

การเสริมแรงกราฟต์ด้วยซิลิกอนไนไตรด์เพื่อปรับปรุงความต้านทาน
การสึกหรอโดยการแทรกซึมสารละลาย



นางสาวลักษิกา สุธะวงษ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกลและระบบกระบวนการ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2566

REINFORCING GRAPHITE WITH Si_3N_4 TO IMPROVE WEAR
RESISTANCE BY SLURRY INFILTRATION



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of
Master of Engineering in Mechanical and Process System Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2023

การเสริมแรงกราฟต์ด้วยซิลิกอนไนไตรด์เพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอโดย
การแทรกซึมสารละลาย

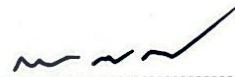
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาโทบริหารธุรกิจ

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



(รศ. ดร.อภิวัฒน์ มุตตามระ)

ประธานกรรมการ



(ผศ. ดร.สมศักดิ์ ศิวดำรงพงศ์)

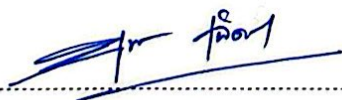
กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(ผศ. ดร.วรรณนัช บุ่งสุด)

กรรมการ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



(รศ. ดร.ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและประกันคุณภาพ



(รศ. ดร.พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ลักขณา สุยะวงษ์: การเสริมแรงกราไฟต์ด้วยซิลิกอนไนไตรด์เพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอโดยการแทรกซึมสารละลาย (REINFORCING GRAPHITE WITH Si_3N_4 TO IMPROVE WEAR RESISTANCE BY SLURRY INFILTRATION) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมศักดิ์ ศิวดำรงพงศ์, 94 หน้า.

คำสำคัญ : การสึกหรอ/ความแข็ง/กราไฟต์/ซิลิกอนไนไตรด์

กราไฟต์เป็นวัสดุที่ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมที่หลากหลาย เช่น อุตสาหกรรมเหล็ก สารเคมี ไฟฟ้า หรือแม้กระทั่งอุตสาหกรรมแม่พิมพ์หลายประเภท เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นในด้านการนำไฟฟ้า การหล่อลื่น การทนต่อความร้อน ทนต่อสารเคมี และป้องกันการกัดกร่อนได้ดี แต่ในการใช้งานที่อุณหภูมิสูงกราไฟต์จะมีการต้านทานการออกซิเดชันต่ำ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดหรือเกิดการเสีรูปร่างเล็กน้อย และสามารถเกิดการสึกหรอได้ นอกจากนี้ยังมีราคาค่อนข้างสูง ดังนั้นวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้จึงต้องการเพิ่มความแข็งของกราไฟต์เพื่อลดการสึกหรอ โดยวิธีการแทรกซึมสารละลายซิลิกอน เนื่องจากซิลิกอนทนอุณหภูมิได้สูงกว่ากราไฟต์โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง โดยจะใช้กราไฟต์ขนาดกว้าง 12 มิลลิเมตร ยาว 12 มิลลิเมตร และหนา 3 มิลลิเมตร กราไฟต์จะถูกแทรกซึมในสารละลายซิลิกอนชั้นภายใต้บรรยากาศที่เป็นสุญญากาศที่ระยะเวลาการแทรกซึม 5, 10 และ 15 นาที และเผาที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ซิลิกอนไนไตรด์ที่มีความแข็งสูงก่อตัวขึ้น ส่งผลให้ผิวของกราไฟต์มีความแข็ง ทนต่อการสึกหรอได้ดีขึ้น จากผลการทดสอบพบว่าการก่อตัวของซิลิกอนคาร์ไบด์ และซิลิกอนไนไตรด์ โดยตัวอย่างที่ใช้เวลาในการแทรกซึม 15 นาที มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นมากกว่ากราไฟต์ฐานถึงร้อยละ 217.26 และอัตราการสึกหรอลดลงเหลือ 0.9730×10^{-3} ลูกบาศก์มิลลิเมตรต่อเมตร ซึ่งต่ำกว่ากราไฟต์ฐานร้อยละ 19.21 เมื่อเทียบกับอัตราการสึกหรอของกราไฟต์ฐาน

สาขาวิชา วิศวกรรมการผลิต
ปีการศึกษา 2566

ลายมือชื่อนักศึกษา ลักขณา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

LAKSIKA SUYAWONG: REINFORCING GRAPHITE WITH Si_3N_4 TO IMPROVE WEAR RESISTANCE BY SLURRY INFILTRATION. THESIS ADVISOR : ASST.PROF. SOMSAK SIWADAMRONGPONG, Ph.D. 94 PP.

KEYWORD : WEAR/HARDNESS/GRAPHITE/SILICON NITRIDE

Graphite is a versatile material with unique properties that make it highly sought-after across a wide range of industries, including steel, chemicals, electrical, and various mold-making applications. Due to its outstanding properties in terms of electrical conductivity, lubrication, heat resistance, chemical resistance, and corrosion resistance. However, at high temperatures, graphite exhibits low oxidation resistance, leading to dimensional changes, minor deformation and potential wear. In addition, it is also relatively expensive. Therefore, the objective of this research was to enhance the hardness of graphite to minimize wear through the infiltration of silicon slurry. Since silicon is a material which can withstand at high temperatures without undergoing deformation. Graphite sample was cut into $12 \times 12 \times 3 \text{ mm}^3$ size. The samples were brought to infiltrate in silicon slurry under a vacuum atmosphere for 5, 10 and 15 minutes and sintered at 1,450 degrees celsius under a nitrogen atmosphere for 2 hours. Formation of silicon carbide and silicon nitride was found at graphite surface. In particular, the sample with an infiltration time of 15 minutes, there was revealed explicit hardness by 217.26% higher than based graphite. Wear rate was also decreased to $0.9730 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{m}$ which lower than based graphite by 19.21%

School of Manufacturing Engineering
Academic Year 2023

Student's Signature _____
Advisor's Signature _____

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี ผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณครอบครัวที่อบรม เลี้ยงดู คอยให้กำลังใจ สนับสนุน และคอยให้ความช่วยเหลือผู้วิจัยมาเสมอจนสำเร็จการศึกษา

ขอขอบพระคุณเพื่อน ๆ ทุกคนที่คอยช่วยเหลือ ให้คำชี้แนะผู้วิจัยมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมศักดิ์ ศิวดำรงพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาของอาจารย์ที่คอยให้คำแนะนำ ตรวจสอบ แก้ไข ชี้แนะแนวทาง และติดตามความก้าวหน้าของงานวิจัยมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบทุกท่านที่กรุณาสละเวลาตรวจสอบและให้ข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่คอยให้ความช่วยเหลือในด้านการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ ในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บริษัท สี่มาเทคโนโลยี จำกัด ที่ให้การสนับสนุนวัสดุและอุปกรณ์ในการทำวิจัยจนสามารถทำให้งานวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ลักษิกา สุธะวงษ์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ซ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
1.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	3
1.5 สถานที่ทำวิจัย.....	3
1.6 เครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย.....	3
1.7 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 กราไฟต์.....	5
2.2 เซรามิก.....	6
2.3 การสีกหรอ.....	10
2.4 วิธีทดสอบมาตรฐานสำหรับการทดสอบการสีกหรอด้วยอุปกรณ์ PIN-ON-DISK (มาตรฐาน ASTM G99).....	13
2.5 ความแข็ง.....	20

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.6	วิธีทดสอบมาตรฐานสำหรับการทดสอบความแข็งของ VICKERS ของเซรามิกชั้นสูง (มาตรฐาน ASTM C1327-99).....	21
2.7	การแทรกซึมของเซรามิก.....	25
2.8	การเปลี่ยนเฟสของซิลิกอนในระบบเฟส Si-C-N-O ที่ 1450 องศาเซลเซียส	29
2.9	เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	33
3	วิธีการดำเนินการวิจัย	40
3.1	วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	42
3.1.1	วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย.....	42
3.1.2	สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	42
3.1.3	อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	42
3.2	การเตรียมตัวอย่าง.....	42
3.2.1	การเตรียมผิววัสดุก่อนแทรกซึม.....	44
3.2.2	การเตรียมสารละลายซิลิกอนชั้น.....	45
3.2.3	การแทรกซึมผิวของกราฟิตด้วยสารละลายซิลิกอน.....	46
3.3	การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง.....	49
3.3.1	การทดสอบความแข็ง (Hardness Testing).....	49
3.3.2	การทดสอบความต้านทานการสึกหรอ (Wear Testing).....	49
3.3.3	การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวอย่างและระยะการแทรกซึม.....	51
3.3.4	การตรวจสอบสารประกอบของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	51
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล	52
4.1	ผลการทดสอบความแข็ง.....	52
4.2	ผลการทดสอบการสึกหรอ.....	54

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 ผลการตรวจสอบสัญญาณวิทยาและระยะการแทรกซึมด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	60
4.3.1 สัญญาณวิทยาของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย ซิลิกอนไนไตรด์.....	60
4.3.2 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์.....	71
4.3 ผลการวิเคราะห์สารประกอบซิลิกอนไนไตรด์และซิลิกอนคาร์ไบด์.....	67
5 สรุปและข้อเสนอแนะ.....	72
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	72
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	72
รายการอ้างอิง	73
ภาคผนวก	77
ภาคผนวก ก ผลการทดสอบสมบัติของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย ซิลิกอนไนไตรด์	77
ภาคผนวก ข บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่.....	79
ประวัติผู้เขียน	94

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตัวอย่างของเซรามิกดั้งเดิมและเซรามิกขั้นสูงที่มีใช้งานกันอยู่ในปัจจุบัน.....	7
2.2 การจำแนกประเภทของวัสดุเซรามิกขั้นสูงตามลักษณะการใช้งาน.....	8
2.3 การประเมินสมบัติที่สำคัญของเซรามิกขั้นสูงบางชนิดที่เป็นที่นิยม.....	10
2.4 ลักษณะของชิ้นงานทดสอบการสึกหรอระหว่างห้องปฏิบัติการ.....	16
2.5 ปฏิกิริยาสมดุลในระบบ Si-C-N-O.....	30
4.1 ข้อมูลการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3 มิติ.....	54
4.2 สัดส่วนเฟสของกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์.....	67
ก.1 ผลการทดสอบความแข็งของกราฟไฟต์ฐานและกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์.....	78

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ประเภทการสึกหรอ.....	11
2.2 ส่วนประกอบของเครื่องไมโครไตรโบลยีแบบ Pin on disk.....	13
2.3 ส่วนประกอบของเครื่องไตรโบลยีแบบ Ball on Flat.....	13
2.4 แผนผังของระบบทดสอบการสึกหรอของ Pin-on-Disk.....	17
2.5 หัวกดสำหรับทดสอบความแข็ง Vickers.....	22
2.6 ระยะห่างที่ใกล้ที่สุดที่ยอมรับได้ของการทดสอบความแข็งแบบ Vickers.....	24
2.7 การจำแนกประเภทของวิธีการแทรกซึมสำหรับการผลิต CMC.....	26
2.8 กระบวนการผลิตสำหรับ SiCw /SiC เซรามิกคอมโพสิต.....	27
2.9 แผนภาพความเสถียรของเฟสเป็นฟังก์ชันของความดันบางส่วนของไนโตรเจนและออกซิเจนที่ ac = 1 และอุณหภูมิ 1,723 เคลวิน.....	31
2.10 แผนภาพความเสถียรของเฟสเป็นฟังก์ชันของความดันบางส่วนของไนโตรเจนและออกซิเจนที่ T = 1417.8 เคลวิน และ ac = 1.....	32
2.11 บริเวณรูปทรงของกราฟไฟต์.....	34
2.12 วัฏจักรความร้อนที่ใช้ในการแทรกซึมของซิลิกอนเหลวเข้าไปในคาร์บอนและคาร์บอน คอมโพสิต.....	34
2.13 ภาพถ่าย SEM ของปฏิกิริยาพันธะ Si ₃ N ₄	36
2.14 กราฟการลดลงของน้ำหนักของลูกบอลกราฟไฟต์เคลือบ SiC และกราฟไฟต์ฐานที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส.....	37
2.15 ผลของความแข็งต่ออัตราการสึกหรอของคอมโพสิต.....	38
2.16 ภาพถ่าย SEM ของ Si ₃ N ₄ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน.....	39
2.17 สันฐานวิทยาของ β -SiC.....	39
3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	41
3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดสอบ.....	43

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดสอบ.....	43
3.3 ขนาดของตัวอย่างทดสอบ.....	44
3.4 ภาพ SEM ของกราไฟต์ก่อนและหลังการขัดผิว.....	44
3.5 การทำความสะอาดกราไฟต์ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก.....	45
3.6 การกวนสารละลายโดยใช้เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก.....	46
3.7 การใช้เครื่องสุญญากาศที่แรงดัน 85 kPa.....	46
3.8 อัตราการให้ความร้อนสำหรับปฏิกิริยาไนไตรเดชั่น.....	47
3.9 เตาเผาวัสดุทางการแพทย์แบบท่อ (High temperature tube furnaces).....	47
3.10 แผนภาพความเสถียรของเฟสของระบบ Si-O-N ที่ 1,450 องศาเซลเซียส ของแรงดันบางส่วน ของ N ₂ และ O ₂	48
3.11 ตัวอย่างระยะการทดสอบความแข็ง.....	49
3.12 ลักษณะเครื่องทดสอบการสึกหรอ.....	50
4.1 ลักษณะของกราไฟต์หลังผ่านการเสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (Si ₃ N ₄).....	52
4.2 ความแข็งวิกเกอร์เฉลี่ยของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์.....	53
4.3 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราไฟต์ฐาน.....	55
4.4 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si ₃ N ₄ ที่เวลา 5 นาที.....	55
4.5 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si ₃ N ₄ ที่เวลา 10 นาที.....	55
4.6 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si ₃ N ₄ ที่เวลา 15 นาที.....	56
4.7 อัตราการสึกหรอ (Wear rate) ของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si ₃ N ₄	56
4.8 สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) ของกราไฟต์ฐาน และกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si ₃ N ₄	57

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.9 การเปลี่ยนแปลงของค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานในช่วงรันอินของการทดสอบ.....	58
4.10 ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานระหว่างช่วงเปลี่ยนผ่านของการทดสอบ (ก่อนที่จะถึงสภาวะคงตัว).....	58
4.11 ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานระหว่างช่วงเปลี่ยนผ่านของการทดสอบ (ช่วงเพิ่มขึ้นอย่างสม่ำเสมอก่อนสภาวะคงตัว).....	59
4.12 สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) ของกราไฟต์ฐาน และกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 25 เปอร์เซ็นต์สุดท้ายหลังการเคลื่อนที่ด้วย ความเร็วคงที่.....	59
4.13 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ฐาน.....	61
4.14 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 5 นาที่.....	61
4.15 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 10 นาที่.....	62
4.16 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 15 นาที่.....	62
4.17 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 5 นาที่.....	64
4.18 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 10 นาที่.....	65
4.19 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 15 นาที่.....	66
4.20 ผล XRD ของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมด้วย Si_3N_4	68
4.21 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของสารประกอบที่ก่อตัวในรูพรุนของกราไฟต์.....	68-69

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

กราไฟต์ (Graphite) เป็นวัสดุที่มีความสำคัญอย่างมากในหลายอุตสาหกรรม โดยเฉพาะในงานวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มีลักษณะเป็นสีดำ มีโครงสร้างอะตอมคาร์บอน (Carbon) รวมกันเป็นแผ่นและมีการเรียงตัวเป็นชั้น ทำให้มีสมบัติพิเศษทางกลศาสตร์และไฟฟ้าศาสตร์ที่น่าสนใจ สมบัติที่โดดเด่นได้แก่ความทนต่อความร้อนและความต้านทานต่อสารเคมีสูง กราไฟต์มีการนำไปใช้ในหลายอุตสาหกรรมและแอปพลิเคชัน เช่น อุตสาหกรรมเหล็ก การผลิตสารเคมี การผลิตแก๊ส และอื่น ๆ ที่ต้องการวัสดุที่แข็งและทนทาน มีการใช้งานในสาขาต่าง ๆ เช่น ในการผลิตถ้วยใส่ตัวอย่างและภาชนะทนไฟ การบำรุงรักษายานพาหนะ อุปกรณ์และเครื่องจักร น้ำยาเคลือบและสีป้องกันการกัดกร่อน และใช้เป็นตัวทำปฏิกิริยาในห้องปฏิบัติการเคมี การใช้งานกราไฟต์ยังครอบคลุมการผลิตแม่พิมพ์หลายประเภท เช่น แม่พิมพ์กราไฟต์สำหรับการหล่ออุปกรณ์ที่ใช้ความร้อนสูง และแม่พิมพ์ที่ใช้ในการขึ้นรูปแก้ว เนื่องจากวัสดุกราไฟต์มีความเสถียรทางเคมีและไม่เปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของแก้ว ด้วยสมบัติเหล่านี้ กราไฟต์มีบทบาทสำคัญในการช่วยให้ผู้ผลิตในอุตสาหกรรมต่าง ๆ สร้างผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพและมีประสิทธิภาพในการใช้งาน

การเลือกใช้กราไฟต์ในอุตสาหกรรมขึ้นอยู่กับสมบัติและประสิทธิภาพที่ต้องการในแต่ละงาน ซึ่งกราไฟต์มีสมบัติหลากหลายและสามารถปรับแต่งได้ตามความต้องการของแต่ละอุตสาหกรรม ในการเลือกใช้กราไฟต์ จำเป็นต้องพิจารณาสมบัติทางกลศาสตร์ ความต้านทานต่อสารเคมี ความทนทานต่อความร้อน และประสิทธิภาพทางไฟฟ้าเพื่อให้ได้ผลลัพธ์ที่มีประสิทธิภาพและคุ้มค่าในการใช้งานในแต่ละอุตสาหกรรม ในปัจจุบันวิศวกรรมวัสดุมีบทบาทสำคัญในการช่วยยืดอายุการใช้งานหรือปรับสภาพวัสดุให้เหมาะสม เพื่อการใช้ประโยชน์ในวัสดุนั้นๆ ให้ได้ผลลัพธ์ที่คุ้มค่ามากยิ่งขึ้น ซึ่งถือเป็นการลดต้นทุนในระยะยาว โดยการออกแบบพื้นผิวที่เหมาะสม สามารถลดการสึกหรอของวัสดุให้เกิดได้น้อยที่สุด กราไฟต์มีสมบัติที่โดดเด่นเรื่องการนำความร้อนและไฟฟ้าสูง ทนต่ออุณหภูมิสูงได้ยอดเยี่ยม ด้านความเสียหายจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างกะทันหัน และมีสมบัติการหล่อลื่นที่ดี ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อการใช้งานได้หลายรูปแบบ มีสมบัติทนทานต่อการกัดกร่อน และมีประสิทธิภาพสูง มีความเสถียรทางเคมียกเว้นตัวออกซิไดซ์ที่รุนแรงบางประเภทเท่านั้น กราไฟต์มี

สมบัติทนความร้อนได้สูง และมีการกระจายความร้อนที่ดีเยี่ยม แต่อย่างไรก็ตาม กราไฟต์นั้นมีความอ่อนแอต่อการใช้งาน และการใช้งานกราฟไฟต์ที่ความร้อนสูง เมื่อเวลาผ่านไปจะส่งผลทำให้กราฟไฟต์มีการเปลี่ยนแปลงขนาดหรือเกิดการเสีรูปร่างเล็กน้อยตามอุณหภูมิที่ใช้ และสามารถเกิดการสึกหรอได้ตามสภาพการใช้งาน นอกจากนี้กราฟไฟต์ยังมีความต้านทานต่อออกซิเดชันต่ำในสภาพแวดล้อมที่อุณหภูมิสูง

การแทรกซึมแบบรีแอคทีฟ (Reactive Infiltration) เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการผลิตวัสดุเซรามิกหรือวัสดุที่มีโครงสร้างเฉพาะที่รวดเร็วและมีค่าใช้จ่ายต่ำ ทำให้วัสดุมีสมบัติความแข็งแรงและความทนทานสูง การแทรกซึมแบบรีแอคทีฟมีเทคนิคที่หลากหลาย ได้แก่ การแทรกซึมและไพโรไลซิสของพอลิเมอร์ (Polymer Infiltration and Pyrolysis : PIP) การแทรกซึมของปฏิกิริยาหลอมละลาย (Reactive Melt Infiltration : RMI) การแทรกซึมของไอเคมี (Chemical Vapor Infiltration : CVI) รีแอคชันบอนด์ (Reaction Bonded : RB) การแทรกซึมของโซลเจล (Sol-Gel Infiltration) และการแทรกซึมสารละลาย (Slurry Infiltration) ปฏิกิริยาเหล่านี้สามารถช่วยผลิตวัสดุที่ทนความร้อนได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยวิธีการแทรกซึมสารละลายเป็นเทคนิคที่ง่าย ใช้อุณหภูมิต่ำ และต้นทุนค่อนข้างต่ำ อีกทั้งการแทรกซึมสารละลายยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม แต่ในการเพิ่มความแข็งแรงให้แก่กราฟไฟต์ด้วยเทคนิคนี้ยังมีการศึกษาและพบได้ค่อนข้างน้อย

เนื่องจากซิลิกอนมีความแข็งแรงและรับแรงกดได้สูงโดยไม่เกิดการเปลี่ยนรูป สามารถต้านทานต่อความร้อนและสารเคมีได้ดีกว่ากราฟไฟต์ ดังนั้นเพื่อยืดอายุการใช้งานให้ยาวนานขึ้น ผู้วิจัยจึงสนใจที่จะศึกษาผลจากการแทรกซึมบริเวณผิวของกราฟไฟต์โดยใช้ซิลิกอนในลักษณะสารละลายชั้น (Slurry) ภายใต้บรรยากาศที่เป็นสุญญากาศ จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่ปกคลุมด้วยไนโตรเจน เพื่อให้บริเวณผิวของกราฟไฟต์มีความแข็งแรง ทนต่อการสึกหรอ และทนต่อการกัดกร่อนมากขึ้น นอกจากนี้ยังศึกษาผลกระทบของเวลาต่อผลของระยะการแทรกซึมของซิลิกอนและโครงสร้างจุลภาค

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงความแข็งแรงของกราฟไฟต์ด้วยวิธีการแทรกซึมสารละลายซิลิกอนชั้น (Silicon Slurry)

1.2.2 เพื่อศึกษาผลกระทบของเวลาที่ใช้ในการแทรกซึมต่อความแข็งแรงของกราฟไฟต์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 บล็อกกราไฟต์ เกรด PX-408
- 1.3.2 เวลาที่ใช้ในการแทรกซึม คือ 5 10 และ 15 นาที
- 1.3.3 ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 1,450 องศาเซลเซียส
- 1.3.4 เผาตัวอย่างในบรรยากาศไนโตรเจน
- 1.3.5 ศึกษาสัณฐานวิทยาของกราไฟต์ก่อนและหลังการแทรกซึม
- 1.3.6 ศึกษาผลกระทบด้านความแข็งของกราไฟต์ก่อนและหลังการแทรกซึมด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์
- 1.3.7 ศึกษาผลกระทบของการสึกหรอของกราไฟต์ก่อนและหลังการแทรกซึม
- 1.3.8 เปรียบเทียบระยะเวลาการแทรกซึมผิวชั้นทดสอบของแต่ละเวลาที่ใช้

1.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย

- 1.4.1 ศึกษาข้อมูลหรืองานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 1.4.2 จัดเตรียมวัสดุและอุปกรณ์สำหรับการเตรียมตัวอย่าง
- 1.4.3 ดำเนินการเตรียมตัวอย่าง
- 1.4.4 ดำเนินการทดสอบตัวอย่าง
- 1.4.5 วิเคราะห์ผลการทดสอบ
- 1.4.6 สรุปผลการทดสอบ
- 1.4.7 เผยแพร่งานวิจัย

1.5 สถานที่ทำวิจัย

- 1.5.1 อาคารเครื่องมือ 3, 5, 6 และ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ตำบลสุรนารี อำเภอเมืองนครราชสีมา จังหวัดนครราชสีมา รหัสไปรษณีย์ 30000

1.6 เครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย

- 1.6.1 เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) สำหรับกวนสารละลาย
- 1.6.2 เครื่องสุญญากาศ (Vacuum Chamber) สำหรับกำจัดอากาศภายในเนื้อวัสดุระหว่างการแทรกซึม
- 1.6.2 เตาเผาวัสดุทางการแพทย์แบบท่อ (High Temperature Tube Furnaces) ยี่ห้อ Carbolite รุ่น CTF18/300 สำหรับเผาเตรียมชิ้นทดสอบ

1.6.3 เครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิก (Ultrasonic Cleaner) สำหรับล้างสิ่งสกปรกที่อยู่ในรูพรุนของกราไฟต์

1.6.4 เครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test Machine)

1.6.5 เครื่องทดสอบไตรโบมิเตอร์ สำหรับทดสอบความต้านทานการสึกหรอและสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของกราไฟต์

1.6.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) สำหรับวิเคราะห์สัณฐานของวัสดุและระยะการแทรกซึมของซิลิกอนภายในเนื้อวัสดุ และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโตรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer : EDS) สำหรับวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบเคมี

1.6.7 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer : XRD) เพื่อตรวจสอบเฟสของวัสดุ

1.7 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.7.1 กราไฟต์มีความแข็งเพิ่มขึ้นหลังการแทรกซึม

1.7.2 กราไฟต์สามารถต้านทานการสึกหรอได้เพิ่มขึ้นหลังการแทรกซึม

1.7.3 ทราบถึงระยะเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการแทรกซึมต่อระยะของการแทรกซึม

1.7.4 กราไฟต์หลังการแทรกซึมมีอายุการใช้งานยาวนานขึ้น

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กราไฟต์

ในช่วงปลายศตวรรษที่ 19 และต้นศตวรรษที่ 20 (พ.ศ. 2433 ถึง 2463) การทำเหมืองกราไฟต์ใต้ดินได้ดำเนินการในนิวเจอร์ซีย์และเพนซิลเวเนีย เป็นการแยกกราไฟต์จากส่วนลึกลงในพื้นผิวโลก ซึ่งเป็นกระบวนการที่ต้องใช้แรงงานและทรัพยากรจำนวนมาก ต่อมาในช่วงสงครามโลกครั้งที่สอง (พ.ศ. 2485-2488) มีการเปลี่ยนแปลงไปสู่การทำเหมืองบนพื้นผิว เนื่องจากการสกัดกราไฟต์จากการก่อตัวของหินที่นุ่มนวลได้ง่าย การทำเหมืองบนพื้นผิวช่วยให้สามารถสกัดได้เร็วและเข้าถึงได้มากขึ้น ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในช่วงสงคราม เมื่อความต้องการกราไฟต์เพิ่มขึ้นสำหรับการใช้งานทางอุตสาหกรรมและการทหารต่างๆ ในเมืองดิลลอน รัฐมอนแทนา กราไฟต์ถูกขุดใต้ดินในช่วงสงครามโลกครั้งที่สองเพื่อตอบสนองความต้องการที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม หลังจากสงครามสิ้นสุดลง การขุดในดิลลอนก็หยุดลงเนื่องจากมีข้อจำกัดด้านต้นทุนเมื่อเทียบกับกราไฟต์ของศรีลังกา การดำเนินงานในมาดากัสการ์ใช้การขุดบนพื้นผิวเป็นหลัก ในขณะที่บาวาเรีย เกาหลี เม็กซิโก และศรีลังกาพึ่งพาการขุดใต้ดินเนื่องจากมีความลึกของชั้นหินและลักษณะทางกายภาพ เหมืองในเม็กซิโกสามารถลึกลงไปได้ 100-400 เมตร ในขณะที่เหมืองเก่าของศรีลังกามีความลึกเกิน 450 เมตร การใช้เครื่องจักรได้ปฏิวัติการขุดของศรีลังกาหลังสงครามโลกครั้งที่สอง โดยเพิ่มประสิทธิภาพหลังจากการสกัดแบบดั้งเดิมและใช้แรงงานเข้มข้นมานานหลายปี

การขุดของมาดากัสการ์วิวัฒนาการมาจากวิธีการดั้งเดิมที่มีการใช้เครื่องจักรอย่างจำกัดก่อนปี พ.ศ. 2481 มาเป็นการใช้อุปกรณ์เครื่องจักรกลเพิ่มขึ้นในภายหลัง ซึ่งช่วยให้การดำเนินงานคล่องตัวขึ้น การเปลี่ยนแปลงทางประวัติศาสตร์และความก้าวหน้าสมัยใหม่ของการขุดกราไฟต์ โดยปรับให้เข้ากับนวัตกรรมทางเทคโนโลยีและข้อจำกัดในระดับภูมิภาคเพื่อให้มั่นใจในการสกัดและการใช้ประโยชน์อย่างมีประสิทธิภาพ

กราไฟต์ซึ่งเป็นแร่รูปแบบหนึ่งของคาร์บอน มีภูมิหลังทางประวัติศาสตร์อันยาวนานซึ่งเกี่ยวข้องกับการค้นพบและการผลิตเชิงพาณิชย์ Edward G. Acheson สังเคราะห์กราไฟต์โดยบังเอิญในปี พ.ศ. 2439 ขณะทดลองกับคาร์บอนรันดัม ซึ่งนำไปสู่การจดสิทธิบัตรและการผลิตเชิงพาณิชย์ในเวลาต่อมาในปี พ.ศ. 2440 นับตั้งแต่นั้นมา กราไฟต์ก็กลายเป็นส่วนประกอบสำคัญในอุตสาหกรรม

ต่างๆ ทั่วโลก ตั้งแต่ดินสอไปจนถึงสารหล่อลื่น ถ้วยใส่ตัวอย่าง และแม้แต่แกน ของเครื่องปฏิกรณ์ นิวเคลียร์

กราไฟต์มีสมบัติพิเศษที่ส่งผลต่อประโยชน์ใช้สอยที่หลากหลาย ด้วยโครงสร้างชั้นของอะตอม คาร์บอนที่จัดเรียงเป็นหกเหลี่ยม กราไฟต์จึงแสดงสมบัติต่างๆ เช่น การนำความร้อนและไฟฟ้าสูง ความแข็งต่ำ และการหล่อลื่น ลักษณะสีเทาเข้มถึงสีดำประกอบกับความลื่น ทำให้กราไฟต์เป็นสารหล่อลื่นที่ดี เนื่องจากเป็นวัสดุแข็ง จึงเรียกว่าสารหล่อลื่นแบบแห้ง นอกจากนี้ สมบัติด้านความร้อน และเสียงแบบแอนไอโซทรอปิกของกราไฟต์ยังช่วยเพิ่มความคล่องตัวและความเหมาะสมสำหรับการใช้งานที่หลากหลายอีกด้วย

การใช้งานกราไฟต์อย่างแพร่หลายตอกย้ำบทบาทที่ขาดไม่ได้ในสังคมยุคใหม่ กราไฟต์มีส่วนสำคัญต่อภาคส่วนต่างๆ ตั้งแต่การใช้ดินสอและสารหล่อลื่นไปจนถึงส่วนหน้าของโรงหล่อ แบตเตอรี่ และแม้แต่หลอดไฟอาร์คซึ่งเป็นอุปกรณ์สำหรับผลิตแสงโดยคงส่วนโค้งไฟฟ้าไว้พาดผ่านช่องว่างระหว่างตัวนำไฟฟ้าสองตัว ความเสถียรทางความร้อนและการนำไฟฟ้าทำให้มีค่าอย่างยิ่งในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง เช่น ถ้วยใส่ตัวอย่างและแกนของเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์ การสำรวจสมบัติและการใช้งานอย่างต่อเนื่องทำให้มั่นใจได้ว่ากราไฟต์ยังคงเป็นวัสดุหลักในกระบวนการทางอุตสาหกรรมจำนวนมาก ซึ่งมีแนวโน้มว่าจะมีนวัตกรรมและพัฒนาอย่างต่อเนื่องในปีต่อไป

2.2 เซรามิก

วัสดุเซรามิกสามารถกำหนดเป็นวัสดุอนินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยองค์ประกอบที่เป็นโลหะและอโลหะซึ่งสมบัติขึ้นอยู่กับวิธีการเชื่อมโยงองค์ประกอบเหล่านี้ วัสดุเซรามิกเป็นสาขาที่มีความหลากหลายมากที่สุดของวัสดุ ต้นกำเนิดของเซรามิกอยู่ในลักษณะทางเคมีของพันธะ เนื่องจากส่วนใหญ่ประกอบด้วยพันธะไอออนิกและโควาเลนต์ที่แรงในสัดส่วนที่ต่างกัน พันธะจะกำหนดชุดของสมบัติเฉพาะของวัสดุเซรามิก ได้แก่ อุณหภูมิหลอมรวมที่ค่อนข้างสูง โมดูลัสสูง ความต้านทานการสึกหรอสูง สมบัติทางความร้อนต่ำ ความแข็งและความเปราะบางสูงรวมกับความตึงเครียด และความเหนียวต่ำ นอกเหนือจากการขาดอิเล็กทรอนิกส์การนำไฟฟ้าเนื่องจากเป็นพันธะเคมีแล้วยังเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีอีกด้วย

วัสดุเซรามิกสามารถแบ่งออกเป็นสองกลุ่มใหญ่: เซรามิกแบบดั้งเดิมและเซรามิกทางเทคนิค หรือเซรามิกขั้นสูง เซรามิกแบบดั้งเดิมสามารถกำหนดได้ว่าเป็นเซรามิกที่มีซิลิกาเป็นหลัก ซึ่งได้แก่ ซีเมนต์ ผลิตภัณฑ์จากดินเหนียว และวัสดุทนไฟ เซรามิกส์แบบดั้งเดิมผลิตในปริมาณมากและเป็นตลาดที่สำคัญ วัสดุเซรามิกแบบดั้งเดิมทำด้วยวัตถุดิบจากแหล่งธรรมชาติ เช่น วัสดุดินเหนียว กลุ่มที่

สอง เซรามิกทางเทคนิคหรือเซรามิกขั้นสูง ผลิตขึ้นด้วยวัตถุดิบเทียมที่ผ่านกระบวนการทางเคมีที่สำคัญเพื่อให้ได้ความบริสุทธิ์สูงและการปรับปรุงลักษณะทางกายภาพ ดังนั้นจึงผลิตขึ้นด้วยวิธีการขั้นสูงและซับซ้อนยิ่งขึ้น ในหมู่ที่มีคาร์ไบด์, ไนไตรด์, โบไรด์, ออกไซด์บริสุทธิ์และเซรามิกที่หลากหลายที่มีการใช้งานแม่เหล็ก, เพอโรอิเล็กทริก, เพียโซอิเล็กทริกและตัวนำยิ่งยวดเป็นต้น เซรามิกส์เหล่านี้มีสมบัติทางกลที่ดีเยี่ยมภายใต้สภาวะตึงเครียด ความต้านทานการสึกหรอสูง หรือสมบัติทางไฟฟ้าแม่เหล็ก หรือทางแสงที่ดีเยี่ยม หรือมีความแข็งแรงเป็นพิเศษต่ออุณหภูมิสูงและสภาพแวดล้อมที่กัดกร่อน ซึ่งแสดงถึงความแข็งแรงสูงต่อการโจมตีทางเคมี (Quesada, Villarejo, & Soto, 2019)

นักวิทยาศาสตร์ทั่วโลกได้ทำการวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเป็นอย่างมาก ได้มีความเจริญก้าวหน้าในกระบวนการทางวิทยาศาสตร์ โดยเฉพาะด้านเคมีของวัสดุ มีการพัฒนากระบวนการผลิต ตั้งแต่การสังเคราะห์วัตถุดิบใหม่ ๆ ตลอดจนมีความเข้าใจในลักษณะเฉพาะพื้นฐาน และกลไกที่ควบคุมสมบัติของผลิตภัณฑ์เซรามิก จึงได้มีการจัดจำแนกประเภทของเซรามิกกลุ่มใหม่ขึ้นมาเป็น เซรามิกใหม่ (new ceramic) บางครั้งเรียกว่า เซรามิกขั้นสูง (advanced ceramic) เซรามิกทางวิศวกรรม (engineering ceramic) เซรามิกฟังก์ชัน (functional ceramic) โดยจะมีความแตกต่างจากเซรามิกดั้งเดิมที่วัตถุดิบที่ใช้ จะเป็นสารที่มนุษย์สังเคราะห์ขึ้นมา ไม่ใช่วัตถุดิบจากหิน ดิน หรือแร่ที่เกิดขึ้นในธรรมชาติ ไม่ว่าจะเป็นเซรามิกออกไซด์ เซรามิกที่ไม่ใช่ออกไซด์ ซึ่งจะเรียกอีกอย่างได้ว่าเซรามิกที่สังเคราะห์ขึ้น (synthetic ceramic) (วาสนาเพียรพงศ์, 2562)

ตัวอย่างของเซรามิกดั้งเดิมและเซรามิกขั้นสูงที่มีใช้งานกันอยู่ในปัจจุบัน ซึ่งได้มีการอธิบายรายละเอียดเพิ่มเติมดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างของเซรามิกดั้งเดิมและเซรามิกขั้นสูงที่มีใช้งานกันอยู่ในปัจจุบัน

เซรามิกดั้งเดิม	เซรามิกขั้นสูง
เครื่องปั้นดินเผา เครื่องเคลือบ ถ้วย จาน ชาม ไห ตุ่ม โอ่ง ลูกถ้วยไฟฟ้า แจกัน กระจก อ่าง ครก ตุ๊กตา ส้วม สุขภัณฑ์ อ่างล้างมือ โถฉี่ อิฐทนไฟ กระเบื้องปูพื้น บุผนัง หลังคา อิฐ เซรามิกไฟเบอร์บอร์ด ปูนขาว ซีเมนต์ ไฟเบอร์ซีเมนต์ คอนกรีต กรวด หิน ดิน ทราย แกรนิต	ฟันปลอม กระจกเทียม ข้อต่อเทียม หัวเทียน หัวเผา แหวนซีล คตะไลติกคอนเวอเตอร์ ไฟเบอร์ออปติก เลเซอร์ เรโดม คาปาซิเตอร์ วาริสเตอร์ ตัวนำยิ่งยวด แผ่นรองวงจร แม่เหล็กเฟอร์ไรต์ เพียโซอิเล็กทริก โฟโตคตะลิสต์ โซลาร์เซลล์ คาร์บอนไฟเบอร์ เม็ดเม็ด เม็ดกลิ้ง คมตัด ผงขัด เคลือบผิว เคลือบป้องกันความร้อน เรืองแสง ตัวนำเส้นด้าย หัวตัดไคคัต ตลับลูกปืน เกราะ

