



รายงานการวิจัย

การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้วยอนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ (Improvement of Mechanical Properties of Alumina with Silicon Carbide Nanoparticles)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้วยอนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ (Improvement of Mechanical Properties of Alumina with Silicon Carbide Nanoparticles)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ.2548
ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กรกฎาคม 2554

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จลุล่วงด้วยดีโดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2548 ผู้วิจัยขอขอบคุณคุณหัตสนัยน์ เหลืองธนารักษ์ ผู้ช่วยวิจัย และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล)

ผู้วิจัย



บทคัดย่อ

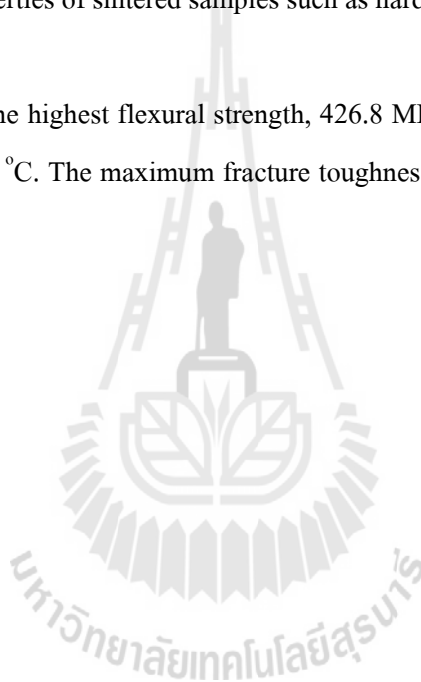
การศึกษาการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ มีจุดประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้าน ความแข็งแรง และความเหนียว เพื่อให้เหมาะสมสำหรับการใช้งานทางด้านวิศวกรรม เช่น เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ วัสดุขัดถู ชิ้นส่วนเครื่องจักร เป็นต้น โดยงานวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์โดยวิธีผสมแบบเชิงกลใช้ผงซิลิคอน และผงคาร์บอน ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์เป็นวัตถุดิบตั้งต้น โดยตัวอย่างที่ผ่านการผสมแบบเชิงกลจะนำไปทำการให้ความร้อน (annealing) ที่อุณหภูมิ 1350 °C ส่วนที่ 2 เป็นการนำเอาผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในส่วนที่ 1 มาผสมกับอะลูมินาเนื้อหลัก โดยใช้ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งเป็นวัสดุเสริมแรงในปริมาณที่ต่างกัน และนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการเผาผนึกแบบฝังกลบ แล้วนำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะ ได้แก่ วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่นและทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็งแกร่งและความเหนียว

ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าความทนต่อการดัดโค้ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ 426.8 MPa ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C และค่าความเหนียวสูงสุดเท่ากับ 3.8 MPa.m^{0.5} จะได้จากชิ้นงานที่มีซิลิคอนคาร์ไบด์ในปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร โดยผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C

Abstract

Al_2O_3 -SiC composites were investigated on their properties such as a strength and toughness for the optimized properties were used application engineer such as cutting tool abrasive and engine part. The experimental have 2 part of the experiment, the first part of experiment was to study the synthesis of nano-sized SiC powder from silicon and graphite powder by mechanical alloying. Synthesized SiC nanopowder was annealed at 1350°C . In the second part of experiment, Synthesized SiC nanopowder was obtained the frist part of experiment where it was reinforced in Al_2O_3 matrix with different amount and burial sintered. Sintered composites were characterized on the phase, microstructure and density. The mechanical properties of sintered samples such as hardness, flexural strength and fracture toughness were measured.

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



สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ.....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ข
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 อะลูมินา.....	3
2.2 ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	5
2.2.1 การเตรียมบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์.....	6
2.2.1.1 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง ซิลิคอนกับคาร์บอน.....	6
2.2.1.2 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันระหว่าง ซิลิกากับคาร์บอน.....	6
2.2.1.3 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ.....	6
2.2.1.4 เตรียมโดยวิธีการระเหยของก๊าซ.....	7
2.2.1.5 เตรียมได้จากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เป็น Organosilicic polymers.....	7
2.2.2 การเตรียมแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์.....	7

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.2.3 การแบ่งผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์.....	8
2.2.3.1 ผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดติดกันเป็นรูปร่างด้วยตัวของมันเอง.....	8
2.2.3.2 ผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การอัดโดยใช้ความร้อน.....	8
2.2.3.3 ผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดด้วยแกรไฟต์.....	8
2.2.3.4 ผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยัดติด กันโดยใช้ดิน.....	8
2.2.3.5 การยัดติดกันโดยสารประกอบซัลไฟเกต.....	8
2.2.3.6 ผลิตภัณฑ์ซัลฟิโคนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วย การยัดติดกันโดยซัลฟิโคนไนไตรด์.....	9
2.2.4 การเชื่อมสภาพของซัลฟิโคนคาร์ไบด์	9
2.2.5 ผลิตภัณฑ์ของซัลฟิโคนคาร์ไบด์.....	10
2.3 การบดผสมแบบเชิงกล.....	12
2.3.1 ประวัติความเป็นมา.....	12
2.3.2 กระบวนการของการบดผสมแบบเชิงกล.....	16
2.3.2.1 วัตถุประสงค์.....	16
2.3.2.2 การบด.....	16
2.3.2.3 ตัวแปรผันของกระบวนการ.....	19
2.3.3 กลไกการเกิดโลหะผสม.....	23
2.3.3.1 องค์ประกอบความเหนียว-ความเหนียว.....	25
2.3.3.2 องค์ประกอบความเหนียว-ความเปราะ.....	26
2.3.3.3 องค์ประกอบความเปราะ-ความเปราะ.....	27
2.4 วัสดุเชิงประกอบ	27
2.4.1 พอลิเมอร์คอมโพสิต.....	28
2.4.2 เซรามิกคอมโพสิต.....	28

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4.3 เมทัลคอมโพสิต.....	29
2.4.4 การรับแรงของวัสดุ.....	29
2.4.4.1 แรงดึง.....	29
2.4.4.2 แรงกดอัด.....	29
2.4.4.3 แรงเฉือน.....	30
2.4.4.4 แรงคด.....	30
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	34
3.1 อุปกรณ์การทดลอง.....	34
3.2 วัสดุและสารเคมี.....	35
3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์.....	36
3.2.2 ผงซิลิกอน.....	36
3.2.3 ผงคาร์บอน.....	36
3.2.4 ผงอิทเทรียมออกไซด์.....	36
3.3 วิธีการทดลอง.....	37
3.3.1 การออกแบบการทดลอง.....	37
3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง.....	42
3.3.3 การตรวจสอบ charge ratio ที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง.....	43
3.3.4 การตรวจสอบเวลาที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง.....	44
3.3.5 อุณหภูมิในการให้ความร้อน.....	45
3.3.6 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นและผงตัวอย่าง.....	46
3.3.6.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิกอน อะลูมินา และคาร์บอน.....	46
3.3.6.2 การหาขนาดผลึกของสารตัวอย่าง.....	47
3.3.6.3 การตรวจวิเคราะห์ห้องค้ำประกอบทางเฟสของผงซิลิกอน คาร์บอน อะลูมินาและผงตัวอย่าง.....	48
3.3.6.4 การหาขนาดของผงตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน.....	49
3.3.7 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบ.....	49
3.3.7.1 การเตรียมผงตัวอย่างเสริมแรงในอะลูมินา.....	49

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.3.7.2 การผสมผงตัวอย่างกับอะลูมินา.....	51
3.3.8 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง.....	52
3.3.9 การเผาผนึก.....	53
3.3.10 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรุกรุนของตัวอย่าง.....	57
3.3.11 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	58
3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ.....	58
3.3.11.2 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	58
3.3.12 ทดสอบความแข็งจุลภาค.....	60
3.3.13 การหาค่าความเหนียว.....	61
3.3.14 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	62
3.3.14.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค.....	62
3.3.14.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	63
3.3.14.3 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	64
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	70
4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	70
4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	70
4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงอะลูมินา.....	71
4.1.1.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา.....	71
4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน.....	72
4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงคาร์บอน.....	73
4.1.2.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงคาร์บอน.....	74
4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอน.....	75
4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงซิลิคอน.....	76
4.1.3.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงซิลิคอน.....	77
4.2 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์หลังจากการบดที่เวลาต่าง ๆ กัน.....	78

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing.....	78
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน.....	79
4.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 20:1 ก่อนทำการ annealing.....	80
4.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 20:1 หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน.....	81
4.2.5 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อขนาดผลึก (crystallite size) ของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลาการบด 5 ชั่วโมงหลังทำการ annealing.....	83
4.3 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	85
4.3.1 วิทยาของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 °C.....	85
4.3.2 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน.....	86
4.3.3 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	94

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	99
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	99
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	100
บรรณานุกรม.....	101
ภาคผนวก	
ภาคผนวกก. XRD แพทเทิร์น อะลูมินา คาร์บอน ซิลิกอนและซิลิกอนคาร์ไบด์.....	113
ภาคผนวกข. ตารางการคำนวณ ชาร์จเรโซที่อัตราส่วนต่างกัน ใช้เวลา การบดผสม 1 ชั่วโมงชาร์จเรโซที่อัตราส่วนเหมาะสม ใช้เวลาดังกันและชาร์จเรโซที่อัตราเหมาะสม กับเวลาที่เหมาะสม.....	118
ภาคผนวกค. มาตรฐานการทดสอบ ASTM.....	126
ภาคผนวก ง. ตัวอย่างการคำนวณ Modulus of ruptureHardness และ Toughness.....	144
ภาคผนวกจ. ตัวอย่างการคำนวณ Crystal size.....	148
ประวัติผู้วิจัย.....	104

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ข้อมูลของแต่ละเทคนิค.....	13
3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	34
3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	35
3.3 อัตราส่วนผสมที่ใช้ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 เวลาบด 1 ชั่วโมง.....	43
3.4 อัตราส่วนผสมที่ใช้เวลาบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงใช้ charge ratio 20:1.....	44
3.5 ข้อมูลในการให้ความร้อน.....	45
3.6 charge ratio และเวลาที่เหมาะสม.....	49
3.7 ข้อมูลอัตราส่วนผสม.....	51
3.8 ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	54
3.9 ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	55
3.10 ข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	56
4.1 ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	70
4.2 ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน.....	72
4.3 ลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอน.....	75
4.4 ค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....	86
4.5 ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็งของ วัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึก ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	95
ก.1 แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา.....	113
ก.2 แสดง XRD แพทเทิร์นของคาร์บอน.....	114
ก.3 แสดง XRD แพทเทิร์นของซิลิคอน.....	115
ก.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	116

สารบัญตาราง (ต่อ)

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



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่	
2.1	โครงสร้างของอะลูมินา 3
2.2	โครงสร้างของซิลิคอนคาร์ไบด์..... 10
2.3	แผนภูมิวัฏภาคของ SiC..... 11
2.4	พลังงานที่เกิดและการเย็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้เกิดวัสดุอุปเสถียร..... 12
2.5	เครื่องบดแบบเขย่า..... 17
2.6	เครื่อง Pulverisette5 17
2.7	เครื่องบดแบบแอตทริชัน..... 18
2.8	ปัจจัยการแปรผันของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล..... 20
2.9	ผงที่ถูกลบออกกระแทกในระหว่างการบดผสมแบบเชิงกล..... 23
2.10	เวลาระยะเวลาการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคขนาดอนุภาค..... 24
2.11	เวลาการบดที่เพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคเล็กลง..... 25
2.12	การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคในระหว่างการบดใน องค์ประกอบแบบความเหนียว-ความเปราะ..... 26
2.13	วัสดุคอมโพสิต..... 27
2.14	วัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ..... 28
2.15	วัสดุคอมโพสิตที่ใช้ในงานก่อสร้าง..... 28
2.16	ทิศทางของแรงดึง (tension)..... 29
2.17	ทิศทางของแรงอัด (compression)..... 29
2.18	ทิศทางของแรงเฉือน (shear)..... 30
2.19	ทิศทางของแรงคด (flexure)..... 30
2.20	คอมโพสิตชนิดต่าง ๆ และค่า tensile modulus..... 31
3.1	ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ใช้เวลาในการบด 1 ชั่วโมง..... 37

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า	
3.2	ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 20:1 ใช้เวลาในการบด 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง.....	38
3.3	ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	39
3.4	ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบโดยใช้ปริมาณด้วยผง นาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน.....	40
3.5	ขั้นตอนการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิง ประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	41
3.6	เครื่องบดผสมแบบเชิงกล (SPEX mill).....	42
3.7	เตาไฟฟ้าแบบท่อ (tube furnace).....	45
3.8	สภาวะที่ใช้ในการให้ความร้อน.....	46
3.9	เครื่อง particle size analyzerของบริษัท Malvern Instrument Ltd.....	47
3.10	เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD).....	48
3.11	เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง.....	52
3.12	เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) ของบริษัท Carver.....	52
3.13	ชิ้นงานที่มีขนาด 40 x 40 x 10 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร.....	53
3.14	การฝังกลบด้วยการซ้อนถ้วยที่ทำจากอะลูมินา.....	54
3.15	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	55
3.16	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	56
3.17	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	57
3.18	เครื่อง universal testing machine.....	59
3.19	ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน.....	61
3.20	เครื่อง ion sputtering device.....	62
3.21	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM).....	63

