด แต่การเติมสารเติมแต่งในวัสดุเชิงประกอบจะไม่ส่งผลใดๆ ต่อความทนต่อการแตกหักเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน

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

4) เมื่อปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานลดลง วัสดุจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น แต่ค่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวลดลง

5) วัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก จะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ แต่ความเหนียวของวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีค่าที่น้อยกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากเกรนขนาดใหญ่จะเกิดการหักเหของรอยร้าวมากกว่าเกรนขนาดเล็ก

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1) การศึกษาผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อสมบัติต่างๆ ของวัสดุเชิงประกอบซึ่งมีปริมาณเซอร์คอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

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

3) การศึกษาการเผาโดยการทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว ระหว่างการเผาพูนึกในช่วงอุณหภูมิที่ $t\text{-ZrO}_2$ เกิดการเปลี่ยนวัฏภาค ไปเป็น $m\text{-ZrO}_2$ นั้นมีความเป็นไปได้ว่าจะสามารถเพิ่มปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ ในวัสดุเชิงประกอบได้

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

บรรณานุกรม

- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fired Whiteware Products. **ASTM C373-88**. New York:ASTM
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. **ASTM C1161-90**. New York:ASTM.
- Anstis, G.R., ChantiKul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for mearsuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of American Ceramic Society**. (64):533-538.
- Annamaria Celli, Antonella Tucci, Leonardo Esposito, Carlo Palmonari. (2003). Fractal analysis of cracks in alumina-zirconia composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (23): 469-479.
- Cahn, P.Haasen, R.W., Krammer., E.J. (1993). **Materila Science and Technology** (Vols 13). New York:VCH Publishers.
- Cahn, R.W., P.Haasen, Krammer., E.J. (1994). **Materila Science and Technology** (Vols 11). New York:VCH Publishers.
- Casellas, D., Nagl, M.M., Llanes L., and Anglada M. (2003). Fracture toughness of alumina and ZTA ceramics: microstructure coarsening effects. **Journal of Materials Processing Technology**, (143-144): 148-152.
- Cemal Aksel. (2003). Mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullitezirconia and alumina-mullite refractory material by slip casting. **Ceramics International**. (29):311-316.
- Cemal Aksel. (2003).The effect of mullite on the mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite refractory materials. **Ceramics International**. (29):183-188.
- Chawla, K.K. (1993). **Ceramic Matrix Composites**. New York: Chapman&Hall.
- Chen, C.Y., Lan, G.S., Tuan, and W.H. (2000). Preparation of mullite by the reaction sintering of kaolinite and alumina. **Journal of the European Ceramic Society**. 20: 2519-2525.

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

- Koyama, T., Hayashi, S., Yasumori, A., Okada, K., Schmucker, M., and Schneider, H. (1996). Microstructure and mechanical properties of mullite/zirconia composites prepared from alumina and zircon under various firing condition. **Journal of the European Ceramic Society**. 16: 231-237.
- Maitra, S., Pal, S., Nath, S., Pandey, A., and Lodha, R. (2002). Role of MgO and Cr₂O₃ additives on the properties of zirconia-mullite composites. **Ceramic International**. (28): 819-826.
- Mangalaraja, R.V., Chandrasekhar, B.K., Manohar., P. (2003). Effect of ceria on the physical, mechanical and thermal properties of yttria stabilized zirconia toughened alumina. **Material Science and Engineering (A343)**:71-75.
- Michel W. Barsoum. (1997). **Fundamentals of Ceramics**. Singapore:McGraw-Hill.
- Morrell, R. (1987). **Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics** (Section1). London:HMSO book.
- Nicholas P. Cheremisinoff. (1990). **Handbook of Ceramics and Composites** (Vols 1). New York:Marcel Dekker.
- Rahaman, M.N. (2003). **Ceramic Processing and Sintering**. New York: Marcel Dekker.
- Richard H.J. Hannink, Patrick M. Kelly, Barry C. Muddle. (2000). Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. **Journal of American Ceramic Society**. (83):461-487.
- Schneider, H., Okada, K., and Pask, J.A. (1994). **Mullite and mullite ceramics**. England: John wiley & sons.
- Shi-Ke Zhao, Young Huang, Chang-An Wang, Xiao-Xian Huang, Jing-Kun Guo. (2003). Sinterability of ZrSiO₄/Al₂O₃ mixed powders. **Ceramics International** (29): 49-53.
- Stevens, R. (1986). Zirconia and Zirconia Ceramics. United Kingdom:Magnesium Elektron.
- Walter H. Gitzen (1970). **Alumina as a Ceramic Material**, United States of America: The American Ceramic Society.
- Wen-Cheng, Wei, J., Kao, H.C., and Lo, M.H. (1996). Phase transformation and grain coarsening of zirconia/mullite composites. **Journal of the European Ceramic Society**. (16): 239-247.
- Zhao, S-K., Huang, Y., Wang, C-A., Huang, X-X., and Guo, J-K. (2003). Mullite formation from reaction sintering of ZrSiO₄/Al₂O₃ mixtures. **Material Letters**. (57): 1716-1722.