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างของเซรามิกดั้งเดิมและเซรามิกขั้นสูงที่มีใช้งานกันอยู่ในปัจจุบัน (ต่อ)

เซรามิกดั้งเดิม	เซรามิกขั้นสูง
อัญมณี แก้ว กระจก กระจก เพลือกหอย ฟัน พลาสติก ยิปซัม ฝ้าย ผนัง สีผง เพชร แกรไฟต์	กันกระสุน เทอร์โบชาร์จเจอร์ เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ ตัว ดูดซับนิวตรอน ตัวแลกเปลี่ยนความร้อน เปล่งรังสี ความร้อน ฮีตเตอร์ สารหล่อลื่น เซลล์เชื้อเพลิง เทอร์ โมอิเล็กทริก

2.2.1 การจำแนกประเภทของวัสดุเซรามิกขั้นสูง

วัสดุเซรามิกขั้นสูง สามารถแบ่งเป็นกลุ่มต่าง ๆ ได้หลายรูปแบบ ทั้งการแบ่งตาม
ลักษณะการใช้งาน แบ่งตามองค์ประกอบหลัก ใน ตารางที่ 2.2 เป็นการแบ่งกลุ่มจำแนกประเภทตาม
ลักษณะการใช้งาน

ตารางที่ 2.2 การจำแนกประเภทของวัสดุเซรามิกขั้นสูงตามลักษณะการใช้งาน (Katz, 2006)

สาขาที่เกี่ยวข้อง	ลักษณะการใช้งาน
เซรามิกรูปทรงโครงสร้าง (Structural ceramic)	<ul style="list-style-type: none"> - ชิ้นส่วนเครื่องยนต์ทางความร้อน - คมตัด เม็ดมิล เม็ดกลึง - ชิ้นส่วนที่ทนทานการขีดสี - ชิ้นส่วนทนอุณหภูมิสูง - ชิ้นส่วนในยานอวกาศและการอุปกรณ์ทางการทหาร - วัสดุเซรามิกทางชีวภาพและการแพทย์
เซรามิกทางอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic ceramic)	<ul style="list-style-type: none"> - ฉนวนไฟฟ้า - แผ่นรองวงจร - ตัวเก็บประจุ - เซรามิกเพียโซอิเล็กทริก - วัสดุแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ - ตัวนำยิ่งยวดอุณหภูมิสูง
เซรามิกเคลือบผิว (ceramic coating)	<ul style="list-style-type: none"> - ชิ้นส่วนเครื่องยนต์ยานอวกาศและเครื่องบิน - เครื่องยนต์เทอร์โบไบน์ติดตั้งภาคพื้น - เครื่องยนต์ดีเซลสำหรับงานมารีน

ตารางที่ 2.2 การจำแนกประเภทของวัสดุเซรามิกขั้นสูงตามลักษณะการใช้งาน (ต่อ)

สาขาที่เกี่ยวข้อง	ลักษณะการใช้งาน
เซรามิกเคลือบผิว (ceramic coating)	ความร้อนและส่วนอื่นๆ ในอุตสาหกรรม - เคลือบผิวชิ้นส่วนคมตัดเม็ดมีดเม็ดมีดกลึง
เซรามิกสำหรับงานแวดล้อมที่เกี่ยวข้อง (environmental related ceramic)	- เมมเบรน เยื่อกรอง แผ่นกรอง - ตัวรองรับคะตะลิสต์ - ตัวกรอง และตัวคะตะลิสต์เอง

2.2.2 เซรามิกขั้นสูงสำหรับงานวิศวกรรม

วัสดุเซรามิกขั้นสูงที่มีการพัฒนาเพื่อการใช้งานโดยเฉพาะในด้านวิศวกรรมได้แก่วัสดุ
ดังต่อไปนี้

- 1) เซรามิกอะลูมินาและสารประกอบอะลูมินิต
- 2) เซรามิกเซอร์โคเนียและสารประกอบเซอร์โคเนต
- 3) เซรามิกซิลิกาและสารประกอบซิลิเกต
- 4) เซรามิกออกไซด์ชนิดอื่นๆ
- 5) เซรามิกคาร์ไบด์
- 6) เซรามิกคาร์บอน
- 7) เซรามิกไนไตรด์
- 8) เซรามิกที่ไม่ใช่ออกไซด์ชนิดอื่นๆ
- 9) การใช้งานเซรามิกสำหรับงานเกราะป้องกันความร้อน
- 10) การใช้งานเซรามิกสำหรับอุณหภูมิสูง
- 11) วัสดุเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์
- 12) วัสดุเซรามิกเชิงประกอบ

2.2.3 สมบัติที่สำคัญของเซรามิกขั้นสูง

ในการเลือกใช้งานวัสดุเซรามิกขั้นสูงแต่ละชนิดจำเป็นต้องถึงสมบัติที่สำคัญของวัสดุ
นั้นให้เหมาะสมกับการใช้งาน ตารางที่ 2.3 แสดงข้อมูลสมบัติบางประการของวัสดุเซรามิกขั้นสูงที่
เป็นที่นิยมเลือกใช้ โดยเป็นการให้คำแนะนำหรือผลการประเมินสมบัติในรูปของสัญลักษณ์ ซึ่งเป็นที่
นิยมในสโตร์ญี่ปุ่นประกอบด้วยสัญลักษณ์ ☉ หมายถึง ดีมาก ○ หมายถึง ดี □ หมายถึง ไม่ค่อยดี

และ X หมายถึง ไม่ดีเลย การเลือกใช้งานวัสดุเซรามิกดังตารางนี้ควรจะต้องพิจารณาจากคำแนะนำดังกล่าว เช่น หากต้องการใช้งานวัสดุที่มีความแข็งแรงเชิงกล (mechanical strength) สูงมาก ควรจะเลือกใช้วัสดุเซอร์โคเนีย หรือซิลิคอนไนไตรด์ โดยที่อะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์อาจจะมี ความแข็งแรงที่ค่อนข้างต่ำลงมา นอกจากนี้หากพิจารณาที่ราคาต้นทุนในการผลิตของผงวัตถุดิบ ผงเซรามิกทุกตัวก็จะมีราคาในช่วงที่แตกต่างกันออกไปให้เลือกใช้ได้

ตารางที่ 2.3 การประเมินสมบัติที่สำคัญของเซรามิกชั้นสูงบางชนิดที่เป็นที่นิยม

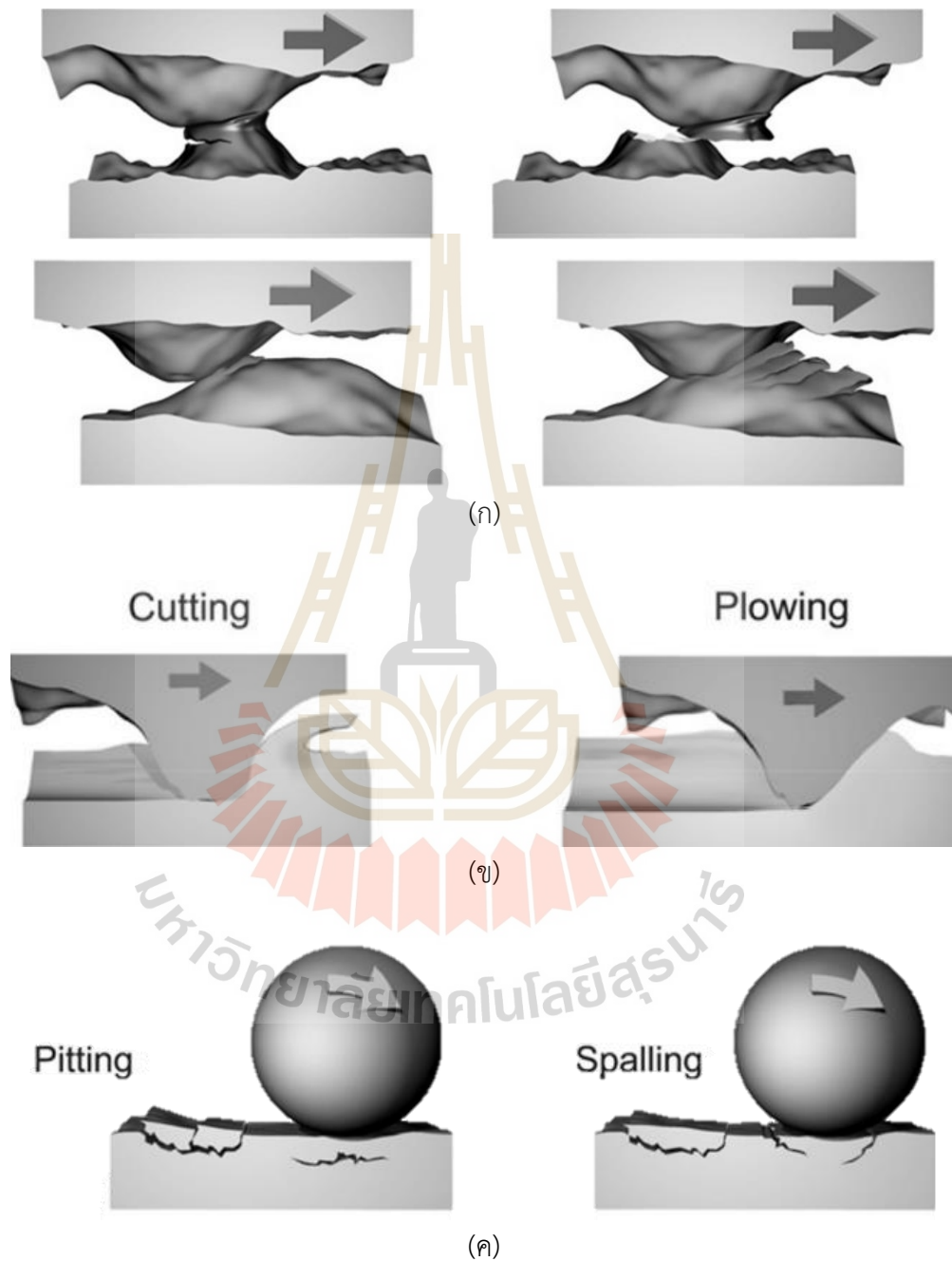
สมบัติ	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	SiC	Si ₃ N ₄
ความแข็งแรงทางกล	□~○	◎	□	◎
ความแข็ง	○	□	◎	○~◎
ความสว่าง	○	X	◎	◎
ความเหนียว	□	◎	□	◎
ความต้านทานการสึกหรอ	□~○	□	◎~□	□~◎
การนำความร้อน	○	X	◎	○~◎
ความต้านทานความเสียหายจากความร้อน	□	X	○	◎
ความทนทานต่อสารเคมี	◎	○	◎,○	◎,□
Cost of raw powder (B/kg)	40-3000	3000	1500-3000	1500-3000

หมายเหตุ : ◎ ดีมาก ○ ดี □ ไม่ค่อยดี X ไม่ดีเลย

2.3 การสึกหรอ

การสึกหรอเป็นการเปลี่ยนแปลงบริเวณผิวของชิ้นงานในลักษณะที่ไม่พึงประสงค์ เนื่องจากการแยกหลุดของอนุภาคบนผิวชิ้นงาน จากการเสียดสีกันของผิวชิ้นงานระหว่างการใช้งานซึ่งมีผลทำให้ขนาด รูปร่าง และน้ำหนักชิ้นงานเกิดการเปลี่ยนแปลง การสึกหรอเป็นการหลุดของผิววัสดุจากการถูแรงกระทำขณะที่ผิวเคลื่อนที่สัมผัสกับอีกผิวหนึ่ง เช่น การสึกหรอจากการไถระหว่างผิว (sliding wear) การขัดถูของอนุภาคกับผิว (Abrasion) การชนของอนุภาคขนาดเล็กหรือของไหลกับผิว (Erosion) ซึ่งลักษณะหรือกลไกการเกิดการสึกหรอแต่ละแบบจะแตกต่างกันไป ปริมาณการสึกหรอนั้นขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น โครงสร้างระดับจุลภาคผิว ชนิดของวัสดุ ลักษณะการเคลื่อนที่ของวัสดุ

ลักษณะของแรงที่กดลงบนตัวตัวอย่างทดสอบ (Nature loading) ปฏิกริยาเคมีและอุณหภูมิ (Chung, 2014)



รูปที่ 2.1 ประเภทการสึกหรอ (ก) การสึกหรอแบบยึดติด (ข) การสึกหรอแบบเสียดสี (ค) การสึกหรอแบบล้า (ที่มา : (Garbacz & Motyka, 2019))

การสึกหรอมีสาเหตุในการเกิดหลายประการและมักเกิดขึ้นพร้อมกันหลายสาเหตุ โดยการสึกหรอแบ่งออกเป็น 4 ประเภทดังนี้ (Garbacz & Motyka, 2019)

2.3.1 การสึกหรอแบบยึดติด เกิดจากวัสดุที่มีผิวไม่เรียบระดับไมโครทำให้เนื้อวัสดุเกิดการยึดติดและขาดออกจากผิววัสดุเดิม และเกิดขึ้นเมื่อมีการสั่นไถลของวัสดุแบบไม่มีสารหล่อลื่น จึงทำให้ผิวของวัสดุเกิดความเสียหาย

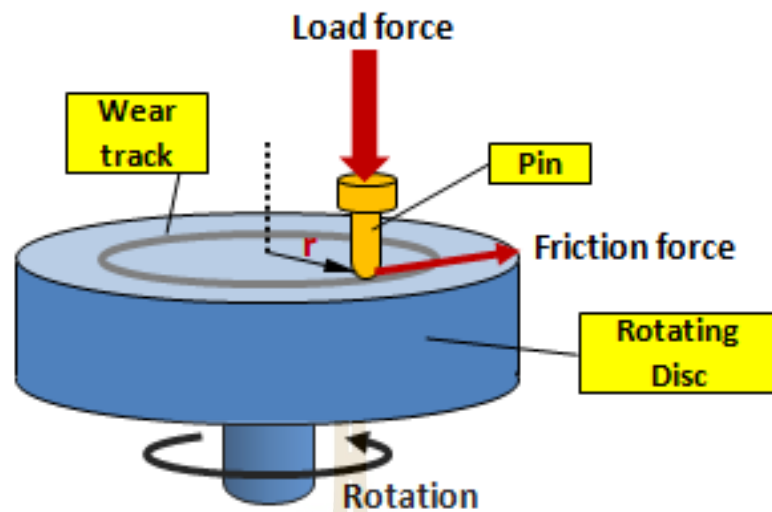
2.3.2 การสึกหรอแบบเสียดสี เกิดจากการขีดข่วนหรือถูกขูดทำให้เนื้อวัสดุหลุดหายไปจนเป็นร่องหรือเกิดจากการมีฝุ่นที่มีความแข็งมาก ๆ เข้าไปแทรกระหว่างผิววัสดุคู่สัมผัสทำให้เกิดร่องลึกหรือรอยขีดข่วนการสึกหรอ

2.3.3 การสึกหรอแบบล้าตัว เกิดจากการล้าตัวของเนื้อวัสดุ ทำให้ผิวเป็นหลุมหรือมีรอยแยกที่เป็นผลมาจากการเสียรูปทั้งชั่วคราวและถาวร

2.3.4 การสึกหรอแบบปฏิกิริยาไทรโบเคมีคอล เกิดจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างผิววัสดุและสารหล่อลื่นซึ่งชั้นฟิล์มของวัสดุมีความเสถียรภาพน้อยกว่าแรงเฉือน หรือการที่วัสดุทำงานอยู่ภายใต้สารที่มีการกัดกร่อนทั้งในส่วนของเหลว และก๊าซ

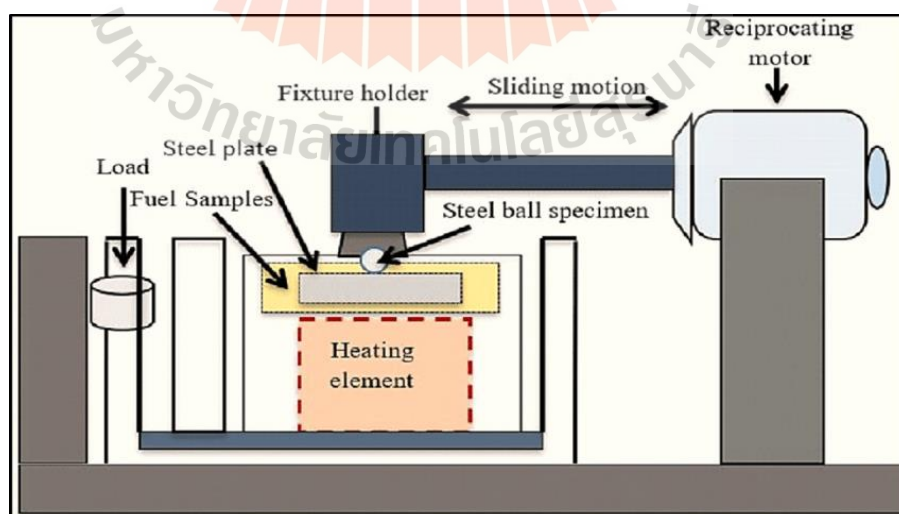
การศึกษาการสึกหรอจะใช้เครื่องมือไมโครไทรโบโลยี (Micro-tribology) ซึ่งเป็นการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการเสียดสีหรือการเสียดทาน (Friction) การหล่อลื่น (Lubricant) และการสึกหรอ (Wear) ของพื้นผิววัสดุที่มีการเคลื่อนไหว และแบ่งวิธีการทดสอบเป็น 2 แบบ ดังนี้ (เกตุแก้ว, 2555)

1. Pin on Disc วิธีการทดสอบนี้เป็นการตรวจสอบการสึกหรอของวัสดุ โดยหัวหมุนที่ยึดติดกับหัวยึดจะเคลื่อนที่เป็นวงกลมในระหว่างการเล่นของวัสดุบนเครื่อง Pin on Disc ดังรูปที่ 2.2 การเคลื่อนที่แบบนี้มีลักษณะเหมือนเครื่องเล่นแผ่นเสียง วัสดุที่ใช้ในการทดสอบนี้จะถูกหัวหมุนขูดเป็นวงกลมมีลักษณะเป็นร่องบนวัสดุ ซึ่งสามารถนำมาคำนวณปริมาตรของการสึกหรอและค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่เกิดขึ้นได้



รูปที่ 2.2 ส่วนประกอบของเครื่องไมโครไตรโบโลยีแบบ Pin on disc

2. Ball on flat วิธีการทดสอบนี้เป็นการตรวจสอบการสึกหรอของวัสดุ มีลักษณะการเคลื่อนที่ไปมาในแนวเส้นตรงของลูกบอล และทิศทางในการเคลื่อนที่ระหว่างพื้นผิวที่เลื่อนได้กลับไปกลับมาเป็นระยะในแนวเส้นตรง ดังรูปที่ 2.3 วัสดุที่ใช้ในการทดสอบนี้จะถูกลูกบอลถูไปมา ทำให้เกิดลักษณะเป็นร่องบนผิวของวัสดุตัวอย่าง ซึ่งสามารถนำมาคำนวณปริมาณของการสึกหรอและค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่เกิดขึ้นได้



รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบของเครื่องไตรโบโลยีแบบ Ball on Flat

รูปแบบของการทดสอบการสึกหรอมีวิธีการทดสอบ 2 รูปแบบ คือ แบบที่มีการหล่อลื่น (Lubricated) และไม่มีการหล่อลื่น (Non lubricated or dry)

2.4 วิธีทดสอบมาตรฐานสำหรับการทดสอบการสึกหรอด้วยอุปกรณ์ Pin-on-Disk (มาตรฐาน ASTM G99) (International, 2023)

2.4.1 หลักการทำงาน

2.4.1.1 การทดสอบการสึกหรอแบบพินออนดิสก์จำเป็นต้องใช้สองตัวอย่างที่สำคัญ โดยตัวอย่างแรกคือพิน (Pin) ที่มีปลายรัศมีและถูกวางตั้งฉากกับจานแบน (Disk) บอลจะถูกยึดไว้ใช้เป็นตัวอย่างของหมุดที่ใช้ในการตรวจสอบ เครื่องทดสอบทำให้ดิสก์หรือพินเลื่อนในลักษณะเป็นวงกลมบนพื้นผิวหมุนรอบศูนย์กลางของดิสก์ ระบายของดิสก์อาจวางในแนวนอนหรือแนวตั้งตามการทดสอบที่ต้องการ

1) พินจะถูกกดเข้ากับดิสก์โดยมักใช้แขนหรือค้ำโยกและตุ้มน้ำหนักที่ติดอยู่ อย่างไรก็ตามยังมีวิธีการโหลดแบบอื่น ๆ เช่น การใช้ไฮดรอลิกหรือนิวแมติก

2.4.1.2 ผลลัพธ์การสึกหรอจะถูกรายงานเป็นปริมาตรการสูญเสียในหน่วยลูกบาศก์ มิลลิเมตรสำหรับพินและดิสก์แยกกัน (ในกรณีที่ทดสอบวัสดุสองชนิดที่แตกต่างกัน ขอแนะนำให้ทดสอบวัสดุแต่ละชนิดในทั้งพินและดิสก์)

2.4.1.3 ปริมาณการสึกหรอถูกกำหนดโดยการวัดขนาดเชิงเส้นที่เหมาะสมของทั้งสองชิ้นทดสอบทั้งก่อนและหลังการทดสอบ หรือโดยการชั่งน้ำหนักของทั้งสองชิ้นก่อนและหลังการทดสอบ หากใช้การวัดขนาดเชิงเส้นของการสูญเสียปริมาตร การเปลี่ยนแปลงความยาวหรือรูปร่างของพิน และความลึกหรือการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของร่องการสูญเสียบนดิสก์ (หน่วยเป็นมิลลิเมตร) จะถูกกำหนดโดยเทคนิคทางมาตรวิทยาที่เหมาะสม เช่น การวัดระยะทางแบบอิเล็กทรอนิกส์ หรือการทำโปรไฟล์สไตส์ การวัดการสึกหรอเชิงเส้นจะถูกแปลงเป็นปริมาตรการสึกหรอ (เป็นลูกบาศก์ มิลลิเมตร) โดยใช้ความสัมพันธ์ทางเรขาคณิตที่เหมาะสม ในทางปฏิบัติมีการใช้การวัดการสึกหรอเชิงเส้นบ่อยครั้ง เนื่องจากการสูญเสียมวลมีน้อยเกินกว่าจะวัดได้อย่างแม่นยำ หากวัดการสูญเสียมวล ค่าการสูญเสียมวลจะถูกแปลงเป็นการสูญเสียโดยปริมาตร (เป็นลูกบาศก์มิลลิเมตร) โดยใช้ค่าที่เหมาะสมสำหรับความหนาแน่นของชิ้นงานทดสอบ

2.4.1.4 โดยทั่วไปผลลัพธ์ของการสึกหรอจะได้จากการทดสอบระยะเวลาการเคลื่อน ค่าโหลดและความเร็วที่เลือก เงื่อนไขการทดสอบชุดหนึ่งที่ใช้ในชุดการวัดระหว่างห้องปฏิบัติการ

แสดงไว้ในตารางที่ 2.4 เงื่อนไขการทดสอบอื่น ๆ สามารถเลือกได้ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการทดสอบ ในกรณีเช่นนี้ ผู้ใช้ควรรายงานผลลัพธ์ว่า "ปฏิบัติตามขั้นตอนของ ASTM G99"

2.4.1.5 ในบางกรณีผลลัพธ์ของการสึกหรออาจถูกรายงานเป็นกราฟของปริมาณการสึกหรอเทียบกับระยะการเลื่อนโดยใช้ตัวอย่างที่แตกต่างกันสำหรับระยะทางที่แตกต่างกัน ดังกล่าวอาจแสดงความสัมพันธ์แบบไม่เชิงเส้นระหว่างปริมาณการสึกหรอและระยะทางบางส่วนของระยะการเลื่อนทั้งหมด และความสัมพันธ์เชิงเส้นอื่น ๆ สาเหตุของความสัมพันธ์ที่แตกต่างกันดังกล่าว ได้แก่ กระบวนการ “แตกหัก” ในระยะแรก การเปลี่ยนผ่านระหว่างบริเวณที่มีกลไกการสึกหรอที่โดดเด่นต่างกัน และขอบเขตอื่น ๆ ของค่าไม่เชิงเส้นนั้นขึ้นอยู่กับรายละเอียดของระบบการทดสอบ วัสดุ และสภาวะการทดสอบ

2.4.1.6 ไม่แนะนำให้ใช้ข้อมูลความสึกหรออย่างต่อเนื่องที่ได้รับจากเกจวัดตำแหน่ง เนื่องจากมีผลกระทบที่ซับซ้อนของเศษการสึกหรอและฟิล์มถ่ายโอนที่อยู่ในช่องว่างการสัมผัส และการรบกวนจากการขยายตัวหรือการหดตัวเนื่องจากความร้อน

2.4.2 การเตรียมตัวอย่าง

2.4.2.1 วัสดุ—วิธีทดสอบนี้อาจใช้กับวัสดุหลายประเภท ข้อกำหนดเพียงอย่างเดียวคือสามารถเตรียมชิ้นงานที่มีขนาดตามที่กำหนดได้ และชิ้นงานจะทนต่อความเค้นที่เกิดขึ้นระหว่างการทดสอบโดยไม่เกิดความเสียหายหรือโค้งงอมากเกินไป วัสดุที่จะทดสอบต้องอธิบายตามขนาด ผิวสำเร็จ ประเภทของวัสดุ รูปแบบ ส่วนประกอบ โครงสร้างจุลภาค กระบวนการแปรรูป และความแข็งของรอยเยื้อง

2.4.2.2 ตัวอย่างการทดสอบ—ชิ้นงานพินทั่วไปมีรูปร่างเป็นทรงกระบอกหรือทรงกลม เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานทดสอบพินทรงกระบอกหรือทรงกลมโดยทั่วไปมีตั้งแต่ 2 ถึง 10 มม. เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานดิสก์ทั่วไปอยู่ในช่วง 30 ถึง 100 มม. และมีความหนาในช่วง 2 ถึง 10 มม. ขนาดของชิ้นงานทดสอบที่ใช้ในการทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการด้วยระบบพินอนดิस्कแสดงไว้ในตารางที่ 2.4

2.4.2.3 การเตรียมพื้นผิว—โดยทั่วไปแนะนำให้ใช้ความหยาบของพื้นผิวโดยเฉลี่ยที่ $0.8 \mu\text{m}$ (32 $\mu\text{in.}$) หรือน้อยกว่า

1) ต้องใช้ความระมัดระวังในการเตรียมพื้นผิวเพื่อหลีกเลี่ยงความเสียหายที่เปลี่ยนแปลงวัสดุอย่างมีนัยสำคัญ การเตรียมพื้นผิวแบบพิเศษอาจเหมาะสมสำหรับบางโปรแกรมการทดสอบ โดยระบุประเภทของพื้นผิวและการเตรียมพื้นผิวในรายงาน

ตารางที่ 2.4 ลักษณะของชิ้นงานทดสอบการสึกหรอระหว่างห้องปฏิบัติการ

	Composition (weight%)	Microstructure	Hardness (HV)	Roughness	
				R _z (mean) (µm)	R _a (mean) (µm)
Steel ball (100 Cr6) (AISI 52 100) Diameter 10 mm	1.35 to 1.65 Cr 0.95 to 1.10 C 0.15 to 0.35 Si 0.25 to 0.45 Mn	martensitic with minor carbides and austenite	838 ± 21	0.100	0.010
Steel disc (100 Cr6) (AISI 52 100) Diameter 40 mm	<0.030 P <0.030 S	martensitic with minor carbides and austenite	852 ± 14	0.952	0.113
Alumina ball, diameter = 10 mm	95 % Al ₂ O ₃ (with additives of TiO ₂ , MgO, and ZnO)	equi-granular alpha alumina with very minor secondary phases	1610 ± 101 (HV 0.2)	1.369	0.123
Alumina disc, diameter = 40.6 mm			1599 ± 144 (HV 0.2)	0.968	0.041

2.4.3 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดสอบ

2.4.3.1 โหลด (Load) คือ ค่าของแรงที่ใช้ในการทดสอบการสึกหรอ (หน่วยเป็นนิวตัน)

2.4.3.2 ความเร็ว (Speed) คือ ความเร็วเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างพื้นผิวสัมผัส (หน่วยเป็นเมตรต่อวินาที)

2.4.3.3 ระยะทาง (Distance) คือ ระยะเคลื่อนสะสม (หน่วยเป็นเมตร)

2.4.3.4 อุณหภูมิ (Temperature) คือ อุณหภูมิของตัวอย่างหนึ่งหรือทั้งสองตัวอย่าง ณ บริเวณที่ทดสอบการสึกหรอ

2.4.3.5 บรรยากาศ (Atmosphere) คือ อากาศในห้องปฏิบัติการ ความชื้นสัมพัทธ์ อากาศ สารหล่อลื่น และอื่น ๆ รอบ ๆ พื้นที่ทดสอบการสึกหรอ

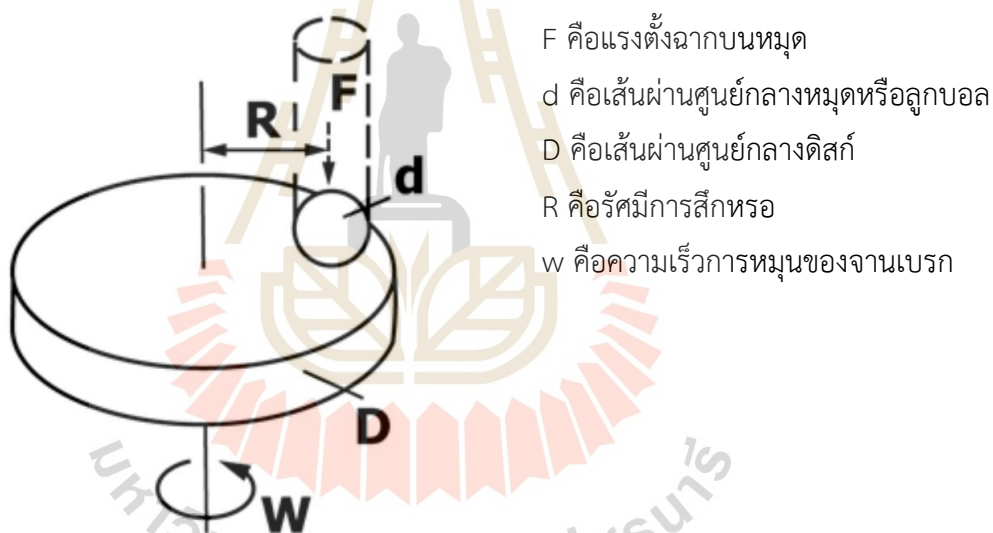
2.4.4 ขั้นตอนการทดสอบ

2.4.4.1 ก่อนการทดสอบและก่อนที่จะวัดหรือชั่งน้ำหนัก ควรทำความสะอาดและทำให้ชิ้นทดสอบแห้ง กำจัดสิ่งสกปรกและสิ่งแปลกปลอมออกจากตัวอย่าง ใช้สารทำความสะอาดและตัวทำละลายที่ไม่มีคลอรีนและไม่ก่อให้เกิดฟิล์ม

2.4.4.2 วัดขนาดของชิ้นทดสอบไม่คลาดเคลื่อนเกิน 0.5 ไมโครเมตร หรือชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบไม่คลาดเคลื่อนเกิน 0.0001 กรัม

2.4.4.3 ใส่ดิสก์อย่างแน่นหนาในอุปกรณ์จับยึด ให้ดิสก์ยึดในแนวตั้งฉาก ($\pm 1^\circ$) กับแกนของความละเอียด

2.4.4.4 ใส่ชิ้นงานทดสอบหมุนอย่างแน่นหนากับที่ยึด และหากจำเป็นให้ปรับให้ชิ้นงานตั้งฉาก ($\pm 1^\circ$) กับพื้นผิวดิสก์เมื่อสัมผัสกัน เพื่อรักษาสภาพการสัมผัสที่จำเป็น



รูปที่ 2.4 แผนผังของระบบทดสอบการสึกหรอของ Pin-on-Disk

2.4.4.5 เพิ่มมวลที่เหมาะสมให้กับเหล็กหรือคันโยกเพื่อให้เกิดแรงที่กดไปยังดิสก์

2.4.4.6 สตาร์ทมอเตอร์และปรับความเร็วให้เป็นค่าที่ต้องการ โดยจับชิ้นงานพินไม่ให้สัมผัสกับดิสก์

2.4.4.7 ตั้งตัวนับรอบ (หรือเทียบเท่า) ตามจำนวนรอบที่ต้องการ

2.4.4.8 เริ่มต้นการทดสอบโดยให้ชิ้นทดสอบสัมผัสกันภายใต้แรงกด การทดสอบจะหยุดลงเมื่อได้จำนวนรอบที่ต้องการ การทดสอบไม่ควรถูกขัดจังหวะหรือเริ่มต้นใหม่

2.4.4.9 นำชิ้นงานทดสอบออก ทำความสะอาดเศษสีหรือที่หลุดออก และสังเกต สิ่งที่เกิดขึ้นบนรอยการสีหรือ เช่น ส่วนที่ยื่นออกมา โลหะที่ถูกแทนที่ การเปลี่ยนสี และรอย แตกขนาดเล็ก

2.4.4.10 วัดขนาดหรือชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบใหม่อีกครั้งหลังการทดสอบ

2.4.4.11 ทำซ้ำการทดสอบกับตัวอย่างเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ข้อมูลที่เพียงพอสำหรับ ผลลัพธ์ที่มีนัยสำคัญทางสถิติ

2.4.5 การคำนวณและการรายงาน

2.4.5.1 การวัดการสึกหรอควรรายงานเป็นการสูญเสียปริมาตรสำหรับพินและดิสก์ แยกกัน ในหน่วยลูกบาศก์มิลลิเมตร

1) การคำนวณการสูญเสียปริมาตรเมื่อหมุนมีรูปทรงปลายทรงกลมรัศมี (R) และดิสก์ ภายใต้เงื่อนไขที่มีตัวอย่างใดตัวอย่างหนึ่งเกิดการสึกหรออย่างมีนัยสำคัญ ดังสมการที่ 2.3 และ 2.4 สำหรับพินและดิสก์ตามลำดับ

$$\text{Pin Volume Loss} = \left(\frac{\pi h}{6}\right) \left(\frac{3d^2}{4+h^2}\right) \quad 2.3$$

เมื่อ h คือ $r - \{r^2 - d^2/4\}^{1/2}$
 d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของรอยสึก (หน่วยมิลลิเมตร, mm)
 r คือ รัศมีปลายหมุน (หน่วยมิลลิเมตร, mm)

$$\text{Disk Volume Loss} = 2\pi R \left\{ r^2 \sin^{-1} \left(\frac{d}{2r} \right) - \left(\frac{d}{4} \right) (4r^2 - d^2)^{1/2} \right\} \quad 2.4$$

เมื่อ R คือ รัศมีของร่องที่ทำการทดสอบ (หน่วยมิลลิเมตร, mm)
 d คือ ความกว้างของรอยสึกหรอ (หน่วยมิลลิเมตร, mm)

2) การคำนวณปริมาตรการสึกหรอสำหรับรูปทรงพินของรูปทรงอื่นๆ จะใช้ ความสัมพันธ์ทางเรขาคณิตที่เหมาะสม โดยตระหนักว่าอาจจำเป็นต้องมีสมมติฐานเกี่ยวกับการสึกหรอของชิ้นส่วนแต่ละชิ้นเพื่อพิสูจน์รูปทรงขั้นสุดท้ายที่สมมติขึ้น

3) การวัดรอยที่เกิดจากการสึกหรือควรทำอย่างน้อย 2 ตำแหน่งบนพื้นผิวหมดและพื้นผิวดิสก์ และผลลัพธ์สุดท้ายจะเป็นค่าเฉลี่ย

4) ในกรณีที่ทั้งพินและดิสก์สึกหรืออย่างมาก จำเป็นต้องวัดโปรไฟล์ความลึกการสึกหรือของชิ้นทดสอบทั้งสอง วิธีการที่เหมาะสมจะใช้การทำโปรไฟล์สเต็ลส การทำโปรไฟล์เป็นวิธีเดียวในการกำหนดรูปร่างขั้นสุดท้ายที่แน่นอนของพื้นผิวการสึกหรือ และด้วยเหตุนี้จึงใช้คำนวณปริมาตรของวัสดุที่สูญเสียไปเนื่องจากการสึกหรือ ในกรณีของการสึกหรือของดิสก์ สามารถรวมโปรไฟล์ร่องการสึกหรือโดยเฉลี่ยเพื่อให้ได้พื้นที่หน้าตัดของร่อง และคูณด้วยความยาวเฉลี่ยเพื่อให้ได้ปริมาณการสึกหรือของดิสก์ ในกรณีของการสึกหรือของพิน สามารถวัดโปรไฟล์ของรอยสึกจากการสึกหรือได้ในสองทิศทางในมุมฉาก ผลลัพธ์ของโปรไฟล์จะเป็นค่าเฉลี่ย และใช้ในรูปของการหมุนที่คำนวณสำหรับปริมาตรการสึกหรือของพิน

5) แม้ว่าผลการสูญเสียมวลอาจถูกนำมาใช้ภายในห้องปฏิบัติการเพื่อเปรียบเทียบวัสดุที่มีความหนาแน่นเท่ากัน วิธีการทดสอบนี้จะรายงานการสึกหรือเนื่องจากการสูญเสียปริมาตร เพื่อไม่ให้เกิดความสับสนที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่น ใช้ความระมัดระวังและรายงานค่าความหนาแน่นที่ดีที่สุดที่มีอยู่สำหรับวัสดุที่ทดสอบเมื่อคำนวณการสูญเสียปริมาตรจากการสูญเสียมวลที่วัดได้

6) การแปลงการสูญเสียมวลเป็นการสูญเสียมวล จากสมการที่ 2.5

$$\text{Volume Loss, mm}^3 = \frac{\text{Mass Loss, g}}{\text{Density, g/cm}^3} \times 1000 \quad 2.5$$