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.22 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เร็ด.....	63
3.23 เครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw).....	64
3.24 เครื่องขัดกระดาษทราย.....	65
3.25 เครื่องเครื่องตัดความถี่สูง (ultrasonic disc cutter) ของบริษัท GATAN.....	65
3.26 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ตัดด้วยเครื่องตัดความถี่สูง.....	66
3.27 เครื่องขัด disc grinder ของบริษัท GATAN.....	66
3.28 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ขัดด้วย disc grinder.....	66
3.29 เครื่อง dimple deep ของบริษัท GATAN.....	67
3.30 ชิ้นตัวอย่างที่ขัดให้ลึกกลงไปด้วยเครื่อง dimple deep.....	67
3.31 เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ของบริษัท GATAN.....	68
3.32 Climping type duopost.....	68
3.33 ชิ้นตัวอย่างที่ทำการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling).....	68
3.34 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM).....	69
4.1 XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวัฏภาคแอลฟา- อะลูมินา.....	71
4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา.....	72
4.3 XRD แพทเทิร์นของผงคาร์บอน โดย C แสดงวัฏภาคคาร์บอน.....	73
4.4 การกระจายขนาดอนุภาคคาร์บอน.....	74
4.5 XRD แพทเทิร์นของผงซิลิคอน โดย Si แสดงวัฏภาคซิลิคอน.....	76
4.6 การกระจายขนาดอนุภาคซิลิคอน.....	77
4.7 ชาร์จเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing.....	78
4.8 ชาร์จเรโซที่ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing.....	79
4.9 ชาร์จเรโซ 20:1 ที่การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงตัวอย่าง ก่อนจากทำการบดที่ชาร์จเรโซ 20:1 ที่เวลาต่าง ๆ กัน.....	80
4.10 ชาร์จเรโซ 20:1 โดยใช้เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง หลัง annealing.....	82

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.11 ขนาดผลึกของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ (nm) ที่เวลาบดผสมต่างกัน โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 20:1	83
4.12 ขนาดผลึกของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ ใช้ซาร์เจอร์โซที่ 20:1 เวลาในการบด 5 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	84
4.13 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 °C.....	85
4.14 ผล Relative density ที่มีผลต่อปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน	87
4.15 ผล Apparent Porosity ที่มีผลต่อปริมาณของ ซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน	88
4.16 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C (a) Al ₂ O ₃ (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....	89
4.17 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C (a) Al ₂ O ₃ (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....	90
4.18 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C (a) Al ₂ O ₃ (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC.....	91
4.19 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างกันมีปริมาณ SiC 15 vol% (a) 1550°C (b) 1650°C(c) 1750 °C.....	93
4.20 ภาพถ่าย TEM ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ส่วนผสม 15vol% SiC ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C.....	94
4.21 ผล Flexural Strength ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....	96

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.22 ผล Fracture toughness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....	97
4.23 ผล Vicker's hardness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณ ซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน.....	98
จ.1 ตัวอย่างการหาค่า B (FWHM).....	149



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของปัญหา

อะลูมินาเป็นวัสดุที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากมีความแข็ง (hardness) และ ความแข็งแรง (fracture strength) สูง ทนต่อการขัดสีได้ดี ทนสภาวะกรดและด่าง ได้ดี (Accuratus Corperation, 2003) ประโยชน์ของอะลูมินามีมากมายนอกจากจะใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์เซรามิก เพื่อให้เกิดความแข็งแรงมากขึ้นแล้วยังสามารถนำไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์หลายชนิด เช่น ใช้ทำวัสดุทนไฟในเตาเผาและเตาหลอม วัสดุขัดถูถูกบดและผงนํ้ากรูหม้ออบสำหรับอุตสาหกรรมเซรามิก ส่วนประกอบของเกราะกันกระสุนสำหรับอุตสาหกรรมทหาร ถ้วยเผาสาร (crucible) สำหรับอุตสาหกรรมอัญมณี หัวฟันทรายสำหรับงานตกแต่งผิวโลหะ แผ่นรองวงจรไฟฟ้ารวม (IC) สำหรับอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์หัวเทียน ชิ้นส่วนของเครื่องยนต์ของรถยนต์สำหรับอุตสาหกรรมยานยนต์ ใช้ทำฝาครอบหลอดไฟโซเดียมที่ให้ความสว่างสูง และยังใช้เป็นชิ้นส่วนทดแทนของ อวัยวะต่าง ๆ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม เป็นต้น แต่อย่างไรก็ตามอะลูมินายังมีข้อจำกัด ด้านคุณสมบัติเชิงกล ความแข็ง ความแข็งแรง และความเหนียว เมื่อเปรียบเทียบกับคุณสมบัติกับวัสดุเซรามิกอื่น ๆ ทำให้การนำมาใช้งานอยู่ในวงจำกัด

ดังนั้นจึงมีงานวิจัยจำนวนมากพยายามปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินานั้น โดยใช้วัสดุต่าง ๆ มาเสริมแรงและกระจายตัวในอะลูมินาเนื้อหลัก (matrix) เพื่อทำเป็นวัสดุเชิงประกอบ (composite materials) ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นวัสดุเซรามิกชนิดหนึ่งที่นิยมนำมาใช้ใน การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา โดยถูกนำมาใช้เสริมแรงในอะลูมินามีหลายรูปแบบได้แก่ เส้นใยแบบสั้น (whisker) อนุภาค (particle) และ เส้นใย (fiber) ซึ่งมีการใช้ทั้งขนาดระดับไมโครเมตร และนาโนเมตรดังจะเห็นได้จากงานวิจัยจำนวนมากที่ได้มีการศึกษาในระบบ Al_2O_3/SiC (Niihara, 1991) ในงานวิจัยนี้จึงได้ใช้อนุภาคระดับนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้ทำการสังเคราะห์ ด้วยวิธีบดผสมแบบเชิงกลนำมาเป็นวัสดุเสริมแรงเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาเซรามิก

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา ด้านความแข็ง ความเหนียวและความแข็งแรงโดยใช้อนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเสริมแรง

1.2.2 เพื่อศึกษาการใส่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้วัสดุเชิงประกอบ ที่มีสมบัติเชิงกลเหมาะสมที่สุดต่อการใช้งานทางด้านวิศวกรรม

1.2.3 เพื่อศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการบดผสม เพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ได้แก่ เวลา และอัตราส่วนผสมระหว่างน้ำหนักของลูกบดกับน้ำหนักของสาร (charge ratio) ที่เหมาะสมในการบดผสม ที่ทำให้ได้ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์มากที่สุดและใช้เวลาน้อยที่สุด

1.3 ขอบเขตการวิจัย

1.3.1 วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ เช่น ภูมิภาค สมบัติทางกายภาพต่าง ๆ ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ของวัสดุเชิงประกอบของอะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.3.3 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล (mechanical properties) เช่น ความแข็ง ความเหนียวและความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณส่วนผสมของซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5-15 โดยปริมาตร

1.3.4 สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ด้วยวิธีการผสมแบบเชิงกล โดยศึกษา ตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ เวลาและอัตราส่วนผสมระหว่างน้ำหนักของลูกบดกับน้ำหนักของสาร (charge ratio)

1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณส่วนผสมของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกัน

1.4.2 ทำให้ทราบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม ต่อการใช้งานทางวิศวกรรม

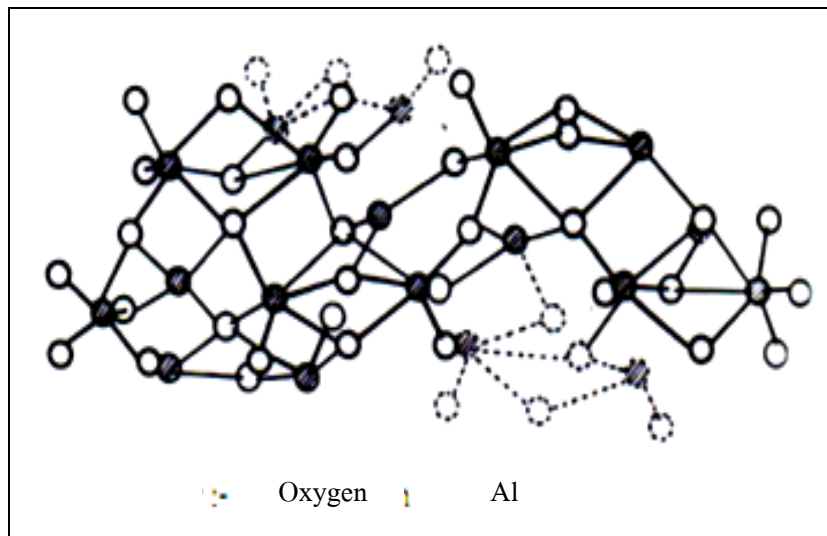
1.4.3 ทำให้ทราบตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ด้วยวิธีการบดผสมแบบเชิงกล

บทที่ 2

ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมินา

อะลูมินา (alumina) มีชื่อทางเคมีคือ aluminium oxide มีสูตรทางเคมีเป็น Al_2O_3 จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่อดีตจนกระทั่งถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนานำมาใช้งานมากขึ้นในอนาคต



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

อะลูมินาบริสุทธิ์มีความถ่วงจำเพาะ 3.4-4.0 จุดหลอมเหลว 2030 °C ความแข็ง (mohs scale) เท่ากับ 9 อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุ ได้พบในรูปของคอร์ันดัม (corundum, Al_2O_3) ไดแอสפור (diaspore, $Al_2O_3 \cdot H_2O$) กีบไซต์ (gibbsite, $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) และบ็อกไซต์ (bauxite, $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$) โดยแร่คอร์ันดัมที่พบจะเป็นรัตนชาติ เช่นทับทิม (ruby) ไพฑลิน (sapphire) บุษราคัม (yellow sapphire) เป็นรูปแบบของคอร์ันดัมที่มีมลทินในขณะที่คอร์ันดัมที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์และไฮเดรต (hydrate) อะลูมินาสามารถสกัดได้จากแร่บ็อกไซต์และดินลูกรัง โดยวิธีของกระบวนการเบเยอร์ (Bayer process) คือนำแร่มาบดแล้วละลายด้วยสารละลายโซดาไฟ (caustic soda) จากนั้นทำการตกตะกอนและแยกตะกอนที่ได้ออกมาแล้วเผา อะลูมินาจะพบในรูปแอลฟา (α) แกมมา (γ) และบีตา (β) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของแอลฟาอะลูมินา (α - Al_2O_3) และแกมมาอะลูมินา (γ - Al_2O_3) ในอุณหภูมิที่ไม่เกิน 500°C อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมาหากนำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง 1150-1200 °C จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของแอลฟาแต่บีตาอะลูมินา (β - Al_2O_3) จะอยู่ในรูปของสารประกอบโซเดียมคือโซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminate, $Na_2O \cdot 11Al_2O_3$)

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งสูงมีความหนาแน่นสูงมีความต้านทานต่อการกัดกร่อนสูงทนต่อสารเคมีเป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดีและมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้

ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภทเช่น อุตสาหกรรมเครื่องจักร อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมเซรามิกและอื่น ๆ ซึ่งแนวโน้ม ในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ อุตสาหกรรมที่มีความสำคัญ ทางเศรษฐกิจอุตสาหกรรมหนึ่ง ที่นำเอาอะลูมินาไปพัฒนาใช้คือ อุตสาหกรรมเซรามิกทั้งเซรามิกดั้งเดิมที่ใช้วัตถุดิบในธรรมชาติ ซึ่งมีอะลูมินานั้นจัดเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในเซรามิกชั้นสูง โดยในอุตสาหกรรมเซรามิกชั้นสูง สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภทเช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า อุปกรณ์ส่วนประกอบในจรวด เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น อะลูมินาที่นำมาใช้ในเซรามิกชั้นสูงนั้นจะใช้ทั้งที่เป็นผงเป็นผลึกเดี่ยว ๆ เป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุน โดยผงอะลูมินาจะเป็นที่นิยมใช้มากที่สุดเพราะเป็นวัสดุเริ่มต้นในการขึ้นรูปแบบต่าง ๆ ได้ดีทั้งนี้ผงอะลูมินาที่นำมาใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมาก เพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้ โดยการกำจัดมลทินต่าง ๆ ออกไป เช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อ การควบคุม โครงสร้างจุลภาค (microstructure) มีผลต่ออัตราการสึกกร่อนของอะลูมินารวมทั้งมีผลต่อการเผาผนึก (sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง ปัจจุบันเทคโนโลยีทางด้าน เซรามิกชั้นสูง ได้มีการศึกษาวิจัยและพัฒนาเพื่อปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์อะลูมินาเซรามิกให้ดียิ่ง ๆ ขึ้นไป เช่น