ประวัติคณะวิจัย

ประวัติหัวหน้าโครงการ

1. ชื่อ (ภาษาไทย) ผศ.ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล
(ภาษาอังกฤษ) Assist. Prof. Dr.Sukasem Kangwantrakool
2. รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ 42500056
3. เลขหมายประจำตัวประชาชน 3-3099-00294-82-5
4. ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
5. ที่ทำงาน สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา 30000
โทรศัพท์ 0-4422-4476 โทรสาร 0-4422-4220
โทรศัพท์มือถือ 09-845-0557 E-mail: sukasemk@yahoo.com

6. ประวัติการศึกษา

ปีที่สำเร็จการศึกษา	ระดับปริญญา	ชื่อปริญญา	สาขาวิชา	สถาบันการศึกษา	ประเทศ
2546	ปริญญาเอก	D.Eng.	วิศวกรรมวัสดุศาสตร์	Hokkaido University	ญี่ปุ่น
2540	ปริญญาโท	วทม.	เทคโนโลยีเซรามิก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2537	ปริญญาตรี	วทบ.	เทคโนโลยีการผลิต	สถาบันราชภัฏพระนคร กรุงเทพฯ	ไทย
2530	อนุปริญญา	Dip.	เทคโนโลยีโลหะ	สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตภาคตะวันออกเฉียงเหนือ นครราชสีมา	ไทย

7. สาขาวิชาที่เชี่ยวชาญ

- วัสดุโลหะ และ เซรามิกพื้นฐาน
- กระบวนการขึ้นรูปวัสดุเซรามิกขั้นสูง
- เซรามิกชีวภาพ (ศัลยกรรมวัสดุ) ได้แก่ HA/HDPE composite
- วัสดุเซรามิกขั้นสูง ได้แก่ Al_2O_3 , ZrO_2 , WC, TiC, SiC, Si_3N_4 เป็นต้น
- วัสดุเชิงประกอบ ได้แก่ Al_2O_3 -TiC, Al_2O_3 -SiC, Al_2O_3 - Al_2O_3 , WC-Co composite เป็นต้น

8. ผลงานวิจัย

- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Preparation of New WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials with Mechanically Coated Particles," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2001; 34(12):1486-1492.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "New Design of Microstructure of WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials by Mechanical Coating of Particles," *Journal of the Japan Society Powder and Powder Metallurgy*, 2002; 49(12): 1070-1075.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara, "Hot Hardness of WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2002; 35(9): 893-899.
- **S. Kangwantrakool**, B. Golman and K. Shinohara; "Quantitative Characterization of Microstructure of WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials with Relate to Mechanical Properties," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2003; 36(1): 49-56.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Sintering Behavior of Mechanically Coated WC-Co/TiC-Al₂O₃ Particles by High-speed Rotational Impact Blending," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2003; 21: 171-182.
- J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, **S. Kangwantrakool** and K. Hemachadra: The Role of Filler Volume Fraction in the Strain Rate Dependence of Calcium Carbonate Reinforced Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, 1998; 70: 1717-1724.

9. ผลงานวิชาการอื่นๆ

- สุขเกษม กังวานตระกูล: Hot Isostatic Press (HIP) of Materials, Proceeding of Annual Meeting of the Thai Ceramic Society of Thailand, Bangkok (1994).
- สุขเกษม กังวานตระกูล; "Ceramic Cutting Tools: Part I", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 16: 20-23.
- สุขเกษม กังวานตระกูล; "Ceramic Cutting Tools: Part II", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 17: 60-64.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Advanced Preparation of WC-Co/Al₂O₃-TiC Surface Composite Particles for Sintered Materials," Proceeding of the First Asian Particle Technology Symposium (APT 2000), Bangkok, Thailand, CD-ROM, pp. S-II (2)-3#0076 (2000).

- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Proper Composition of Coated Particles for New Cemented Carbide Material,” Proceeding of 34th Autumn Meeting of the Society of Chemical Engineering of Japan, Sapporo, CD-ROM, pp.R109 (2001).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Microstructure of WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials Prepared from Coated Particles by Rotational Impact Blending,” Proceeding of Annual Spring Meeting of the Powder Technology Society of Japan, Kyoto, pp.106 (2002).