2.4.5.2 ถ้าวัสดุที่ทำการทดสอบมีการถ่ายโอนระหว่างชิ้นงานทดสอบจำนวนมาก โดยไม่มีการสูญเสียจากระบบ การสูญเสียมวลอาจไม่สะท้อนปริมาณที่แท้จริงหรือความรุนแรงของการสึกหรืออย่างเพียงพอ ในกรณีเหล่านี้ ไม่ควรใช้วิธีทดสอบเพื่อรายงานการสึกหรือ

2.4.5.3 ควรรายงานค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) เพื่ออธิบายสถานะที่เกี่ยวข้องกับการวัดแรงเสียดทาน เช่น สถานะเริ่มต้น สถานะที่คงที่ และอื่น ๆ

2.4.5.4 ข้อกำหนดเฉพาะที่เพียงพอของวัสดุที่ทดสอบเป็นสิ่งสำคัญ อย่างน้อยที่สุด รายงานควรระบุประเภทวัสดุ แบบฟอร์ม การปรับปรุงในกระบวนการผลิต ผิวสำเร็จ และขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบ และความแข็งของรอยเยื้อง

2.5 ความแข็ง

ความแข็ง (Hardness) คือ สมบัติหรือความสามารถของวัสดุในการต้านทานหรือทนต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง จากการที่มีวัสดุอื่นที่แข็งกว่ามากระทำ โดยปกติเกิดจากการทำให้เป็นรอยจากการกด รวมไปถึงความต้านทานต่อการเสียดสี กิ่ง และขีดข่วน

2.5.1 ประเภทของความแข็ง

วัสดุมีพฤติกรรมที่แตกต่างกันภายใต้ประเภทของโหลดที่แตกต่างกันไป ตัวอย่างเช่น โลหะที่สามารถรับแรงกระแทกครั้งเดียวได้ดีมาก อาจจะไม่ทำงานแบบเดิมได้เมื่อได้รับการโหลดอย่างต่อเนื่อง จึงต้องทดสอบความแข็งในแต่ละกรณี เพื่อให้สามารถตัดสินใจเลือกการใช้งานวัสดุที่ถูกต้องได้ (Velling, 2020)

ประเภทของความแข็งมีทั้งหมด 3 ประเภท คือ ความแข็งแบบขีดข่วน (Scratch) ความแข็งแบบกระดอน (Rebound) และความแข็งแบบรอยกด (Indentation) การวัดแต่ละประเภทของความแข็งแรงจำเป็นต้องใช้เครื่องมือชุดที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ ความแข็งจากวัสดุเดียวกัน ความแข็งแต่ละประเภทอาจให้ค่าที่แตกต่างกัน

2.5.1.1 ความแข็งแบบขีดข่วน (Scratch) คือความสามารถของวัสดุในการทนต่อรอยขีดข่วนบนพื้นผิว รอยขีดข่วนคือการกดด้วยความเบาที่ต่อเนื่องบนชั้นผิวของวัสดุเนื่องจากการสัมผัสกับวัสดุมีคมอื่น มักใช้ในการทดสอบวัสดุที่เปราะ เช่น เซรามิก ที่ไม่สามารถผ่านการกดด้วยพลาสติกได้

2.5.1.2 ความแข็งแบบกระดอนหรือสะท้อนกลับ (Rebound) คือ ความแข็งแบบกระดอนหรือที่เรียกว่าความแข็งแบบไดนามิก ประเมินจากระดับของค้อนปลายเพชรที่กระดอนออกจากวัสดุว่าได้สูงเพียงใด เมื่อตกลงมาจากความสูงที่กำหนดไว้ ซึ่งเกี่ยวข้องกับความยืดหยุ่นของวัสดุ การทดสอบความแข็งแบบกระดอนของ Leeb และระดับความแข็งของ Bennett เป็นวิธีที่ใช้ในการประเมินความแข็งแบบกระดอน

2.5.1.3 ความแข็งแบบรอยกด (Indentation) คือความต้านทานของวัสดุต่อการเสียรูปถาวรหรือพลาสติกเมื่อได้รับโหลดหรือแรงกดอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเรียกว่าความแข็ง เนื่องจากเป็นรูปแบบการโหลดโลหะที่พบบ่อยที่สุด (Tap, 2020)

2.5.2 การทดสอบความแข็ง

2.5.2.1 การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness test)

วิธีทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ ประกอบด้วยการกดวัสดุทดสอบด้วยหัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส มีองศาของปลายแหลม 136 องศา ภายใต้ภาระโหลด 1 – 100

กิโลกรัมแรงหรือนิวตัน เป็นระยะเวลา 10 – 15 วินาที และจากนั้นทำการวัดขนาดเส้นทแยงมุมของรอยกด ซึ่งจะวัดได้จากกล้องจุลทรรศน์ จากนั้นสามารถคำนวณค่าความแข็งได้จากสมการที่ 2.6 (ลามอ, 2550)

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (2.6)$$

เมื่อ	HV	คือ ค่าความแข็ง (หน่วยวิกเกอร์, HV)
	α	คือ มุมของหัวกดเพชร 136 องศา
	F	คือ น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ (หน่วยนิวตัน, N)
	d	คือ ขนาดของเส้นทแยงมุมเฉลี่ย (หน่วยมิลลิเมตร, mm)

หมายเหตุ : ค่าคงที่ = $0.102 \approx 1/9.80665$ (9.80665 นิวตัน)

2.6 วิธีทดสอบมาตรฐานสำหรับการทดสอบความแข็งของ Vickers ของเซรามิกขั้นสูง (มาตรฐาน ASTM C1327-99) (International, 2017)

มาตรฐานนี้เป็นวิธีการกำหนดความแข็งของการเยื้อง Vickers ของเซรามิกขั้นสูง ใช้หัวกดเพชรปิรามิดที่มีฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัสแหลมมุม 136 องศา เพื่อสร้างรอยเยื้องเล็กๆ บนชิ้นงานทดสอบวัดเส้นทแยงมุม และอัตราส่วนของแรงต่อ กำหนดพื้นที่หน้าตัดหน้าสัมผัส

หน่วยที่ใช้เป็นหน่วย SI หน่วยสำหรับการทดสอบความแข็งของ Knoop และ Vickers โหลดจะเป็นมาตรฐานในหน่วยกรัมแรง (gf) และกิโลกรัมแรง (kgf) แรงมีหน่วยเป็นนิวตัน (N) และความยาวเป็นหน่วยมิลลิเมตร (mm) หรือไมโครเมตร (μm) และในมาตรฐานนี้ความแข็งของวิกเกอร์ใช้ค่าความแข็งของวิกเกอร์เป็น GPa หรือ kgf/mm^2

2.6.1 อุปกรณ์ทดสอบ

2.6.1.1 เครื่องทดสอบ

1) เครื่องทดสอบถูกแบ่งเป็น 2 ประเภทสำหรับการทดสอบ คือเครื่องทดสอบสำหรับการทดสอบความแข็งโดยเฉพาะ และอีกประเภทคือเครื่องทดสอบที่มีอุปกรณ์เสริมสำหรับกล้องจุลทรรศน์ติดตั้งอยู่ด้วย

2) การออกแบบเครื่องจักรควรสามารถกำหนดอัตราการไหล เวลาคงตัว และไหลที่ใช้ได้ภายในขีดจำกัดที่กำหนดไว้ เครื่องควรได้รับการออกแบบเพื่อให้การสั่นสะเทือนที่เกิดขึ้นในช่วงเริ่มต้นของการทดสอบลดลงตามเวลาที่หัวกดสัมผัสกับตัวอย่าง

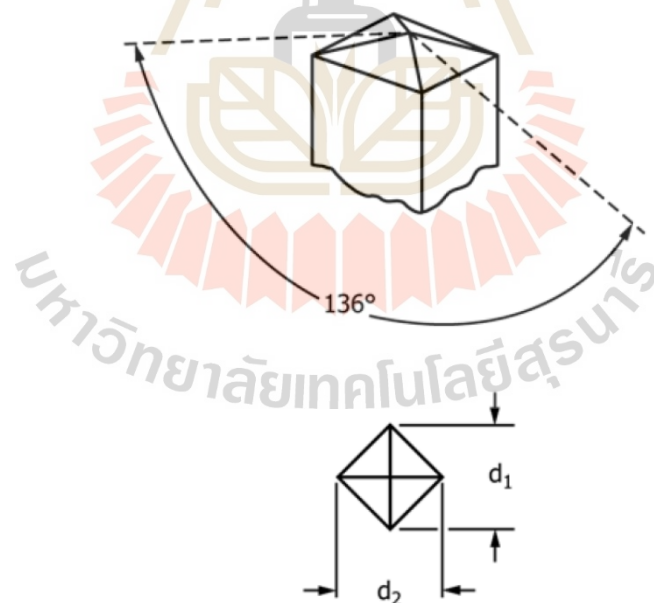
3) ควรตรวจสอบการปรับเทียบคานสมดุลทุกเดือนหรือตามความจำเป็น การเยื้องในวัสดุอ้างอิงมาตรฐานอาจใช้เพื่อตรวจสอบการสอบเทียบเมื่อจำเป็น

2.6.1.2 หัวกด

1) หัวกดต้องเป็นไปตามข้อกำหนดสำหรับหัวกด Vickers คู่มือทดสอบ E384 ขอบทั้งสิ้นที่เกิดจากสีหน้าของหัวกดจะต้องมีความคม ไม่มีการลบมุมขอบ ส่วนขีดเซยส่วนปลายจะต้องมีความยาวไม่เกิน $0.5 \mu\text{m}$

2) ความลึกของการเยื้องคือ $1/7$ ของความยาวของเส้นทแยงมุม หัวกดมีมุมระหว่างหน้าตรงข้าม 136° ดังรูปที่ 2.5

3) เพชรควรได้รับการตรวจสอบเป็นระยะและเปลี่ยนใหม่หากวัสดุยึดหลุด ออก บิ่น หรือแตกร้าว



รูปที่ 2.5 หัวกดสำหรับทดสอบความแข็ง Vickers

2.6.1.3 กล้องจุลทรรศน์สำหรับวัด

- 1) ต้องสร้างระบบการวัดเพื่อให้สามารถกำหนดความยาวของเส้นทแยงมุมได้โดยมีข้อผิดพลาดไม่เกิน ± 0.0005 มม.
- 2) ค่าตัวเลขรูรับแสง (Numerical Aperture : NA) ของเลนส์ใกล้วัตถุจะต้องอยู่ระหว่าง 0.65 ถึง 0.90
- 3) อาจใช้ตัวกรองเพื่อให้แสงสว่างแบบเอกรงค์เดียว ตัวกรองสีเขียวได้รับการพิสูจน์แล้วว่ามีเหมาะสม

2.6.2 การเตรียมตัวอย่าง

การทดสอบความแข็งของการเยื้องของ Vickers สามารถปรับเปลี่ยนให้เข้ากับชิ้นงานเซรามิกชั้นสูงได้หลากหลาย โดยทั่วไป ความแม่นยำของการทดสอบจะขึ้นอยู่กับความเรียบของพื้นผิว และควรใช้ชิ้นงานที่เรียบและขัดเงาทุกครั้งที่เป็นไปได้ ด้านหลังของชิ้นทดสอบต้องยึดไว้เพื่อไม่ให้ชิ้นงานโยกหรือเคลื่อนตัวระหว่างการทดสอบ

2.6.2.1 ความหนา - ชิ้นงานต้องมีความหนามากกว่า 10 เท่าของความลึกของการทดสอบเพื่อผลแม่นยำและน่าเชื่อถือ หากชิ้นงานมีความหนาอย่างน้อย 0.50 มิลลิเมตร ความแข็งจะไม่ได้รับผลกระทบจากการเปลี่ยนแปลงของความหนา

2.6.2.2 พื้นผิว - ตัวอย่างควรมีพื้นผิวเรียบและขัดเงา ความหยาบ rms ควรน้อยกว่า $0.1 \mu\text{m}$ อย่างไรก็ตามหากต้องการตรวจสอบการเคลือบพื้นผิวหรือการบำบัด ไม่จำเป็นต้องขัดชิ้นงานทดสอบได้

2.6.3 ขั้นตอนการทดสอบ

2.6.3.1 การวางตำแหน่งชิ้นงาน—วางชิ้นงานทดสอบบนพื้นของเครื่อง เพื่อไม่ให้ชิ้นงานโยกหรือเคลื่อนตัวระหว่างการวัด พื้นผิวของชิ้นงานทดสอบต้องสะอาดและปราศจากจาระบีหรือฟิล์มใดๆ

2.6.3.2 การปรับระดับชิ้นงาน

1) พื้นผิวของชิ้นงานทดสอบต้องอยู่ในระนาบตั้งฉากกับแกนของหัวกด มุมของหัวกดและพื้นผิวชิ้นงานทดสอบควรอยู่ภายใน 2 องศา ในแนวตั้งฉาก

2) หากเส้นใดเส้นหนึ่งของเส้นทแยงมุมยาวกว่าอีกเส้นของเส้นทแยงมุมเดียวกันอย่างเห็นได้ชัด ส่งผลให้มีการเยื้องผิดรูป อาจมีการวางแนวที่ไม่ตรงและควรได้รับการแก้ไขก่อนดำเนินการวัดต่อ

3) การปรับระดับชิ้นงานทดสอบจะสะดวกขึ้นหากมีอุปกรณ์ปรับระดับ

2.6.3.3 ขนาดของโหลดทดสอบ - ระบุโหลดทดสอบ 9.81 นิวตัน (1 กิโลกรัมแรง)

2.6.3.4 การทำความสะอาดหัวกด—หัวกดจะต้องทำความสะอาดก่อนและระหว่างชุดการทดสอบ อาจใช้สำลีพันก้านที่มีเอทานอล เมทานอล หรือไอโซโพรพานอลได้

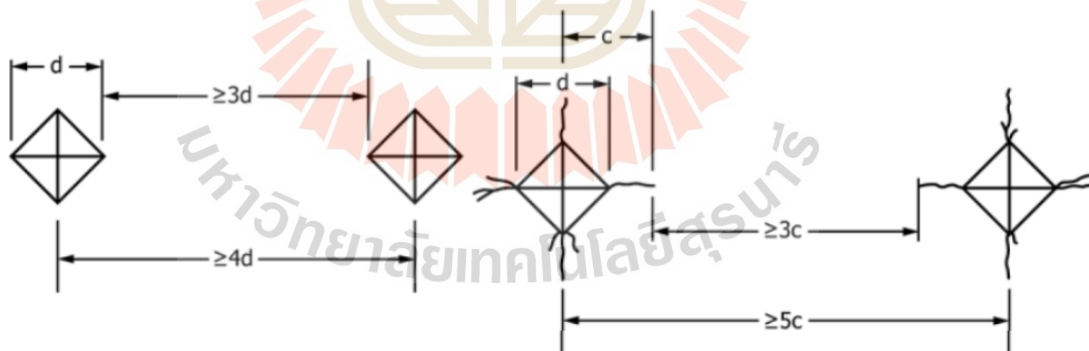
2.6.3.5 การใช้โหลดทดสอบ

1) อัตราการเคลื่อนที่ของหัวกดก่อนสัมผัสกับชิ้นงานทดสอบจะต้องอยู่ที่ 0.015 ถึง 0.070 มิลลิเมตรต่อวินาที หากโหลดเครื่องจักรโดยระบบไฟฟ้าหรือระบบคั่นโยก Dash-pot ควรติดตั้งบนโซ่คอปซึ่งจะดูดซับแรงสั่นสะเทือนทั้งหมดเมื่อหัวกดสัมผัสกับชิ้นงานทดสอบ

2) เวลาที่ใช้โหลดทดสอบเต็มจะต้องเป็น 15 วินาที เว้นแต่จะระบุไว้เป็นอย่างอื่น หลังจากที่หัวกดสัมผัสกับชิ้นงานทดสอบตามเวลาที่ต้องการ ให้ยกหัวกดออกจากชิ้นงานอย่างระมัดระวังเพื่อหลีกเลี่ยงผลกระทบจากแรงสั่นสะเทือน

3) ผู้ปฏิบัติงานจะต้องไม่ชนหรือสัมผัสเครื่องทดสอบหรือส่วนรองรับที่เกี่ยวข้อง (เช่น โต๊ะ) โดยไม่ได้ตั้งใจในระหว่างที่หัวกดสัมผัสกับชิ้นงานทดสอบ

2.6.3.6 ระยะห่างของการทดสอบ – เว้นระยะห่างระหว่างจุดศูนย์กลางของการทดสอบอย่างน้อย 4 แนวทแยง ดังแสดงในรูปที่ 2.6ก หากมีการแตกร้าวจากการกด ให้เพิ่มระยะห่างเป็นอย่างน้อย 5 เท่าของความยาวของรอยร้าว ดังแสดงในรูปที่ 2.6ข



(ก) กรณีไม่มีรอยแตกร้าว

(ข) กรณีที่มีรอยแตกร้าว

รูปที่ 2.6 ระยะห่างที่ใกล้ที่สุดที่ยอมรับได้ของการทดสอบความแข็งแบบ Vickers

2.6.3.7 การยอมรับการทดสอบ

- 1) หากมีการแตกร้าวมากเกินไปจากปลายและด้านข้างของการทดสอบ หรือการทดสอบไม่สมมาตร การทดสอบจะต้องถูกปฏิเสธสำหรับการวัด
- 2) หากปลายของการทดสอบเข้าไปในรูพรุน การทดสอบนั้นจะถูกปฏิเสธ หากการทดสอบอยู่ในหรือบนรูพรุนขนาดใหญ่ การทดสอบนั้นจะถูกปฏิเสธ
- 3) หากรอยกตมีความผิดปกติที่บ่งชี้ว่าหัวกดบิ่นหรือแตก รอยกตนั้นจะถูกปฏิเสธและจะต้องเปลี่ยนหัวกดใหม่

2.6.4 การคำนวณ

2.6.4.1 ความแข็งของ Vickers จะถูกคำนวณและรายงานเป็น GPa

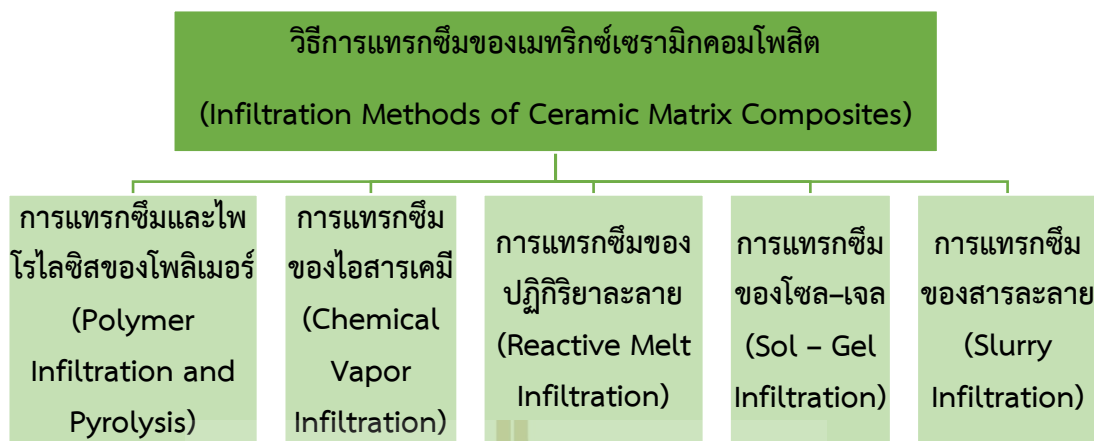
2.6.4.2 หน่วยความแข็งของ Vickers ในหน่วย GPa คำนวณโดยใช้สมการที่ 2.7

$$HV = 0.0018544(P/d^2) \quad (2.7)$$

เมื่อ	HV	คือ ค่าความแข็ง Vickers (หน่วย GPa)
	P	คือ แรง (หน่วยนิวตัน, N)
	d	คือ ขนาดของเส้นทแยงมุมเฉลี่ย (หน่วยมิลลิเมตร, mm)

2.7 การแทรกซึมของเซรามิก

การแทรกซึมเป็นกระบวนการผลิตวัสดุเสริมแรงประเภทของเหลวที่ทำจากวัสดุที่ขึ้นรูปมาแล้ว เช่น ผงเซรามิก เส้นใย ผ้าทอ และวัสดุที่มีรูพรุนอื่นๆ ซึ่งจะถูกทำให้ชุ่มในของเหลวและโลหะที่หล่อมหลอมเหลวจะเติมช่องว่างของเมทริกซ์ หนึ่งในกระบวนการที่สำคัญที่สุดในการผลิตวัสดุผสม คือ เทคนิคการแทรกซึม ซึ่งทำให้เกิดการสร้างรูพรุนที่มีสมรรถนะทางกลที่เหมาะสม การกระจายตัวของรูพรุนที่สม่ำเสมอ มิติของรูพรุน และความเข้มข้นของรูพรุน ขั้นตอนการแทรกซึมเหล่านี้มักใช้เพื่อทำให้ เมทริกซ์เซรามิกคอมโพสิต (CMC) ถูกเสริมด้วยเส้นใยยาว เซรามิกเมทริกซ์ถูกสร้างขึ้นโดยการแทรกซึมของไหล (ก๊าซหรือของเหลว) เข้าไปในโครงสร้างเส้นใยในกระบวนการผลิตประเภทนี้ (ทั้งแบบทอและแบบไม่ทอ) พื้นผิวของเส้นใยเสริมแรงถูกเคลือบด้วยเฟส debonding ซึ่งจะยึดติดอย่างอ่อนที่ส่วนต่อประสานระหว่างวัสดุเมทริกซ์และเส้นใยก่อนที่จะแทรกซึมด้วยของไหลที่ได้จากเซรามิก พันธะที่อ่อนแอทำให้เส้นใยเลื่อนไปมาในเมทริกซ์เพื่อหลีกเลี่ยงการแตกหักแบบเปราะา รูปที่ 2.7 แสดงการจัดประเภทของวิธีการแทรกซึมของการผลิต CMC (D. Kopeliovich, 2014)



รูปที่ 2.7 การจำแนกประเภทของวิธีการแทรกซึมสำหรับการผลิต CMC

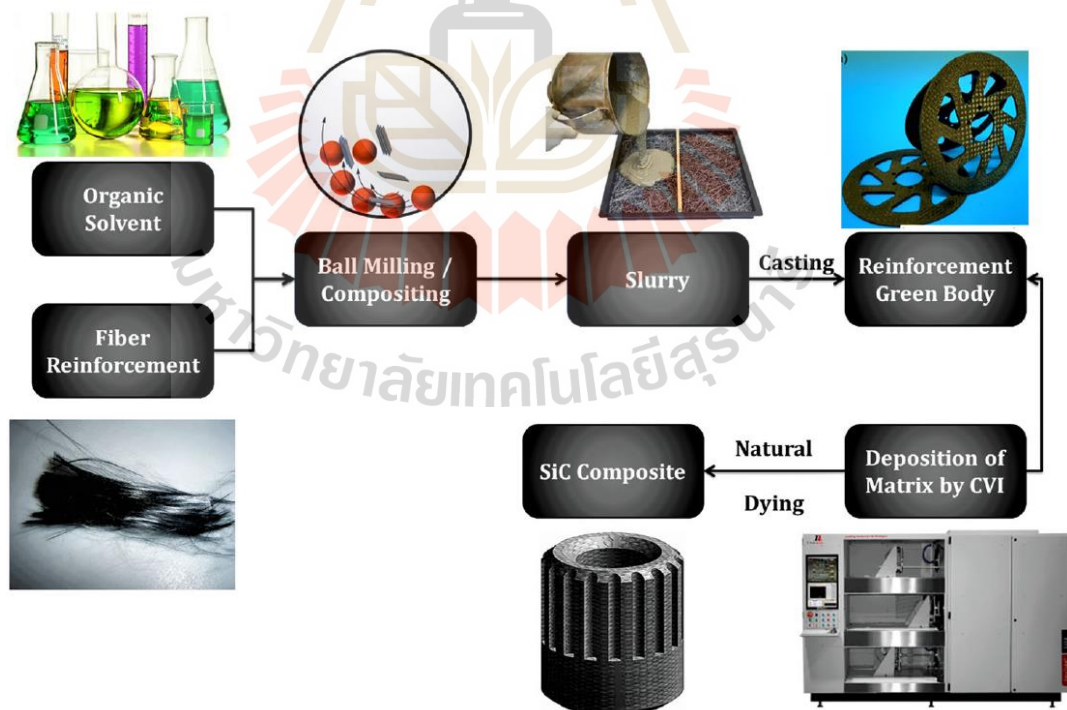
2.7.1 การแทรกซึมและไพโรไลซิสของโพลีเมอร์ (Polymer Infiltration and Pyrolysis : PIP)

การแทรกซึมและไพโรไลซิสของโพลีเมอร์ หรือ PIP เป็นเทคนิคการผลิตเซรามิกเมทริกซ์ที่เกี่ยวข้องกับการแทรกซึมโพลีเมอร์ที่มีความหนืดต่ำเข้าไปในการเสริมแรงของโครงสร้างเซรามิก เช่น ผ้า จากนั้นจึงทำการไพโรไลซิส ซึ่งเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นของโพลีเมอร์ในสถานะออกซิเจนจนกระทั่งแตกตัวและเปลี่ยนเป็นส่วนประกอบเซรามิก กระบวนการแทรกซึมของสารตั้งต้นเซรามิกเข้าไปในไฟเบอร์ตั้งต้นที่มีรูพรุน ตามด้วยการสลายตัวเพื่อสร้าง CMC เป็นวัฏจักรของการแทรกซึมซ้ำแล้วซ้ำอีกตามด้วยไพโรไลซิส PIP ใช้สำหรับการผลิตคอมโพสิตด้วย SiC หรือเมทริกซ์ที่ใช้ซิลิกอนอื่นๆ (Silicon Carbon Nitride (SiCN), Silicoboron Carbonitride (SiBCN) และ Silicon Nitride (Si_3N_4) SiC และคาร์บอนไฟเบอร์ถูกใช้บ่อยที่สุดในกระบวนการผลิตของ CMC ที่เสริมด้วยไฟเบอร์ กระบวนการไพโรไลซิสใช้เวลามากขึ้นในการผลิตชิ้นส่วนที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม กระบวนการทำให้หนาแน่นการประมวลผล PIP ใช้เวลาน้อยกว่าและค่าใช้จ่ายน้อยกว่าการประมวลผล CVI และเซรามิกที่ต้องการปริมาณองค์ประกอบเชิงสัมพัทธ์ที่แน่นอน สามารถผลิตเรซินโพลีเมอร์ซึ่งเป็นตัวเลือกที่เหมาะสมสำหรับสารตั้งต้นเซรามิก

2.7.2 การแทรกซึมของไอสารเคมี (Chemical Vapor Infiltration : CVI)

CVI เป็นเทคนิคของการประดิษฐ์เซรามิกเมทริกซ์ซึ่งก๊าซที่ทำปฏิกิริยาแทรกซึมเข้าไปในพรีฟอร์มที่มีรูพรุนแบบไอโซเทอร์มอลซึ่งประกอบด้วยเส้นใยยาวต่อเนื่องและทับถมกัน สารที่สะสมเป็นผลมาจากปฏิกิริยาเคมีที่ผิวด้านนอกของเส้นใย มันคล้ายกับ CVD ซึ่งการสะสมตัวจะเกิดขึ้น

เมื่อก๊าซที่ทำปฏิกิริยาทำปฏิกิริยากับพื้นผิวชั้นนอก มีการใช้กันอย่างแพร่หลายสำหรับการผลิตวัสดุคอมโพสิต SiC matrix ที่เสริมด้วยเส้นใยยาวต่อเนื่อง SiC สารทำปฏิกิริยาไอระเหยที่ต้องการโดยทั่วไปที่ป้อนให้กับผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปขั้นต้นในกระแสมของก๊าซพาหะ ได้แก่ ไฮโดรเจน อาร์กอน ฮีเลียม เป็นต้น วิธีการที่ได้มาโดยตรงจาก CVD ซึ่งสารเคมีจะสะสมบนพื้นผิวของสารตั้งต้นโดยตรง กระบวนการ CVI เป็นกระบวนการ CVD ประเภทหนึ่งโดยเฉพาะ จนถึงปัจจุบันนี้ เซรามิก SiC ถูกผลิตขึ้นโดยกระบวนการต่างๆ เช่น การหล่อ การรีด ซึ่งกระบวนการเหล่านี้ส่งผลให้เกิดการหดตัวและเส้นใยมีสูญเสียหายอย่างรุนแรง ด้วยเหตุนี้จึงจำเป็นต้องมีกระบวนการ CVI การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ หนวดเคราเสริมซิลิกอนคาร์ไบด์เมทริกซ์ (SiCw /SiC) โดย CVI ได้รับการตรวจสอบโดยนักวิจัย โดยเฉพาะอย่างยิ่งโดยเน้นที่ข้อดีของกระบวนการ SiCw ถูกบดเป็นก้อนโดยใช้ Polyvinyl Butyral (PVB) เป็นสารยึดเกาะตามด้วยการหลอมละลาย เข้าสู่แม่พิมพ์และนำชิ้นงานเข้าสู่กระบวนการ isobaric/isothermal (I-CVI) รูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนการไหลของขั้นตอน CVI ที่ใช้ในการผลิต SiCw /SiC ผลลัพธ์ของกระบวนการแสดงส่วนปริมาตรที่เพิ่มขึ้นของ SiCw และดังนั้นจึงสรุปความสามารถในการควบคุมส่วนปริมาตรและความพรุนของเซรามิก แต่ถูกจำกัดโดย ความชื้นไหลของสารละลาย



รูปที่ 2.8 กระบวนการผลิตสำหรับ SiCw /SiC เซรามิกคอมโพสิต

2.7.3 การแทรกซึมของปฏิกิริยาหลอมละลาย (Reactive Melt Infiltration)

การแทรกซึมของสารหลอมละลายช่วยให้สามารถสร้างโครงสร้างจุลภาคที่ไม่จำเป็นต้องใช้การเผาผนึก ก่อนการซึมผ่านของสารหลอมเหลว ส่วนประกอบที่ทำปฏิกิริยา เช่น สามารถฉีดเข้าไปในเนื้อที่มีรูพรุนได้ และเกิดเฟสใหม่ขึ้นระหว่างการแทรกซึมอันเป็นผลจากอันตรกิริยากับสารหลอมเหลว สามารถใช้ในการผลิตชิ้นส่วนที่มีความหนาแน่นสูงจากตัวแม่พิมพ์ที่มีรูพรุนเพื่อทดแทนกระบวนการเผาผนึก วัสดุตั้งต้นต้องมีเนื้อพรุนที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าสารที่ใช้แทรกซึมตามข้อกำหนด นอกจากนี้ การหลอมจำเป็นต้องหล่อเลี้ยงวัสดุตั้งต้น จากนั้นวัสดุที่มีรูพรุนและสารแทรกซึมสามารถอุ่นได้จนกว่าจะถึงจุดหลอมเหลวของวัสดุที่แทรกซึม แรง capillary จะดึงสิ่งที่ละลายผ่านรูพรุนของของพื้นผิวเติมเข้ารูพรุนทั้งหมดและวัสดุจะมีความหนาเมื่อเย็นลง

2.7.4 การแทรกซึมของโซล - เจล (Sol - Gel Infiltration)

เทคนิคการแทรกซึมของโซล-เจลเป็นที่นิยมสำหรับการทำเซรามิกเมทริกซ์ที่ประกอบด้วยเมทริกซ์จากสารแขวนลอยคอลลอยด์เหลวของอนุภาคเซรามิกขนาดเล็ก (โซล) ซึ่งแช่ผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปขึ้นต้นแล้วทำให้แข็งตัว (เจล) ในรูปแบบต่างๆ เมื่ออนุภาคนาโนที่มีรัศมีสูงถึง 100 นาโนเมตรตกตะกอนในน้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์ สารแขวนลอยคอลลอยด์จะถูกสร้างขึ้นอันเป็นผลมาจากกระบวนการทางเคมี เนื่องจากสารละลายของเหลวมีความหนืดต่ำ จึงอาจแทรกซึมเข้าไปในผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปขึ้นต้นได้ง่าย สารละลายที่มีสารประกอบออร์กาโนเมทัลลิก เช่น สารตั้งต้นของโลหะอัลคอกไซด์จะผ่านกระบวนการเชื่อมโยงข้าม เช่น โพลีเมอไรเซชันที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นโดยกลไกการควบแน่นหรือการไฮโดรไลซิส จากนั้นโพลีเมอไรเซชันจะเปลี่ยนโซลเป็นเจล ซึ่งเป็นโครงสร้างโพลิเมอร์ที่มีของเหลวและเจลอาจเปลี่ยนเป็นเซรามิกที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งช่วยลดความเสี่ยงในการเสริมการแตกของเส้นใย

2.7.5 การแทรกซึมสารละลาย (Slurry Infiltration)

ในกระบวนการแทรกซึมของสารละลาย (SI) เส้นใยเสริมแรงจะได้รับอนุญาตให้ไหลผ่านสารละลายที่แทรกซึมเข้าไปในโครงสร้างรูพรุนของเฟสการเสริมแรงในกระบวนการแทรกซึม ผลกระทบของ capillary effect เป็นแรงหลักที่อยู่เบื้องหลังการแทรกซึม อย่างไรก็ตาม สุญญากาศหรือแรงดันสามารถช่วยเร่งกระบวนการได้ เส้นใยที่แทรกซึมเหล่านี้จะถูกกดเป็นวงบนแมนเดรลในระหว่างกระบวนการขึ้นรูป หลังจากนั้นก็นำไปทำให้แห้ง หั่นเป็นชิ้นบาง ๆ และวางออก จากนั้นนำไปสับและวางบนเครื่องมือหลังจากทำให้แห้ง (แม่พิมพ์) จากนั้น ที่อุณหภูมิสูงและความดันเพิ่มขึ้น กระบวนการอัดรีด (การเผา การทำให้แน่น) จะเสร็จสิ้น ซึ่งช่วยปรับปรุงการกระจายตัวของวัสดุ

เซรามิกระหว่างอนุภาคที่ดูดซับเข้าไปในโครงสร้างเส้นใย อนุภาคจับตัวกันเป็นก้อน ทำให้ได้วัสดุผสมที่หนาแน่นและมีรูพรุนลดลง

CMC ที่เสริมแรงด้วยไฟเบอร์ได้รับการยอมรับมานานแล้วว่าเป็นวัสดุที่มักจะนำไปใช้ในจานเบรก เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน เครื่องยนต์อากาศยาน และเครื่องปฏิกรณ์ฟิวชัน เนื่องจากมีความเหนียวสูง ความหนาแน่นต่ำ ความเสถียรทางความร้อนและสารเคมี มีการศึกษาผลกระทบของการเติมอนุภาค SiC ลงใน 2D-Cf/SiC ซึ่งเป็นสารตัวเติมซึ่งประดิษฐ์ขึ้นโดยกระบวนการแทรกซึมของสารละลาย (Xu, Kroft, McKenna, & Aquino, 2001) คอมโพสิตเติมถูกผลิตขึ้นโดยใช้เส้นใยคาร์บอนแบบทอ 2 มิติซึ่งใช้ในการเตรียมเส้นใยพรีฟอร์ม ตามด้วยการแทรกซึมของสารตัวเติม SiC ทำให้มั่นใจได้ถึงประสิทธิภาพการแทรกซึมที่เพิ่มขึ้นโดยใช้ปฏิกิริยาเคมี สมบัติของคอมโพสิตที่ได้รับถูกนำมาเปรียบเทียบและวิเคราะห์สำหรับอุณหภูมิไพโรไลซิสที่แตกต่างกันสองอุณหภูมิ (800 และ 1100 องศาเซลเซียส) ผลการวิจัยพบว่าปริมาณของ SiC มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของคอมโพสิต อุณหภูมิไพโรไลซิสที่ต่ำกว่า (800 องศาเซลเซียส) แสดงความเครียดของการแตกหักต่ำที่สุด ในขณะที่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น (1100 องศาเซลเซียส) คอมโพสิตจะแสดง ความเครียดจากการแตกหักสูงขึ้นสองเท่าเมื่อพันธะระหว่างผิวหน้าเพิ่มขึ้น (Kotani, Inoue, Kohyama, Katoh, & Okamura, 2003)

การแทรกซึมของของเหลวสามารถทำได้หลายวิธี อาจเป็นแบบไร้แรงดัน สุญญากาศ การแทรกซึมด้วยแรงดัน การหล่อแบบบีบ การผสม ฯลฯ วิธีการประดิษฐ์ดังกล่าวอาจเหมาะสมด้วยเหตุผลสองประการเป็นอย่างน้อย ประการแรก เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็ก (คาร์บอน ซิลิกอน คาร์ไบด์ โพลีคริสตัลไลน์แซฟไฟร์ เส้นใยต่างๆ) แทบจะไม่สามารถถูกนำเข้าสู่เมทริกซ์ของแข็งได้ เว้นแต่จะใช้วิธีโลหะผงที่มีข้อจำกัดในวิธีการดังกล่าว ประการที่สอง วิธีการแทรกซึมของของเหลวควรจะง่าย ความเรียบง่ายของวิธีการยังนำไปสู่การพัฒนาเส้นทางการผลิตสำหรับการผลิตพรีเฟก โดยอิงจากการแทรกซึมของเมทริกซ์ที่หลอมละลายเข้าไปในใยพวงหรือแผ่น (Mileiko, 1997)

2.8 การเปลี่ยนเฟสของซิลิกอนในระบบเฟส Si-C-N-O ที่ 1450 องศาเซลเซียส

2.8.1 สภาวะสมดุลเฟส

ในระบบ Si-C-N-O ที่สมดุล เฟสที่ปรากฏได้แก่ β -Si₃N₄, Si₂N₂O, β -SiC, SiO₂ (คริสตอไลต์), Si, C, และเฟสก๊าซ โดยเฟสก๊าซประกอบด้วย N₂, O₂, SiO, CO และ CO₂ โดยมีการควบคุมปฏิกิริยาคาร์บอนที่ $ac = 1$ เป็นสถานะมาตรฐานของกราฟไฟต์ อุณหภูมิที่ใช้ในการคำนวณอยู่ในช่วง 1,573 ถึง 2,073 เคลวิน