- การปรับปรุงสมบัติเชิงกล โดยการปรับปรุงองค์ประกอบและ โครงสร้างจุลภาค (microstructure)
- การใช้ผงอะลูมินาที่มีความละเอียดระดับ Submicrometer เพื่อที่จะให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อละเอียดมาก ๆ
- การพัฒนากรรมวิธีใหม่ ๆ เพื่อที่จะผลิตอะลูมินาโดยตรงจากการออกซิเดชัน (oxidation) ของอะลูมิเนียมเหลว
- การพัฒนาอะลูมินาเซรามิกชนิดเส้นใยเสริมแรงที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมากขึ้น
- การพัฒนาอะลูมินาเซรามิกที่มีรูพรุนขนาดเล็กเพื่อที่จะใช้ในการกรอง

จากการพัฒนาที่ไม่หยุดยั้งคาดว่าในอนาคตอะลูมินาจะถูกนำมาใช้ในการพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่จะสนับสนุนระบบเทคโนโลยีชั้นสูง เช่นระบบการสื่อสารและโทรคมนาคมเทคโนโลยีชีวภาพเทคโนโลยีทางการแพทย์และอื่น ๆ มากยิ่งขึ้น (ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก, 2545)

2.2 ซิลิคอนคาร์ไบด์ (silicon carbide, SiC)

วัสดุธรรมชาติที่มีความแข็งแรงรองจากเพชรคือ แร่คอร์ันดัมซึ่งเป็นรูปแบบหนึ่งของ อะลูมิเนียมออกไซด์หรือที่เราคุ้นเคยกันในรูปแบบของอัญมณีพวกแซฟไฟร์และพลอย เมื่ออะลูมิเนียมออกไซด์มีโลหะอื่นเจือปนอยู่เพียงเล็กน้อยจะให้สีฟ้าหรือสีแดง อัญมณีเหล่านี้มีสิ่งๆที่เหมือนกับเพชรในแง่ที่สามารถสังเคราะห์ได้ภายใต้ ความดันสูง คอร์ันดัมเทียมส่วนใหญ่ใช้ในงานขัดและเครื่องมือตัด แม้คอร์ันดัมมีความแข็งที่เป็นรองเพชรไม่มาก แต่ในเรื่องของความเหนียวนั้นเหมือนกับของแข็งส่วนใหญ่ที่มีพันธะไอออนิก ดังนั้นคอร์ันดัมจึงค่อนข้างเปราะ แต่ในปัจจุบันวัสดุที่แข็งซึ่งเป็นคู่แข่งของเพชร เป็นวัสดุที่มีพันธะโควาเลนต์ หรืออาจเรียกว่าโควาเลนต์เซรามิกได้แก่ พวกคาร์ไบด์ (carbide) และไนไตรด์ (nitride)

นายเฮนรี มอยซาน นอกจากเป็นผู้บุกเบิกเรื่องการสังเคราะห์เพชรยังถือได้ว่าเป็นผู้พัฒนาเทคโนโลยีของวัสดุแข็งพวกคาร์ไบด์ในยุคแรกอีกด้วย ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ (silicon carbide, SiC) ได้โดยบังเอิญในช่วงปลายทศวรรษที่ 19 ระหว่างการพยายามสังเคราะห์เพชร การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ในระดับอุตสาหกรรม เป็นไปได้ว่าทำการทดลองโดยนายอาร์คีสันในปี ค.ศ. 1881 และเช่นเดียวกับนายเฮนรี ระหว่างที่นายอาร์คีสันพยายามสังเคราะห์เพชร โดยหวังให้แกรไฟต์ตกผลึกเป็นเพชรในอะลูมิเนียมซิลิเกต แต่ปรากฏว่าคาร์บอน (carbon, C) เกิดปฏิกิริยากับซิลิกาได้เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ ในปัจจุบันการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์ใช้ทรายหรือซิลิกา (SiO_2) แทน ซิลิเกตและใช้ถ่านหินแทนแกรไฟต์ (graphite) แต่กระบวนการส่วนใหญ่ยังคงเหมือนกับที่นายอาร์คีสันเคยทำ ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้อยู่ในรูปของผง ซึ่งสามารถนำไปอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ ก่อนนำชิ้นงานไปให้ความร้อน เพื่อให้อนุภาคในชิ้นงานหลอมเข้าหากัน จนได้เป็นชิ้นงานที่มีความหนาแน่นและเป็นวัสดุที่มีความแข็ง เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีความแข็งและเหนียวสามารถทนอุณหภูมิได้มากกว่า $1000\text{ }^\circ\text{C}$ ซึ่งทนต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันและการกัดกร่อนภายใต้หลายสภาวะซิลิคอนคาร์ไบด์จึงใช้มากในงานที่ต้องอยู่ภายใต้อุณหภูมิสูง เช่นอุปกรณ์ชิ้นส่วนเครื่องยนต์และใบพัดแก๊สร้อน เป็นต้น นอกจากนี้เมื่อทำซิลิคอนคาร์ไบด์ให้อยู่ในรูปแบบของผลึกที่มีลักษณะเป็นเส้นสั้น ๆ คล้ายเส้นผมและนำมาผสมกับวัสดุที่มีความอ่อนกว่า ซึ่งซิลิคอนคาร์ไบด์ก็จะทำหน้าที่ในการเสริมแรงให้กับวัสดุผสมนั้น ในส่วนของรูปแบบของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ใช้มากในงานขัด (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, 2547)

ซิลิคอนคาร์ไบด์ไม่ใช่สารที่เกิดขึ้นโดยธรรมชาติแต่เป็นสารที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นมาใช้โดยปกติแล้วซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เมื่อแบ่งตามโครงสร้างจะมีอยู่ 2 ชนิด คือแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (α -SiC) เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่รูปผลึกเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (hexagonal) และบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (β -SiC) เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่รูปผลึกเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม (cubic) การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์มีอยู่หลายวิธีดังนี้

2.2.1 การเตรียมพีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (β -SiC)

2.2.1.1 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง ซิลิคอนกับคาร์บอน

ดังปฏิกิริยาที่ (2.1)



การเตรียมโดยวิธีการนี้จะมีการให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาดังแต่อุณหภูมิ 1000 ถึง 1400°C ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะอยู่ในรูปพีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีลักษณะเป็นก้อนหยาบ ๆ มองดูมีลักษณะคล้ายกับว่ายังคงมีโลหะซิลิคอน (silicon, Si) เหลืออยู่

2.2.1.2 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลิกากับคาร์บอน

(carbonthermal reduction of silica)

ดังปฏิกิริยาที่ (2.2)



การเตรียมโดยวิธีการนี้จะใช้ซิลิกาและคาร์บอนที่มีราคาไม่แพงมากนักเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโดยปกติแล้วซิลิกาที่ใช้จะเป็นทรายหรือควอตซ์ (quartz) และคาร์บอนที่ใช้จะเป็นคาร์บอนแบล็ค (carbon black) ปิโตรเลียมโค้ก (petroleum coke) หรือผงแกรไฟต์ (graphite powder) โดยที่ซิลิกาและคาร์บอนจะเริ่มทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 1050 °C และจะเห็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิ 1500 ถึง 1900 °C ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะสมบูรณ์ทำให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะอยู่ในรูปของพีตาซิลิคอนคาร์ไบด์

2.2.1.3 เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ (vapor phase reaction of chemical vapor deposition, CVD)

การเตรียมโดยวิธีการนี้จะใช้ซิลิคอนเตตระคลอไรด์ (silicon tetrachloride, SiCl_4) ที่อยู่ในสถานะไอทำปฏิกิริยากับแก๊สมีเทน (methane) ดังปฏิกิริยาที่ (2.3)



หรือเตรียมได้จากปฏิกิริยาการสลายตัวของเมทิลซิลิคอนไตรคลอไรด์ (methylsilicontrichloride) ดังปฏิกิริยาที่ (2.4)



การเตรียมโดยวิธีการนี้ถ้าใช้สารตั้งต้นในการเตรียมที่มีความบริสุทธิ์สูงจะทำให้ได้ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยแต่อย่างไรก็ตามผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้ อาจมีการยึดติดกันเป็นก้อนทำให้มีการดูดซับเอคลอรีน (chlorine) หรือกรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เอาไว้ได้ดังนั้นจึงต้องนำเอาผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้ไปเผาเพื่อไล่เอคลอรีนออกไป ก่อนที่จะนำไปใช้งานต่อไป

2.2.1.4 เตรียมโดยวิธีการระเหยของแก๊ส (gas evaporation)

การเตรียมโดยวิธีนี้จะได้จากการทำ Arc discharge ระหว่างซิลิคอนกับคาร์บอน ทำให้ได้บีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดละเอียดมาก คือมีขนาดเล็กกว่า 50 นาโนเมตร (nanometer)

2.2.1.5 เตรียมได้จากการสลายตัวของโพลิเมอร์ที่เป็น organosilicic polymers

โดยใช้ความร้อน (thermal decomposition of organosilicic polymers) การเตรียมโดยวิธีนี้จะใช้โพลีคาร์โบไซเลน (polycarbosilane) หรือโพลิเมอร์อื่น ๆ ที่มีโครงสร้างคล้ายกันนำไปสลายตัวโดยใช้ความร้อนภายใต้บรรยากาศที่ไม่มีการออกซิไดส์ (non-oxidizing) ทำให้ได้ผงบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ดังปฏิกิริยาที่ (2.5)



2.2.2 การเตรียมแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (α -SiC)

วิธีการเตรียมแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (α -SiC) เตรียมได้ต่อจากปฏิกิริยาการเตรียมแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์จากวิธีการทำปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) ระหว่างซิลิคอนกับคาร์บอน ดังปฏิกิริยาที่ (2.6)



เมื่อได้บีตาซิลิคอนคาร์ไบด์โดยที่ปฏิกิริยาเกิดขึ้นจะเกิดอุณหภูมิ 1500 ถึง 1900 °C จนอุณหภูมิถึง 2100 °C บีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นจะค่อย ๆ เปลี่ยนไปเป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ จนกระทั่งอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นสูงถึง 2400 °C การเปลี่ยนจากบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ไปเป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์จะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์นี้จะทนต่อการขัดสีได้ดี ปัจจุบันได้มีการพัฒนานำเอาซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้ในงานต่าง ๆ มากมายได้แก่ใช้ในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกต่าง ๆ เช่นใช้ทำหัวสำหรับพ่นไอร้อนที่ใช้ในการขับเคลื่อนจรวดเบาหุลอมโลหะตัวต้านทานไฟฟ้า ส่วนประกอบต่าง ๆ ในเตาเผาและอื่น ๆ จากคุณสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์ในการนำไปพัฒนา ทำเป็นผลิตภัณฑ์วัสดุทนไฟและเซรามิกต่าง ๆ มากมายจึงทำให้สามารถแบ่งผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ออกเป็นประเภทต่าง ๆ ตามกรรมวิธีการผลิตในการยึดติดกันเป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้ดังนี้

2.2.3 การแบ่งผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์

2.2.3.1 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันเป็นรูปร่าง

ด้วยตัวของมันเอง (self-bonded silicon carbide)

ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ประเภทนี้แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทคือ

- การยึดติดกันโดยวิธีการตกผลึกใหม่ของซิลิคอนคาร์ไบด์ (recrystallized silicon carbide)
วิธีการนี้จะนำเอาซิลิคอนคาร์ไบด์ไปขึ้นรูป จากนั้นนำไปตกผลึกใหม่ (recrystallized) ที่อุณหภูมิสูงทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ทนต่อความร้อนได้สูงและทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดีมาก
- การยึดติดกันโดยวิธีการเผาผนึก (sintering) ซิลิคอนคาร์ไบด์มีสารที่ช่วยในการเผาผนึกลงไปด้วยวิธีการนี้ได้ถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความแข็งแรงสูง (high strength) และสามารถทำให้มีสมบัติทางกายภาพอื่น ๆ ตามที่ต้องการได้

2.2.3.2 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการอัดโดยใช้ความร้อน

(hot pressed silicon carbide)

ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้เตรียมได้โดยการอัดภายใต้ความดันประมาณ 10000 ปอนด์ต่อตารางนิ้วที่อุณหภูมิ 2000 ถึง 2560 °C จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อผนึกแน่นนอกจากนี้ในบางครั้งยังมีการเติมสารอื่น ๆ ลงไปอีกเล็กน้อยเพื่อให้เนื้อแน่นขึ้นการขึ้นรูปโดยวิธีการนี้จะมีข้อจำกัด คือจะขึ้นรูปได้เฉพาะผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างธรรมดาไม่สลับซับซ้อน

2.2.3.3 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดด้วยแกรไฟต์

ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้ อนุภาคของแกรไฟต์จะกระจายตัวอยู่ในช่องระหว่างผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์ทำให้มีการทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็วได้ดีทำให้เหมาะสำหรับการเตรียมเป็นผลิตภัณฑ์จำพวกที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็วได้แก่หัวจรวด (rocket nose cone) และหัวพ่นไฟ (nozzles)

2.2.3.4 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดยใช้ดิน

เป็นตัวยึด (claybonded silicon carbide)

ผลิตภัณฑ์ที่ยึดติดกัน โดยวิธีการนี้เป็นวิธีการที่ถูกออกแบบมาใช้กับเตาเผามาเป็นเวลานานแล้วได้แก่การทำอิฐทนไฟที่ใช้กับเตาเผาผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีนี้ จะมีความแข็งแรงสูงทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดีและทนต่อตะกรันโลหะได้ดี (slag resistance)

2.2.3.5 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดย

สารประกอบซิลิเกต (silicate-bond silicon carbide)

วิธีการยึดติดกันด้วยสารประกอบซิลิเกตนี้จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เนื้อของซิลิคอนคาร์ไบด์ผนึกอยู่ด้วยกันได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.2.3.6 ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการยึดติดกันโดย

ซิลิคอนไนไตรด์ (silicon nitride, Si_3N_4)

วิธีนี้เป็นกรรมวิธีที่ปรับปรุงขึ้นมาเพื่อให้เนื้อซิลิคอนคาร์ไบด์ยึดติดกันได้ดีกว่าวิธีการยึดติดกันด้วยสารประกอบซิลิเกตทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสมบัติทนต่ออุณหภูมิได้สูงกว่าแต่มีความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว (resistance to thermal shock) ได้น้อยกว่าและทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ต่ำกว่าวิธีการยึดติดกันด้วยตัวของมันเอง

2.2.4 การเสื่อมสภาพของซิลิคอนคาร์ไบด์ (decomposition of siliconcarbide)

กรรมวิธีการทำผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์ตามที่กล่าวมาแล้วในการนำเอาผลิตภัณฑ์เหล่านี้ไปใช้งานนั้นยังมีปัจจัยอื่นอีกหลายประการที่มีผลต่ออายุการใช้งานของผลิตภัณฑ์ของซิลิคอนคาร์ไบด์เหล่านั้นเช่นการใช้งานหรือการเก็บผลิตภัณฑ์เหล่านั้นไว้ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน (oxygen) จะพบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถถูกออกซิไดส์ที่ละน้อยมีผลทำให้ซิลิคอนคาร์ไบด์เปลี่ยนไปเป็นซิลิคอนไดออกไซด์ดังปฏิกิริยาที่ (2.7)



การเกิดปรากฏการณ์เช่นนี้จะพบได้มากในผลิตภัณฑ์ของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใช้ทำเป็นแท่งให้ความร้อน (heating element) ซึ่งจะพบว่าเมื่อใช้งานไปนาน ๆ หรือแม้แต่เก็บไว้ในบรรยากาศที่มีออกซิเจนนาน ๆ จะทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้นเรื่อยทำให้อายุการใช้งานของแท่งให้ความร้อนลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าผลของอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิไดส์ ได้ดีขึ้นอย่างไรก็ดีนอกจากออกซิเจนแล้วความชื้นและกรดไฮโดรฟลูออริก (hydro-fluoric acid) ก็มีผลต่ออายุการใช้งานของผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์กล่าวคือเมื่อนำผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้งานที่อุณหภูมิสูง ๆ และมีน้ำหรือไอน้ำอยู่ในบรรยากาศนั้น จะพบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกออกซิไดส์ได้ดังปฏิกิริยาที่ (2.8)



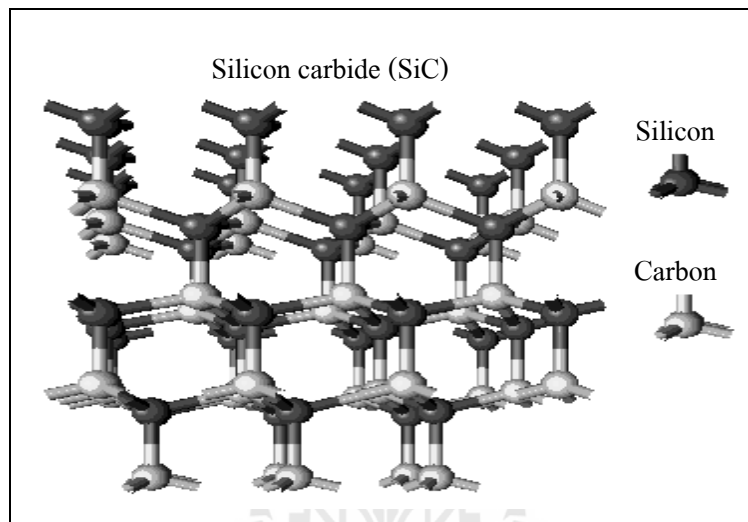
ส่วนกรดไฮโดรฟลูออริกนั้นพบว่าเมื่อผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกออกซิไดส์ไปเป็นซิลิคอนไดออกไซด์แล้วเมื่อนำเอาผลิตภัณฑ์นี้ไปใช้งานหรือเก็บรักษาไว้ภายใต้บรรยากาศที่มีกรดไฮโดรฟลูออริกหรือมีฟลูออไรด์ (fluoride) ซิลิคอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับกรดได้ที่อุณหภูมิห้องดังปฏิกิริยาที่ (2.9)



มีผลทำให้อายุการใช้งานสั้นลงจากสมบัติต่าง ๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์จะพบว่าได้มีการพัฒนานำเอาผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ มากมายอุตสาหกรรมภายในประเทศก็มีการใช้ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้อยู่เป็นจำนวนมาก (ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก, 2545)

2.2.5 ผลิตภัณฑ์ของซิลิคอนคาร์ไบด์ (product of silicon carbide)

ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุหนึ่งที่มีสมบัติที่ดีเด่นหลายประการ อาทิ มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรง ทนทานต่อการสึกหรอและการผุกร่อน มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น



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

นอกจากนี้ยังสามารถนำไปผลิตเป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้หลากหลายรูปแบบในปัจจุบัน ผลิตภัณฑ์จากซิลิคอนคาร์ไบด์ มีใช้ในหลากหลายชนิด โดยอาศัยสมบัติที่โดดเด่นในการนำไปประยุกต์ใช้ในแต่ละผลิตภัณฑ์สามารถนำมาประยุกต์ใช้โดยไม่จำเป็นต้องไปใช้ในงานเฉพาะด้านหรือในโรงงานอุตสาหกรรมเพียงอย่างเดียวยังมีผลิตภัณฑ์อีกหลายอย่างที่เห็นกันในปัจจุบันคือ

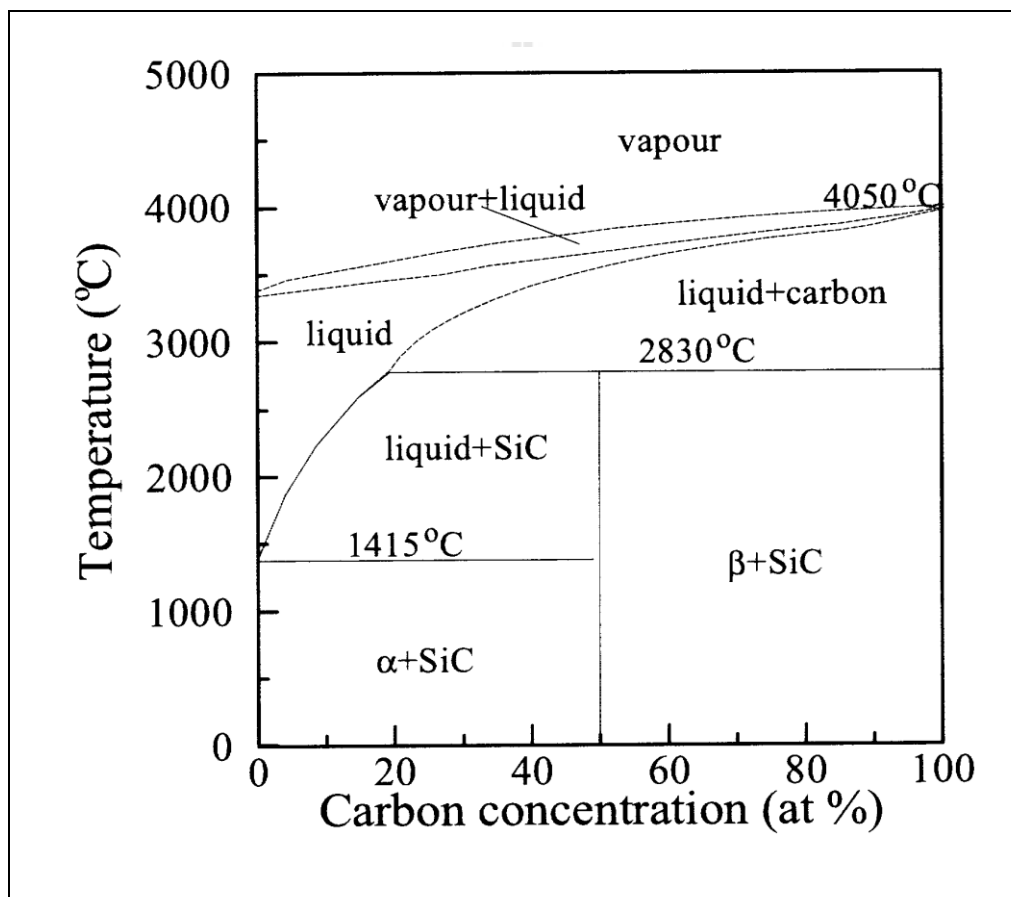
แหวนกันซึม (seal ring) ซึ่งแหวนกันซึมที่ทำจากซิลิคอนคาร์ไบด์จะมีความคงทน ต่อการสึกหรอและการกัดกร่อน มีความเสียดทานน้อย ทนต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างฉับพลันสามารถนำความร้อนได้ดี มีขนาดที่แม่นยำและมีน้ำหนักเบาแหวนกันซึม ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถนำมาใช้กับระบบปั๊มที่เกี่ยวข้องกับรถยนต์ ใช้ในโรงกลั่น โรงงานผลิตเยื่อและกระดาษ การทำเหมือง เครื่องกวนและการแช่เย็น

ไฮโดรไซโคลน (hydro cyclone) ไฮโดรไซโคลนซิลิคอนคาร์ไบด์มีความคงทนการสึกหรอสูง สามารถใช้ได้ดีมากกับเหมืองหินอายุการใช้งานของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากซิลิคอนคาร์ไบด์จะนานกว่า 5 เท่าของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากเซรามิกชนิดอื่น

ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน เป็นท่อแลกเปลี่ยนความร้อนซิลิคอนคาร์ไบด์มีความคงทนต่อการกัดกร่อน สามารถนำความร้อนได้ดี และมีความแข็งแรงสูง นำมาใช้ในโรงงานต่าง ๆ อาทิ โรงผลิตสารเคมี

อุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ (semiconductor) วัสดุกึ่งตัวนำที่ทำจากซิลิคอนคาร์ไบด์ มีน้ำหนักเบา ความแข็งสูงมีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูงนำความร้อนได้ดีกว่าวัสดุกึ่งตัวนำที่ผลิตจากโลหะสามารถผลิตได้หลากหลายรูปร่างและขนาดวัสดุกึ่งตัวนำซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ต่าง ๆ อาทิ แวกคิวอัมซัค (vacuum chuck) ซะเซพเตอร์ (susceptor) ในกระบวนการผลิตเวเฟอร์กึ่งตัวนำซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่ต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูง

จากที่กล่าวมาแล้วจะเห็นได้ว่า ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถใช้ประโยชน์ได้ในช่วงกว้าง และหลากหลายอุตสาหกรรมจึงเป็นวัสดุเซรามิกอีกอย่างหนึ่งที่น่าสนใจทั้งในเชิงพาณิชย์และการวิจัยพัฒนา (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, 2545)

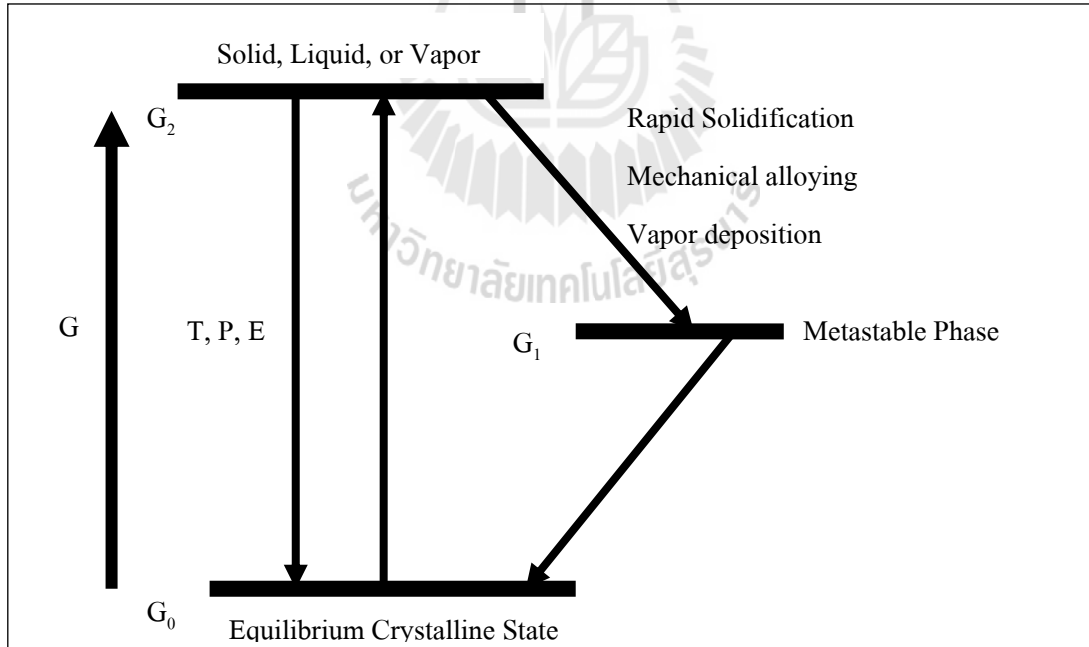


รูปที่ 2.3 แผนภูมิวัฏภาคของ SiC (Tairov and Tsvetkov, 1988)