การสมดุลเฟสในระบบ Si-C-N-O เป็นกระบวนการที่ซับซ้อนและต้องคำนึงถึงสมดุลของก๊าซที่สำคัญ เช่น N_2 , O_2 , SiO , CO และ CO_2 ซึ่งมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของเฟสของแข็งและเหลวในระบบ นอกจากนี้ การควบคุมปฏิกิริยาคาร์บอนเป็นสิ่งสำคัญที่ช่วยให้เกิดสมดุลของเฟสในระบบ Si-C-N-O อย่างถูกต้อง ดังนั้นการคำนวณและการวิเคราะห์เกี่ยวกับสมดุลเฟสต้องพิจารณาปัจจัยทั้งหมดเพื่อให้ได้ผลลัพธ์ที่ถูกต้องและเชื่อถือได้ในกระบวนการผลิตและการใช้งานต่างๆ ของวัสดุในระบบ Si-C-N-O ในสภาวะสมดุลและปฏิกิริยาที่เหมาะสม (Wada, Wang, & Tien, 1988)

2.8.2 สมดุลระหว่างเฟส

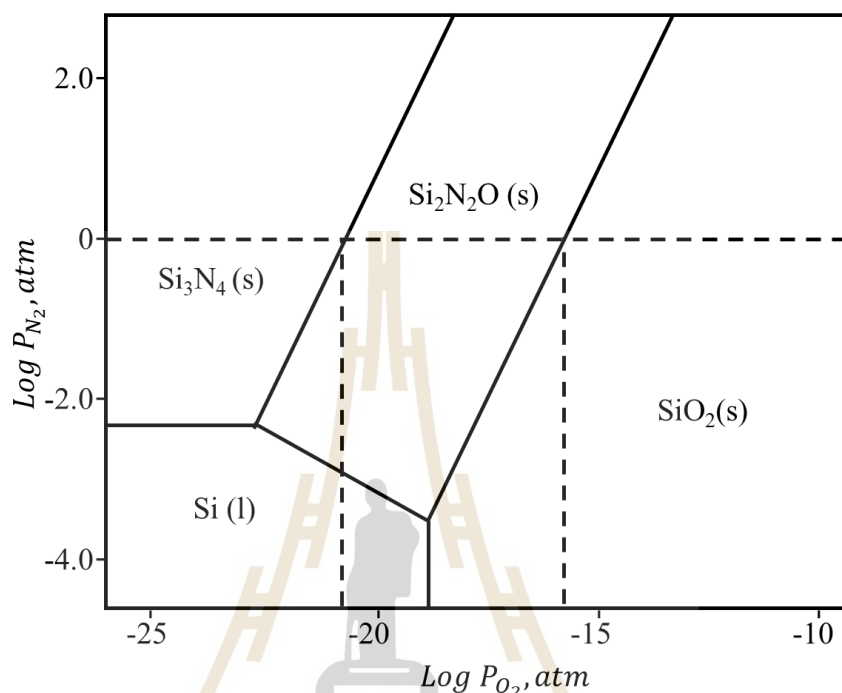
ในสภาวะสมดุลของระบบ Si-C-N-O ที่มีสามเฟส ได้แก่ เฟสของแข็ง เฟสของเหลว และเฟสแก๊ส ความเสถียรของเฟสถูกคำนวณโดยที่ค่าความสัมพันธ์ $ac = 1$ ที่อุณหภูมิ 1673 และ 1973 เคลวิน ตัวอย่างเช่น เมื่อคำนวณสมดุลเฟส $Si_3N_4/Si_2N_2O/SiC$ /ก๊าซ ได้ตั้งปฏิกิริยาในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ปฏิกิริยาสมดุลในระบบ Si-C-N-O

ลำดับปฏิกิริยาเคมี	ปฏิกิริยา
[1]	$\beta-Si_3N_4 + 3C(s) = 3\beta-SiC + 2N_2(g)$
[2]	$4\beta-Si_3N_4 + 3O_2(g) = 6Si_2N_2O(s) + 2N_2(g)$
[3]	$\beta-Si_3N_4 + 3O_2(g) = 3SiO_2(c) + 2N_2(g)$
[4]	$2Si_2N_2O(s) + 4C(s) = 4\beta-SiC + O_2(g) + 2N_2(g)$
[5]	$2Si_2N_2O(s) + 3O_2(g) = 4SiO_2(c) + 2N_2(g)$
[6]	$SiO_2(c) + C(s) = \beta-SiC + O_2(g)$
[7]	$3Si(l) \text{ or } (s) + 2N_2(g) = \beta-Si_3N_4$
[8]	$4Si(l) \text{ or } (s) + 2N_2(g) + O(g) = 2Si_2N_2O(s)$
[9]	$Si(l) \text{ or } (s) + O_2(g) = SiO_2(c)$

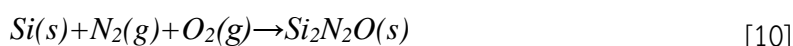
ตัวอย่างของแผนภาพความเสถียรในรูปที่ 2.9 แสดงแผนภาพเสถียรภาพเมื่อ $ac = 1$ และ $T = 1723$ เคลวิน คุณลักษณะที่สำคัญที่สุดของแผนภาพคือผลกระทบของความดันไนโตรเจนและอุณหภูมิต่อความเสถียรของเฟส Si_3N_4 เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเพื่อหลีกเลี่ยงการก่อตัวของเฟส Si_2N_2O จำเป็นต้องให้ความดันไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นและยังคงทำได้ยาก ภาพที่ 2.13 แสดงแผนภาพ

ความเสถียรของเฟสความดันออกซิเจนและไนโตรเจนบางส่วนของกลไกการเกิด Si_3N_4 เมื่อ $a_c = 1$ และ $T = 1,723$ เคลวิน สามารถเป็นแนวทางในการเผาเซรามิกได้



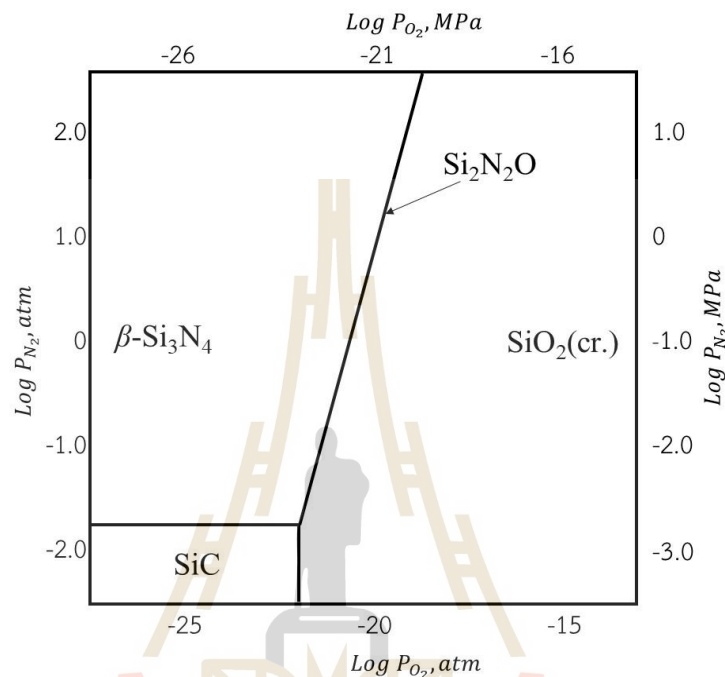
รูปที่ 2.9 แผนภาพความเสถียรของเฟสเป็นฟังก์ชันของความดันบางส่วนของไนโตรเจนและออกซิเจนที่ $a_c = 1$ และอุณหภูมิ 1,723 เคลวิน

การเกิดเฟสซิลิกอนออกไซด์ไนไตรด์ ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) ที่ 1417.8 เคลวิน ดังแสดงในรูปที่ 2.10 โดยไม่เกี่ยวข้องกับความดันของไนโตรเจนและออกซิเจนอาจเกิดจากการผสมกันของซิลิคอน (Si) และไนโตรเจน (N_2) พร้อมกับออกซิเจน (O_2) ในสถานะที่ไม่มีการควบคุมการไหลของไนโตรเจนและออกซิเจนอย่างเคร่งครัด (Long et al., 2016) โดยปฏิกิริยาเคมีถูกแสดงในสมการที่ [10]



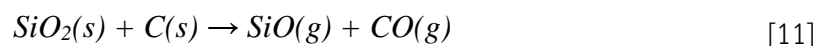
ในสถานะที่ไม่มีการควบคุมการไหลของไนโตรเจนและออกซิเจน การสร้างเฟสซิลิกอนออกไซด์ไนไตรด์ ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) สามารถเกิดขึ้นได้ในระบบโดยอัตโนมัติ โดยไม่จำเป็นต้องมีการควบคุมความดันของไนโตรเจนและออกซิเจน ในทางกลับกัน เมื่อความดันของไนโตรเจนต่ำและค่าความประสิทธิภาพ

คงที่ (ac) เท่ากับ 1 อีกหนึ่งสารสนเทศที่สามารถปรากฏได้คือซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) หรือซิลิคอนในรูปของของแข็ง (Si(s)) โดยซิลิคอนนี้อาจปรากฏขึ้นในเกณฑ์ความดันไนโตรเจนที่ต่ำและค่าความประสิทธิภาพคงที่ที่สูงขึ้น

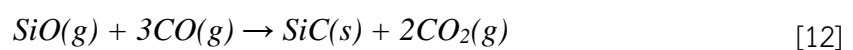


รูปที่ 2.10 แผนภาพความเสถียรของเฟสเป็นฟังก์ชันของความดันบางส่วนของไนโตรเจนและออกซิเจนที่ $T = 1417.8 \text{ K}$ และ $ac = 1$

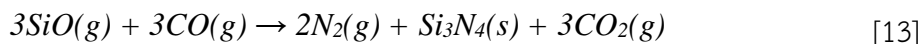
การก่อตัวของ SiC, Si_3N_4 และ $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ทั้งหมดมีความเกี่ยวข้องกับการก่อตัวของ SiO_2 ซึ่งเป็นกระบวนการสำคัญในการสร้างวัสดุเหล่านี้ ขั้นตอนแรกเริ่มต้นด้วยการเกิด $\text{SiO}(\text{g})$ ผ่านการตอบสนองระหว่าง $\text{SiO}_2(\text{s})$ และ $\text{C}(\text{s})$ ตามสมการ:



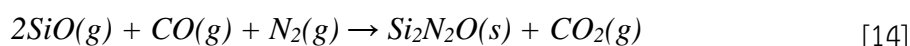
จากนั้น $\text{SiO}(\text{g})$ จะเข้าสู่ขั้นตอนการสร้างเฟสต่าง ๆ ตามสมการต่อไปนี้:
ผ่านการสะสมกับ $\text{CO}(\text{g})$ เพื่อสร้าง $\text{SiC}(\text{s})$ ตามสมการที่ 12



ผ่านการสะสมกับ CO(g) และ N₂(g) เพื่อสร้าง Si₃N₄(s) ตามสมการที่ 13



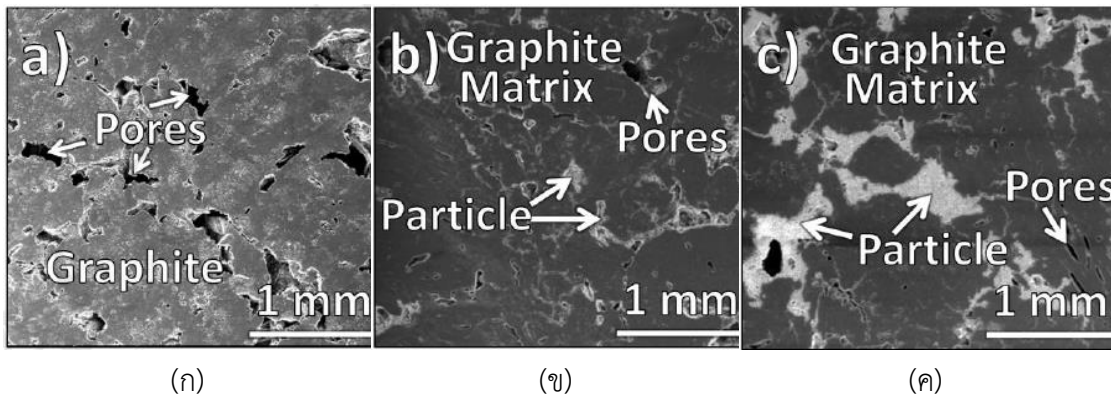
ผ่านการสะสมกับ CO(g) และ N₂(g) เพื่อสร้าง Si₂N₂O(s) ตามสมการที่ 14



ดังนั้นการสร้าง SiC, Si₃N₄ และ Si₂N₂O จึงเกิดจากการก่อตัวของ SiO(g) และสารประกอบอื่น ๆ ที่มีอยู่ในสถานะก๊าซ โดย SiO(g) จะมีความสัมพันธ์กับความเสถียรของเฟสและกระบวนการแปรรูปวัสดุต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในระบบนั้นๆ โดยการควบคุมความดันของ SiO(g) อาจเป็นส่วนสำคัญในกระบวนการสร้างวัสดุในสถานะและเงื่อนไขที่แตกต่างกันไป

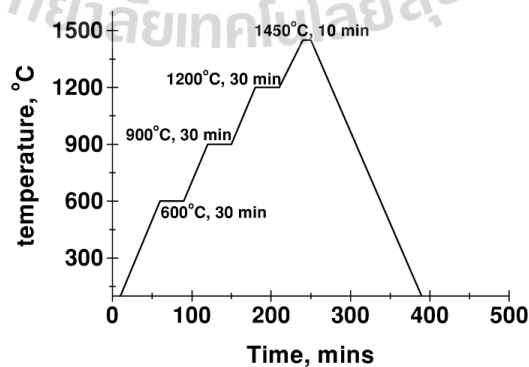
2.9 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

(M. A. Hernandez, 2019) ได้ทำการแทรกซึมผิวของกราฟิตด้วยสารละลายซิลิกอน เพื่อสร้างคอมโพสิตกราฟิตที่เสริมด้วยซิลิกอนคาร์ไบด์ และซิลิกอนไนไตรต์ โดยวิธีการควบคุมบรรยากาศภายในเตาเผาด้วยก๊าซอาร์กอนและไนโตรเจนตามลำดับ เพื่อเพิ่มความต้านทานการสึกหรอของโครงสร้างกราฟิต ผลที่ได้พบว่า SiC และ Si₃N₄ เข้าไปแทรกซึมอยู่ในบริเวณรูพรุนของกราฟิต ดังรูปที่ 2.11 ซึ่งอัตราการสึกหรอของกราฟิตที่เสริม SiC และ Si₃N₄ คือ 77.7 และ 42.8 μm³/Nmm ตามลำดับ วัดโดยใช้การทดสอบ Pin-on-disc แบบไม่หล่อลื่น ซึ่งมีค่าที่ต่ำกว่าอัตราการสึกหรอของกราฟิตตั้งต้น (174 μm³/Nmm) ประมาณ 55% และ 75% ความแข็งที่เกิดขึ้นหลังการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์เพิ่มขึ้นเป็น 171.6 ± 17.1 เมกะปาสคาล โดยมีความแข็งตั้งต้นอยู่ที่ 58.6 ± 8.1 เมกะปาสคาล ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายของวัสดุผสมมีค่าใกล้เคียงกับค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายของกราฟิตที่ไม่มีการเสริมแรง โดยแสดงค่า ~0.17 และพบว่าปัจจัยที่ช่วยให้การแทรกซึมที่ประสบความสำเร็จและการกระจายตัวของกำลังเสริมที่เป็นเนื้อเดียวกันในรูพรุน คือการใช้สุญญากาศในระหว่างการแทรกซึม ซึ่งจะช่วยขจัดอากาศที่ตกค้างออกจากรูพรุนของบล็อกกราฟิต และทำให้การแทรกซึมของสารละลายเข้าไปในรูพรุนของกราฟิตได้ง่ายขึ้น



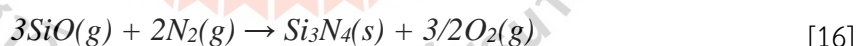
รูปที่ 2.11 บริเวณรูพรุนของกราฟไฟต์ (ก) ก่อนเสริมแรง (ข) เสริมแรงด้วย SiC (ค) เสริมแรงด้วย Si_3N_4

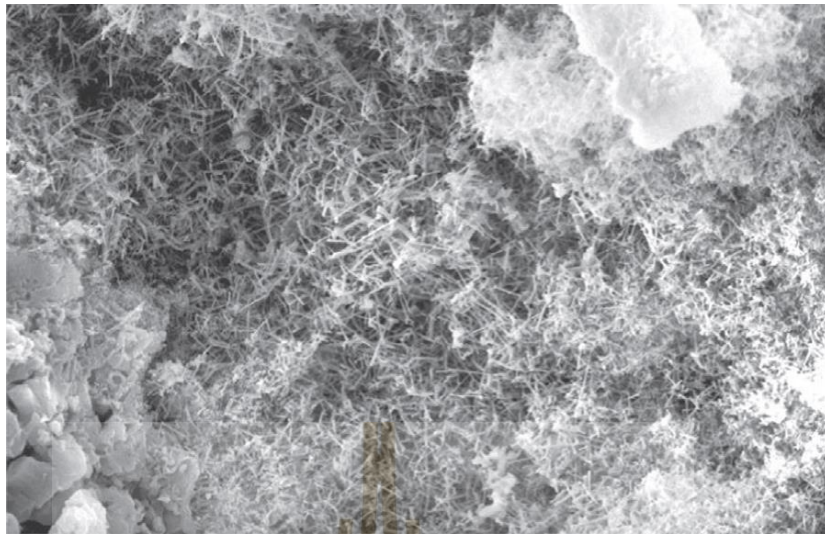
(Fang, Yin, Zhu, Jeon, & Hahn, 2001) ศึกษาผลกระทบวัสดุคาร์บอนและวัสดุคาร์บอนคอมโพสิตที่เคลือบผิวด้วยอะลูมิเนียม ก่อนที่จะใช้วิธีจุ่มในสารละลายซิลิกอนที่ผสมโพลีไวนิล-บิวทิล (PVB) ซึ่งเป็นสารช่วยยึดเกาะ จากนั้นให้อุณหภูมิเหนือจุดหลอมเหลวของซิลิกอนที่ 1,450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.12 เพื่อทำการแทรกซึมซิลิกอน ผลพบว่าการเคลือบวัสดุคาร์บอนนั้นมีสารละลายซิลิกอนเข้าไปภายในชิ้นงานมากเกินไป และเกิดรอยร้าวจำนวนมากภายในชิ้นงาน ส่งผลให้กำลังรับแรงดึงของวัสดุคาร์บอนลดลงอย่างมาก เมื่อเทียบกับคาร์บอนคอมโพสิตที่เคลือบด้วยอะลูมิเนียมมีสารละลายแทรกซึมเข้าไปในคอมโพสิตเพียงเล็กน้อย และความแข็งแรงต่อการโค้งงอส่วนใหญ่ยังคงมีอยู่หลังจากการแทรกซึมสารละลายซิลิกอน และพบว่าสารเติมแต่งอย่างอะลูมิเนียมไม่ส่งผลต่อการก่อตัวของการเพิ่มขึ้นของซิลิกอนคาร์บอน (SiC)



รูปที่ 2.12 วัฏจักรความร้อนที่ใช้ในการแทรกซึมของซิลิกอนเหลวเข้าไปในคาร์บอนและคาร์บอนคอมโพสิต

(Long et al., 2016) ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสร้างวัสดุ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ โดยการตอบสนอง Si กับ N_2 เพื่อสร้าง Si_3N_4 เป็นขั้นตอนสำคัญในการผลิตวัสดุเซรามิกที่มีสมบัติที่ดี งานวิจัยได้สรุปว่าการกระจายที่ไม่สม่ำเสมอของ Si_3N_4 ในวัสดุ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ เกิดจากความแตกต่างในความดันย่อยของ SiO และออกซิเจนในส่วนต่าง ๆ ของบล็อก การวิเคราะห์ทฤษฎีจะช่วยให้เข้าใจปัจจัยที่ส่งผลต่อการกระจายที่ไม่สม่ำเสมอของ Si_3N_4 ในวัสดุ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ และช่วยในการพัฒนาวัสดุที่มีคุณภาพดี การสร้างวัสดุ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ มีความสำคัญในการใช้เป็นวัสดุทนต่อความร้อนในเตาหลอมเหล็ก โดยเฉพาะ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ เนื่องจากมีความแข็งแรงและต้านการเปลี่ยนรูปดี สมบัติทางความร้อนที่ดี ความต้านทานต่อการกระแทก และความเสถียรทางเคมีในอุณหภูมิสูง ในงานวิจัยวัสดุ $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ ถูกสร้างขึ้นด้วยวิธีการกดผสม SiC และผงซิลิคอนละเอียดเข้าด้วยกันด้วยส่วนผสมเข้มข้น แล้วทำการเผา โดยใช้อุณหภูมิการเผาอยู่ที่ประมาณ 1723 K (1450 องศาเซลเซียส) ในขณะที่เผาไหม้ Si จะเปลี่ยนเป็น Si_3N_4 ซึ่งเป็นส่วนผสมระหว่างเกรน SiC ในขั้นตอนการผลิต โดย Si ตอบสนองกับออกซิเจน (O_2) ทำให้เกิด $\text{SiO}(g)$ ดังสมการที่ [15] ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการออกซิเดชัน และ $\text{SiO}(g)$ จะทำปฏิกิริยากับไนโตรเจน (N_2) เพื่อสร้าง $\text{Si}_3\text{N}_4(s)$ ดังสมการที่ [16] ที่มีลักษณะที่แตกต่างกัน คือ Fibroid และ Columnar ดังรูปที่ 2.13(ก) และ 2.13(ข) ตามลำดับ ซึ่งเป็นกระบวนการสร้างวัสดุ Si_3N_4 ในระบบ ดังนั้น ในขั้นตอนนี้ Si เป็นวัสดุเริ่มต้นที่ใช้ในการผลิต $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ และเป็นสารที่ช่วยลดอุณหภูมิที่ต้องการในการเกิดปฏิกิริยาตอบสนองในกระบวนการเผาไหม้





(ก) สัณฐานวิทยาแบบ Fibroid ของ α -Si₃N₄

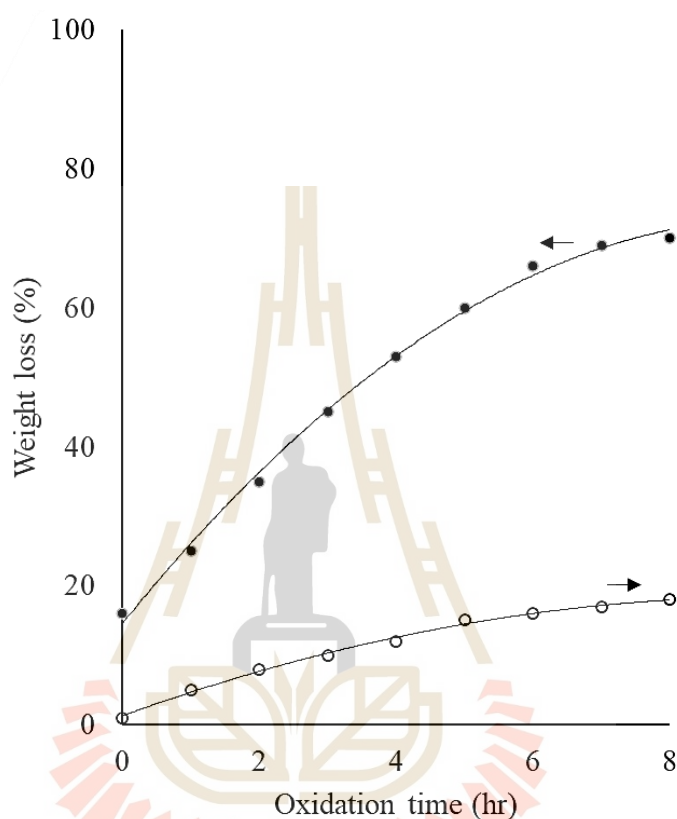


(ข) สัณฐานวิทยาแบบ Columnar ของ β -Si₃N₄

รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย SEM ของปฏิกิริยาพันธะ Si₃N₄

(Chunhe & Jie, 1995) ได้ทำการศึกษาความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน ของกราฟิต์ โดยการเคลือบผิวกราฟิต์ด้วยซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ใช้วิธีเคลือบในสุญญากาศหรือบรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิ 1,000 และ 1,500 องศาเซลเซียส ผลวิจัยแสดงให้เห็นว่ากราฟิต์ที่ไม่ถูกเคลือบเมื่อถูกให้อุณหภูมิที่ 1,000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง กราฟิต์ถูกเผาไหม้ร้อยละ 68 โดยน้ำหนัก เมื่อ

เปรียบเทียบกันกราฟไฟต์ที่เคลือบผิวหายไปเพียงร้อยละ 1.7 โดยน้ำหนัก และร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก ที่ 1,500 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง เนื่องจากกราฟไฟต์ดั้งเดิมมีรูพรุนมากกว่า ทำให้ขอบรูพรุนที่มีความบางเกิดการไหม้ก่อน น้ำหนักที่ลดลงเป็นไปตามรูปที่ 2.14

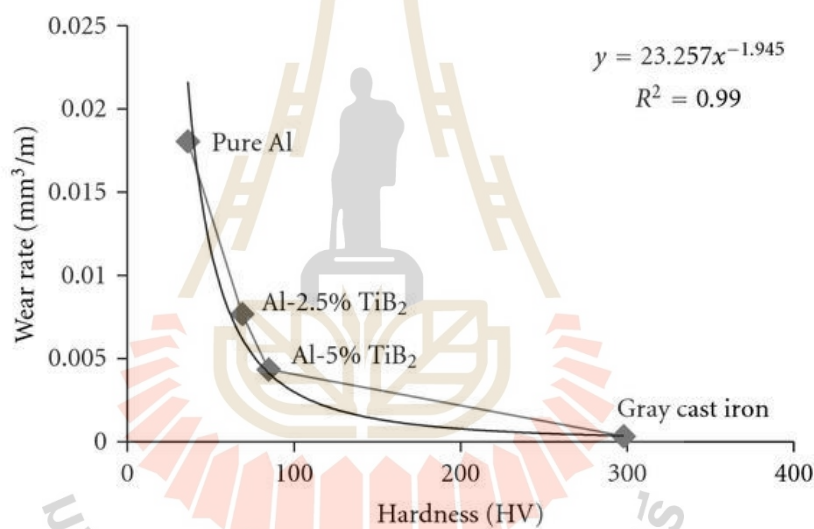


รูปที่ 2.14 กราฟการลดลงของน้ำหนักของลูกบอลกราฟไฟต์เคลือบ SiC และกราฟไฟต์ฐานที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส โดยที่ กราไฟต์ฐาน (●) กราไฟต์เคลือบ (○)

(Zhang, Li, Liu, & Cheng, 2008) ทำการศึกษาเพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงและความแตกต่างในโครงสร้างสัณฐานวิทยาของกราฟไฟต์ตัวอย่างที่เคลือบผิวด้วย PVC โดยการเคลือบกราฟไฟต์ธรรมชาติกับ PVC และพ็อกซีโพเพนแล้วกวนด้วยอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที PVC สามารถเข้าไปในรอยแตกของพื้นผิวของกราฟไฟต์จากนั้นทำการคาร์บอนเซชันภายใต้บรรยากาศเฉื่อย โดยให้อุณหภูมิที่ต่างกัน ทำการวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซึ่งผลของการทดลองสัณฐานวิทยาของกราฟไฟต์มีความหนาแน่นมากขึ้น และปริมาตรของรูพรุนเล็กลง

(Eom et al., 2019) ศึกษาการวิวัฒนาการโครงสร้างของกราฟไฟต์ในช่วง cellulose nanocrystal จากการทำปฏิกิริยาคาร์บอนเซชันที่อุณหภูมิ 1,000 ถึง 2,500 องศาเซลเซียส โดยใช้ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ 2 ลิตรต่อนาที ผลพบว่าผลึกของกราฟไฟต์จะใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิคาร์บอนเซชันเพิ่มขึ้น

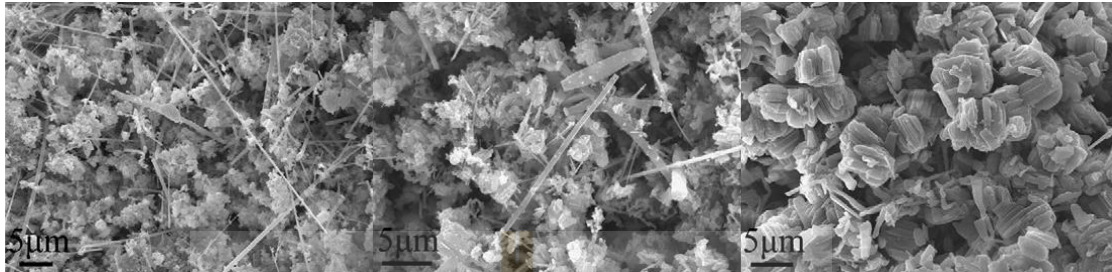
(Dhokey & Rane, 2011) ได้ทำการเสริมแรงอะลูมิเนียมด้วย TiB₂ เพื่อสร้างวัสดุทนแทนเหล็กหล่อสีเทา โดยทำการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติทางกลกับพฤติกรรมของการสึกหรอของวัสดุที่แตกต่างกัน จากการศึกษาพบว่าอัตราการสึกหรอของวัสดุคอมโพสิตนั้นลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับกับ ความแข็งที่เพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ผลของความแข็งต่ออัตราการสึกหรอของคอมโพสิต

(Ji et al., 2014) ศึกษาผลกระทบของการก่อตัวของซิลิกอนไนไตรด์ที่อุณหภูมิต่ำ 1,400 ถึง 1,500 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งพบว่ามีเกิดการเกิดซิลิกอนไนไตรด์ที่แบ่งตามสัณฐานวิทยาได้ 2 รูปแบบ คือ Whiskers และผลึกที่มีลักษณะเรียงกันเป็นแนวสั้นมีหน้าตัดหกเหลี่ยม โดย Whiskers เกิดจากปฏิกิริยาเฟสก๊าซที่เกี่ยวข้องกับ SiO ซึ่งพบว่าผลึกแอลฟา (α) มีลักษณะเป็น Whiskers สังเกตได้ในรูปที่ 2.16(ก) จัดให้เป็นแอลฟาซิลิกอนไนไตรด์ (α -Si₃N₄) และการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1,450 องศาเซลเซียส Whiskers ลดลงอย่างเห็นได้ชัด (รูปที่ 2.16(ข)) ซึ่งบ่งชี้ว่าปริมาณของผลึก α ลดลง และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1,500 องศาเซลเซียส แทบจะสังเกตไม่เห็น Whiskers เลย

แต่สังเกตเห็นผลึกไมโครเรียงเป็นแนวเส้นที่มีขนาดอนุภาค 3–10 ไมโครเมตร (รูปที่ 2.16(ค)) ซึ่งจัดว่าเป็นเบต้าซิลิกอนไนไตรด์ (β -Si₃N₄)



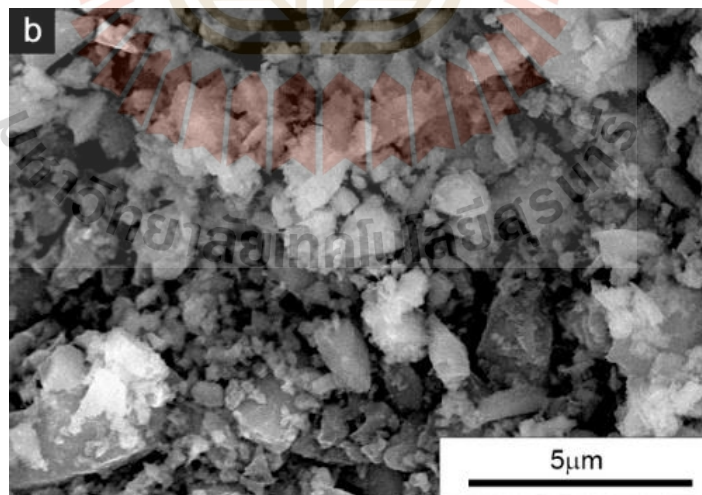
(ก) 1,400 องศาเซลเซียส

(ข) 1,450 องศาเซลเซียส

(ค) 1,500 องศาเซลเซียส

รูปที่ 2.16 ภาพถ่าย SEM ของ Si₃N₄ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

(Kostecki, Petrus, Płociński, & Olszyna, 2022) ลักษณะสัณฐานวิทยาของ β -SiC มีการกระจายขนาดอนุภาคที่ค่อนข้างใหญ่ และเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 0.8 μ m มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ มีลักษณะเรียบ แข็งแรง และมีโครงสร้างที่สม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.17



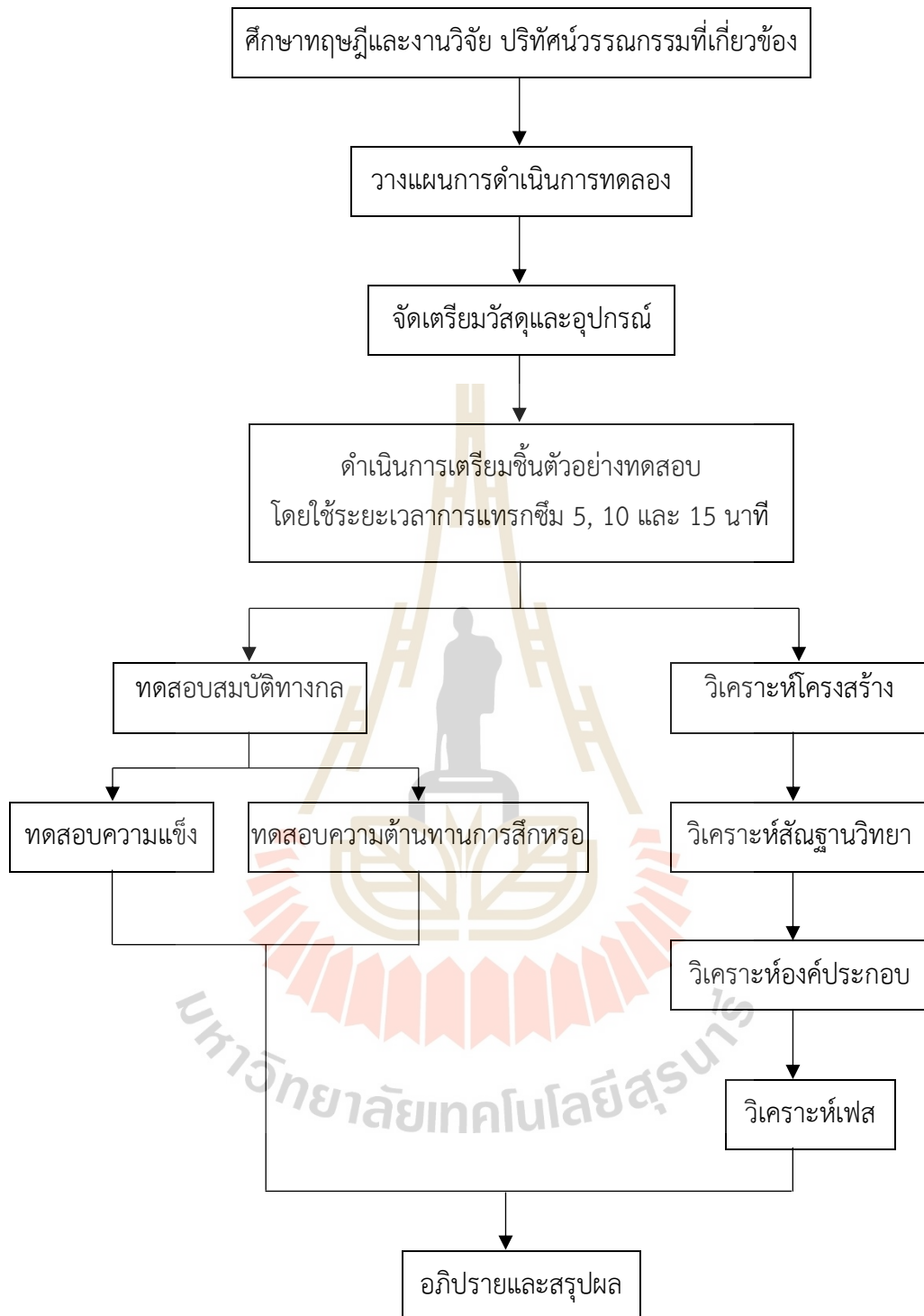
รูปที่ 2.17 สัณฐานวิทยาของ β -SiC

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ดำเนินการเพื่อศึกษาการปรับปรุงสมบัติทางกลของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยการแทรกซึมสารละลายซิลิกอนซัน (Silicon Slurry Infiltration) โดยศึกษาสมบัติความแข็งและการต้านทานการสึกหรอ และศึกษาผลกระทบของเวลาในการแทรกซึมสารละลายต่อระยะการแทรกซึม จากนั้นวิเคราะห์สัณฐานวิทยา ธาตุ องค์ประกอบ และเฟส ที่เปลี่ยนไปของวัสดุก่อนและหลังการแทรกซึมสารละลายซัน ทั้งนี้ผู้วิจัยได้ศึกษาหลักการแทรกซึมสารละลายและศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องมาอย่างเข้าใจ เพื่อนำมาสู่การเลือกวิธีการ วัสดุ อุปกรณ์ การทดสอบสมบัติทางกล โครงสร้างและสัณฐานวิทยาของซิลิกอน รายละเอียดงานวิจัยดังต่อไปนี้

- 3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย
- 3.2 การเตรียมตัวอย่าง (Sample Preparation)
- 3.3 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง
- 3.4 การวิเคราะห์ผลการทดสอบ



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย (Materials)

3.1.1.1 บล็อกกราไฟต์ เกรด PX-408

3.1.1.2 ผงซิลิกอน 325 เมช จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย (Chemicals)

3.1.2.1 เอทานอล 99.9%

3.1.2.2 Polyvinyl Butyral B-98 (PVB) จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.3.1 เตาเผาวัสดุทางการแพทย์แบบท่อ (High Temperature Tube Furnaces)

ยี่ห้อ Carbolite รุ่น CTF18/300

3.1.3.2 เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) สำหรับกวนสารละลาย

3.1.3.3 เครื่องซีลสุญญากาศที่ควบคุมบรรยากาศภายในได้

3.1.3.4 เครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิก

3.1.3.5 เครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test Machine)