2.3 การบดผสมแบบเชิงกล (Mechanical Alloying, MA)

2.3.1 ประวัติความเป็นมา (history)

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



รูปที่ 2.4 พลังงานที่เกิดและการเย็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้เกิดวัสดุอุปเสถียร (Suryanarayana, 2001)

ค่าพลังงานที่มีผลต่อการทำวัสดุเข้าสู่สถานะที่ไม่เสถียรค่อนข้างสูง โดยมีการใช้แรงในการเคลื่อนที่จากภายนอก เช่น การหลอมเหลว การกลายเป็นไอ การแผ่รังสีความดันหรือ พลังงานที่ได้จากการสะสมพลังงานทางกล การเสียรูปถาวร (plastic deformation) ซึ่งวัสดุที่กล่าวถึงคือ driven material ค่าพลังงานโดยปกติมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของแข็งเป็นของเหลว หรือแก๊ส วัสดุที่ถูกการทำกรเย็นตัวฉับพลัน ภายในจะมีการจัดเรียงตัวอยู่ในสถานะแช่แข็งต่อจากนั้นสามารถใช้สารตั้งต้น เพื่อให้ได้โครงสร้างตามต้องการ โดยการชุบหรือให้ความร้อน ในกระบวนการ แสดงให้เห็นว่าวัสดุที่ผ่านกระบวนการที่ทำให้เกิดการปรับปรุงคุณลักษณะ ทางด้านกายภาพและทางกล เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการธรรมดาความสามารถในการใช้เทคนิคของแต่ละกระบวนการมีความแตกต่างกันออกไป ที่จะสังเคราะห์ให้เกิดโครงสร้างแบบ อุปเสถียร (metastable) จะสามารถคำนวณได้อย่างง่าย ๆ โดยวิธีการวัดหรือการประมาณค่าจาก การเบี่ยงเบนจากจุดสมดุล นั่นคือ เมื่อพลังงานมีค่าสูงสุดสามารถเก็บสะสมพลังงานส่วนที่มากเกินไปของโครงสร้างที่สมดุล สิ่งที่ทำให้สำเร็จได้ขึ้นอยู่กับความแตกต่างของการทำให้เกิดสถานะที่ไม่สมดุล (non-equilibrium) ขึ้นอยู่กับจะอยู่เทคนิคของแต่ละกระบวนการ ซึ่งในพลังงานส่วนที่เกินไป จะอยู่ในหน่วยของกิโลจูลต่อโมล (kJ/mol)ซึ่งได้มีการให้ความคิดเห็นว่าเป็น อัตราของประสิทธิภาพการเย็นตัวฉับพลัน (effective quenching rate) การคำนวณการเปลี่ยนแปลง แต่ละกระบวนการจึงมี การคำนวณที่แตกต่างกันออกไป ผลที่จะไม่ได้ค่าที่เหมือนกัน อย่างไรก็ตามการใช้เทคนิค การตกตะกอนของไอสารและการฝังไอออนที่ผิว (ion implantation) เทคนิคเหล่านี้ เป็นการทำให้เกิดการเบี่ยงเบนจากสมดุลได้มาก (หรืออัตราของประสิทธิภาพการเย็นตัวฉับพลัน) ทางด้านการบดผสมแบบเชิงกลเป็นเทคนิคที่ทำให้วัสดุไม่เข้าสู่สมดุลได้มากกว่าเช่น การแข็งตัวอย่างรวดเร็ว ซึ่งแสดงความเป็นไปได้อย่างยิ่งที่จะทำให้เกิดความไม่สมดุล ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงข้อมูลของแต่ละเทคนิค (Suryanarayana, 2001)

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

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

โดยหลักการแล้วการบด (milling) น่าจะหมายถึง การทำให้วัสดุคิบที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่ลดขนาดลงจนมีความละเอียด ซึ่งการบดก็เป็นส่วนหนึ่งของการเตรียมวัสดุคิบ ที่ใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การบดควอตซ์ (quartz) การบดทัลลัส (talc) การบดแร่เหล็ก เป็นต้น เพื่อนำไปใช้ในด้านต่าง ๆ ของอุตสาหกรรม

เมื่อ 30 ปีที่ผ่านมา การบดด้วยลูกบอล (ball mill) เป็นต้นแบบการลดขนาดในสมัยก่อนจนถึงปัจจุบัน ซึ่งในปัจจุบันนี้ก็ยังเป็นวิธีที่สำคัญต่อการเตรียมวัสดุคิบด้วย จึงได้มีการพัฒนาการบดด้วยลูกบอลให้มีประสิทธิภาพในการบดเพิ่มขึ้น ซึ่งจะเรียกวิธีการนี้ว่า การบดผสมแบบเชิงกล กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลที่ผ่านมานั้นจะใช้เป็นการบดแบบการบดด้วยลูกบอลและการบดแบบแท่งบด (rod mill) แต่ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเครื่องมือและเทคนิคต่าง ๆ เพื่อที่จะใช้ในการสังเคราะห์โลหะผสมและสารประกอบ (compound) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อพิจารณาแล้วจะเห็นได้ว่าจะจะเป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการเตรียมวัสดุคิบทางด้าน วัสดุขั้นสูงในความเป็นจริงแล้วกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เป็นกระบวนการที่มีการทำปฏิกิริยาของของแข็ง (solid state reaction) เมื่อใช้วิธีการบดผสมแบบเชิงกลแล้ว สามารถทำให้เกิดเป็นโลหะผสมและสารประกอบต่าง ๆ ซึ่งการทำปฏิกิริยาแบบปกติอาจจะทำได้ยากหรืออาจจะทำไม่ได้เลย

จากที่กล่าวมาข้างต้นนั้นจะเห็นได้ว่าจุดประสงค์ของการบด เพื่อลดขนาดของวัสดุคิบที่จะไปใช้ในอุตสาหกรรม จึงเป็นกระบวนการหลักในการผลิต ในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลที่ใช้การผลิตโลหะผสมและ สารประกอบ ได้อย่างมีคุณภาพ ซึ่งจะสามารถควบคุม โครงสร้างจุลภาค (microstructure) รูปร่างลักษณะ (morphology) ควบคุมลักษณะการเชื่อมเย็บ (cold welding) และการแตก (fracture)

กระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เริ่มมีการพัฒนาขึ้นในปี.ศ.1966 บริษัท INCO หรือ International Nickel Company ได้มีการพัฒนาเพื่อที่จะทำการผลิต โลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก (Nickel-base super alloy) โดยจะใช้ ออกไซด์ (oxide) ให้กระจายตัว (dispersion) ลงบนโลหะผสมนิกเกิล (nikel super alloy) เพื่อที่จะเพิ่มความแข็งแรงขึ้น ให้เหมาะแก่การนำไปใช้ในงานกังหันแก๊ส (gas turbine) ซึ่งจุดเริ่มของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล นั้นจะมีอยู่ก่อนปี 1960 เป็นการพัฒนาระบวนการสร้างโลหะผสมแกรไฟต์ (graphite alloy) โดยการฉีดนิกเกิล (inject nickel) ออกมา จากนั้นนำอนุภาคแกรไฟต์ (graphite particle) ลงในอ่างหลอมเหลวโดยใช้ argon spaying ซึ่งได้มีการปรับปรุงโดยใช้เทคนิคที่คล้าย ๆ กัน จึงมีความพยายามที่จะคิดทำ โลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก (Nickel base alloy) ด้วยการกระจายอนุภาคทนไฟ (refractory particle) ลงบนนิกเกิลเหตุผลที่ต้องนำนิกเกิลมาเคลือบ (coat) ด้วยอนุภาคของ

ออกไซด์ที่ไม่ชอบน้ำ ซึ่งจะทำให้ใช้ในสภาวะที่เปียกน้ำได้นั่นเอง ได้แก่ โลหะผสมนิกเกิลโครเมียม (nickel chromium alloy) เป็นต้น

ต่อมาได้มีการใช้ทอเรีย (thoria, ThO_2) และเซอร์โคเนีย (zirconia, ZrO_2) เคลือบลงบน นิกเกิลด้วยการใช้การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอล (high energy ball mill) เห็นได้ว่าเริ่มมีการพัฒนานำเอา ออกไซด์มาเคลือบลงบนโลหะซึ่งไม่สามารถใช้กระบวนการทางเคมี (chemical process) ได้ เนื่องจาก ออกไซด์จะไม่เกิดทำปฏิกิริยากัน เริ่มมีการใช้การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอลเข้ามา แต่การบดพลังงานสูงทำให้ทำผง (powder) ออกมาได้เพียง 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร (cm^3) ต่อการบดเพียงหนึ่งครั้ง

กลางปี 1966 ได้ทำการพัฒนาเทคนิคบดด้วยลูกบอล กลับมาใช้ใหม่ในกระบวนการ ใช้ในการทำผงโลหะ สำหรับการศึกษากการเป็ยกซึ่งจะหมายถึงการทำโลหะผสม ด้วยตัวของมันเองโดยผงโลหะ ได้อธิบายว่าประสิทธิภาพของกระบวนการนี้จะสามารถเคลือบ วัฏภาคแข็ง (hard phase) ด้วยวัฏภาคอ่อน (soft phase)

ในปี 1970 นายเบนจามิน เป็นผู้เริ่มในการใช้เทคนิคการบดด้วยลูกบอล เพื่อที่จะผลิตโลหะผสมที่เกิดการกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็ง (Oxide Dispersion Strengthened, ODS) ที่มีความ ซับซ้อน นำมาประยุกต์ใช้ใน โครงสร้างที่ต้องทนความร้อนสูงเช่น ส่วนประกอบเครื่องบินความเร็วสูง เป็น วิธีการที่มีลักษณะเฉพาะที่สามารถใช้การเตรียม การกระจายตัวของอนุภาคออกไซด์ (dispersion of oxide particle (Al_2O_3 , Y_2O_3 , ThO_2)) ที่มีความละเอียดและสม่ำเสมอในโลหะผสมที่มีนิกเกิลเป็นเนื้อหลัก ซึ่ง กระบวนการนี้ได้ประสบผลสำเร็จ วัสดุเหล่านี้ไม่สามารถ ทำได้โดยวิธีการเตรียมผงโลหะแบบธรรมดา (conventional powder metallurgy method)

ระหว่างปี 1970 มีการศึกษาวิจัยในส่วนของลักษณะการเกิดปฏิกิริยา เงื่อนไข การเกิด ปฏิกิริยาในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลจึงมีการออกแบบเครื่องมือให้มีความพิเศษขึ้นเพื่อที่จะนำมาใช้ ในกระบวนการนี้ ขณะนั้นกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล เป็นที่รู้จักกันดีเป็นกระบวนการที่ใช้ในการ ผลิตโลหะผสมที่เกิดการกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็งหลายชนิด ภายหลังนายไวน์ ได้ใช้การบด ด้วยลูกบอลในการทำให้เกิดไนโอเบียม (Nb) และทิน (Sn) เป็น อัญฐาน (amorphous) ที่อุณหภูมิห้อง

ในปี 1983 มีการนำเอาเทคนิคที่แปลกใหม่เข้ามาใช้การผลิตโลหะผสมอัญฐานรูป $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{60}$ เทคนิคที่นำเข้ามาคือ การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอล โดยใช้ผงนิกเกิลและไนโอเบียม เป็นสารตั้งต้น จากนั้น มาวิธีการการบดผสมแบบเชิงกลได้ประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์ให้เกิด โลหะผสมอัญฐาน หลากหลายอย่าง

เทคนิคการบดผสมแบบเชิงกลในการสังเคราะห์วัฏภาคของโลหะผสมและ การผลิตการ กระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็ง จึงเป็นวิธีการหนึ่งในการปรับปรุงคุณสมบัติของวัสดุ

2.3.2 กระบวนการของการบดผสมแบบเชิงกล (the process of mechanical alloying)

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

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

2.3.2.1 วัตถุดิบ (raw material)

วัตถุดิบที่ใช้ในกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกลสามารถใช้ผงที่มีความบริสุทธิ์ได้หลายอย่าง จะมีอนุภาคอยู่ในช่วง 1-200 ไมโครเมตร (μm) แต่อนุภาคก็ไม่ได้จำกัดให้อยู่ในช่วงนี้เท่านั้น อนุภาคที่ยอมรับได้นั้นควรมีขนาดเล็กกว่าลูกบอลที่ใช้ทำการบด เนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กสามารถใช้เวลาน้อยในการบดผสม ผงที่จะนำมาใช้เป็นวัตถุดิบจะมีหลายประเภทเช่น โลหะบริสุทธิ์ (pure metal) โลหะแม่ (master alloy) ผงโลหะผสม (pre-alloy powder) และสารประกอบทนไฟ (refractory compound) วัสดุกระจายตัวเกิดความแข็งแรง (dispersion strengthened) ปกติจะมีคาร์ไบด์ (carbide) ไนไตรด์ (nitride) และออกไซด์ที่เพิ่มเข้ามา ออกไซด์ส่วนใหญ่จะทำให้เกิดโลหะผสมต่าง ๆ โดยเป็นที่ทราบกันเป็นวัสดุกระจายตัวของออกไซด์เกิดความแข็งแรง เริ่มแรกของการบดผสมแบบเชิงกลจะใช้ผงโลหะใส่ลงในปริมาณอย่างน้อยสุทธร้อยละ 15 โดยปริมาตร (vol%) เพื่อให้เกิดความเหนียว เมื่อลูกบอลบดทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปของผงที่ทำการบดเกิดการรวมตัวกัน อย่างไรก็ตามในปัจจุบันได้มีการผสมวัตถุดิบที่มีความเปราะ ซึ่งผลที่ออกมาถือว่าประสบความสำเร็จสามารถที่จะสร้างเป็นโลหะผสมได้ ดังนั้นความจำเป็นที่ต้องใช้ ผงโลหะที่มีความเหนียวใส่เข้าไปในการบดก็ไม่จำเป็นอีกต่อไป ลักษณะการบดจะมีการใช้ผงในการบดจะมีอยู่หลายแบบคือ วัตถุดิบที่มีความเหนียวกับความเหนียว (ductile-ductile) วัตถุดิบที่มีความเหนียวกับความเปราะ (ductile-brittle) และวัตถุดิบที่มีความเปราะกับความเปราะ (brittle-brittle) นำมาบดเพื่อที่จะสร้างโลหะผสมจึงเป็นสิ่งที่แปลกใหม่ในการที่จะสร้างโลหะผสมขึ้น ไม่เพียงแค่นั้นยังมีการนำเอาของแข็ง (solid) กับของเหลว (liquid) มารวมกันเพื่อทำการบด

2.3.2.2 การบด (the milling)

ชนิดเครื่องมือที่จะใช้ในการบดที่ใช้พลังงานมีอยู่หลายชนิด แต่ละชนิดจะแตกต่างกันออกไป ขึ้นอยู่กับการออกแบบการบดในแต่ละวิธี

- การบดแบบเขย่า (shaker mill)

การบดแบบเขย่าเช่น เครื่องบดสเปก (SPEXmill) ผงที่ได้ทำการบด ในแต่ละครั้งจะมีปริมาณ 10-20 กรัม ซึ่งเครื่องบดสเปก สร้างโดยบริษัท SPEX CertPrep, Metuchen, NJ การบดจะประกอบไปด้วย หม้อบดที่บรรจุด้วยสารตั้งต้นกับลูกบอล หม้อบดจะอยู่ในขาจับ (clamp) ยึดหม้อบดไม่ให้หลุดออก เมื่อเกิดการเหวี่ยงกลับไปกลับมาเป็นพันครั้งต่อนาที แต่ละครั้งในการเหวี่ยงลูกบอลจะทำให้เกิด

การกระทบระหว่างลูกบอลกับผนังที่ทำการบด จะเกิดการบดและผสมกัน เนื่องจากช่วงความกว้างในการเหวี่ยง (ประมาณ 5 cm) และใช้ความเร็วในการเหวี่ยง (ประมาณ 1200 รอบต่อนาที) เมื่อลูกบอลที่มีความเร็วสูง (ประมาณ 5 m/s) จะทำให้เกิดแรงการชนกัน ซึ่งการชนกันจะทำให้เกิดความร้อนและปฏิกิริยา



รูปที่ 2.5 เครื่องบดแบบเขย่า (SPEX mill)

ต่อมาได้มีการออกแบบเป็น 2 หม้อบดจะทำให้ได้สารที่ต้องการมากขึ้น หม้อบดที่ใช้ในเครื่องบดสเปก ก็มีหลายชนิดด้วยกันคือ เหล็กชุบแข็ง (hardened steel) อะลูมินา (alumina) อะเกต (agate) ทังสเตนคาร์ไบด์ (tungsten carbide) เซอร์โคเนีย (zirconia) สแตนเลสสตีล (stainless steel) ซิลิคอนไนไตรด์ (silicon nitride) และเมทาไครเลท (methacrylate)

- **การบดแบบใช้แรงเหวี่ยง (planetary ball mill)**

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



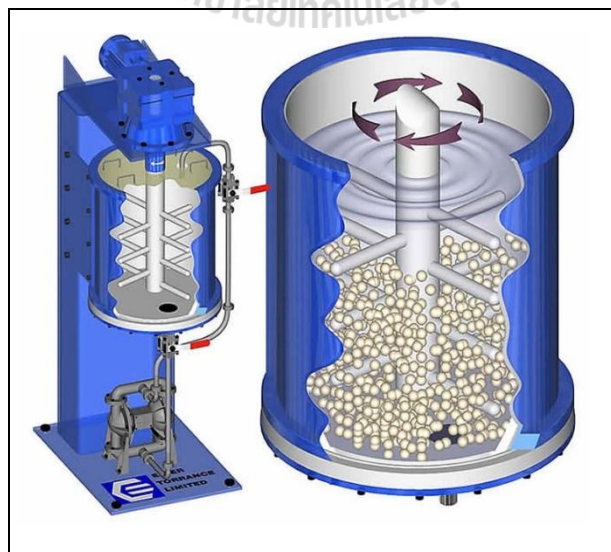
รูปที่ 2.6 เครื่อง Pulverisette5 (<http://www.directindustry.com>)

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

ความเร็วของจานหมุนไม่สามารถที่จะควบคุมได้ในเครื่องรุ่นก่อน ๆ เครื่องรุ่นใหม่ ๆ สามารถควบคุมความเร็วได้เช่น Pulverisette 5 หรือ 7 ไม่นานมานี้ได้มีการพัฒนาหม้อบดให้มีหลายชนิดเช่น การเผาผนึกคอร์ันดัม (sintered corundum) อะลูมินา อาเกต ทังสแตน คาร์ไบด์เซอร์โคเนียโครมสตีล (chrome steel) ซิลิกอนไนไตรด์โครเมียมนิเกิลสตีล (Cr-Ni steel) และพลาสติกโพลีเอไมด์ (plastic polyamide) ถึงแม้ว่าความเร็วของการบดแบบใช้แรงเหวี่ยง จะมีความเร็วสูงกว่าเครื่องบดสเปกและการกระทบกันมีความถี่ที่มากกว่าเครื่องบดสเปก แต่เมื่อนำมาเปรียบเทียบกัน การบดแบบใช้แรงเหวี่ยงกลับมีพลังงานในการบดที่น้อยกว่า

- การบดแบบแอตทริชัน (attrition mill)

เป็นการบดด้วยลูกบอลชนิดหนึ่ง ซึ่งจะแตกต่างกับ การบดด้วยลูกบอลธรรมดาตรงที่ การบดแบบแอตทริชัน (attrition mill) นั้นจะมีใบกวนลูกบอล ใบกวนจะจมลงในหม้อบดที่มีลูกบอลอยู่เต็มหม้อบด อัตราการบดขึ้นอยู่กับความเร็วในการหมุนกวน การบด แบบแอตทริชันเป็นเครื่องบดที่ลดขนาดของวัตถุบดลงได้อย่างรวดเร็ว



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

เนื่องจากการชนกันของลูกบอลไม่ว่าจะเป็น ระหว่างลูกบอลกับผนังหม้อบดระหว่างลูกบอลกับ ลูกบอล ระหว่างลูกบอลกับใบกวน ซึ่งในบางครั้งการลดขนาดของวัตถุดิบอาจเกิดจากอนุภาคที่อยู่ตรงกลางลูกบอล เกิดการชนและการบิดตัว การบดแบบแอตตริชันเป็นเครื่องบดที่สามารถบดวัตถุดิบได้ปริมาณมาก (ประมาณ 0.5 ถึง 40 กิโลกรัม) แต่ครั้งที่ทำการบด ความเร็วของเครื่องบดชนิดนี้มีความเร็วปานกลาง เมื่อนำมาเทียบกับเครื่องบดชนิดอื่น ๆ ความเร็วของการบดแบบ แอตตริชันจะมีความเร็วต่ำกว่า การบดแบบ ใช้แรงเหวี่ยงและต่ำกว่าเครื่องบดสเปก ทำให้พลังงานของการบดนั้นมีค่าต่ำ หม้อบดของการบดแบบแอตตริชันมีอยู่ด้วยกันหลายขนาดและหลายชนิดเช่น สแตนเลสสตีลหรือ เหล็กชุบแข็งจะเคลือบภายในด้วย อะลูมินาซิลิโคนคาร์ไบด์ ซิลิโคนไนไตรด์เซอร์โคเนียยาง (rubber) และ โพลียูรีเทน (polyurethane) ซึ่งลูกบดมีหลายชนิดเช่น แก้ว (glass) ฟลินต์สโตน (flint stone) เซรามิกสเตียไทต์ (steatite ceramic) มุลไลต์ (mullite) ซิลิโคน คาร์ไบด์ซิลิโคนไนไตรด์ไซอะลอน (sialon) คาร์บอนสตีล (carbon steel) โครมสตีลและทั้งสแตนคาร์ไบด์

- **การบดเชิงธุรกิจ (commercial mill)**

การบดเชิงธุรกิจจะพบว่ามีขนาดใหญ่ที่สุดในการบดแต่ละครั้งในการบดแต่ละครั้ง จะใช้ปริมาณการบดถึง 100 ปอนด์ ภายในจะบรรจุลูกบอลในการบดมีน้ำหนักรวมประมาณ 3000 ปอนด์ (1250 กิโลกรัม) เวลาในการบดลดลง ด้วยการเพิ่มพลังงานในการบด จะเห็นได้ว่าการบดเพียง 20 นาทีของเครื่องบดสเปกนั้นเท่ากับการบด 20 ชั่วโมง ของการบดที่ใช้พลังงานในต่ำ สามารถประมาณได้ว่าการใช้การเวลาในการบดไปก็เท่ากับของเครื่องบดสเปกซึ่งการบดแบบแอตตริชันอาจจะใช้เวลาเป็นชั่วโมง และการบดเชิงธุรกิจอาจจะใช้เวลาเป็นวัน

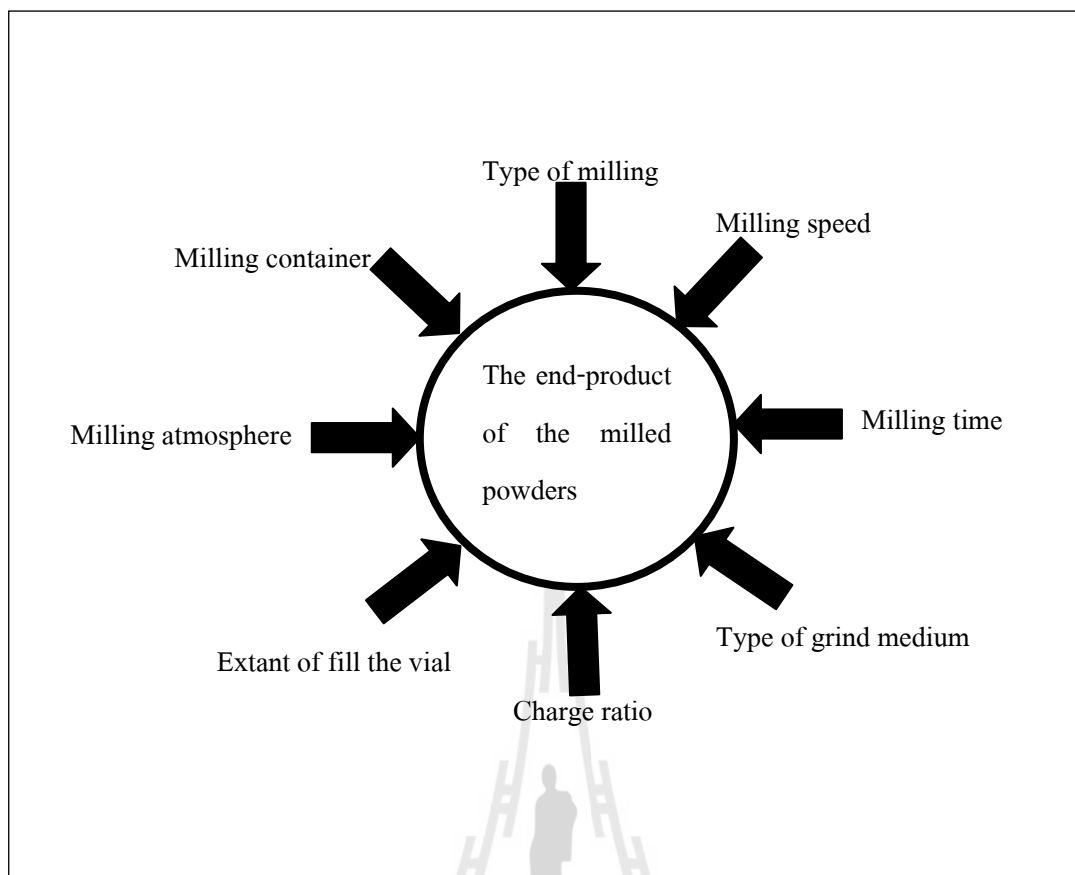
- **การบดแบบใหม่ (new design)**

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

2.3.2.3 ตัวแปรผันของกระบวนการ (process variable)