3.1.3.6 เครื่องทดสอบไตรโบมิเตอร์ (Tribometer Testing) ยี่ห้อ Bruker รุ่น UMT

TriboLab™

3.1.3.7 เครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบสามมิติ (3D Optical Profilometer) ยี่ห้อ

Keyence รุ่น VR-6000

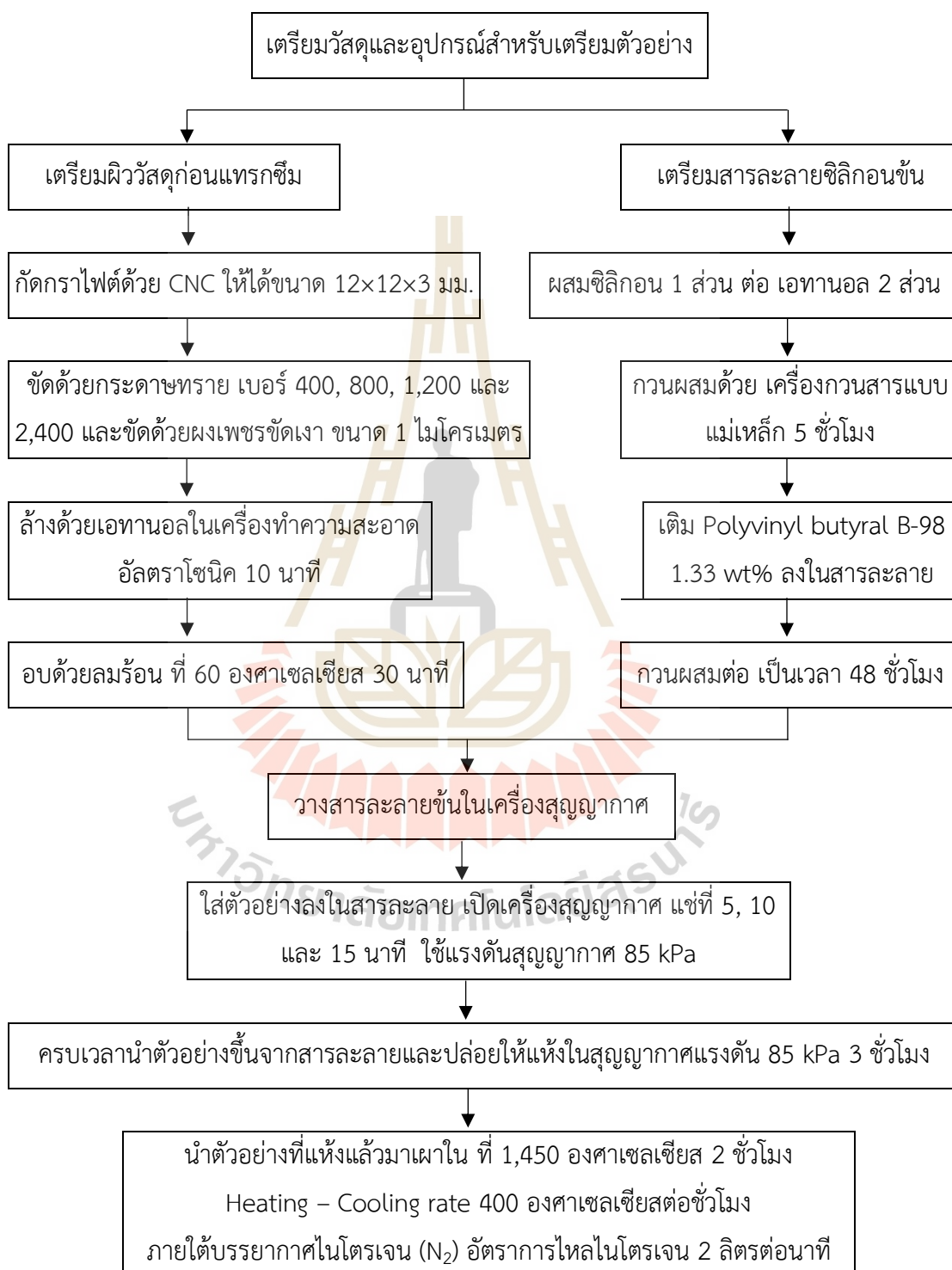
3.1.3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) สำหรับวิเคราะห์สัณฐานของวัสดุ และเครื่องวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบ (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer : EDX) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI G2 20 S-TWIN

3.1.3.9 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer : XRD) เพื่อตรวจสอบเฟสของวัสดุ ยี่ห้อ Bruker รุ่น D2 PHASER

3.2 การเตรียมตัวอย่าง (Sample Preparation)

การเตรียมตัวอย่างในการศึกษานี้สามารถแบ่งขั้นตอนออกเป็น 3 ขั้นตอนหลัก คือ การเตรียมผิววัสดุก่อนแทรกซึม การเตรียมสารละลายซิลิกอน และการแทรกซึมผิวของกราไฟต์ด้วยสารละลายซิลิกอน ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างถูกแสดงในรูปที่ 3.2 สำหรับการศึกษานี้ได้เปรียบเทียบกับ

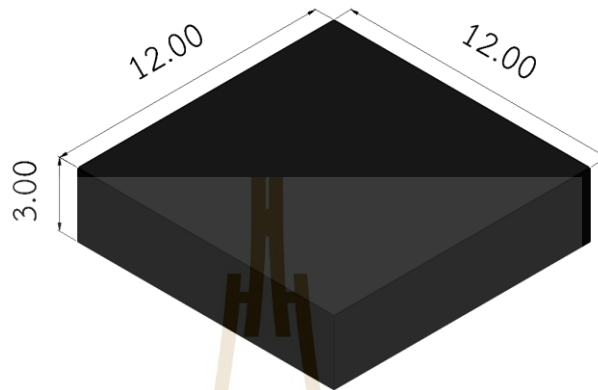
ผลของความแข็ง ความต้านทานการสึกหรอ องค์ประกอบและโครงสร้างเฟส และระยะเวลาแทรกซึมของกราฟไฟต์ก่อนและหลังการแทรกซึมด้วยซิลิกอน



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดสอบ

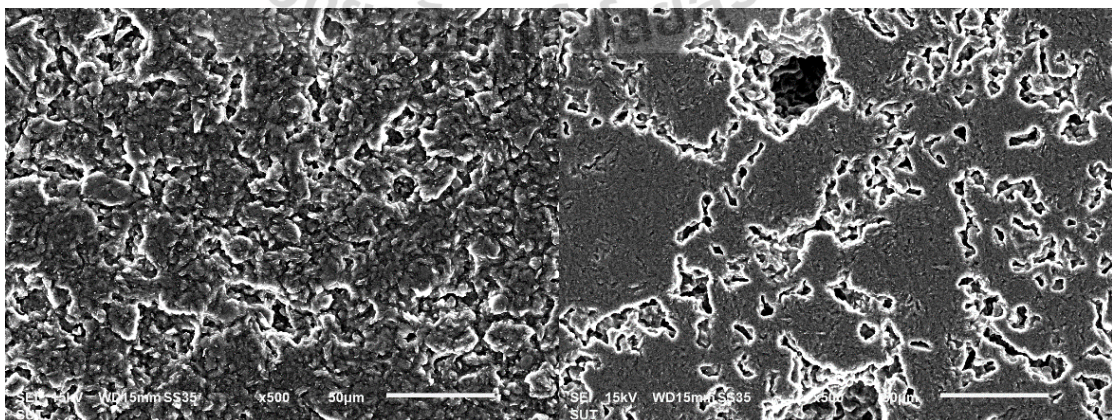
3.2.1 การเตรียมผิววัสดุก่อนแทรกซึม

3.2.1.1 เตรียมตัวอย่างกราฟาไฟต์ขนาดความกว้าง 12 มิลลิเมตร ยาว 12 มิลลิเมตร และหนา 3 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องกัด CNC โดยกัดแบบแท่ง ตัวอย่างกราฟาไฟต์แสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ขนาดของตัวอย่างทดสอบ

3.2.1.2 ชัดตัวอย่างด้วยกระดาษทราย เบอร์ 400 800 1,200 และ 2,400 ตามลำดับ และขัดเงาด้วยผงเพชรขัดเงาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ไมโครเมตร และ 0.5 ไมโครเมตร พื้นผิวกราฟาไฟต์ก่อนและหลังการขัดถูกแสดงในรูปที่ 3.4ก และ 3.4ข ตามลำดับ จะสังเกตเห็นว่าหลังจากการขัดเตรียมผิวแล้วรูพรุนของกราฟาไฟต์ปรากฏชัดขึ้นเมื่อเทียบกับกราฟาไฟต์ที่ไม่ได้ขัดผิว



รูปที่ 3.4ก SEM ของกราฟาไฟต์ก่อนขัดเตรียมผิว รูปที่ 3.4ข SEM ของกราฟาไฟต์หลังขัดเตรียมผิว

3.2.1.3 นำตัวอย่างที่ซัดแล้วทำความสะอาดด้วยเอทานอลในเครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 การทำความสะอาดกราฟิต์ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก

3.2.1.4 ทำให้ตัวอย่างแห้งด้วยเตาอบลมร้อน (Universal Oven) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

3.2.2 การเตรียมสารละลายซิลิกอนชั้น

3.2.2.1 ผสมผงซิลิกอน (Silicon Powder) เข้ากับเอทานอล ในอัตราส่วนการผสม เป็น 1 ต่อ 2 โดยน้ำหนัก (ผงซิลิกอนต่อเอทานอล) และทำการกวนผสมด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.6 เพื่อให้ผงซิลิกอนกระจายอย่างสม่ำเสมอ

3.2.2.2 เมื่อกวนผสมสารละลายซิลิกอนครบเวลาที่กำหนด เติม Polyvinyl Butyral B-98 (PVB-98) ซึ่งเป็นสารที่ช่วยในการยึดเกาะ ในปริมาณร้อยละ 1.33 โดยน้ำหนัก ลงในสารละลาย และทำการกวนต่อเป็นเวลา 48 ชั่วโมง



รูปที่ 3.6 การกวนสารละลายโดยใช้เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก

3.2.3 การแทรกซึมผิวของกราฟิตด้วยสารละลายซิลิกอน

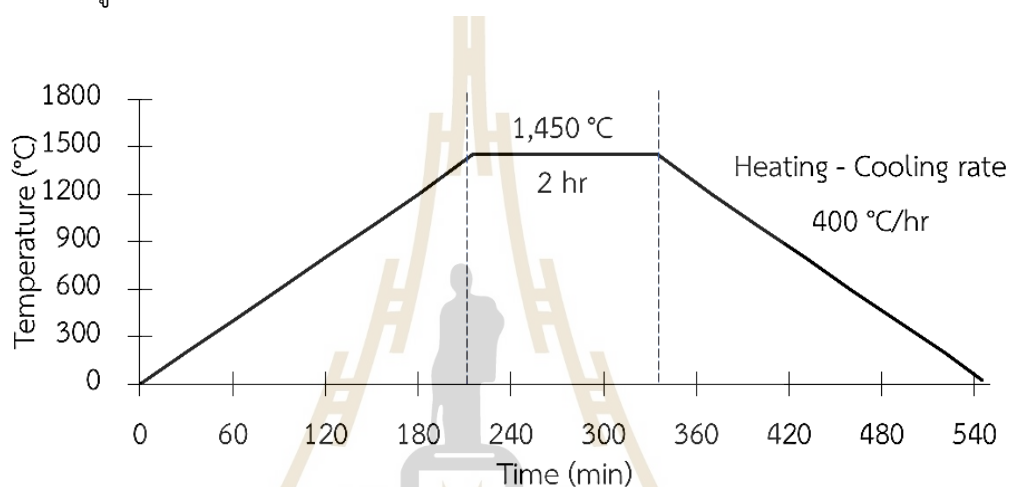
3.2.3.1 เมื่อเตรียมสารละลายซิลิกอนและกราฟิตเรียบร้อยแล้ว นำสารละลายซิลิกอนเข้าเครื่องสุญญากาศ (Vacuum Chamber) จากนั้นนำกราฟิตที่เตรียมไว้แช่ลงในสารละลายซิลิกอนที่อยู่ในเครื่องสุญญากาศ และปรับใช้แรงดันสุญญากาศที่ 85 kPa เมื่อแรงดันสุญญากาศถึง 85 kPa และดำเนินการจับเวลา โดยมีระยะเวลาในการแทรกซึมที่แตกต่างกัน คือ 5 10 และ 15 นาที ดังรูปที่ 3.7 เพื่อลดอากาศที่อยู่ภายในรูพรุนของกราฟิตออก และทำให้สารละลายซิลิกอนสามารถแทรกซึมเข้าไปแทนที่รูพรุนได้ง่ายขึ้น



รูปที่ 3.7 การใช้เครื่องสุญญากาศที่แรงดัน 85 kPa

3.2.2.2 เมื่อทำการแช่กราฟไฟต์ครบกำหนดแต่ละเวลาแล้ว ทำการนำกราฟไฟต์ออกจากสารละลายและปล่อยให้แห้งในเครื่องสูญญากาศ โดยใช้แรงดัน 85 kPa เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.2.2.3 เมื่อครบเวลาที่กำหนดตามขั้นตอนที่ 3.2.2.2 นำกราฟไฟต์ตัวอย่างที่แห้งแล้วมาเผาในเตาเผา ดังรูปที่ 3.9 โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยควบคุมบรรยากาศในเตาบรรยากาศไนโตรเจน (N_2) ด้วยความดัน 1 atm เพื่อสร้างกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรต์ (Si_3N_4) ด้วยการอัตราการไหลไนโตรเจน 2 ลิตรต่อนาที ใช้อัตราการให้ความร้อนดังรูปที่ 3.8

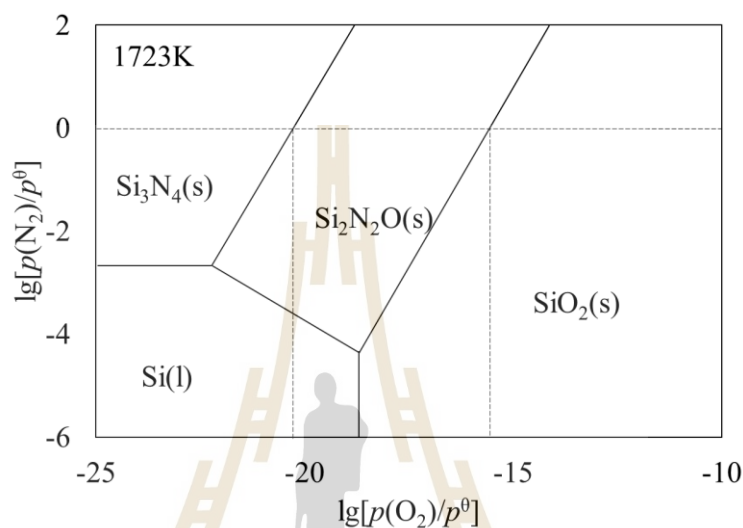


รูปที่ 3.8 อัตราการให้ความร้อนสำหรับปฏิกิริยาไนโตรเดชั่น



รูปที่ 3.9 เตาเผาวัสดุทางการแพทย์แบบท่อ (High temperature tube furnaces) ยี่ห้อ Carbolite รุ่น CTF18/300

จากรูปที่ 3.10 แผนภาพความเสถียรของระบบเฟส Si-O-N ที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส แสดงความดันบางส่วนของออกซิเจน (O_2) และไนโตรเจน (N_2) ในการสร้าง Si_3N_4 ตามแผนภาพเฟสความเสถียรภายใต้ p_{O_2} จำเป็นต้องต่ำกว่า $10^{-20.20}$ atm และควบคุมความเสถียรของไนโตรเจนที่ความดัน p_{N_2} ที่ 10^0 atm เท่านั้น (Long et al., 2016)



รูปที่ 3.10 แผนภาพความเสถียรของเฟสของระบบ Si-O-N ที่ 1,450 องศาเซลเซียส ของแรงดันบางส่วนของ N_2 และ O_2

3.2.2.4 เมื่อได้กราฟที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนจากขั้นตอนที่ 3.2.2.3 นำตัวอย่างที่ได้มาขัดด้วยกระดาษทราย เบอร์ 400 800 1,200 และ 2,400 ตามลำดับ และขัดเงาด้วยอะลูมินา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ไมโครเมตร ซึ่งความหยาบผิวที่ใช้สำหรับการทดสอบความต้านทานการสึกหรอ คือ Ra 0.02 ถึง 0.05 ไมโครเมตร อ้างอิงจาก ASTM G133 (Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear) และความหยาบผิวที่ใช้สำหรับการทดสอบความแข็ง คือ RMS 0.1 ไมโครเมตร อ้างอิงจาก ASTM C1327-99 (Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics)

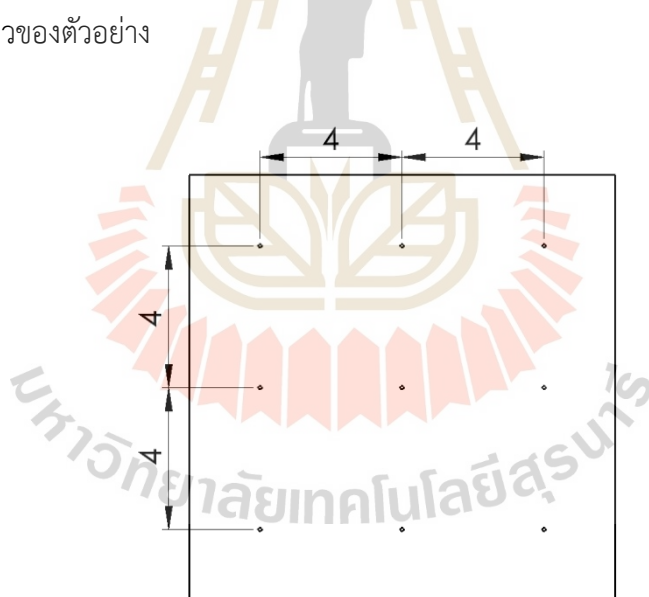
3.2.2.5 หลังจากเสร็จขั้นตอนที่ 3.2.2.4 ทำความสะอาดกราฟที่เสริมแรงด้วยเอทานอลในเครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิกเพื่อล้างสิ่งสกปรกและความมันออกจากชิ้นงาน เป็นเวลา 10 นาที

3.2.2.6 จากนั้นทำให้ตัวอย่างแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วยเตาอบลมร้อน เป็นเวลา 30 นาที

3.3 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง

3.3.1 การทดสอบความแข็ง (Hardness Testing)

การทดสอบความแข็งของกราฟไฟต์ตัวอย่างด้วยการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ จะอ้างอิงความหยาบผิว เงื่อนไขการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C1327 ที่เป็นมาตรฐานการทดสอบแรงกดของวัสดุเซรามิกขั้นสูง สำหรับมาตรฐาน ASTM C1327 ไม่ได้ระยะเวลาในการกดที่ตายตัว สามารถปรับเปลี่ยนตามลักษณะของตัวอย่างได้ตั้งแต่ 10 ถึง 15 นาที การทดสอบความแข็ง จะทำการทดสอบตัวอย่างละ 9 จุด ซึ่งแต่ละจุดจะห่างกัน 4 มิลลิเมตร (รูปที่ 3.11) บนเครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test Machine) ยี่ห้อ Future-Tech รุ่น FM-310 โดยใช้หัวกดเพชรพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมที่มีมุมรวมอยู่ที่ 136° ใช้น้ำหนักปกติ 1 กิโลกรัมแรง และระยะเวลา 15 วินาทีที่พื้นผิวของตัวอย่าง

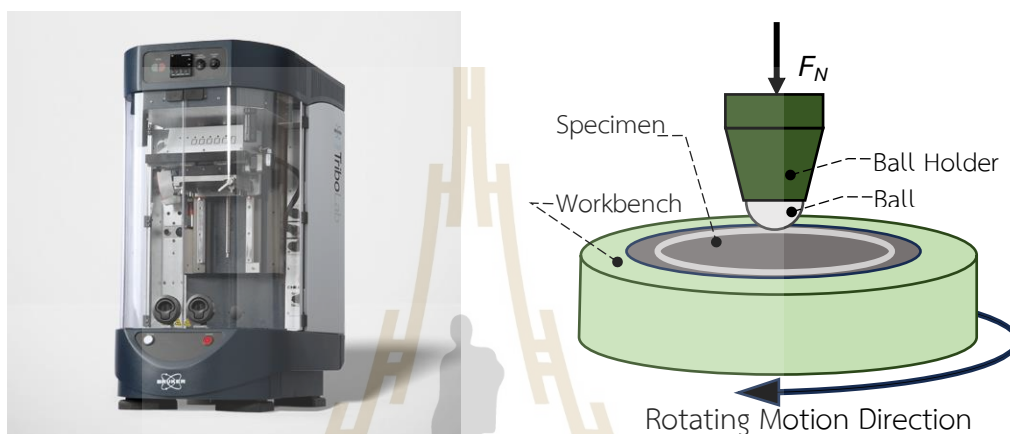


รูปที่ 3.11 แสดงระยะการกดทดสอบความแข็ง

3.3.2 การทดสอบความต้านทานการสึกหรอ (Wear Testing)

การทดสอบอัตราการสึกหรอด้วยเครื่องทดสอบไตรโบมิเตอร์ Universal Mechanical Tester (UMT) ยี่ห้อ Bruker รุ่น UMT TriboLab™ ดังรูปที่ 3.12ก การทดสอบแบบ Rotating ดังรูปที่ 3.12ข ดำเนินการโดยใช้พินรูปร่างเป็นหัวบอลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร

ทดสอบด้วยโหลดปกติที่ 8 นิวตัน ซึ่งจะสอดคล้องกับค่า Contact Pressure เท่ากับ 0.637 MPa รัศมีที่ใช้ในการทดสอบ (Wear Track Radius) 4 มิลลิเมตร ความเร็วในการเลื่อนที่ 2.5 เซนติเมตร ต่อวินาที (250 รอบต่อนาที) ระยะเวลาในการทดสอบทั้งหมด 3,600 วินาที ในห้องปรับอากาศที่ควบคุมอุณหภูมิ 23 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 50 และไม่ใช้สารหล่อลื่น ซึ่งเป็นไปตามขั้นตอนของ ASTM G99



(ก) เครื่องทดสอบไตรโบมิเตอร์

(ข) ลักษณะการขัดถูชั้นทดสอบ

รูปที่ 3.12 ลักษณะเครื่องทดสอบการสึกหรอ

3.3.2.1 การคำนวณอัตราการสึกหรอ

ปริมาณการสึกหรอของตัวอย่าง เรียกว่า Wear Track สามารถคำนวณจากความยาวของระยะทดสอบทั้งหมดและพื้นที่หน้าตัดเฉลี่ยของรอยสึกหรอ ในกรณีทดสอบแบบเคลื่อนที่เป็นวงกลม (Rotation) ตามมาตรฐาน ASTM G99 โดยการวัดพื้นที่ของรอยสึกจะวัดที่ตำแหน่งที่ระยะห่างเท่า ๆ กัน ซึ่งส่วนใหญ่ความกว้างและความลึกของรอยสึกจะมีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอตลอดความยาว การคำนวณหาค่าอัตราการสึกหรอจะคำนวณได้จากปริมาตรของรอยสึกหรอและระยะของการทดสอบทั้งหมดที่เคลื่อนที่ไป ซึ่งจะเป็นไปตามสมการที่ 3.1

$$Q = \frac{V}{S} \quad (3.1)$$

เมื่อ Q คืออัตราการสึกหรอ หรือ Wear rate (หน่วยลูกบาศก์มิลลิเมตรต่อเมตร, mm^3/m)

- V คือ ปริมาตรที่สูญเสียไป (หน่วยลูกบาศก์มิลลิเมตร, mm^3)
 S คือ ระยะการเคลื่อนที่ทั้งหมดในการทดสอบ (หน่วยเมตร, m)

3.3.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวอย่างและระยะการแทรกซึม

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวอย่างและระยะการแทรกซึม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6010LV โดยตรวจสอบการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ที่แทรกซึมอยู่บริเวณรูพรุนของกราไฟต์ ความลึกหรือระยะที่ซิลิกอนไนไตรด์แทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของกราไฟต์ ตลอดจนการตรวจสอบโครงสร้างของซิลิกอนไนไตรด์ที่ก่อตัวขึ้นระหว่างการเผาตัวอย่าง และตรวจสอบองค์ประกอบธาตุของตัวอย่างด้วยเครื่องสเปกโตรสโคปีแบบแยกกระจายพลังงาน (Energy Dispersive Spectroscopy : EDS)

3.3.4 การตรวจสอบสารประกอบของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวอย่าง ได้นำกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่ผ่านการแทรกซึมซิลิกอนไนไตรด์ที่เวลาต่างกัน 5 10 และ 15 นาที ที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส มาตรวจสอบเฟสด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction) ในช่วง 2θ มุมที่ใช้ในการตรวจสอบอยู่ที่ 10 ถึง 90 องศา กำหนดค่า Increment ที่ 0.02 องศา และ Time/Step 0.5 วินาที ต่อระดับองศา ใช้แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ $\text{Cu-K}\alpha$ พลังงาน 40 keV และกระแส 40 mA

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการทดสอบความแข็ง

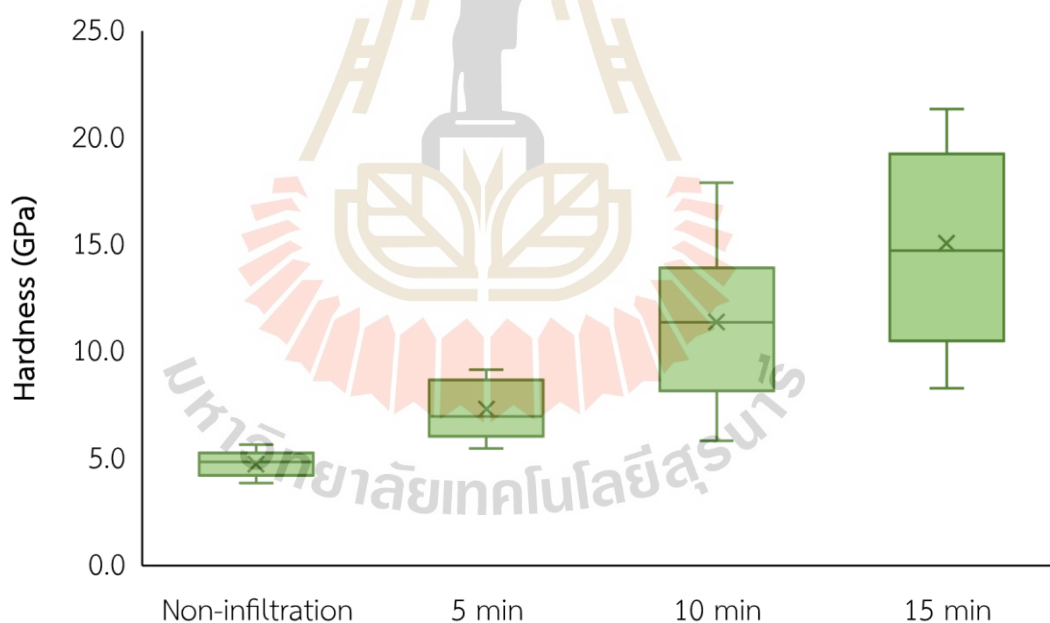
กราไฟต์ที่ผ่านการเสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) มีลักษณะดังรูปที่ 4.1 สำหรับการทดสอบความแข็งจำเป็นต้องขัดชิ้นงานให้มีความหยาบผิว RMS ไม่เกิน 0.1 ไมโครเมตร ตามมาตรฐาน ASTM C1327-99



รูปที่ 4.1 ลักษณะของกราไฟต์หลังผ่านการเสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4)

สำหรับการทดสอบความแข็งของกราไฟต์ฐานและการสังเคราะห์กราไฟต์ที่ผ่านการเสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ โดยแปลงหน่วยจาก Hv เป็น GPa (ตามมาตรฐาน ASTM C1327) ที่ระยะเวลาแทรกซึมแตกต่างกัน 5 10 และ 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.2 เห็นได้ว่ากราไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์มีความแข็งที่มากกว่ากราไฟต์ฐานอย่างชัดเจน และคาดว่าจะสูงขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อเวลาในการแทรกซึมเพิ่มมากขึ้น โดยค่าความแข็งของกราไฟต์ฐานมีความแข็งต่ำสุด คือ 4.75 ± 0.60 GPa และกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่เวลาแทรกซึมต่างกันที่ 5 10 และ 15 นาที มีค่าสูงขึ้นเป็น 7.31 ± 1.37 , 11.40 ± 3.70 และ 15.07 ± 4.89 GPa ตามลำดับ เมื่อเทียบค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานที่สูงขึ้นในเวลาแทรกซึมที่เพิ่มขึ้นแล้ว อาจเนื่องมาจากการก่อตัวซิลิกอนไนไตรด์กระจายตัวแบบสม่ำเสมอในรูพรุนของกราไฟต์

การเสริมแรงกราฟไฟต์ด้วยซิลิกอนไนไตรด์ ทำให้เกิดการเพิ่มความแข็งของวัสดุ เนื่องจากซิลิกอนไนไตรด์เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูง ซึ่งมีค่าความแข็งปกติอยู่ที่ประมาณ 35.31 GPa (J. Z. Jiang, 2001)ตามที่ระบุในรายงาน โดยการสังเคราะห์คอมโพสิตกราฟไฟต์โดยการเพิ่มซิลิกอนไนไตรด์เข้าไป เนื่องจากความแข็งของซิลิกอนไนไตรด์สูงจึงมีผลต่อความแข็งของกราฟไฟต์โดยรวม เมื่อเทียบกับกราฟไฟต์ฐานที่ไม่ได้รับการเสริมแรง การเพิ่มความแข็งนี้สามารถอธิบายได้ตามหลักการของการผสมวัสดุ เมื่อมีการผสมของอนุภาคซิลิกอนไนไตรด์ในรูปพูนของกราฟไฟต์ตามสัดส่วนที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่เกิดขึ้นในระหว่างการเสริมแรงก็เป็นปัจจัยที่ช่วยเพิ่มความแข็งของกราฟไฟต์เพิ่มขึ้นอีกด้วย เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูงเช่นกัน (P. Ge, 2019) ดังนั้น การสร้างกราฟไฟต์โดยการเสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์และซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถเพิ่มความแข็งของกราฟไฟต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ทำให้มีประสิทธิภาพในการใช้งานในสภาวะที่ต้องการความแข็งแรงและทนทานในอุตสาหกรรมต่าง ๆ



รูปที่ 4.2 แสดงค่าความแข็งวิกเกอร์เฉลี่ยของกราฟไฟต์ฐานและกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์

4.2 ผลการทดสอบการสึกหรอ

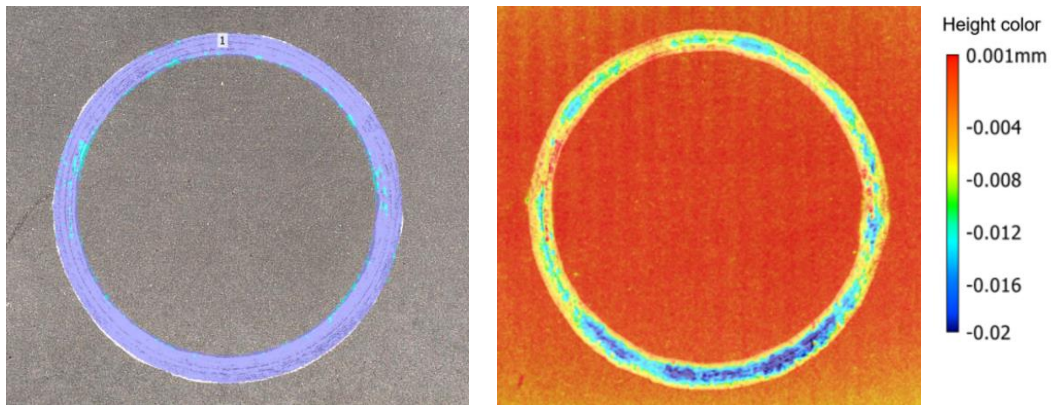
สำหรับการทดสอบการต้านทานการสึกหรอของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) ที่เวลาการแทรกซึมแตกต่างกัน ด้วยเครื่องทดสอบไตรโบมิเตอร์ Universal Mechanical Tester (UMT) ยี่ห้อ Bruker รุ่น UMT TriboLab™

การหาอัตราการสึกหรอจะใช้เครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ยี่ห้อ Keyence รุ่น VR6000 ในการหาพื้นที่และความลึกของรอยสึกหรอเพื่อคำนวณหาปริมาตรที่สึกหรอซึ่งแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.3 ถึง 4.6 ซึ่งบริเวณที่มีสีฟ้าคือร่องการสึกหรอ จากนั้นจะถูกนำมาคำนวณปริมาตรเพื่อหาอัตราการสึกหรอที่เกิดขึ้น

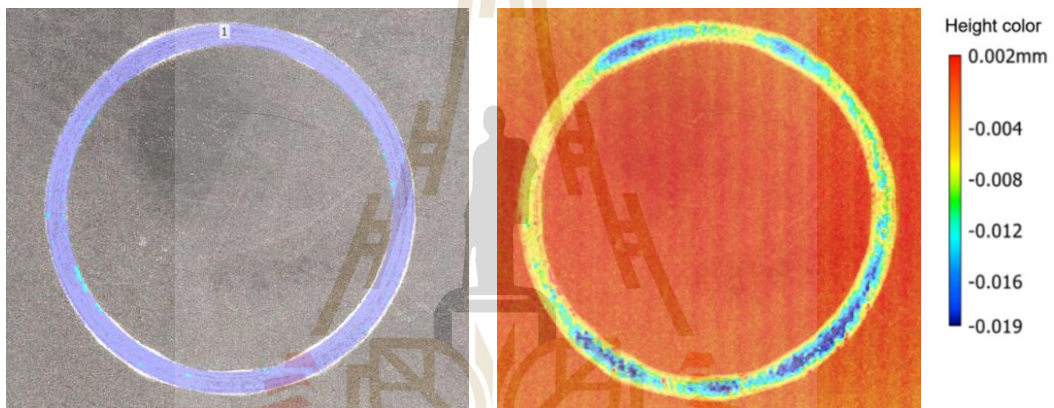
ตารางที่ 4.1 ข้อมูลการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D

Time (min)	Volume	Total distance (m)	Wear rate (mm^3/m)
Non-Infiltration	0.099	82.2	1.2044×10^{-3}
5 min	0.105	87.7	1.1973×10^{-3}
10 min	0.111	98.7	1.1246×10^{-3}
15 min	0.089	91.4	0.973×10^{-3}

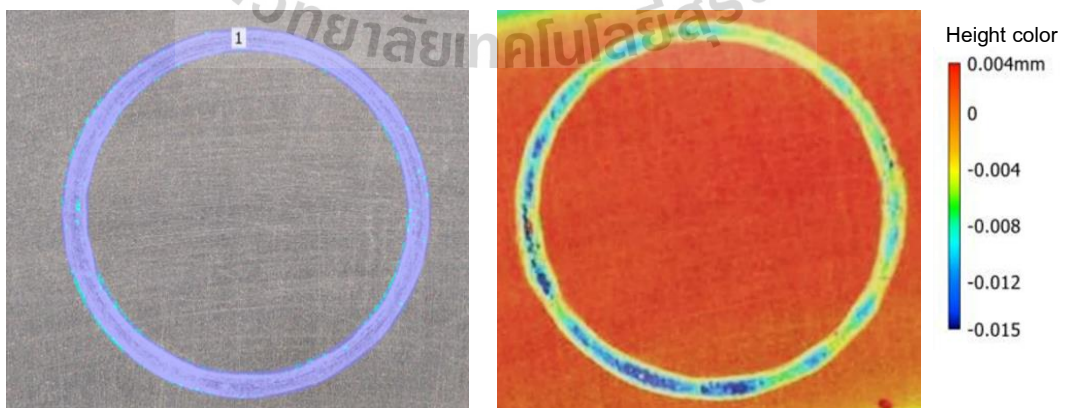
ผลของอัตราการสึกหรอของตัวอย่างที่ได้จากการสูญเสียปริมาตรถูกแสดงในรูปที่ 4.7 พบว่าอัตราการสึกหรอของกราไฟต์ฐานมีค่ามากกว่ากราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 และกราไฟต์ที่แทรกซึมที่เวลา 5 นาทีมีอัตราการสึกหรอลดลงเพียงเล็กน้อย และลดลงเรื่อย ๆ เมื่อเวลาการแทรกซึมเพิ่มขึ้น กราไฟต์ที่ได้รับการแทรกซึมนานที่สุดที่ 15 นาที มีอัตราการสึกหรอน้อยที่สุด เมื่อเทียบกับตัวอย่างทั้งหมด ซึ่งสอดคล้องกับผลของความแข็ง จึงกล่าวได้ว่าความแข็งของกราไฟต์ที่แข็งมากขึ้นนั้นมีความยั่งยืนต่อการสึกหรอมากกว่า (N. B. Dhokey, 2011) และกราไฟต์ฐานแสดงอัตราการสึกหรอสูงสุดและความแข็งต่ำสุดด้วย การต้านทานการสึกหรอของกราไฟต์ที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 โดยการต้านทานการสึกหรอของกราไฟต์ที่ผ่านการแทรกซึม 15 นาทีมากที่สุด อาจเป็นเพราะแนวโน้มของการกระจายตัวของ Si_3N_4 มีมากที่สุดจึงทำให้อัตราการสึกหรอน้อยที่สุด



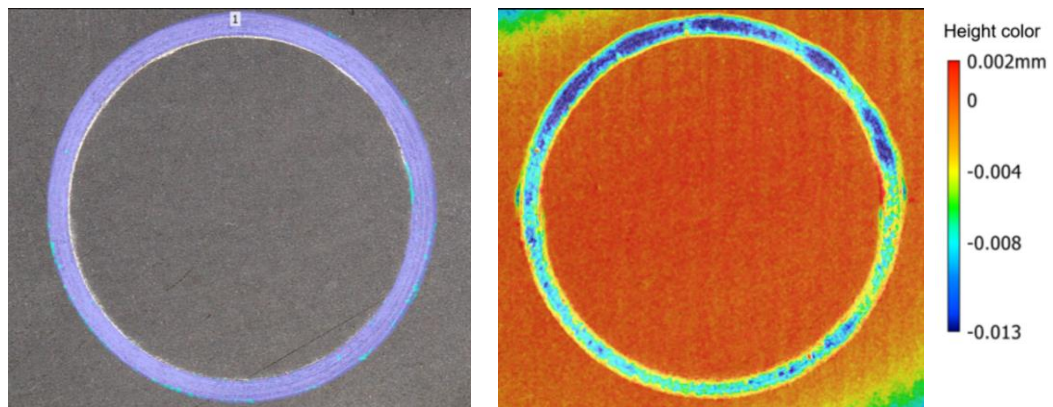
รูปที่ 4.3 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราฟิ์ฐาน



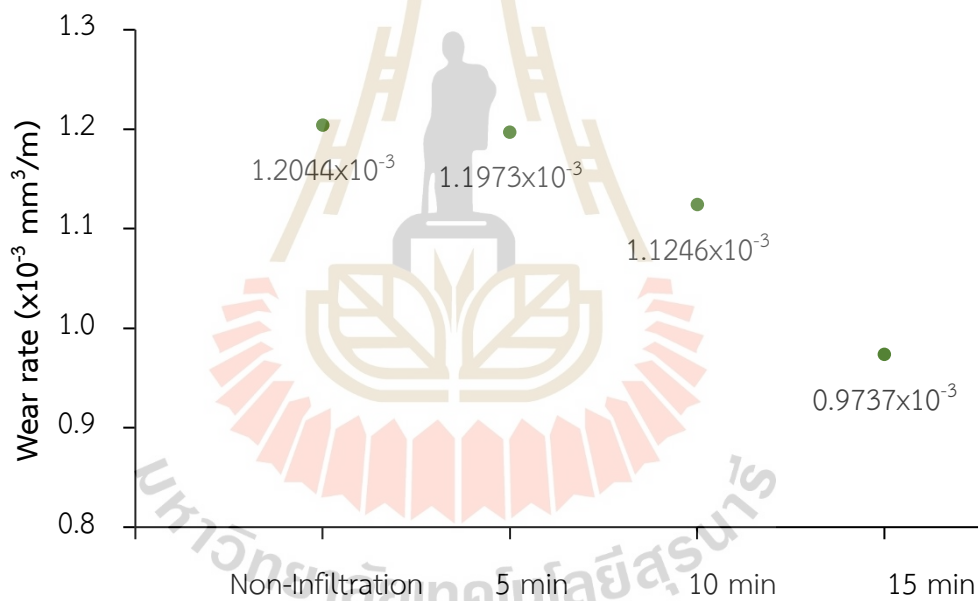
รูปที่ 4.4 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราฟิ์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่เวลา 5 นาที



รูปที่ 4.5 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราฟิ์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่เวลา 10 นาที



รูปที่ 4.6 ภาพการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่องมือสแกนพื้นผิวแบบ 3D ของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่เวลา 15 นาที

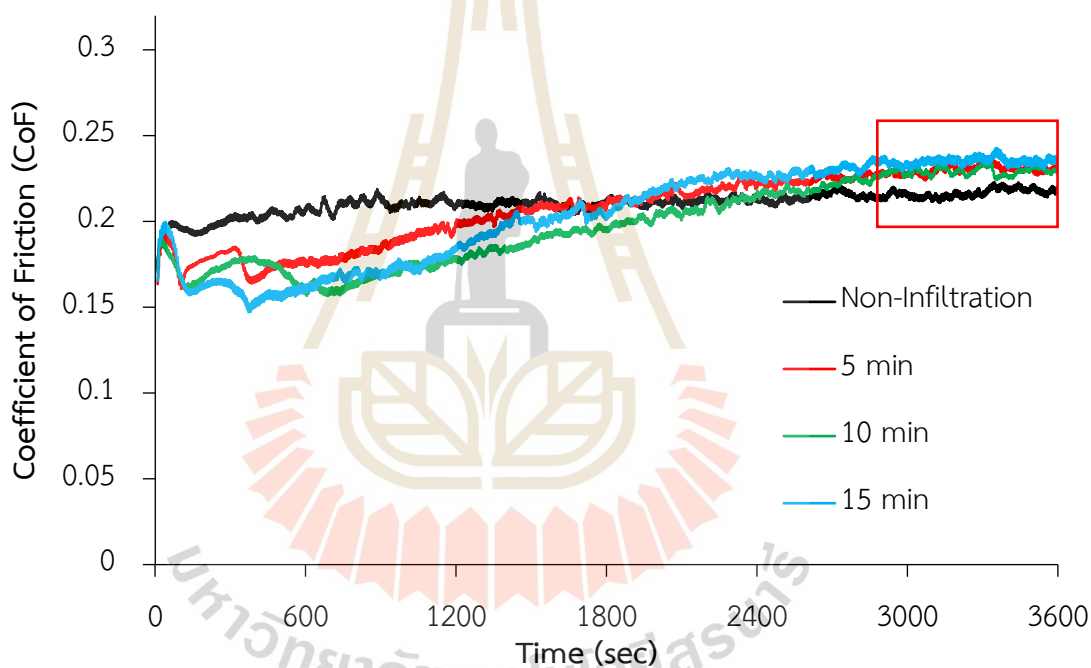


รูปที่ 4.7 อัตราการสึกหรอ (Wear rate) ของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4

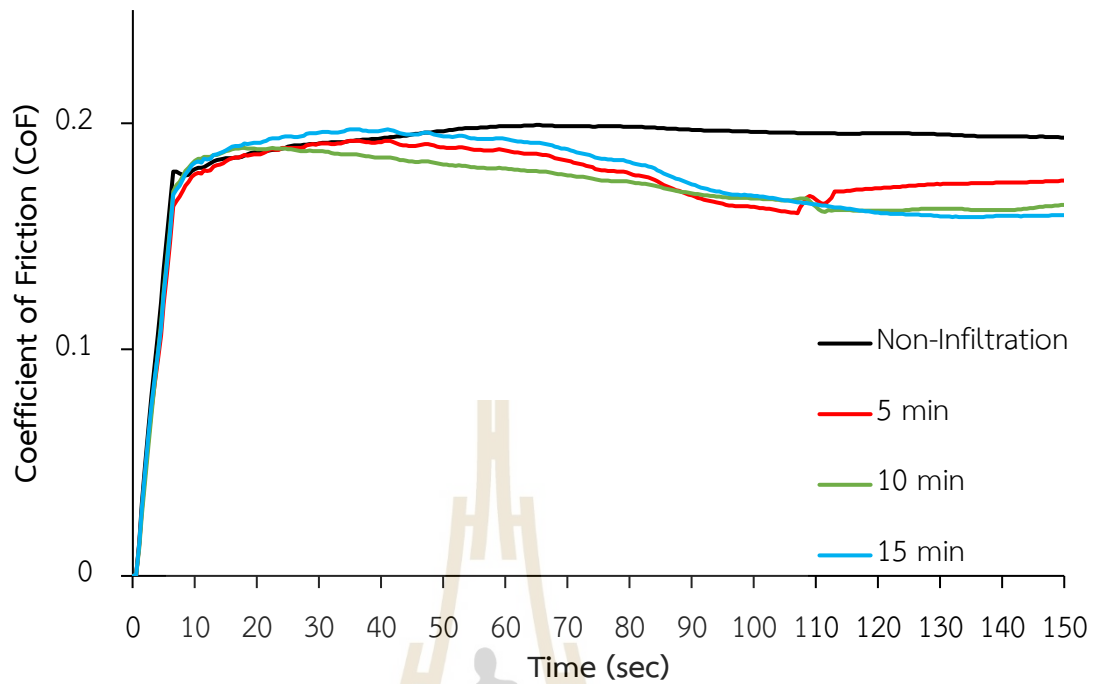
ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) เป็นหนึ่งในพารามิเตอร์ที่สำคัญในการวิเคราะห์คุณลักษณะทางไตรโบโลยี ในงานวิจัยนี้ได้ประเมินค่าของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 โดยใช้มาตรฐาน ASTM G99 เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ผลของค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของกราไฟต์ฐานและกราไฟต์ที่เสริมด้วย Si_3N_4 ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ซึ่งพบว่าในช่วง 0 – 150 วินาทีแรกเป็นช่วงรันอิน ในช่วงเวลานี้ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานจะไม่เสถียรและมีค่ามาก ดังรูปที่ 4.9 และยังมีช่วงการเปลี่ยนแปลง (ก่อนที่จะถึงสภาวะคงตัว) หลังจากช่วงทดสอบที่ 150 ถึง

700 วินาที ดังรูปที่ 4.10 ก่อนที่จะค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่างสม่ำเสมอหลังจากผ่านไป 700 วินาที ดังรูปที่ 4.11 และเป็นไปตามสภาวะคงตัวในช่วง 2700 วินาที จนกระทั่งสิ้นสุดการทดสอบ ดังรูปที่ 4.12

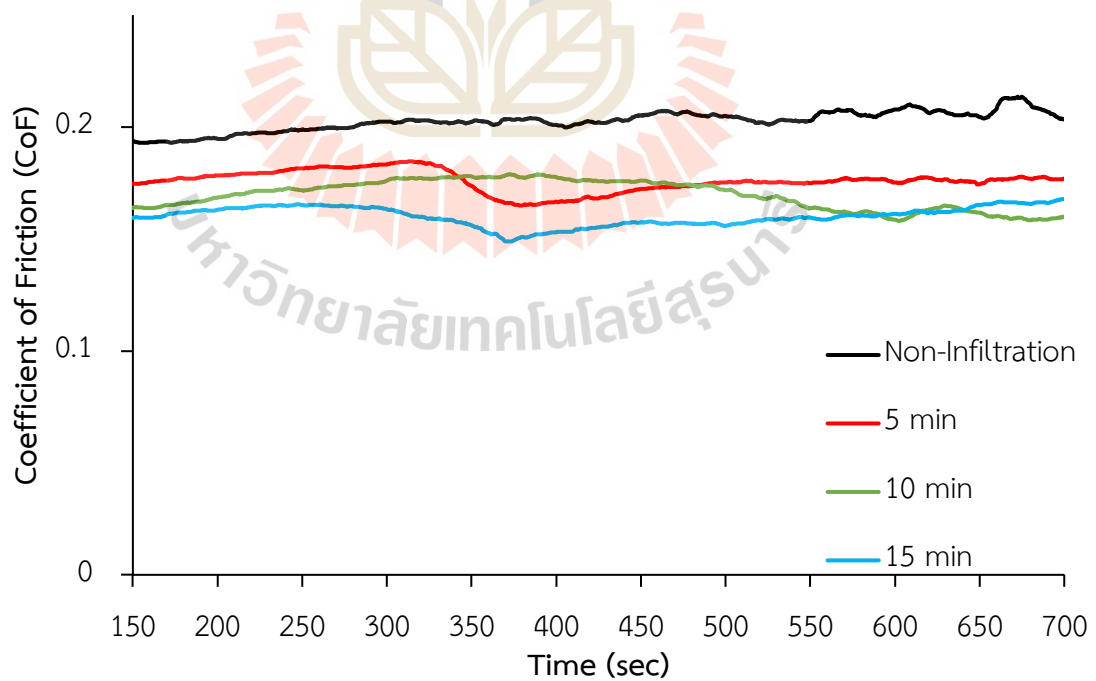
ความผันผวนของค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่เกิดขึ้นช่วงเริ่มต้นการทดสอบ อาจเกี่ยวข้องกับการเสียดทานและการสูญเสียเศษการสึกหรอที่หน้าสัมผัส ในระหว่างการทดสอบค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเพิ่มมากขึ้น และค่อย ๆ เข้าสู่ระดับสม่ำเสมอ เมื่อเกิดการสูญเสียเศษในปริมาณที่สามารถลดการเสียดทานได้ การดำเนินการนี้สังเกตได้ว่าแนวโน้มของค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน มีความผันผวนเกิดขึ้นในช่วงการเริ่มทดสอบถึง 700 วินาที ซึ่งแนวโน้มนี้เกิดจากลักษณะที่อ่อนและความสามารถในการหล่อลื่นของกราไฟต์ที่ช่วยให้สร้างเศษได้ง่ายดาย



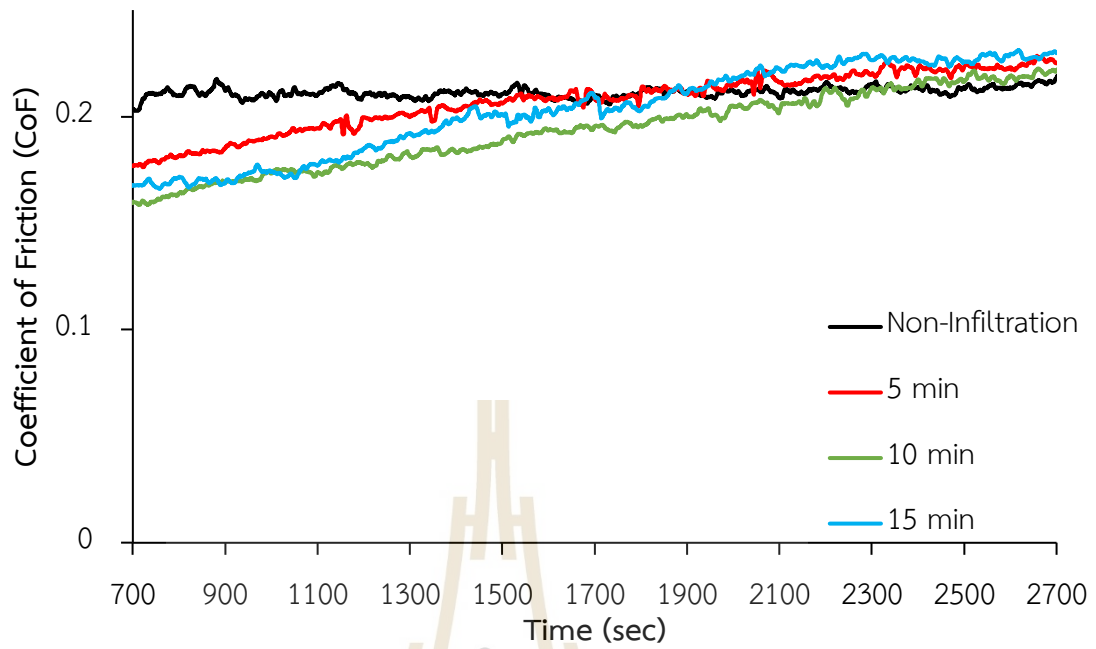
รูปที่ 4.8 สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) ของกราไฟต์ฐาน และกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4



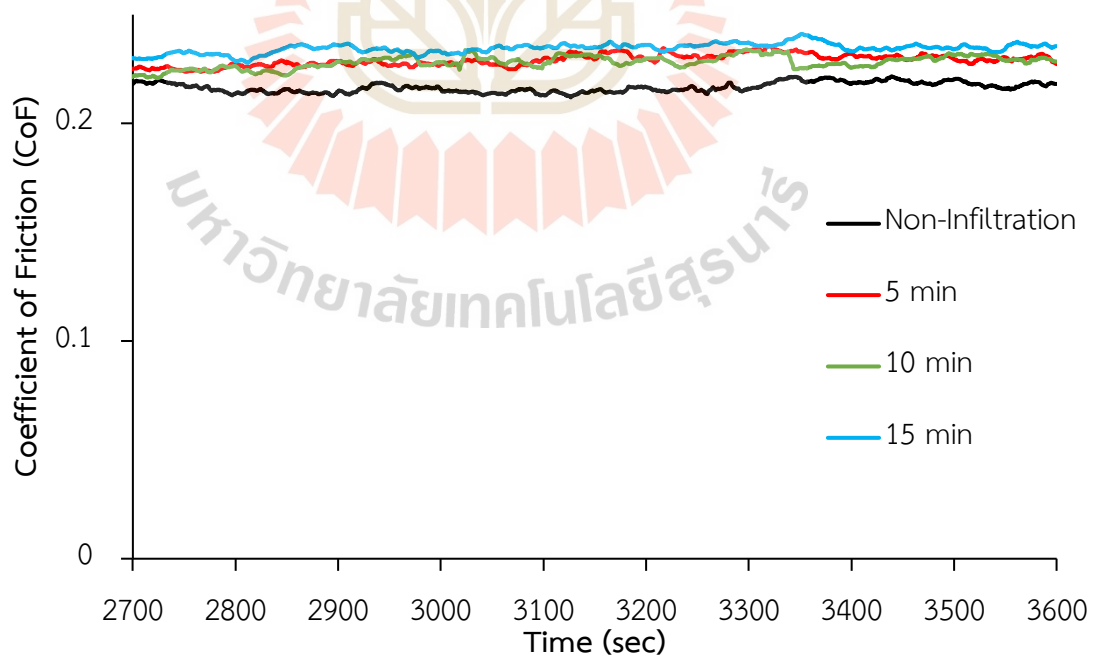
รูปที่ 4.9 การเปลี่ยนแปลงของค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานในช่วงรันอินของการทดสอบ



รูปที่ 4.10 ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานระหว่างช่วงเปลี่ยนผ่านของการทดสอบ (ก่อนที่จะถึงสภาวะคงตัว)



รูปที่ 4.11 ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานระหว่างช่วงเปลี่ยนผ่านของการทดสอบ
(ช่วงเพิ่มขึ้นอย่างสม่ำเสมอก่อนสภาวะคงตัว)



รูปที่ 4.12 สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Coefficient of Friction) ของกราฟพื้นฐานและกราฟที่
เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 25 เปอร์เซ็นต์สุดท้ายหลังการเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่

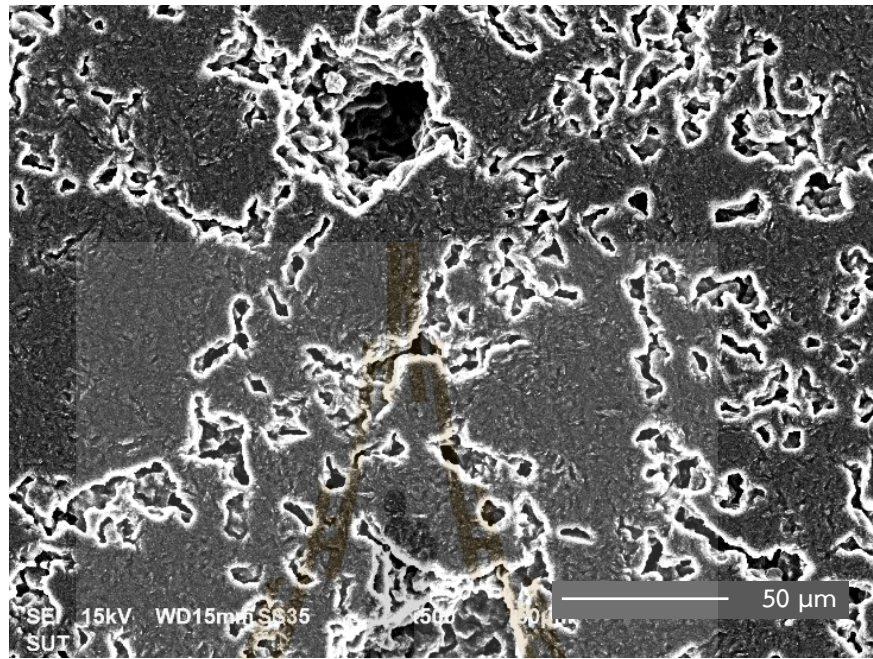
ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานจลน์ที่ 25 เปอร์เซ็นต์ของเวลาการทดสอบทั้งหมดหลังจากเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ของกราไฟท์ฐานและกราไฟท์ที่เสริมด้วย Si_3N_4 มีค่าใกล้เคียงกันอยู่ที่ประมาณ 0.22 ถึง 0.24 ดังรูปที่ 4.12 ซึ่งหมายความว่ากลไกการเสียดทานอาจถูกควบคุมด้วยส่วนประกอบหลักของตัวอย่างทดสอบคือกราไฟท์ซึ่งเป็นวัสดุฐานของทุกตัวอย่าง เนื่องจากการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 สามารถต้านการสึกหรอได้สูงมากขึ้น แต่ยังคงค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานไว้ในระดับเดียวกับกราไฟท์ ซึ่งถือว่าเป็นสารหล่อลื่นแบบแข็ง ซึ่งกรณีนี้สามารถอธิบายได้ว่าลักษณะของเศษการสึกหรอไม่ส่งผลต่อกลไกการเสียดทาน ในที่นี้ความเป็นไปได้มากที่สุดคือปริมาณของเศษที่สึกหรอที่เกิดขึ้นนั้นถูกผลัดออกไปยังขอบร่องรอยสึก ในขณะที่เดียวกันก็มีการไหลกลับมาที่ร่องรอยสึกเช่นกัน ซึ่งเป็นเหตุผลที่ทำให้เกิดกลไกการเสียดทานน้อยที่สุด เนื่องจากปริมาณเศษที่อยู่ในร่องรอยสึกไม่เพียงพอที่จะส่งผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทาน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานถูกควบคุมด้วยธรรมชาติของพื้นผิวกราไฟท์

4.3 ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาและระยะการแทรกซึมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

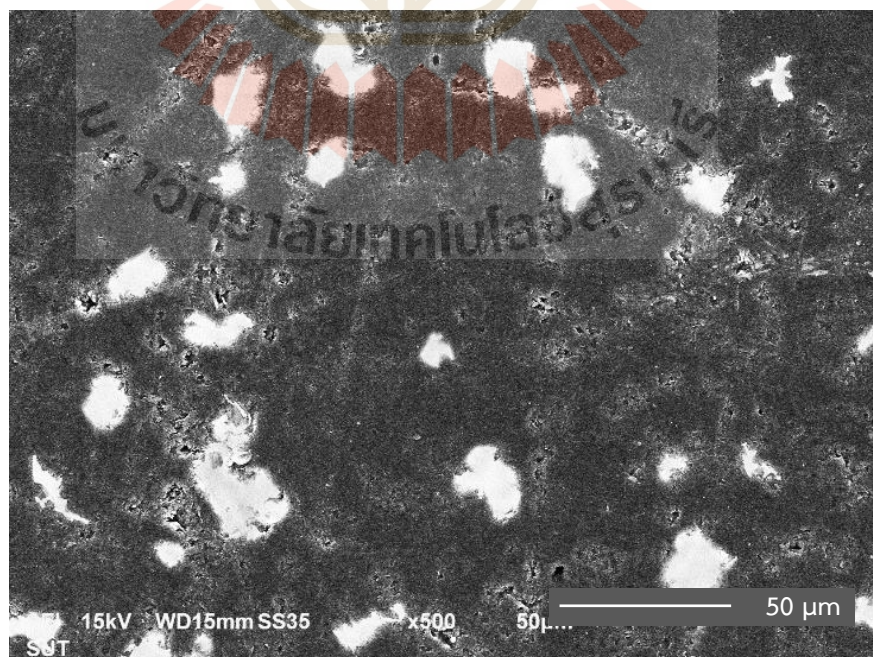
4.3.1 สัณฐานวิทยาของกราไฟท์ฐานและกราไฟท์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์

การแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์บริเวณรูพรุนของกราไฟท์เกิดขึ้นจากการแช่กราไฟท์ในสารละลายซิลิกอนและก่อตัวเป็นซิลิกอนไนไตรด์เมื่อถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส ภายในบรรยากาศของไนโตรเจนขณะให้ความร้อน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สัณฐานวิทยาของ กราไฟท์และคอมโพสิตกราไฟท์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ถูกแบ่งแยกตามลักษณะที่แสดงในรูปที่ 4.13 ถึง 4.16 พื้นผิวของกราไฟท์ฐานหรือกราไฟท์ที่ไม่ได้รับการเสริมแรงประกอบไปด้วยเกรนและรูพรุนขนาดต่างกันจำนวนมาก รูปที่ 4.14 ถึง 4.16 แสดงพื้นผิวของคอมโพสิตกราไฟท์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ พบว่ามีบริเวณที่เป็นสีเข้มซึ่งสอดคล้องกับกราไฟท์ และสีจางซึ่งสอดคล้องกับซิลิกอนไนไตรด์ที่มีลักษณะคล้ายกับรูพรุนของกราไฟท์ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงกระบวนการการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ในกราไฟท์ ในขณะที่ยังมีรูพรุนขนาดเล็กกว่าประมาณ 5 ไมโครเมตร ที่ไม่มีการแทรกซึมหรือมีการแทรกซึมเพียงเล็กน้อย นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าลักษณะการกระจายตัวของซิลิกอนไนไตรด์ค่อนข้างมีลักษณะเดียวกันกับการกระจายของรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับค่าความพรุนที่วัดได้จากไมโครกราฟ SEM โดยวิธีคำนวณตามวิธี Qualitative Digital Image Analysis (QDIA) พบว่ามีค่าความพรุนประมาณร้อยละ 27 20 16 และ 13 สำหรับกราไฟท์ฐานและคอมโพสิตกราไฟท์ที่เสริมแรงด้วย ซิลิกอนไนไตรด์ที่เวลา 5 10 และ 15 นาที ตามลำดับ ซึ่งอธิบายในลักษณะเดียวกันว่า

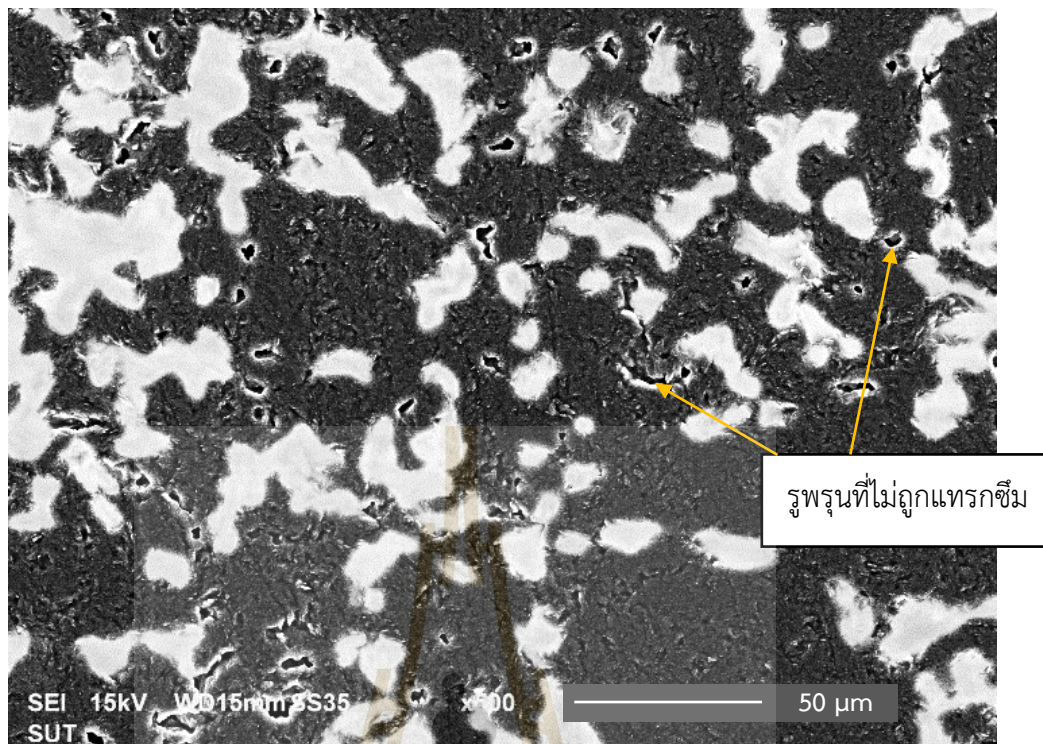
ความพรุนของคอมโพสิตกราไฟต์ถูกซิลิกอนไนไตรต์ได้เต็มเต็มรูพรุนอย่างมีประสิทธิภาพ อย่างไรก็ตาม ในรูปที่ 4.15 และ 4.16 พบว่า ในรูปที่ 4.15 มีรูพรุนที่ยังไม่ได้รับการแทรกซึมจำนวนมาก



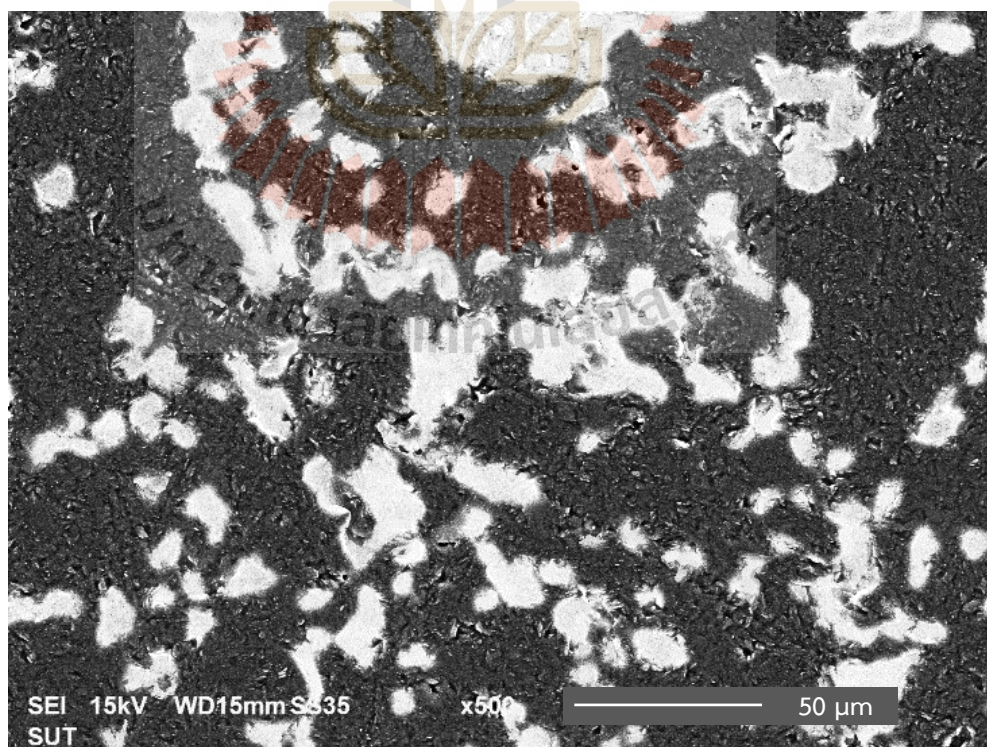
รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ฐาน



รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 5 นาที



รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 10 นาที



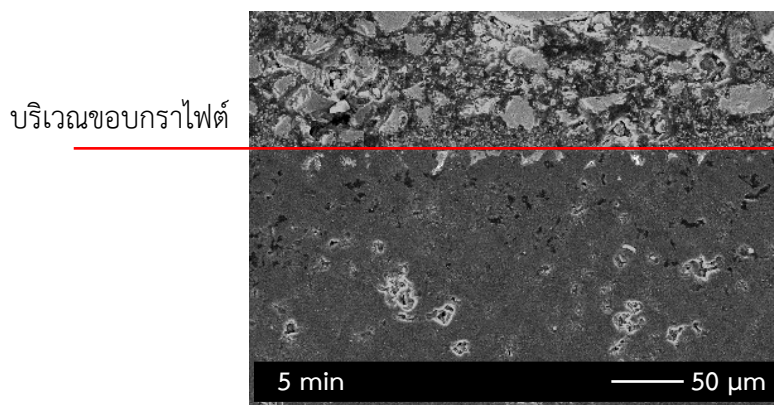
รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายแสดงการแทรกซึมบริเวณพื้นผิวของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ 15 นาที

การแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์ในรูพรุนของกราฟไฟต์ที่สามารถแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่า 44 ไมโครเมตร ซึ่งเล็กกว่าขนาดของผงซิลิกอนขนาด 325 เมช อาจกล่าวได้ว่าจุดหลอมเหลวของซิลิกอนไนไตรต์ที่อุณหภูมิ 1,414 องศาเซลเซียส มีอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพื่อเตรียมตัวอย่างที่ใช้ความร้อนสูงถึง 1,450 องศาเซลเซียส จึงทำให้ซิลิกอนเกิดการหลอมละลายและแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของกราฟไฟต์ที่มีขนาดเล็กกว่าขนาดผงซิลิกอนได้นั่นเอง

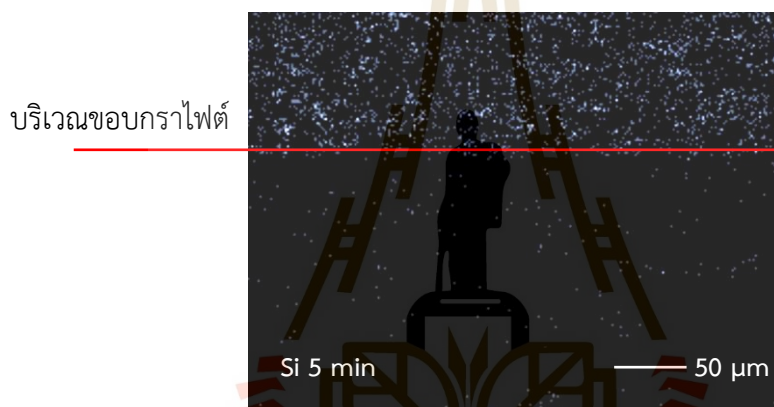
4.3.2 ระยะเวลาแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์

จากการศึกษาการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์ในเวลาต่าง ๆ ของคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงได้แสดงภาพตัดขวางเพื่อสังเกตระยะเวลาการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์ที่แทรกซึมลงไปรูพรุนของกราฟไฟต์ ดังแสดงในรูปที่ 4.17 ถึง 4.19 พบว่าระยะเวลาของการแทรกซึมประมาณ 20 60 และ 120 ไมโครเมตร ตามลำดับ สำหรับคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรต์ที่เวลา 5 10 และ 15 นาที เห็นได้ชัดว่าระยะเวลาการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์ในรูพรุนกราฟไฟต์เพิ่มขึ้น เมื่อระยะเวลาการแช่กราฟไฟต์ในสารละลายซิลิกอนเพิ่มขึ้น ดังนั้นจากการทดลองอาจกล่าวได้ว่าระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อระยะเวลาการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรต์ในรูพรุนกราฟไฟต์

การวิเคราะห์ EDS ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุแบบ EDS ยี่ห้อ Oxford Instruments รุ่น X-Max 20 ตรวจสอบและยืนยันการมีอยู่ขององค์ประกอบที่เป็นส่วนประกอบของอนุภาคแต่ละประเภท ดังรูปที่ 4.17 ถึง 4.19 พบว่ามีการกระจายองค์ประกอบที่คล้ายคลึงกับซิลิกอนไนไตรต์ตามลักษณะการแทรกซึมที่เวลาต่าง ๆ พบซิลิกอน ดังรูปที่ 4.17(ข) 4.18(ข) และ 4.19(ข) และไนโตรเจน ดังรูปที่ 4.17(ค) 4.18(ค) และ 4.19(ค) ที่มีลักษณะเดียวกันกับซิลิกอนไนไตรต์ตามที่ปรากฏในรูป SEM รูปที่ 4.17(ก) 4.18(ก) และ 4.19(ก) กล่าวคือซิลิกอนสามารถแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของกราฟไฟต์ได้และระยะเวลาแทรกซึมเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น และสามารถยืนยันได้ว่าซิลิกอนได้ก่อตัวเป็นซิลิกอนไนไตรต์เมื่อได้รับความร้อนที่ 1,450 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศไนโตรเจน และซิลิกอนไนไตรต์สามารถก่อตัวภายในรูพรุนได้ แม้ว่าบริเวณผิวกราฟไฟต์จะเกิดได้ง่ายและมากกว่า



(ก) SEM

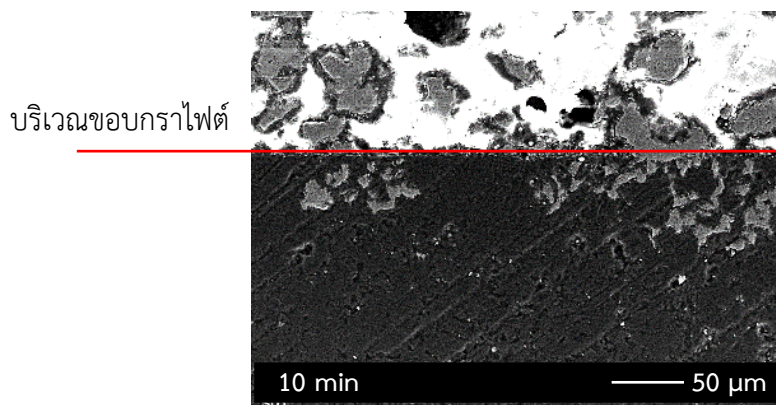


(ข) การกระจายตัวของซิลิกอนด้วยเทคนิค EDS

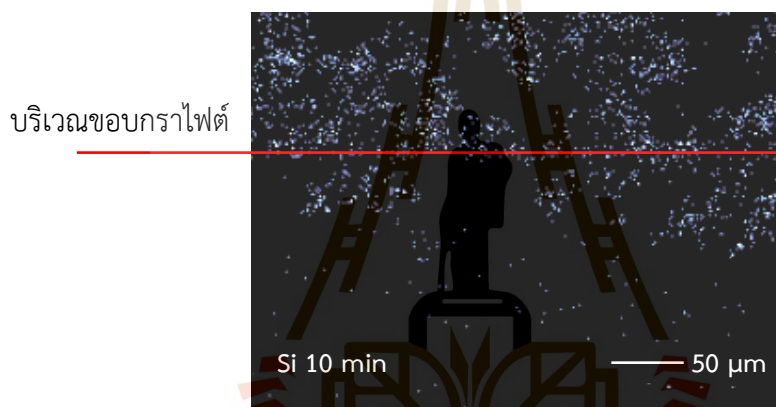


(ค) การกระจายตัวของไนโตรเจนด้วยเทคนิค EDS

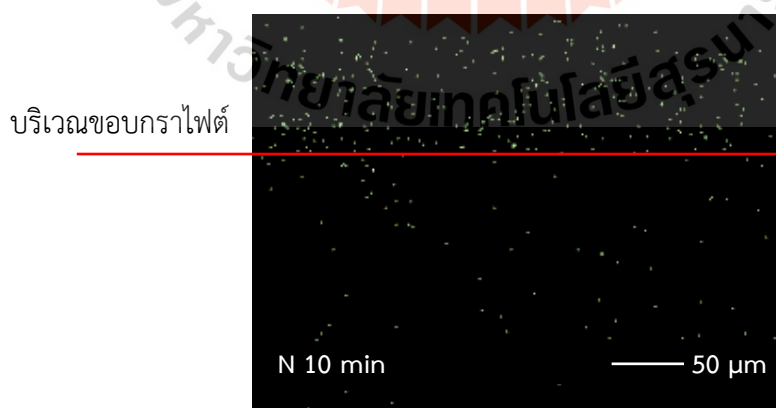
รูปที่ 4.17 ระยะเวลาแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 5 นาที