การบดผสมแบบเชิงกล เป็นกระบวนการที่ซับซ้อนและประกอบด้วยตัวแปรหลายอย่างในการควบคุม เพื่อให้ได้วัตถุภาค หรือ โครงสร้างทางจุลภาคออกมาตามความต้องการ ตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดวัตถุภาคและ โครงสร้างทางจุลภาคคือ

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



รูปที่ 2.8 ปัจจัยการแปรผันของกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล (Suryanarayana, 2001)

- ประเภทของการบด (type of mill)

ชนิดของการบดที่แตกต่างมีการมีผลต่อการเกิดกระบวนการการบดผสมแบบเชิงกล สิ่งที่แตกต่างกันในการบดก็มีหลายอย่าง ปริมาณความจุ (capacity) ความเร็วในการบด (speed of operation) และความสามารถในการควบคุมการดำเนินการต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง (temperature) ในการบดและการปนเปื้อนควรมีน้อยที่สุด ซึ่งชนิดของผงที่ทำการบด ความบริสุทธิ์ ปริมาณจะเป็นตัวกำหนดสารประกอบที่ต้องการ

อย่างไรก็ตามเครื่องบดสเปก จะใช้ในการสังเคราะห์โลหะผสม การบดแบบใช้แรงเหวี่ยงหรือการบดแบบแอตตรีชันก็ทำได้เหมือนกันแต่มีปริมาณในการทำสังเคราะห์ มีมากกว่าแตกต่างกัน

- หม้อบด (milling container)

วัตถุดิบที่นำมาทำหม้อบดมีความสำคัญต่อการบด เนื่องจากหม้อบดต้องทนรับแรงกระแทกของลูกบดได้ ซึ่งบางวัตถุดิบที่นำมาทำหม้อบดอาจเกิดการเคลื่อนที่และหลุดออกมาผสมกับผงที่ทำการบดอยู่ ทำให้ผงเกิดการปนเปื้อน ถ้าหม้อบดมีผนังหม้อบดที่เป็นวัตถุดิบ ที่ต่างชนิดกับผงที่ทำการบดผสมอาจเกิดการปนเปื้อนจากหม้อบดได้ ถ้าใช้หม้อบดที่ใช้วัตถุดิบ ที่เหมือนกับผงที่ทำการบดควรมีการคำนวณผงที่ใส่ลงไปเพื่อที่จะชดเชยส่วนที่เพิ่มขึ้นมา

● ความเร็วในการบด (mill speed)

เมื่อความเร็วในการหมุนเร็วมากจะทำให้เกิดการส่งผ่านพลังงานไปยังผงที่ทำการบดได้มาก แต่ไม่ได้เป็นไปตามทุกกรณีต้องขึ้นอยู่กับการออกแบบการบด ข้อจำกัดของการบดที่ค่าความเร็วสูงที่สุดในการบดในแต่ละครั้งจะออกมาไม่เท่ากัน เมื่อใช้รูปแบบการบด ที่แตกต่างกันออกไป ตัวอย่างเช่น การบดด้วยลูกบอล เมื่อเริ่มเพิ่มความเร็วให้กับการบดด้วยลูกบอล จนถึงจุดความเร็ววิกฤต (critical speed) ณ จุดนี้ลูกบอลที่อยู่ในหม้อบดจะถูกแรงเหวี่ยงให้ยึดติดกับผนังหม้อบด ทำให้ไม่เกิดการตกของลูกบอล ทำให้ไม่เกิดแรงตกกระทบ (impact force) ดังนั้น ค่าความเร็วสูงสุดควรจะมีค่าต่ำกว่าความเร็ววิกฤต ซึ่งจะทำให้บอลตกลงมาจากจุดที่สูงที่สุดทำให้ ค่าพลังงานออกมาสูงสุด

เมื่อความเร็วสูงสุดจะเกิดอุณหภูมิที่สูงขึ้นช่วยทำให้เกิดการเป็นเนื้อเดียวกัน (homogenization) หรือ โลหะผสมในผงที่ได้ทำการบด แต่ในบางกรณีอุณหภูมิที่สูงขึ้น ก็ไม่ได้ช่วยให้การเกิดปฏิกิริยา แต่อาจทำให้เกิดการสลายตัว (decomposition) ของสารละลายของของแข็งอิ่มตัว (super saturate solid solution) หรือการเกิดวัฏภาคอุปเสถียร (metastable phase) อื่น ๆ ขึ้นมาอีก ในระหว่างการบดจะมีอุณหภูมิสูงบางที่ที่อุณหภูมิสูงนั้นอาจเกิดการปนเปื้อนในการบดได้

● เวลาในการบด (milling time)

เวลาเป็นส่วนสำคัญอีกประการหนึ่งของการบด โดยปกติเวลาจะเป็นตัวแปรที่กำหนดในการเข้าสู่สถานะสมดุล (steady state) เมื่อเกิดการแตกและการเชื่อมชิ้น เวลาเป็นตัวกำหนดและต้องขึ้นอยู่กับหลาย ๆ ปัจจัยด้วยเช่น รูปแบบการบดประสิทธิภาพในการบดอัตราส่วนน้ำหนักของลูกบดต่อน้ำหนักสารและอุณหภูมิในการบด ปัจจัยเหล่านี้จะช่วยในการกำหนดเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยา เมื่อใช้เวลาที่มากเกินไปอาจทำให้เกิดมีการเจือปนได้ ดังนั้นควรใช้เวลาในการบดให้เหมาะสมไม่ควรเร็วหรือนานเกินไป

● ชนิดของลูกบด (grinding medium)

เหล็กชุบแข็งทูลสตีล (tool steel) เหล็กโครเมียมชุบแข็ง (hardened chromium steel) tempered steel สแตนเลสสตีลทั้งสแตนคาร์ไบด์โคบอลต์ (WC-Co) ทั้งสแตนคาร์ไบด์ เคลือบด้วยเหล็ก (WC-line steel) และเหล็กแบร์ริง (bearing steel) เหล่านี้เป็นชนิดของลูกบดที่ใช้ทั่วไปความหนาแน่นของลูกบดควรเลือกที่มีค่าสูง ๆ ความหนาแน่นสูง ๆ นั้นจะสร้างแรงกระทบได้มาก

บางครั้งวัสดุที่ใช้เป็นวัสดุเฉพาะเช่น ทองแดง (copper) ไททานเนียม (titanium) เฝานิกคอร์ันดัมอิทริยมสแตบิไลซ์เซอร์โคเนีย (Yttrium Stabilize Zirconia, YSZ) พาเซิลสเตบิไลซ์เซอร์โคเนียกับอิทริย (partial stabilize zirconia + yttria) แซฟไฟร์ (sapphire) อากัดปอร์ซเลนแข็ง (hard porcelain) ซิลิคอนไนไตรด์และคอปเปอร์เบริลเลียม (Cu-Be)

ขนาดของลูกบดมีผลต่อประสิทธิภาพในการบด โดยปกติขนาดของ ลูกบดที่มีขนาดใหญ่ (มีความหนาแน่นสูง) จะมีน้ำหนักมากกว่าทำให้เกิดการตกกระทบนั้นให้พลังงานออกมามากกว่า

- อัตราส่วนของน้ำหนักลูกบอลต่อน้ำหนักผง (Ball to Powder weight Ratio, BPR)

อัตราส่วนของน้ำหนักลูกบอลต่อน้ำหนักผงที่นำมาทำการบด (Ball to Powder weight Ratio, BPR) บางครั้งอาจจะเรียกว่า ชาร์จเรโซ (charge ratio) เป็นตัวแปรสำคัญในกระบวนการบด อีกประการหนึ่ง ค่าของชาร์จเรโซ มีค่าตั้งแต่ค่าต่ำเช่น 1:1 และไปจนถึงค่าที่สูงเช่น 220:1 โดยปกติแล้วชาร์จเรโซส่วนใหญ่ใช้ที่ 10:1 ชาร์จเรโซนี้จะใช้ในหม้อบดที่มีปริมาตรน้อย ๆ เช่น เครื่องบดสเปกแต่เมื่อหม้อบดที่มีปริมาตรที่เพิ่มขึ้น เช่น การบดแบบแอตตรีชันจะใช้ ชาร์จเรโซถึง 50:1 ในบางครั้งอาจจะเพิ่มเป็น 100:1

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

- ช่องว่างของหม้อบด (extent of fill the vial)

โลหะผสมที่เกิดขึ้นแรงตกระทบ ซึ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องมีพื้นที่ว่างพอสำหรับลูกบอลและผง เคลื่อนที่ได้อย่างอิสระรอบ ๆ หม้อบด ดังนั้นขีดจำกัดในการใส่ผงและ ลูกบอลจึงมีความสำคัญ ถ้าปริมาณขีดจำกัดของช่องว่างของลูกบอลกับผงมีค่าน้อย จะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาลดน้อยลงตามไปด้วย ถ้าขีดจำกัดช่องว่างในการใส่มีมาก แต่พื้นที่ไม่เพียงพอต่อการเคลื่อนที่ของลูกบอล ทำให้ลูกบอลแรงกระแทกกันน้อยพลังงานที่ออกมาก็น้อยตามไปด้วย ดังนั้นไม่ควรใส่ลูกบอลกับผงจนเต็มหม้อบด โดยปกติแล้วจะเหลือพื้นที่ว่างประมาณ 50% ของหม้อบด

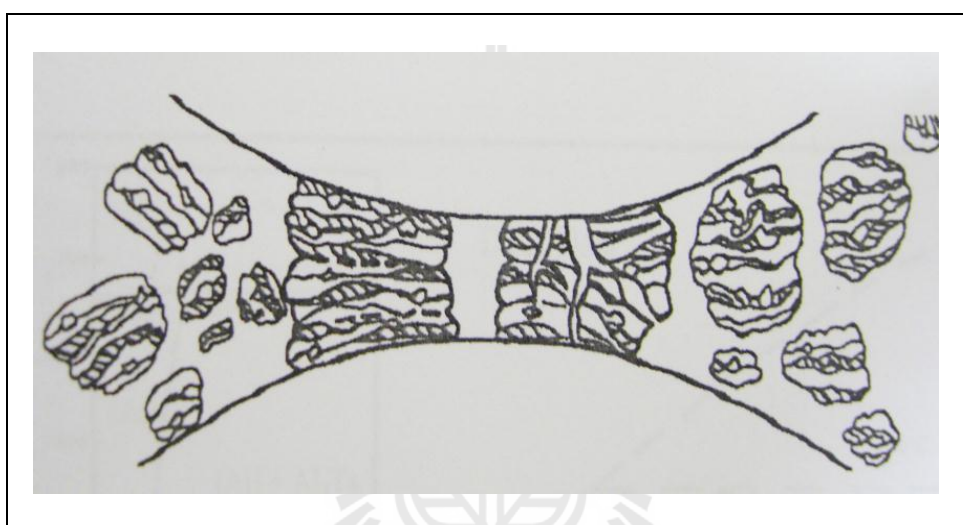
- บรรยากาศการบด (milling atmosphere)

ผลกระทบหลัก ๆ ของการบดด้วยบรรยากาศทั่วไป อาจจะทำให้เกิด การปนเปื้อนของผง ดังนั้นผงที่ได้ทำการบดจะมีการดูดอากาศออกหรือเพิ่มแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน (argon) หรือ ฮีเลียม (helium) (ไนโตรเจน (nitrogen) จะพบว่าทำให้เกิดปฏิกิริยากับผงโลหะ) ซึ่งแก๊สอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (high purity argon) เป็นที่นิยมใช้กันเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือการปนเปื้อนของผง โดยปกติการนำผงเพื่อที่จะทำการบดจะอยู่ภายใต้ การควบคุมบรรยากาศ ในการควบคุมบรรยากาศจะมีการใช้กล่องควบคุมบรรยากาศ โดยมีการดูดเข้าและออกของแก๊สอาร์กอน

บรรยากาศที่แตกต่างที่ใช้ในการบดสามารถที่จะสร้างสารประกอบ ตัวใหม่ได้ แก๊สไนโตรเจน หรือแอมโมเนีย ใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบไนไตรด์ แก๊สไฮโดรเจน ใช้ในการสังเคราะห์ไฮไดรด์ (hydride) ได้

2.3.3 กลไกการเกิดโลหะผสม (mechanism of alloying)