(ก) SEM

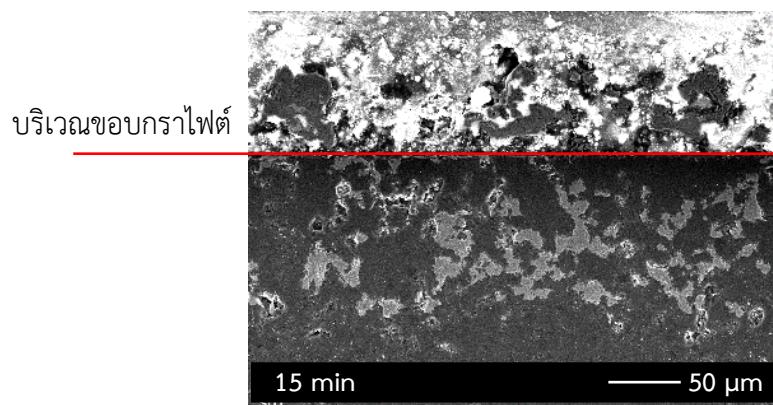


(ข) การกระจายตัวของซิลิกอนด้วยเทคนิค EDS

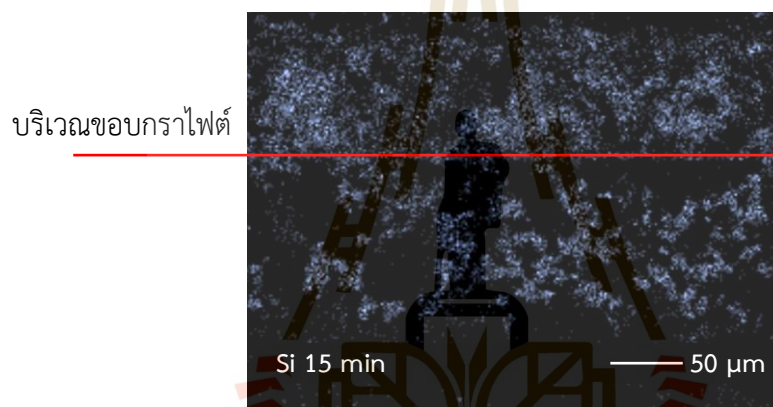


(ค) การกระจายตัวของไนโตรเจนด้วยเทคนิค EDS

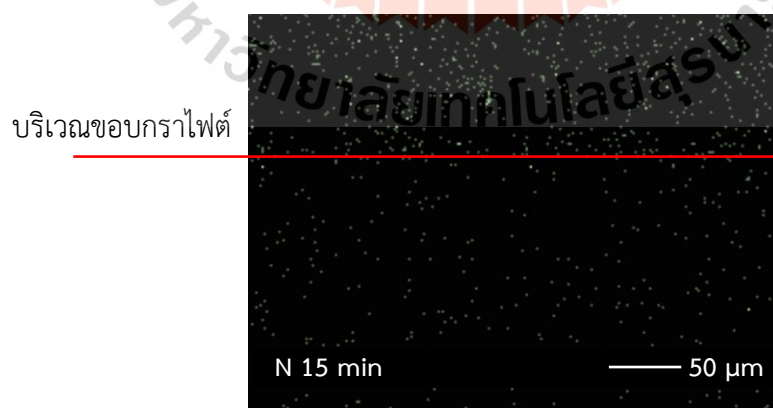
รูปที่ 4.18 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 10 นาที



(ก) SEM



(ข) การกระจายตัวของซิลิกอนด้วยเทคนิค EDS



(ค) การกระจายตัวของไนโตรเจนด้วยเทคนิค EDS

รูปที่ 4.19 ระยะการแทรกซึมของซิลิกอนไนไตรด์ภายในรูพรุนของกราไฟต์ ที่ 15 นาที

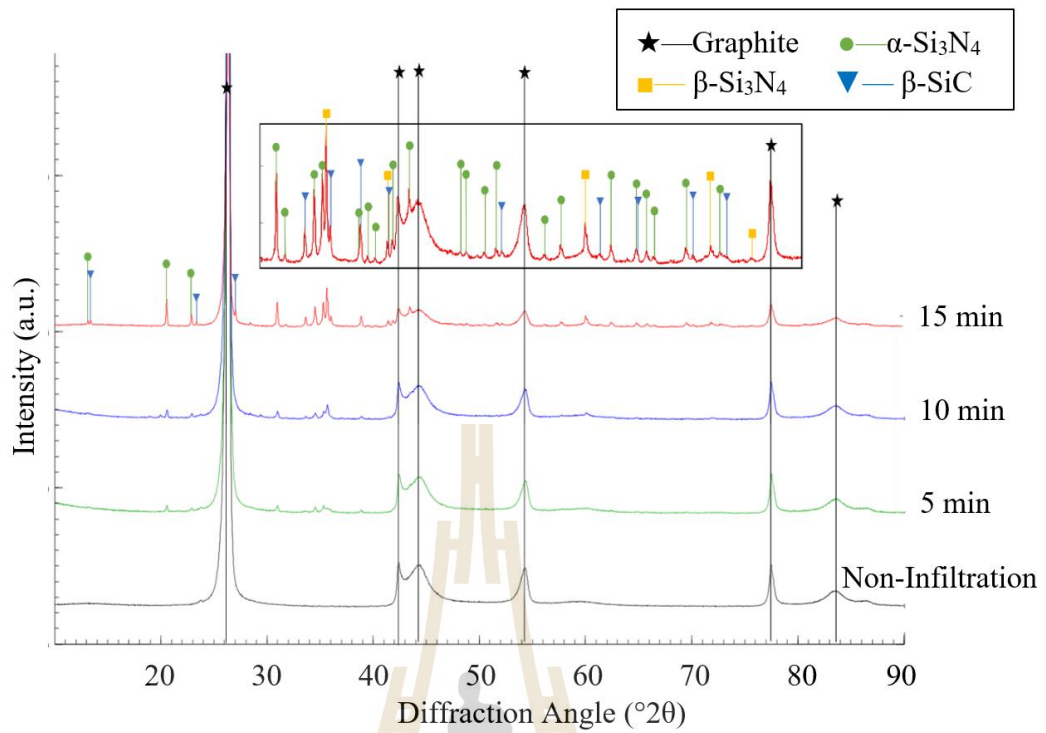
4.4 ผลการวิเคราะห์สารประกอบซิลิกอนไนไตรด์และซิลิกอนคาร์ไบด์

จากการศึกษาสารประกอบของกราฟไฟต์ฐานและกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่เวลาแทรกซึม 5 10 และ 15 นาที โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.20 พบว่ามีสารประกอบกราฟไฟต์ซึ่งเป็นเฟสหลักของทุกตัวอย่าง ในคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่มีการเสริมแรงที่ระยะเวลาการแทรกซึมต่างกัน เกิดพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) ที่แสดงใน และพีคของซิลิกอนไนไตรด์ที่มีแอลฟาซิลิกอนไนไตรด์ (α -Si₃N₄) และเบต้าซิลิกอนไนไตรด์ (β -Si₃N₄) เป็นส่วนประกอบ ซึ่งความเข้มของพีคซิลิกอนคาร์ไบด์และซิลิกอนไนไตรด์มีความเข้มที่แตกต่างกัน โดยกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่ 5 นาที มีการเกิดพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์และซิลิกอนไนไตรด์ในปริมาณเล็กน้อย แต่จะชัดเจนขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อเวลาการแทรกซึมเพิ่มขึ้น และพบว่าพีคกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่ 15 นาทีมีความเข้มสูงสุด จากรูปที่ 4.20 แสดงพีคของกราฟไฟต์ที่ได้รับการเสริมแรงที่ 15 นาที ซึ่งเป็นตัวอย่างที่มีการเกิดพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์และซิลิกอนไนไตรด์มากที่สุด ซึ่งพบว่าพีคที่เกิดมากที่สุดรองจากเฟสของ กราไฟต์คือ α -Si₃N₄ ถูกแสดงด้วยเส้นวงกลมสีเขียว รองลงมาเป็น β -SiC ที่แสดงด้วยสามเหลี่ยมสีน้ำเงิน และเฟสที่เกิดน้อยที่สุดคือ β -Si₃N₄ ซึ่งถูกแสดงด้วยเส้นสี่เหลี่ยมสีเหลือง ซึ่งสัดส่วนเฟสที่ได้จาก XRD ถูกแสดงในตารางที่ 4.2

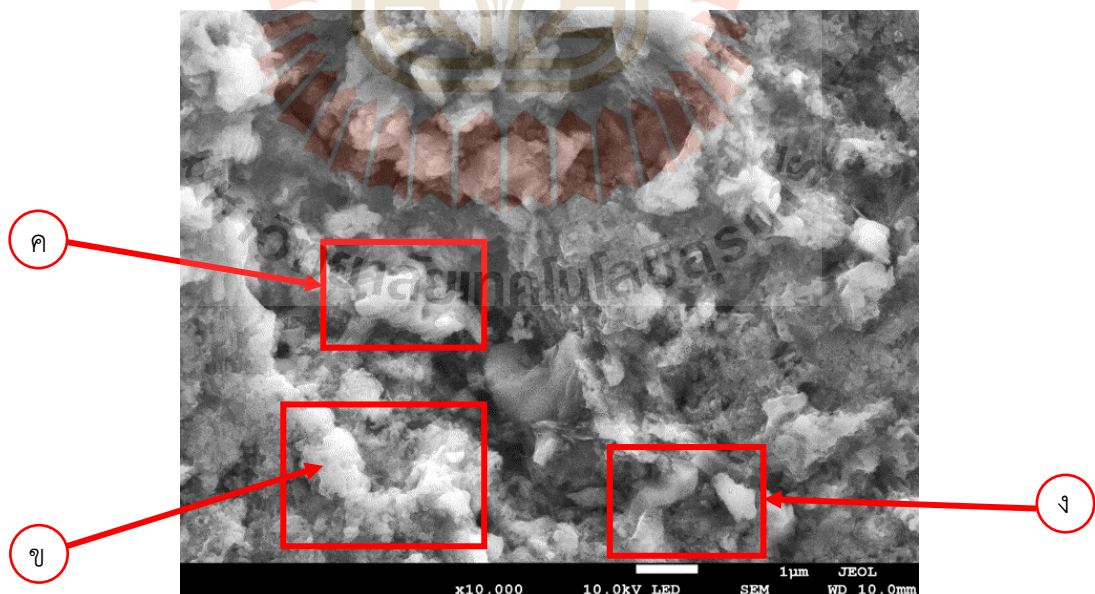
สำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน ที่เวลาการแทรกซึม 15 นาที โดยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าสารประกอบที่มีลักษณะแตกต่างกันเกิดขึ้นและมีความสอดคล้องกับผลของ XRD ซึ่งมีทั้งซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) และซิลิกอนไนไตรด์ที่เป็นแอลฟาซิลิกอนไนไตรด์ (α -Si₃N₄) และเบต้าซิลิกอนไนไตรด์ (β -Si₃N₄) ดังแสดงในรูปที่ 4.21

ตารางที่ 4.2 สัดส่วนเฟสของกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์

ตัวอย่าง	Graphite (wt%)	α -Si ₃ N ₄ (wt%)	β -Si ₃ N ₄ (wt%)	β -SiC (wt%)
กราฟไฟต์ฐาน	100	-	-	-
5 นาที	97.3	1.79	0.32	0.59
10 นาที	86.5	8.34	1.98	3.18
15 นาที	78.8	12.6	3.24	5.36

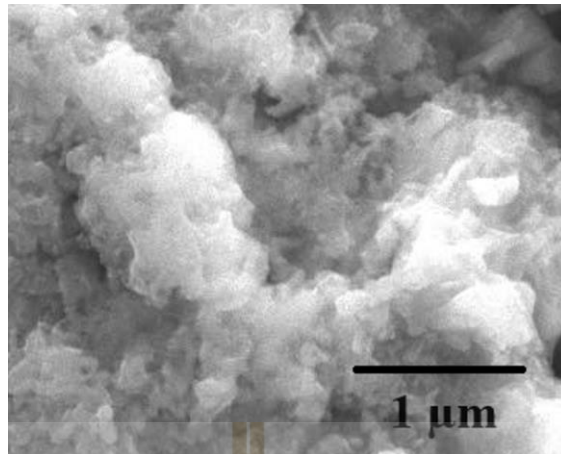
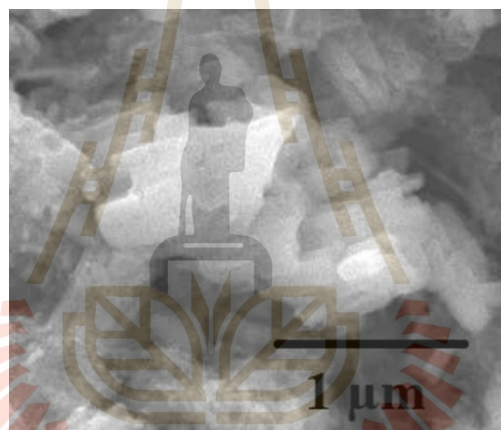
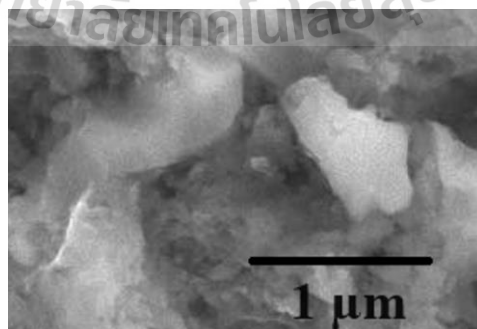


รูปที่ 4.20 ผล XRD ของกราไฟต์ฐาน (สีดำ) และกราไฟต์ที่เสริมด้วย Si₃N₄ ที่เวลา 5 นาที (สีเขียว) 10 นาที (สีน้ำเงิน) และ 15 นาที (สีแดง)



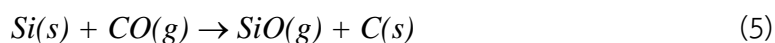
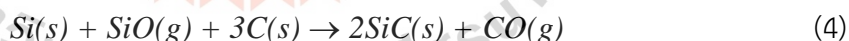
(ก) โครงสร้างภายในของ Si₃N₄ และ SiC ที่ก่อตัวบริเวณรูพรุนของกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si₃N₄

รูปที่ 4.21 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของสารประกอบที่ก่อตัวในรูพรุนของกราไฟต์

(ข) α -Si₃N₄(ค) β -Si₃N₄(ง) β -SiC

รูปที่ 4.21 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของสารประกอบที่ก่อตัวในรูปพรุนของกราฟไฟต์

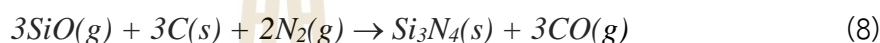
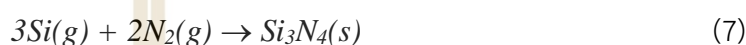
ในกระบวนการสังเคราะห์ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) ในบรรยากาศไนโตรเจน (N_2) เกิดจากซิลิกอนที่แทรกซึมเข้าไปรูพรุนและสะสมอยู่บริเวณพื้นผิวของกราไฟต์ ซึ่งการก่อตัวของ Si_3N_4 ในช่วงแรกซิลิกอนจะยังไม่ถูกทำปฏิกิริยาเนื่องจากอุณหภูมิต่ำเกินไปสำหรับการเกิดปฏิกิริยา การเกิดปฏิกิริยาแรกเกิดจะเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนของกราไฟต์และซิลิกอนที่ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ยังคงอยู่ในบรรยากาศก่อนจะถูกก๊าซไนโตรเจนไล่ออกไปจนหมด ซึ่งอุณหภูมิที่คาร์บอนสามารถเริ่มทำกับออกซิเจนได้คือ 25 องศาเซลเซียส ดังปฏิกิริยาเคมีที่ (1) และเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของซิลิกอนจากของแข็งเป็นก๊าซดังปฏิกิริยาเคมีที่ (2) และในระหว่างการเปลี่ยนแปลงสถานะของซิลิกอน มีการสร้างเฟสของซิลิกอนออกไซด์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 25 ถึง 1400 องศาเซลเซียส ดังสมการเคมีที่ (3) เฟสของคาร์บอนมอนอกไซด์ที่ถูกสร้างขึ้นใหม่ จากซิลิกอนออกไซด์ที่ทำหน้าที่แทนซิลิกอนแล้วทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่มีอยู่จำกัด เพื่อสร้างซิลิกอนออกไซด์ในปฏิกิริยาที่ (3) แล้วทำปฏิกิริยากับคาร์บอนอีกครั้ง ดังในปฏิกิริยาที่ (4) ที่อุณหภูมิ 1,200 ถึง 1,400 องศาเซลเซียส และทำให้เกิดการก่อตัวของซิลิกอนออกไซด์อีกครั้ง ดังปฏิกิริยาเคมีที่ (5) ที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียส



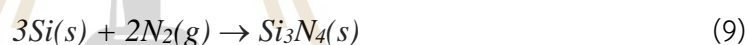
โดยจากการวิเคราะห์การก่อตัวของซิลิกอนไนไตรด์และซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่า หากมีการควบคุมบรรยากาศในระหว่างกระบวนการเผาให้ปราศจากออกซิเจนโดยสมบูรณ์ อาจพิจารณาได้ว่าปฏิกิริยาที่ (1) (3) (4) และ (5) จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ ซึ่งจะมีผลให้ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ลดลง อย่างไรก็ตามจะยังคงมีการทำปฏิกิริยาโดยตรงของซิลิกอนและคาร์บอนที่เป็นโครงสร้างของกราไฟต์ที่ทำให้เกิดการก่อตัวของซิลิกอนคาร์ไบด์ ($\beta\text{-SiC}$) (ดังปฏิกิริยาเคมีที่ (6) ที่อุณหภูมิ 1,250 ถึง 1,350 องศาเซลเซียส



มีการสังเคราะห์ซิลิกอนไนไตรด์จากซิลิกอนและไนโตรเจนโดยตรง ที่อุณหภูมิ 1,300 ถึง 1,400 องศาเซลเซียส ดังปฏิกิริยาเคมีที่ (7) และการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอนออกไซด์ คาร์บอนของกราไฟต์ และไนโตรเจนในบรรยากาศ ที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียส ดังปฏิกิริยาเคมีที่ (8)



เกิดการสังเคราะห์ซิลิกอนไนไตรด์ (β - Si_3N_4) ที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส จากการรวมตัวของซิลิกอนกับไนโตรเจนโดยตรง ดังปฏิกิริยาที่ (9)



จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเฟสจากไมโครกราฟ SEM ถูกแสดงในรูปที่ 4.21 พบว่ามีการเกิดขึ้นของซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังรูป 4.21ง และซิลิกอนไนไตรด์ ซึ่งซิลิกอนไนไตรด์มีสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันอยู่ 2 แบบ คือ α - Si_3N_4 และ β - Si_3N_4 ขึ้นอยู่กับวิธีการสร้างที่แตกต่างกันตามอุณหภูมิศาสตร์และกลไกปฏิกิริยาดังปฏิกิริยาที่ (1) ถึง (9) ซึ่งเกรนของ α - Si_3N_4 ที่เกิดขึ้นเป็นเกรนละเอียด (α - Si_3N_4) ลักษณะคล้ายทรงกลมและทรงหลายเหลี่ยม ขนาดประมาณ 0.2 ถึง 1 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.21ข และมีรูปแบบของผลึกเรียงกันเป็นแนวเส้นที่มีหน้าตัดหกเหลี่ยม ซึ่งจัดว่าเป็นสัณฐานวิทยาของ β - Si_3N_4 ดังรูปที่ 4.21ค ปริมาณของโครงสร้างเฟส α - Si_3N_4 มีมากกว่า β - Si_3N_4 อย่างเห็นได้ชัด ซึ่งสอดคล้องกับเฟสของ XRD ในรูปที่ 4.20 ดังนั้นอาจอธิบายได้ว่าโครงสร้างเกรนที่เกิดขึ้นเป็นผลมาจากอุณหภูมิและเวลาที่น้อยเกินไป เนื่องจาก β - Si_3N_4 มีการก่อตัวที่ 1,450 องศาเซลเซียสขึ้นไป จึงทำให้การก่อตัวมีโอกาสที่จะเกิดได้น้อยกว่า α - Si_3N_4 ที่สามารถก่อตัวได้ตั้งแต่อุณหภูมิที่ 1,400 ถึง 1,450 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การดำเนินการวิจัยนี้มีผลการวิจัยและการทดสอบของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์เพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอโดยการแทรกซึมสารละลาย ซึ่งสรุปได้ดังนี้

การก่อตัวของอนุภาคซิลิกอนไนไตรด์ในรูพรุนของกราฟไฟต์โดยวิธีการแทรกซึมของสารละลายซิลิกอน และให้ความร้อนที่ 1,450 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง คอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์ที่เวลาการแทรกซึมที่ 5, 10 และ 15 นาที มีความแข็งเพิ่มขึ้นร้อยละ 53.89, 140.00 และ 217.26 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับค่าความแข็งของกราฟไฟต์ฐาน ซึ่งในส่วนของอัตราการสึกหรอของคอมโพสิตกราฟไฟต์มีค่า 1.1973×10^{-3} , 1.1246×10^{-3} และ $0.973 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{m}$ ซึ่งน้อยกว่าค่าของกราฟไฟต์ฐาน ($1.2044 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{m}$) ซึ่งความแข็งที่เพิ่มขึ้นมีผลอย่างมากในการเพิ่มประสิทธิภาพการต้านทานการสึกหรอ อีกทั้งความพรุนที่ลดลงและความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นมีส่วนช่วยในการลดการสึกหรอเช่นกัน นอกจากนี้ความแข็งและการต้านทานการสึกหรอที่เพิ่มขึ้นยังไม่ทำให้สมบัติการหล่อลื่นของกราฟไฟต์ลดลงหรือลดลงน้อยมาก เนื่องจากบริเวณหน้าสัมผัสของตัวอย่างทดสอบมีเศษของกราฟไฟต์ไหลเวียนอยู่ในกระบวนการทดสอบ ดังนั้น การหล่อลื่นของกราฟไฟต์จึงส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ และสรุปได้ว่าการใช้ซิลิกอนไนไตรด์ในการเสริมแรงกราฟไฟต์ด้วยวิธีการแทรกซึมสารละลายสามารถช่วยปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของวัสดุได้อย่างมีประสิทธิภาพ

5.2 ข้อเสนอแนะ

สำหรับการทดสอบของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์เพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอโดยการแทรกซึมสารละลาย ในด้านไตรโบโลยีในงานวิจัยนี้สามารถเพิ่มเวลาในการแทรกซึมเพื่อในสารละลายซิลิกอนชั้นสามารถแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของกราฟไฟต์ได้ระยะที่ลึกกว่า และเพิ่มเวลาในการเผาในนานขึ้นเพื่อสร้างซิลิกอนไนไตรด์ในรูพรุนได้มากขึ้น

รายการอ้างอิง

- ASTM International. (2017). ASTM C1327-99 Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics.
- ASTM International. (2023). ASTM G99-23 Standard Test Method for Wear and Friction Testing with a Pin-on-Disk or Ball-on-Disk Apparatus.
- Britannica, T. Editors of Encyclopaedia (2024, May 28). Graphite. Encyclopedia Britannica. Retrieved from <https://www.britannica.com/science/graphite-carbon>
- BYJU'S. (n.d.). Graphite. Retrieved from https://byjus.com/chemistry/graphite/#Recommended_videos_on_Graphite
- Chung, R. J. (2014). Comprehensive study of the abrasive wear and slurry erosion behavior of an expanded system of high chromium cast iron and microstructural modification for enhanced wear resistance: University of Alberta (Canada).
- Chunhe, T., & Jie, G. (1995). Improvement in oxidation resistance of the nuclear graphite by reaction-coated SiC coating. *Journal of nuclear materials*, 224(1), 103-108.
- D. Kopeliovich. (2014). Advances in the manufacture of ceramic matrix composites using infiltration techniques. *Advances in Ceramic Matrix Composites*, 79-108. doi:10.1533/9780857098825.1.79
- Dhokey, N., & Rane, K. (2011). Wear behavior and its correlation with mechanical properties of TiB₂ reinforced aluminium-based composites. *Advances in Tribology*, 2011.
- Eom, Y., Son, S. M., Kim, Y. E., Lee, J.-E., Hwang, S.-H., & Chae, H. G. (2019). Structure evolution mechanism of highly ordered graphite during carbonization of cellulose nanocrystals. *Carbon*, 150, 142-152.

รายการอ้างอิง (ต่อ)

- Fang, H.-T., Yin, Z.-D., Zhu, J.-C., Jeon, J.-H., & Hahn, Y.-D. (2001). Effect of Al additive in Si slurry coating on liquid Si infiltration into carbon–carbon composites. *Carbon*, 39(13), 2035-2041.
- Garbacz, H., & Motyka, M. (2019). Tribology. In *Nanocrystalline Titanium* (pp. 193-208): Elsevier.
- J. Z. Jiang, F. Kragh, D. J. Frost, K. Ståhl and H. Lindelov. (2001). Hardness and thermal stability of cubic silicon nitride. *Journal of Physics Condensed Matter*, 13(22), 515-520. doi:10.1088/0953-8984/13/22/111
- Ji, H., Huang, Z., Chen, K., Li, W., Gao, Y., Fang, M., . . . Wu, X. (2014). Synthesis of Si₃N₄ powder with tunable α/β -Si₃N₄ content from waste silica fume using carbothermal reduction nitridation. *Powder technology*, 252, 51-55.
- Katz, R. N. (2006). Overview of ceramic materials, design, and application. *Materials and Mechanical Design*, 433.
- Kostecki, M., Petrus, M., Płociński, T., & Olszyna, A. R. (2022). Spark Plasma Sintering of Variable SiC α/β Ratio with Boron and Carbon Additions—Microstructure Transformation. *Ceramics*, 5(4), 1255-1268. Retrieved from <https://www.mdpi.com/2571-6131/5/4/89>
- Kotani, M., Inoue, T., Kohyama, A., Katoh, Y., & Okamura, K. (2003). Effect of SiC particle dispersion on microstructure and mechanical properties of polymer-derived SiC/SiC composite. *Materials Science and Engineering: A*, 357(1-2), 376-385.
- Long, M., Li, Y., Qin, H., Xue, W., Chen, J., Sun, J., & Kumar, R. V. (2016). Formation mechanism of Si₃N₄ in reaction-bonded Si₃N₄-SiC composites. *Ceramics International*, 42(15), 16448-16452.

รายการอ้างอิง (ต่อ)

- M. A. Hernandez, K. D. Bakoglidis and P. Xiao. (2019). A new slurry infiltration method to enhance the wear resistance of bulk graphite with development of reinforced graphitic composites including SiC or Si₃N₄ hard particles. *Journal of the European Ceramic Society*, 39(6), 1984-1992.
doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2019.01.053
- Mileiko, S. T. (1997). Chapter XIII - Liquid Infiltration. *Composite Materials Series*, 12, 547-586. Retrieved from [https://doi.org/10.1016/S0927-0108\(97\)80031-8](https://doi.org/10.1016/S0927-0108(97)80031-8)
- Minerals Education Coalition. (n.d.). *Graphite*. Retrieved from <https://mineralseducationcoalition.org/minerals-database/graphite/>
- P. Ge, Y. Cheng and K. Sun. (2019). Structure and performance of Si₃N₄/SiC/CNT composite fibres. *Ceramics International*, 45(10), 12677-12681.
doi:10.1016/j.ceramint.2019.03.099
- Quesada, D. E., Villarejo, L. P., & Soto, P. S. (2019). *Ceramic Materials: Synthesis, Characterization, Applications and Recycling: BoD-Books on Demand*.
- N. B. Dhokey, and K. K. Rane. (2011). Wear behavior and its correlation with mechanical properties of TiB₂ reinforced aluminium-based composites. *Advances in Tribology*, 2011.
- Tap, I. (2020). What is Hardness Testing? Retrieved from <https://www.industrytap.com/what-is-hardness-testing/55850>
- Velling, A. (2020). Material Hardness – Types, Testing Methods & Units. Retrieved from <https://fractory.com/material-hardness/>
- Wada, H., Wang, M. J., & Tien, T. Y. (1988). Stability of Phases in the Si-C-N-O System. *Journal of the American Ceramic Society*, 71(10), 837-840.
- Xu, Y., Kroft, S. H., McKenna, R. W., & Aquino, D. B. (2001). Prognostic significance of tumour-infiltrating T lymphocytes and T-cell subsets in de novo diffuse large B-cell lymphoma: a multiparameter flow cytometry study. *British journal of haematology*, 112(4), 945-949.

รายการอ้างอิง (ต่อ)

Zhang, H.-L., Li, F., Liu, C., & Cheng, H.-M. (2008). Poly (vinyl chloride)(PVC) coated idea revisited: Influence of carbonization procedures on PVC-coated natural graphite as anode materials for lithium ion batteries. The Journal of Physical Chemistry C, 112(20), 7767-7772.

เกตุแก้ว, พ. (2555). การสังเคราะห์และการวิเคราะห์ชั้นเคลือบแคลเซียม-ฟอสฟอรัส บนไทเทเนียม ที่ผลิตโดยกระบวนการไมโครอาร์คออกซิเดชัน. มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ,

ลามอ, ว. (2550). ความแข็ง (Hardness). In. โครงการฟิสิกส์และวิศวกรรม.

วาสนาเพียรพงศ์, ธ. (2562). เซรามิกส์ วัสดุขั้นสูงสำหรับงานวิศวกรรม: กรุงเทพฯ .:





ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบสมบัติของกราฟพื้นฐานและกราฟที่เสริมแรงด้วย
ซิลิกอนไนไตรด์

ตารางที่ ก.1 ผลการทดสอบความแข็งของกราฟิตรีฐานและกราฟิตรีที่เสริมแรงด้วยซิลิกอนไนไตรด์

Position	Hardness (GPa)			
	Base graphite	5 min	10 min	15 min
1	4.33	9.16	14.54	19.19
2	3.86	8.67	10.90	21.35
3	5.17	5.54	8.77	19.32
4	4.86	8.71	13.29	8.31
5	5.65	6.98	12.38	12.80
6	5.39	7.86	17.92	14.72
7	4.44	6.57	11.39	8.32
8	4.11	5.49	7.56	12.72
9	4.91	6.79	5.84	18.88
Hardness Ave. (GPa)	4.75	7.31	11.40	15.07
Standard deviation	0.60	1.37	3.70	4.89



ภาคผนวก ข

บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

การปรับปรุงความแข็งของกราไฟต์ผ่านการเสริมแรงด้วยซิลิคอนไนไตรต์ (Si_3N_4) โดยวิธีการแทรกซึมสารละลาย

นิธิรุจน์ พงศ์สิริเมธี ลักษิกา สุยะวงษ์ และ สมศักดิ์ ศิวดำรงพงศ์

สาขาวิชาวิศวกรรมการผลิต, สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผู้ประสานงานเผยแพร่ (Corresponding Author), E-mail: somsaksi@sut.ac.th

วันที่รับบทความ: 1 มกราคม 2567; วันที่ทบทวนบทความ: 11 เมษายน 2567; วันที่ตอบรับบทความ: 24 เมษายน 2567

วันที่เผยแพร่ออนไลน์: 12 มิถุนายน 2567

บทคัดย่อ: กราไฟต์เป็นวัสดุที่น่าสนใจสำหรับการใช้งานที่อุณหภูมิสูงแต่มีข้อจำกัดในด้านความแข็งที่ค่อนข้างต่ำในการศึกษานี้ ได้ทำการพัฒนาคอมโพสิตกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 โดยการแทรกซึมสารละลายซิลิคอนลงในผิวของกราไฟต์ ซึ่งใช้ระยะเวลาในการแทรกซึมที่แตกต่างกัน 5, 10 และ 15 นาที โดยใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 1,450 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ผลการวิจัยพบว่าอนุภาค $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ และ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ปรากฏอยู่ในโครงสร้างจุลภาคของคอมโพสิตกราไฟต์ และมีปริมาณที่มากขึ้นในระยะเวลาการแทรกซึมที่ 15 นาที และการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 มีผลต่อพรมของกราไฟต์ โดยทำให้ความพรมลดลงและความแข็งของกราไฟต์เพิ่มขึ้น 53.98%, 140.18%, และ 217.49% ในเวลาการแทรกซึม 5, 10 และ 15 นาที ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าความแข็งของกราไฟต์เสริมแรงด้วย Si_3N_4 และใช้ระยะเวลาการแทรกซึมที่ 15 นาที ให้ค่าสูงสุดที่ 217.49% ซึ่งเป็นผลจากการกระจายตัวของ Si_3N_4 ในรูพรุนของกราไฟต์ และส่งผลให้ค่าความแข็งที่สูงที่สุดคือ 15.07 GPa การปรับปรุงคุณสมบัติทางกลและการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 นี้ทำให้ความแข็งของกราไฟต์เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ. ผลลัพธ์นี้มีความสำคัญในการพัฒนาวัสดุที่มีประสิทธิภาพสูงในสภาพแวดล้อมที่ต้องการความทนทานต่อการสึกหรอและความแข็งของวัสดุ

คำสำคัญ: กราไฟต์; การเสริมแรงด้วย Si_3N_4 ; การแทรกซึม; ความแข็ง; วัสดุคอมโพสิต



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

Hardness Improvement on Graphite by Silicon Nitride (Si_3N_4) Reinforcement using Slurry Infiltration

Nitirut Phongsirimethi, Laksika Suyawong and Somsak Siwadamrongpong*

School of Manufacturing Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology

* Corresponding author, E-mail: somsaksi@sut.ac.th

Received: 1 January 2024; Revised 11 April 2024; Accepted: 24 April 2024

Online Published: 12 June 2024

Abstract: Graphite was an attractive material for high temperature applications, however, there was limited in its relatively low hardness. In this study, a reinforced graphite composite with Si_3N_4 was developed through infiltrating a silicon slurry onto the graphite surface. The slurry infiltration process was carried out for different durations: 5, 10 and 15 minutes, then sintered at a high temperature of 1,450 °C in nitrogen atmosphere. The research revealed the presence of $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ and $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ particles in the microstructure of the graphite composite, with higher quantities observed after 15 minute infiltration. The Si_3N_4 reinforcement influenced the porosity of the graphite, resulting in a reduction in porosity and an increase in hardness by 53.98%, 140.18%, and 217.49% after infiltration durations of 5, 10, and 15 minutes, respectively. Notably, the maximum enhancement in hardness (217.49%) was achieved with Si_3N_4 reinforcement and a 15 minute infiltration, attributed to the effective dispersion of Si_3N_4 within the graphite porosity. This led to a remarkable increase in hardness, reaching a peak value of 15.07 GPa. The improvement in mechanical properties and the reinforcement with Si_3N_4 have significantly enhanced the hardness of the graphite composite, making it crucial for developing high-performance materials with abrasion resistance and increased mechanical strength.

Keywords: Graphite; Si_3N_4 reinforcement; Infiltration; Hardness; Composite material



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

1. บทนำ

กราไฟต์มีสมบัติที่โดดเด่นในด้านการนำความร้อนและไฟฟ้าสูง (149-160 W/mK และ 12.435 ± 0.021 S/m ที่อุณหภูมิห้อง ตามลำดับ) คุณสมบัติทนไฟ ทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน ทนต่อสารเคมี และมีสมบัติในการหล่อลื่นที่ดี [1] ทำให้กราไฟต์ถูกนำมาใช้งานหลากหลายด้าน เช่น สารหล่อลื่น ถ้วยใส่ตัวอย่าง สารขัดเงา แบตเตอรี่ แปรปร่งถ่านสำหรับมอเตอร์ไฟฟ้า และแกนของเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์ เป็นต้น [2]

อย่างไรก็ตาม กราไฟต์นั้นยังคงมีข้อจำกัดในเรื่องความแข็งแรงที่ต่ำ และเนื่องจากความแข็งของวัสดุนั้นสามารถส่งผลต่อความทนทานต่อการสึกหรอ โดยวัสดุที่มีความแข็งแรงสูงสามารถต้านทานต่อการเสียดทานและการกัดกร่อนที่สูงขึ้น [3, 4] ดังนั้นการใช้งานกราไฟต์ในด้านไตรโบโลยีจึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งานกราไฟต์ในด้านไตรโบโลยี จึงได้มีการศึกษาหาวิธีการเพิ่มความแข็งแรงและทนทานต่อการสึกหรอ ซึ่งจะนำไปสู่การยืดอายุการใช้งานของส่วนประกอบที่ผลิตจากกราไฟต์ในงานด้านไตรโบโลยีให้เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และยังช่วยลดต้นทุนการบำรุงรักษาได้อีกด้วย

จากการศึกษางานวิจัย พบว่า หนึ่งในวิธีการที่สามารถปรับปรุงคุณสมบัติของกราไฟต์คือการผสมผสานกับวัสดุอื่นที่มีความแข็งแรงสูง หรือมีการเพิ่มความแข็งของกราไฟต์สามารถทำได้โดยใช้วัสดุที่มีอนุภาคแข็งกว่ากราไฟต์ [5] เช่น อนุภาคของ Si_3N_4 ที่มีความแข็งประมาณ 35.31 GPa [6] โดย Si_3N_4 ได้ถูกนำมาใช้เสริมแรงให้กับเส้นใยคาร์บอน ซึ่งสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใยคาร์บอนได้ [7, 8] และ

มีการใช้งาน Si_3N_4 กับวัสดุคอมโพสิตอื่น ๆ โดยให้ผลต่อความแข็งแรงในลักษณะที่คล้ายคลึงกัน เช่น คอมโพสิตที่เสริมความแข็งแรงให้กับอะลูมิเนียม ทองแดง และโพลีเมอร์ [9-12] นอกจากนี้ยังมีการรายงานการเสริมแรงของกราไฟต์โพลีคริสตัลไลน์ที่ขึ้นรูปโดยใช้การแทรกซึมของซิลิคอนแบบปฏิกิริยาระบายเพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของเมทริกซ์กราไฟต์

การแทรกซึมแบบปฏิกิริยาระบายช่วยให้สามารถสังเคราะห์วัสดุเซรามิกได้อย่างรวดเร็วและมีต้นทุนต่ำ เช่น การแทรกซึมและไพโรไลซิสของโพลีเมอร์ (Polymer Infiltration and Pyrolysis : PIP) [13] การแทรกซึมของไอเคมี (Chemical Vapor Infiltration : CVI) [14] การแทรกซึมของปฏิกิริยาหลอมละลาย (Reactive Melt Infiltration : RMI) [15] รีแอคชันบอนด์ (Reaction Bonded : RB) [16] การแทรกซึมของโซลเจล [17] และการแทรกซึมสารละลาย (Slurry Infiltration) [4] รวมทั้งการรวมกันของปฏิกิริยาเหล่านี้ [18] เมื่อเปรียบเทียบกับแล้วพบว่า การแทรกซึมสารละลายเป็นวิธีการที่ทำได้ง่าย ประหยัด และใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่า นอกจากนี้ในการเสริมแรงด้วยวิธีการแทรกซึมสารละลายมีประสิทธิผลที่ดีในการก่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนกับไนโตรเจนและคาร์บอนในกระบวนการให้ความร้อน [19] โดยการแทรกซึมสารละลายนี้เป็นการใช้ผงซิลิคอนซึ่งจะกระจายตัวในสารละลาย และแทรกซึมเข้าไปในบล็อกรวมที่เป็นเมทริกซ์ที่มีรูพรุน จากนั้นบล็อกที่เกิดการแทรกซึมจะถูกให้ความร้อนเพื่อสร้างปฏิกิริยาระหว่างผงซิลิคอนกับเมทริกซ์ [20] และเทคนิคนี้ถูกนำมาใช้เพื่อสร้างอนุภาค SiC และ Si_3N_4 โดยพบว่าการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 มีความแข็งแรงและสามารถ



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

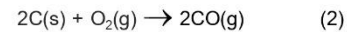
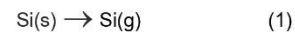
DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

ด้านทานการสึกหรอได้ดีกว่าการเสริมแรงด้วย SiC แต่เมื่อเทียบค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานแล้วมีค่าที่ใกล้เคียงกัน [4]

ในการตรวจสอบการแทรกซึมสารละลายที่เข้าไปแทนที่ในรูพรุน การวัดความพรุนแบบ Quantitative Digital Image Analysis (QDIA) เป็นกระบวนการที่ใช้ภาพดิจิทัลเพื่อวัดปริมาณของสารต่าง ๆ ในภาพโดยการแบ่งภาพเป็นพื้นที่ตามสารต่าง ๆ ซึ่งสามารถทำได้โดยการกำหนดค่าความเข้มของสีหรือค่าความสว่างในภาพ เช่น การใช้ grayscale thresholding เพื่อแบ่งภาพออกเป็นพื้นที่ที่เป็นรูพรุน, คาร์บอน และซิลิคอน และวัดปริมาณของแต่ละสารโดยการนับจำนวนพิกเซลที่เป็นสารนั้น ๆ และหารด้วยจำนวนพิกเซลทั้งหมดในภาพ เพื่อหาเปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ที่เป็นสารนั้น ๆ ในภาพ ซึ่งช่วยในการวิเคราะห์โครงสร้างของสารและเข้าใจกระบวนการที่เกิดขึ้นในภาพได้อย่างชัดเจนและเชื่อถือได้ [21]

การก่อตัวของ Si_3N_4 สามารถเกิดขึ้นได้จากปฏิกิริยาโดยตรงของซิลิคอนกับก๊าซไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 1,400-1,450 °C จากกระบวนการไนไตรเดชัน [22] ซึ่งกระบวนการนี้จะสามารถเกิด Si_3N_4 ได้ 2 แบบคือ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ($\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$) และ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ($\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$) โดย $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่มีโครงสร้างคล้ายเข็ม (Needle) จะก่อตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1,400 °C และ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ โครงสร้างแบบละเอียด (Fine) จะก่อตัวในช่วงอุณหภูมิสูงกว่า 1,450 °C และจะก่อตัวเป็น $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ หากอุณหภูมิสูงกว่า 1,450 °C [23] โดยในระหว่างการสร้าง Si_3N_4 นั้นมีการก่อตัวของ SiC โดยซิลิคอนจะทำปฏิกิริยากับกราฟไฟต์ซึ่งประกอบด้วยคาร์บอน และระหว่างการทำปฏิริยานั้นซิลิคอนและ

กราฟไฟต์อาจเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนที่อุณหภูมิ 1,200 – 1,400 °C ได้แม้ว่าจะมีออกซิเจนที่มีความเข้มข้นต่ำมากก็ตาม (0.001%) ทำให้เกิดซิลิคอนสถานะไอ (Si) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ดังสมการที่ (1) และ (2) ที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าการสร้าง Si_3N_4 และสามารถก่อตัวเป็นนิวเคลียสของ $\beta\text{-SiC}$ ($\beta\text{-SiC}$) และวิสเกอร์ได้ [24, 25]



โดยสรุปกราฟไฟต์มีความแข็งแรงค่อนข้างต่ำและสามารถสูญเสียความแข็งแรงได้ง่ายในสภาวะการใช้งานที่อุณหภูมิสูงหรือในสภาพแวดล้อมที่ทำให้เกิดการสึกหรอ ซึ่งเป็นปัญหาที่สำคัญในการนำไปใช้ในงานที่ต้องการความทนทานสูง อนุภาค Si_3N_4 สามารถช่วยเสริมแรงให้กราฟไฟต์ได้ [26] อย่างไรก็ตาม การศึกษาความแข็งแรงที่เกิดจากการเสริมแรงกราฟไฟต์ด้วย Si_3N_4 ยังพบได้น้อย ดังนั้นเพื่อการปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรงของกราฟไฟต์ให้สามารถต้านทานต่อการสึกหรอได้ งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะศึกษาการแทรกซึมสารละลายซิลิคอนบนพื้นผิวของกราฟไฟต์ โดยจะทำความเข้าใจถึงการเปลี่ยนแปลงความแข็งแรงและการเปลี่ยนแปลงด้านสัณฐานวิทยาของกราฟไฟต์ที่ได้รับการเสริมแรงด้วย Si_3N_4 และวัดระยะการแทรกซึมของซิลิคอนที่แทรกซึมเข้าไปภายในรูพรุนของกราฟไฟต์ด้วยระยะเวลาต่าง ๆ และประเมินความแข็งแรงที่เกิดขึ้นหลังการเสริมแรงเปรียบเทียบกับกราฟไฟต์ที่ไม่ได้เสริมแรง



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

2. วิธีการดำเนินการทดลอง

2.1 การเตรียมตัวอย่าง

เตรียมตัวอย่างกราฟไฟต์ขนาด $12 \times 12 \times 3$ mm ทำการเตรียมผิวชิ้นงาน โดยขัดตัวอย่างด้วยกระดาษทราย เบอร์ 400 800 1,200 และ 2,500 ตามลำดับ และขัดเงาด้วยผงเพชรขัดเงาขนาด $1 \mu\text{m}$ ขณะเดียวกันเตรียมสารละลายซิลิคอนโดยการผสมผงซิลิคอน (Si) (325 เมช, 99% trace metals basis, Sigma-Aldrich) ในเอทานอล ด้วยอัตราส่วน 1 ต่อ 2 โดยน้ำหนัก กวนผสมด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นเติม Polyvinyl butyral B-98 (Sigma-Aldrich) ปริมาณ 1.33 wt% ลงในสารละลายและกวนต่อเป็นเวลา 48 ชั่วโมง เมื่อเตรียมตัวอย่างและสารละลายซิลิคอนแล้ว แช่วกราฟไฟต์ตัวอย่างในสารละลายซิลิคอนโดยวางในเครื่องสุญญากาศ ให้เกิดการแทรกซึมบนผิวของกราฟไฟต์เป็นเวลา 5 10 และ 15 นาที โดยใช้สุญญากาศแรงดัน 85 kPa หลังจากแช่วกราฟไฟต์ในสารละลายซิลิคอนแล้ว นำกราฟไฟต์ขึ้นจากสารละลายและทำให้แห้งในสุญญากาศแรงดัน 85 kPa ใช้เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างที่แห้งแล้วมาเผาในเตา (ยี่ห้อ Carbolite รุ่น CTF18/300) ที่อุณหภูมิ $1,450^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตรา Heating – Cooling rate 400°C/hr ควบคุมบรรยากาศในเตาด้วยก๊าซไนโตรเจน (N_2) เพื่อสร้างการเสริมแรงด้วยซิลิคอนไนไตรต์ (Si_3N_4) โดยใช้อัตราการไหลไนโตรเจน 2 l/min

2.2 ดำเนินการทดสอบ

ทดสอบความแข็งของตัวอย่างด้วยไมโครวิกเกอร์ (Hv) (ยี่ห้อ Future-Tech รุ่น FM-310) ตามมาตรฐาน ASTM E 92 – 82 โดยใช้หัวกดเพชรพีระมิดฐาน

สี่เหลี่ยมที่มีมุมรวมอยู่ที่ 136° ใช้น้ำหนักปกติ 2 กิโลกรัม เป็นระยะเวลา 12 วินาทีที่พื้นผิวของตัวอย่าง จำนวน 9 จุดต่อชิ้น โดยแต่ละจุดห่างกัน 4 มิลลิเมตร

โครงสร้างและระยะการแทรกซึมทดสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) (ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6010LV) โดยใช้โหมด Secondary Electrons และใช้ซอฟต์แวร์วิเคราะห์ภาพ (Image Analysis Software) เพื่อวัดการกระจายและระยะที่ซิลิคอนแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของกราฟไฟต์ ในส่วนขององค์ประกอบธาตุของตัวอย่างทดสอบด้วยเครื่องสเปกโตรสโคปีแบบแยกกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDX) (ยี่ห้อ Oxford Instrument รุ่น X-Max 20) ด้วยแรงดันเร่ง 15 kV จากนั้นวิเคราะห์สารประกอบ โครงสร้างภายใน และสัดส่วนเฟสของตัวอย่าง โดยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction : XRD) (ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 ADVANCE) ในช่วงมุม 2θ เท่ากับ $10 - 90^\circ$ ใช้แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ Cu-K α พลังงาน 40 keV และกระแส 40 mA

3. ผลการทดลองและการอภิปรายผล

3.1 ระยะการแทรกซึมของสารละลาย

การแทรกซึมของ Si_3N_4 ภายในรูพรุนของกราฟไฟต์ ถูกเตรียมโดยวิธีการตัดขวาง (Cross-Section) ตัวอย่างเพื่อให้เห็นระยะการแทรกซึมที่เกิดขึ้นภายในเนื้อกราฟไฟต์ ซึ่งลักษณะการตัดขวางจะเป็นไปตามรูปที่ 1 ระยะที่ Si_3N_4 แทรกซึมเข้าไปในรูพรุนกราฟไฟต์ที่เวลา 5, 10 และ 15 นาที ดังรูปที่ 2 มีระยะของการแทรกซึมที่มากที่สุดประมาณ $20 \mu\text{m}$, $60 \mu\text{m}$ และ



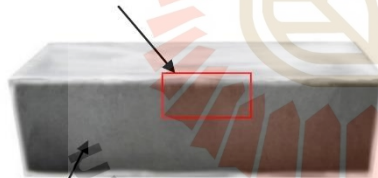
บทความวิจัย

120 μm ตามลำดับ จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าการแทรกซึมของ Si_3N_4 ในรูพรุนกราฟไฟต์เมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น จะทำให้ระยะการแทรกซึมเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ดังนั้นจากการทดลองอาจกล่าวได้ว่า ระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อระยะการแทรกซึมของ Si_3N_4 ในรูพรุนกราฟไฟต์

ตารางที่ 1 สัดส่วนเฟสที่วิเคราะห์ด้วย XRD และความพรุนของกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์

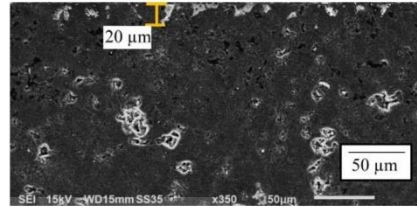
ตัวอย่าง	Graphite (wt%)	$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (wt%)	$\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ (wt%)	$\beta\text{-SiC}$ (wt%)	ความพรุน (%)
กราฟไฟต์ฐาน	100	-	-	-	27
5 นาที	97.3	1.79	0.32	0.59	20
10 นาที	86.5	8.34	1.98	3.18	16
15 นาที	78.8	12.6	3.24	5.36	13

บริเวณที่สังเกตระยะการแทรกซึม

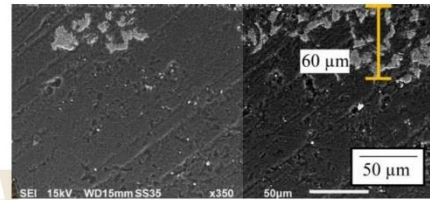


ด้านที่ตัด section

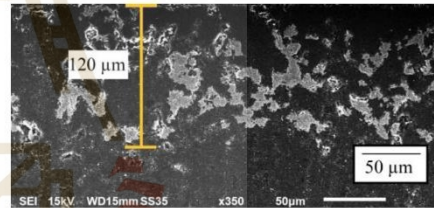
รูปที่ 1 ลักษณะ Cross-section ของตัวอย่างที่ใช้ในการสังเกตระยะการแทรกซึมของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4



(a) 5 min



(b) 10 min



(c) 15 min

รูปที่ 2 ระยะการแทรกซึมของ Si_3N_4 ภายในรูพรุนของกราฟไฟต์ ณ เวลาต่าง ๆ

3.2 สมบัติทางโครงสร้างและทางกลของตัวอย่าง

สัณฐานวิทยาของกราฟไฟต์และคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 แสดงในรูปที่ 3 ซึ่งรูปที่ 3a แสดงพื้นผิวของกราฟไฟต์ที่ไม่ได้เสริมแรง ประกอบด้วยเกรนและรูพรุนขนาดต่างกัน รูปที่ 3b-3d แสดงพื้นผิวของคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

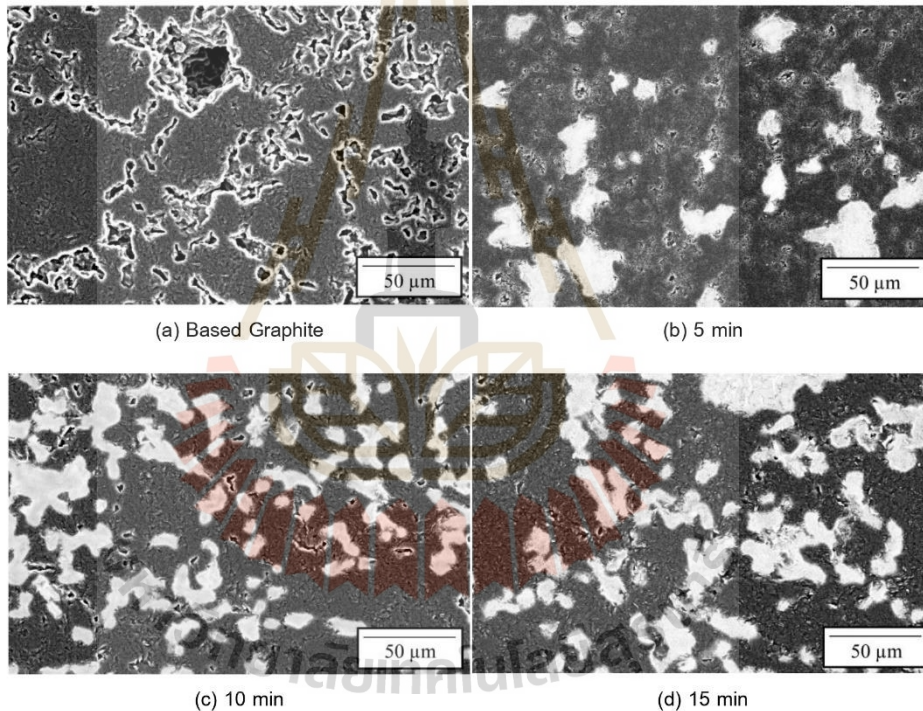
ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

Si_3N_4 พบว่ามีบริเวณที่เป็นสีเข้มและจาง โดยพื้นที่สีจางพบว่าเป็น Si_3N_4 โดยเกรนของตัวอย่างที่ถูกเสริมแรงมีลักษณะคล้ายกับรูพรุนของกราไฟต์ ซึ่งแสดงว่ารูพรุนของกราไฟต์ถูกเติมเต็มด้วย Si_3N_4 ในขณะที่ยังมีรูพรุนขนาดเล็กกว่า $\sim 5 \mu\text{m}$ ไม่มีการแทรกซึมหรือมีการแทรกซึมเล็กน้อย

นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าการกระจายตัวของ Si_3N_4

ค่อนข้างเป็นลักษณะเดียวกันกับการกระจายของรูพรุน ดังนั้นความพรุนของคอมโพสิตกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 จึงต่ำกว่ากราไฟต์ฐาน ความพรุนที่วัดได้จากไมโครกราฟ SEM ใช้การคำนวณตามวิธี Qualitative Digital Image Analysis (QDIA) [4] มีค่าประมาณ 27% 20% 16% และ 13% สำหรับกราไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่เวลา 5, 10 และ 15 นาที ตามลำดับ



รูปที่ 3 SEM แสดงการแทรกซึมของวัสดุเสริมแรงในรูพรุน ณ เวลาต่าง ๆ



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

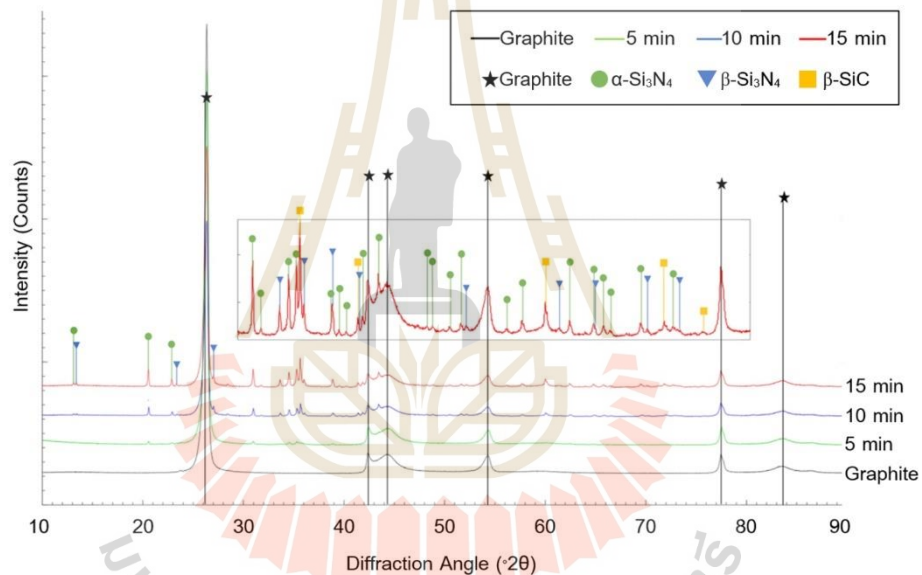
ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

รูปที่ 4 แสดงผลการศึกษาของ XRD จากกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 พบว่าสารประกอบกราฟไฟต์เป็นเฟสหลักในทุกตัวอย่าง ในตัวอย่างคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่ระยะเวลาการแทรกซึมต่างกัน พบว่าตัวอย่างที่มีระยะเวลาการแทรกซึม 5 นาที พบ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ และ $\beta\text{-SiC}$ ปริมาณเล็กน้อย และเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาการแทรกซึมเพิ่มขึ้น ซึ่งผลของ XRD สามารถ

แบ่งสัดส่วนเฟสของกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์ได้ดังแสดงในตารางที่ 1 ซึ่งสอดคล้องกับผลในรูปที่ 2 และ 3

ขึ้นตัวอย่างการแทรกซึมที่ระยะเวลา 5 นาที พบ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ปรากฏค่อนข้างชัดเจน ในขณะที่ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ และ SiC นั้นสังเกตได้ค่อนข้างยาก และจะสังเกตได้ชัดเจนขึ้นในขึ้นตัวอย่างที่แทรกซึมด้วยเวลา 10 และ 15 นาที



รูปที่ 4 ผลการศึกษา XRD เปรียบเทียบองค์ประกอบธาตุของตัวอย่างกราฟไฟต์และคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ณ ระยะเวลาการแทรกซึมต่าง ๆ

นอกจากนี้ยังเกิดการรวมกันของซิลิคอนและคาร์บอนของกราฟไฟต์ที่ทำปฏิกิริยากันโดยตรงระหว่าง

การสร้างสารประกอบ Si_3N_4 ซึ่งเกิดเป็นสารประกอบนิวเคลียส SiC ขึ้นตามปฏิกิริยาของสมการที่ (4) [25]



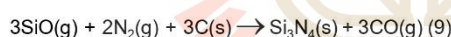
บทความวิจัย



การทำปฏิกิริยาของ Si(g) และ SiO(g) ที่กระจายอยู่ในกราฟไฟต์ที่อุณหภูมิ 1,200 - 1,400 °C สร้างพันธะ Si-C และ Si-O-C ตามปฏิกิริยาของสมการที่ (5) [27]

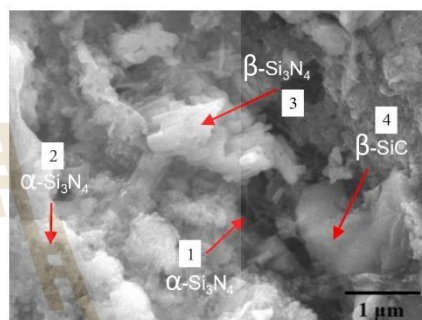
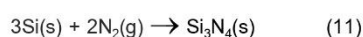
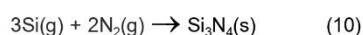


การก่อตัวของ SiC ที่เป็น Whiskers ตามสมการที่ (6) และ (7) ต่อเนื่องจากการเกิดนิวเคลียสในสมการที่ (4) และ (5) จากการทำปฏิกิริยากับ Si(g), SiO(g) และ CO(g) ที่ตกค้างในปริมาณที่ค่อนข้างน้อย และการก่อตัวของ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่มีสัณฐานคล้ายเข็มตามปฏิกิริยาของสมการที่ (8) และ (9) [24, 28-30]



ในระหว่างปฏิกิริยาของสมการที่ (10) เกิดการก่อตัวของ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่มีสัณฐานวิทยาเกรนละเอียดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่าง Si(g) และ $\text{N}_2\text{(g)}$ [31] นิวเคลียสในไตรด์จะเกิดขึ้นในขณะที่ Si(g) แพร่กระจายบนพื้นผิวนิวเคลียสและถูกไอของ N_2 ปกคลุมทำปฏิกิริยากับ Si(g) หรือ SiO(g) ก่อตัวเป็น $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ [30, 31] ประเภทเกรนละเอียดและประเภทสัณฐานคล้ายเข็มตามลำดับ

ในขณะที่เดียวกันอาจมีซิลิคอนบางส่วนทำปฏิกิริยาโดยตรงกับ $\text{N}_2\text{(g)}$ ก่อตัวเป็น $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่มีสัณฐานคล้ายใบมีดที่โดยปกติจะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1,450°C ตามปฏิกิริยาในสมการที่ (11)



รูปที่ 5 SEM ของตัวอย่างที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ในโหมตอเล็กตรอนหุติยภูมิ

สัณฐานวิทยาของคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ดังรูปที่ 5 แสดงให้เห็นถึงสารประกอบ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่มีลักษณะคล้ายเข็ม (1), $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ เกรนละเอียด (2), $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่คล้ายใบมีด (3) และนิวเคลียสของ $\beta\text{-SiC}$ (4) ตามลำดับ โดย SiC ได้จากการรวมกันของกราฟไฟต์และผงซิลิคอน และได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 1,200 - 1,400 °C และ Si_3N_4 ได้จากการให้ความร้อนซิลิคอนในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,200 - 1,450 °C ในบรรยากาศไนโตรเจน [23]



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

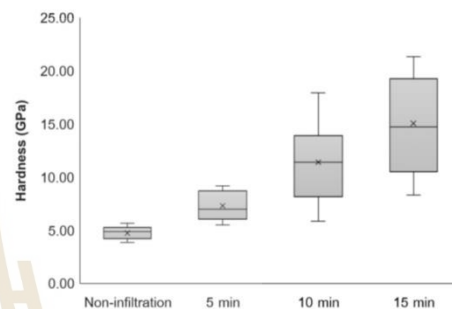
3.3 ความแข็ง

ความแข็งที่วัดได้จากเครื่องไมโครวิกเกอร์ โดยค่าความแข็งวิกเกอร์ถูกแปลงหน่วยจาก HV เป็นหน่วย SI คือ GPa [32] ซึ่งวัดความแข็งเฉลี่ยของกราฟไฟต์ฐาน คือ 4.75 ± 0.60 GPa และหลังการแทรกซึมและสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ที่เวลาต่างกัน 5, 10 และ 15 นาที มีค่าสูงขึ้นเป็น 7.31 ± 1.37 , 11.40 ± 3.70 และ 15.07 ± 4.89 GPa ตามลำดับ แม้ว่าค่าความแข็งของคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 จะมีค่าที่สูงขึ้น แต่ก็ยังมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูง ดังรูปที่ 6 อาจมาเนื่องจากการกระจายตัวแบบสุ่มของ Si_3N_4 ไปตามตำแหน่งรูพรุนบนผิวกราฟไฟต์

จากการเปรียบเทียบสัดส่วนเฟสจาก XRD ในตารางที่ 1 พบว่าสัดส่วนเฟสของกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4 ถูกแบ่งออกเป็น $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ และ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ซึ่งเมื่อดูจากสัดส่วนเฟสจะพบว่าเฟสของ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ เมื่อเวลาในการแทรกซึมเพิ่มมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเฟสที่มีผลต่อความแข็งของกราฟไฟต์มากที่สุดคือ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ เนื่องจาก $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (16.80 GPa) โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกที่เสถียรภาพและมีการ slip ที่น้อยกว่าเมื่อถูกแรงกระทำ จึงช่วยให้มีความแข็งและรับแรงดีกว่า $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ (11.52 GPa) ที่มีโครงสร้าง triclinic ที่ซับซ้อนกว่า [33] ดังนั้นจึงอธิบายได้ว่าการเพิ่มขึ้นของปริมาณ Si_3N_4 ที่แทรกซึมเข้าสะสมในรูพรุนกราฟไฟต์ที่มากขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป มีผลต่อการเพิ่มความแข็งของกราฟไฟต์เสริมแรง

รายงานระบุค่าความแข็งของเซรามิกส์ Si_3N_4 ปกติอยู่ที่ประมาณ 35.31 Gpa [6] และดังนั้นความ

แข็งที่เพิ่มขึ้นของกราฟไฟต์เสริมแรงด้วย Si_3N_4 เมื่อเทียบกับตัวอย่างกราฟไฟต์ฐาน เป็นผลมาจากการสะสมของอนุภาค Si_3N_4 และ SiC ในรูพรุนของกราฟไฟต์ตามสัดส่วนเฟสของอนุภาคเสริมแรงที่ก่อตัวขึ้น



รูปที่ 6 ความแข็งวิกเกอร์เฉลี่ยของกราฟไฟต์ฐานและคอมโพสิตกราฟไฟต์ที่เสริมแรงด้วย Si_3N_4

4. บทสรุป

อนุภาคของ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ และ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ที่เกิดขึ้นภายในรูพรุนของกราฟไฟต์โดยวิธีการแทรกซึมสารละลายซิลิคอน โดยใช้เวลาแทรกซึมแตกต่างกันคือ 5, 10 และ 15 นาที และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $1,450^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน มีการเปลี่ยนแปลงด้านสัญญาณวิทยาที่เกิดขึ้นในรูพรุนของ กราไฟต์ การแทรกซึมที่เวลา 15 นาทีที่สารละลายซิลิคอนสามารถแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนได้มากที่สุด ประมาณ $120\ \mu\text{m}$ ความแข็งของกราฟไฟต์เสริมแรงด้วย Si_3N_4 เพิ่มขึ้นสูงสุด 217.49% เป็นผลจากการกระจายตัวของ Si_3N_4 ในรูพรุนของกราฟไฟต์ทำให้ความแข็งเพิ่มขึ้น ซึ่งในการศึกษานี้การ



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

เสริมแรงด้วย Si_3N_4 มีค่าความแข็งที่สูงที่สุดคือ 15.07 GPa

ดังนั้น วิธีการแทรกซึมสารละลายนี้สามารถเสริมแรงด้วยอนุภาค Si_3N_4 เข้าไว้ในรูพรุนของกราฟไฟต์ได้ คาดว่าจะส่งผลให้มีอายุการใช้งานยาวนานขึ้น

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ได้รับความช่วยเหลือจากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ให้ความอนุเคราะห์เพื่อสถานที่และเครื่องมือสำหรับทำงานวิจัย รวมถึงขอขอบคุณบริษัท สีม้าเทคโนโลยี จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ตัวอย่างกราฟไฟต์และวัสดุ

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] T. D. Burchell and T. R. Pavlov, Graphite: Properties and characteristics, *Comprehensive Nuclear Materials*, 2020, 7, 355-381.
- [2] <https://www.britannica.com/science/graphite-carbon>. (Accessed on 22 June 2023)
- [3] N. B. Dhokey and K. K. Rane, Wear behavior and its correlation with mechanical properties of TiB₂ reinforced aluminium-based composites, *Advances in Tribology*, 2011, 2011.
- [4] M. A. Hernandez, K. D. Bakoglidis and P. Xiao, A new slurry infiltration method to enhance the wear resistance of bulk graphite with development of reinforced graphitic composites including SiC or Si_3N_4 hard particles, *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, 39(6), 1984-1992.
- [5] H. S. Kim, On the rule of mixtures for the hardness of particle reinforced composites, *Materials Science and Engineering*, 2000, 289(1-2), 30-33.
- [6] J. Z. Jiang, F. Kragh, D. J. Frost, K. Ståhl and H. Lindelov, Hardness and thermal stability of cubic silicon nitride, *Journal of Physics Condensed Matter*, 2001, 13(22), 515-520.
- [7] P. Ge, Y. Cheng and K. Sun, Structure and performance of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}/\text{CNT}$ composite fibres, *Ceramics International*, 2019, 45(10), 12677-12681.
- [8] A. K. Kothari, J. Kengqing, R. Janet and B. W. Sheldon, Comparison between carbon nanotube and carbon nanofiber reinforcements in amorphous silicon nitride coatings, *The American Ceramic Society*, 2008, 91(8), 2743-2746.
- [9] P. Sharma, S. Sharma and D. Khanduja, Production and some properties of Si_3N_4 reinforced aluminium alloy composites,



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

- Journal of Asian Ceramic Societies, 2015, 3(3), 352-359.
- [10] J. K. Kim, P. K. Rohatgi, J. O. Choi and C. O. Choi, Wear properties and effect of molds on microstructure of graphite reinforced copper alloy composites made by centrifugal casting, *Metals and Materials International*, 2005, 11(4).
- [11] M. Chen, W. Zhou, J. Zhang and Q. Chen, Dielectric property and space charge behavior of polyimide/silicon nitride nanocomposite films, 2020, 12(2), 322.
- [12] A. Khan, M. Puttegowda, P. Jagadeesh, H. M. Marwani, A. M. Asiri, A. Manikandan, A. A. P. Khan, G. Md Ashraf, S. M. Rangappa and S. Siengchin, Review on nitride compounds and its polymer composites: a multifunctional material, *Materials Research and Technology*, 2022, 18, 2175-2193.
- [13] I. E. Aparicio, D. T. Fishpool, V. R. Diaz, R. A. Dorey and J. A. Yeomans, Evaluation of polymer matrix composite manufacturing routes for production of an oxide/oxide ceramic matrix composite, *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, 42(5), 2420-2428.
- [14] C. Wang, X. Wang, B. Wang, G. Xiao, R. Qiao, F. Zhang, Y. Bai, Y. Li, Y. Wu, Z. Wang and H. Wang, Enhancement of thermal shock resistance in B-Si₃N₄ coating with in situ synthesized β-Si₃N₄ nanowires/nanobelts on porous Si₃N₄ ceramics, *Ceramics International*, 2021, 47(18), 25449-25457.
- [15] Y. Tong, S. Bai, X. Liang, Q. H. Qin and J. Zhai, Reactive melt infiltration fabrication of C/C-SiC composite: Wetting and infiltration, *Ceramics International*, 2016, 42(15), 17174-17178.
- [16] X. Liu, D. Zhang, R. Ma, Y. Wang, X. Yang and Y. Liu, The two-tier tissue reinforcing and toughening mechanism caused by dual-granularity Si powders ingredient, and dielectric properties in reaction bonded and sintered reaction bonded Si₃N₄ porous ceramics, *Ceramics International*, 2022, 48(16), 22877-22884.
- [17] S. Li, H. Cui, Q. Ma, X. Liu, Y. Wang, L. Shang and Y. Zheng, The one-step pyrolysis process of rattan-based silicon carbide multiphase ceramics prepared by sol-gel method, *Journal of Wood Science*, 2021, 67(1).
- [18] D. Kopeliovich, Advances in the manufacture of ceramic matrix composites using infiltration techniques, *Advances in Ceramic Matrix Composites*, 2014, 79-108.



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

- [19] M. Rosso, Ceramic and metal matrix composites: Routes and properties, *Journal of Materials Processing Technology*, 2006, 175(1-3), 364-375.
- [20] W. Guo, Y. Ye, S. Bai, L. Zhu and S. Li, Preparation and formation mechanism of C/C-SiC composites using polymer-Si slurry reactive melt infiltration, *Ceramics International*, 2020, 46(5), 5586-5593.
- [21] J. C. Margiotta, D. Zhang and D. C. Nagle, Microstructural evolution during silicon carbide (SiC) formation by liquid silicon infiltration using optical microscopy, *Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2009, 28, 191-197.
- [22] J. Rakshit and P. K. Das, Optimization of time-temperature schedule for nitridation of silicon compact on the basis of silicon and nitrogen reaction kinetics, *Bulletin of Materials Science*, 2000, 23, 249-253.
- [23] H. M. Jennings and M. H. Richman, Structure, formation mechanisms and kinetics of reaction-bonded silicon nitride, *Journal of Materials Science*, 1976, 11, 2087-2098.
- [24] M. Long, Y. Li, H. Qin, W. Xue, J. Chen, J. Sun and R. V. Kumar, Formation mechanism of Si₃N₄ in reaction-bonded Si₃N₄-SiC composites, *Ceramics International*, 2016, 42(15), 16448-16452.
- [25] Y. Li, Q. Wang, H. Fan, S. Sang, Y. Li and L. Zhao, Synthesis of silicon carbide whiskers using reactive graphite as template, *Ceramics International*, 2014, 40(1), 1481-1488.
- [26] A. Saleem, Y. Zhang, H. Gong, M. K. Majeed, M. Z. Ashfaq, J. Jing, X. Lin and M. Sheng, Carbon nanostructure-reinforced SiCw/Si₃N₄ composite with enhanced thermal conductivity and mechanical properties, *RSC Advances*, 2020, 10(25), 15023-15029.
- [27] S. Larpiattaworn, P. Ngerchuklin, W. Khongwong, N. Pankurdee and S. Wada, The influence of reaction parameters on the free Si and C contents in the synthesis of nano-sized SiC, *Ceramics International*, 2006, 32(8), 899-904.
- [28] M. Saito, S. Nagashima and A. Kato, Crystal growth of SiC whisker from the SiO(g)-CO system, *Journal of Materials Science*, 1992, 11, 373-376.
- [29] Y. H. Gao, Y. Bando, K. Kurashima and T. Sato, SiC nanorods prepared from SiO and activated carbon, *Journal of Materials Science*, 2002, 37(10), 2023-2029.
- [30] G. Ziegler, J. Heinrich and G. Wötting, Relationships between processing, microstructure and properties of dense and



บทความวิจัย

วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม (The Journal of Industrial Technology)

ISSN (online): 2697-5548

DOI: 10.14416/j.ind.tech.2024.06.003

reaction-bonded silicon nitride, Journal of Materials Science, 1987, 22(9), 3041–3086.

- [31] H. M. Jennings, On reactions between silicon and nitrogen, Journal of Materials Science, 1983, 18(4), 951–967.
- [32] <https://sm-nitk.vlabs.ac.in/exp/vickers-hardness-test/theory.html#:~:text=The%20corresponding%20units%20of%20HV,get%20the%20answer%20in%20GPa.>
(Accessed on 9 April 2024)
- [33] Q. Wu, Z. Huo, C. Chen, X. Li, Z. Wang, C. Wang, L. Zhang, Y. Gao, M. Xiong and K. Pan, Prediction of four Si₃N₄ compounds by first-principles calculations, AIP Advances, 2023, 13.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ประวัติผู้เขียน

นางสาวลักษิกา สุยะวงษ์ (ตาล) เกิดเมื่อวันที่ 18 มีนาคม พ.ศ. 2541 ณ อำเภอเมือง อุดรดิตต์ จังหวัดอุดรดิตต์ และได้เรียนระดับมัธยมศึกษาปีที่ 1 ถึง 6 ในสายวิทยาศาสตร์และคณิตศาสตร์ ณ โรงเรียนตากพิทยาคม อำเภอเมืองตาก จังหวัดตาก จากนั้นได้สำเร็จการศึกษาในระดับปริญญาตรีในสาขาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา ตาก จังหวัดตาก ในปี พ.ศ. 2564 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิศวกรรมเครื่องกลและระบบกระบวนการ ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา

ประสบการณ์การทำงาน

- สหกิจศึกษา ณ บริษัท มิตซูบิชิ อิเล็กทริก ไทย ออโต้ พาร์ท จำกัด จังหวัดระยอง
- ประสบการณ์ด้านการสอนระหว่างการศึกษาดำเนินตำแหน่งผู้ช่วยสอนและวิจัย หลักสูตรวิศวกรรมการผลิตอัตโนมัติและหุ่นยนต์ สาขาวิชาวิศวกรรมการผลิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา

สำหรับด้านการวิจัยนั้นผู้เขียนได้นำความรู้เรื่องวัสดุ และไตรโบโลยี มาประยุกต์ใช้ในการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติทางกลของวัสดุและเขียนเป็นบทความทางวิชาการเพื่อเผยแพร่ในวารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม ปีที่ 20 ฉบับที่ 2