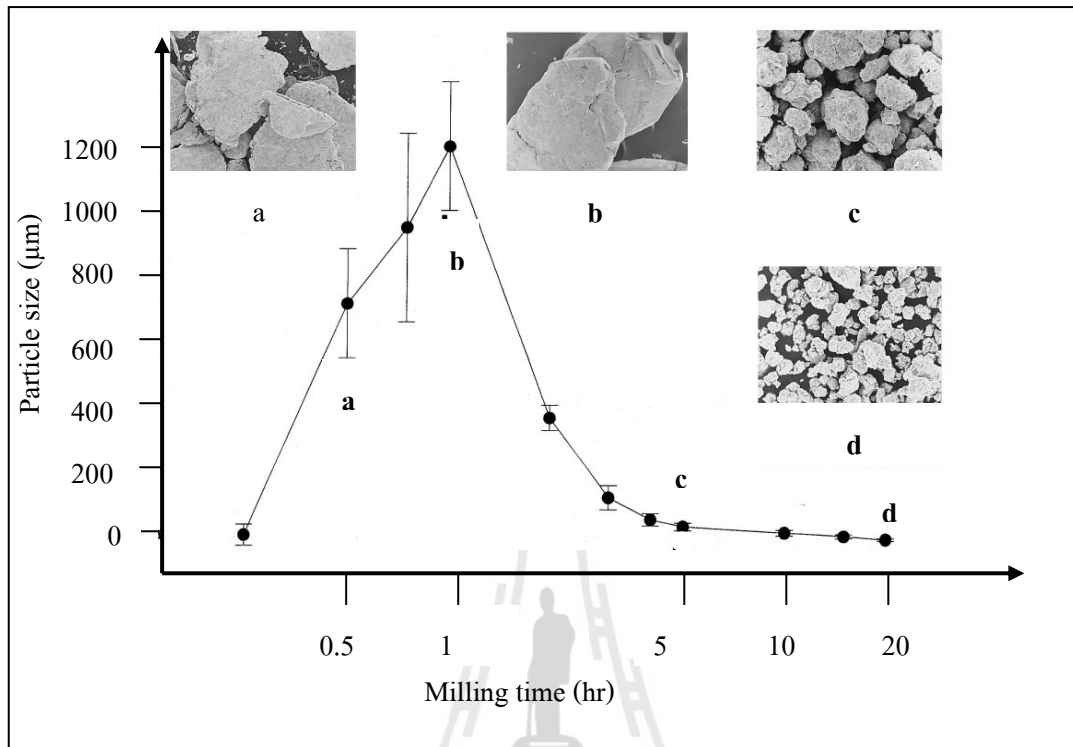
เมื่ออยู่ในกระบวนการการบดที่ใช้พลังงานสูง ผงที่ได้ทำการบดจะเกิดการ การแบน (flattened) การเชื่อมเยื่อการแตก (fracture) และการกลับมาเชื่อมใหม่ (reweld) ทุก ๆ ครั้งที่ลูกบอล 2 ลูกชนกันจะมีผงบางส่วนที่ติดกันอยู่ระหว่างกลาง จะมีอนุภาคประมาณ 1000 อนุภาค ที่ถูกบีบอัดเป็นก้อนแข็งประมาณ 0.2 มิลลิกรัม จากการชนกันในแต่ละครั้งดังรูปที่ 2.9 แรงกระแทกในการชนกันทำให้อนุภาคเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปจากความเหนียวเกิดเป็นความแข็งจนทำให้เกิดการแตกออกของอนุภาค ซึ่งจะเกิดพื้นที่ผิวใหม่จะเกิดขึ้นกับการแตกออก จากนั้นจะเกิดการบีบอัดรวมตัว เข้าอีกครั้ง อนุภาคของผงจากขนาดเล็กลงจะมีขนาดเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.9 ผงที่ลูกบอลกระแทกในระหว่างการบดผสมแบบเชิงกล (Suryanarayana, 2001)

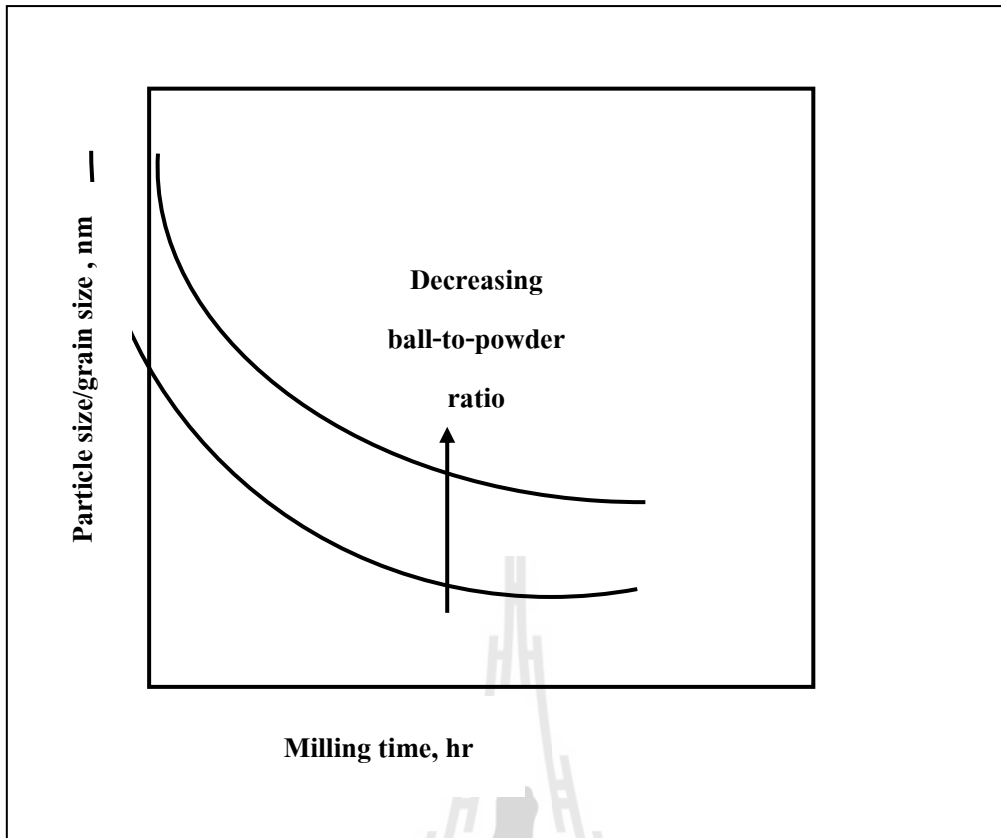
ในการบดระยะเริ่มแรกอนุภาคจะมีลักษณะที่นุ่ม (ถ้าเป็นการใช้แบบวัตถุดิบที่มีความเหนียวต่อความเหนียวความเหนียวต่อความแข็งเปราะวัตถุดิบที่มาผสมกัน หรืออย่างใดอย่างหนึ่ง) เมื่อเกิดการบีบอัดอนุภาคก็มีแนวโน้มที่ใหญ่ขึ้น ในบางครั้งขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่าตอนเริ่มประมาณ 3 เท่า อนุภาคเชิงประกอบในสภาวะนี้เกิดการรวมตัวกันมีโครงสร้างเป็นชั้น ๆ เมื่อเกิดการรวมตัวและเปลี่ยนรูปไปเรื่อย ๆ อนุภาคจะเริ่มเกิดการแข็งตัวและแตกออกจากกัน ซึ่งเกิดกลไกของความล้า หรือเกิดจากการแตกของแผ่นเล็ก ๆ ดังรูปที่ 2.10 ในสภาวะนี้การแตกจะมีมากกว่า การกลับมาเชื่อมใหม่ เนื่องจากลูกบอลเกิดการกระแทกอย่างต่อเนื่อง ต่อจากนั้นชั้นของที่ถูกกระแทก โดยลูกบอลมีลักษณะที่เป็นชั้นความห่างระหว่างชั้นนั้นเริ่มลดลงและจำนวนชั้นนั้นเริ่มมีมากขึ้น อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการลดขนาดจะขึ้นอยู่กับพลังงานในการบด จะเห็นได้ว่าการบดแบบธรรมดา (conventional ball mill) จะลดขนาดได้ช้ามาก ซึ่งการบดแบบธรรมดาเป็น การบดที่ใช้พลังงานที่ต่ำ เมื่อใช้พลังงานในการบดที่สูงขึ้นทำให้ประสิทธิภาพในการบดดีกว่า พลังงานในการบดที่สูงจะมีพลังงานที่เหลือออกมา พลังงานนั้นจะออกมาในรูปแบบพลังงาน

ความร้อน แต่ก็ยังมีพลังงานที่ยังคงทำให้เกิดการยืดตัว (elastic) และการเปลี่ยนรูปถาวร (plastic deformation) ได้



รูปที่ 2.10 เวลาระยะเวลาการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคขนาดอนุภาค (Suryanarayana, 2001)

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



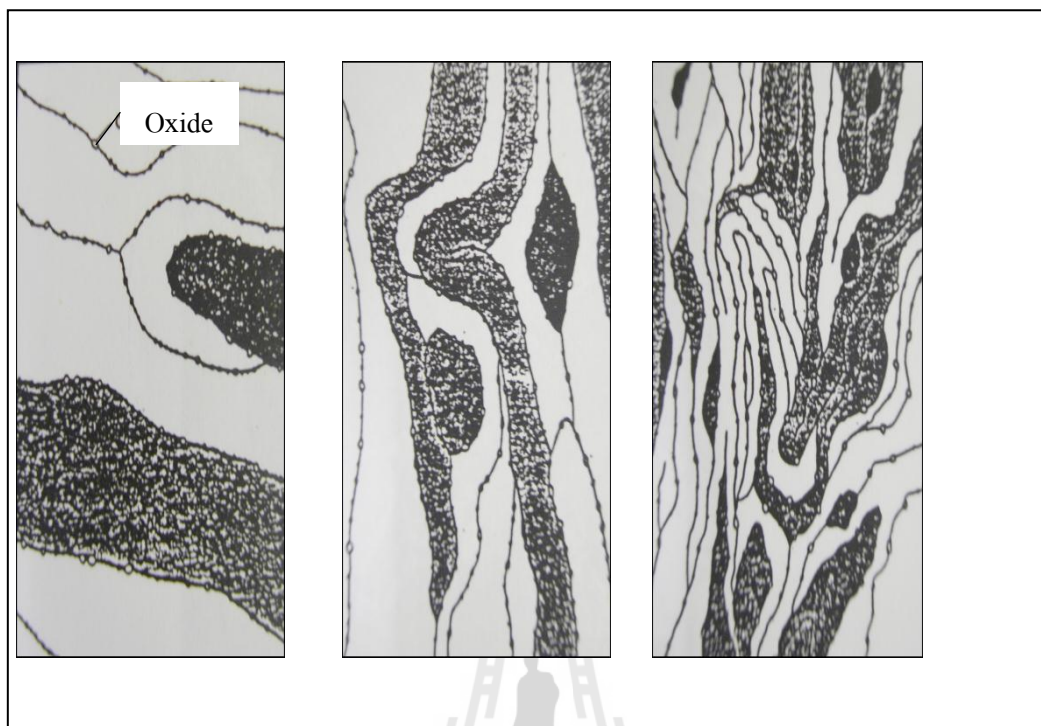
รูปที่ 2.11 เวลาการบดที่เพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคเล็กลง (Suryanarayana, 2001)

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

2.2.3.1 องค์ประกอบความเหนียว-ความเหนียว (ductile-ductile component)

นายเบนจามิน (Benjamin, 1976) ได้ให้คำแนะนำว่าการรวมตัวกันของวัสดุที่มีความเหนียว ในการสร้างโลหะผสมอย่างน้อยควรมีอยู่ 15% เนื่องจากการเกิดโลหะผสมได้นั้นเกิดการเชื่อมเย็นและการแตกของอนุภาคผง ถ้าอนุภาคไม่มีความเหนียวก็จะไม่เกิดการเชื่อมเย็น นายเบนจามินและนายโวลิน (Benjamin and Volin, 1974) ได้อธิบายกลไกการเกิดโลหะผสมต้องมีส่วนประกอบของวัสดุที่มีความเหนียว 2 ที่แตกต่างกัน ในระยะแรกของกระบวนการลูกบอลเกิด การชนกัน วัสดุภายในที่มีความเหนียวถูกบีบอัดจนแบนทำให้เกิดชั้นของวัสดุ ซึ่งวัสดุบางส่วนนั้นจะเคลือบอยู่บนผิวลูกบอล ทำให้ลูกบอลที่ทำการบดนั้นไม่สึกหรอ แต่ถ้าเคลือบลูกบอลมากเกินไปจะทำให้ไม่เกิดเป็นเนื้อเดียวกัน ในขั้นต่อมาวัสดุที่ถูกบีบอัดเกิดการรวมตัวกันใหม่ แล้วถูกบีบอัดอีกทำให้เกิดป็นชั้นเพิ่มมากขึ้น เมื่อเวลามากขึ้นจะทำให้วัสดุนั้นแข็งขึ้น จากนั้น จะทำให้แตกออกจากกันและกลับมารวมตัวกันใหม่ ซึ่งจะทำให้เกิดโลหะผสมที่สภาวะนี้เอง

2.2.3.2 องค์ประกอบความเหนียว-ความเปราะ (ductile-brittle component)



รูปที่ 2.12 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคในระหว่างการบดในองค์ประกอบแบบความเหนียว-ความเปราะ (Suryanarayana, 2001)

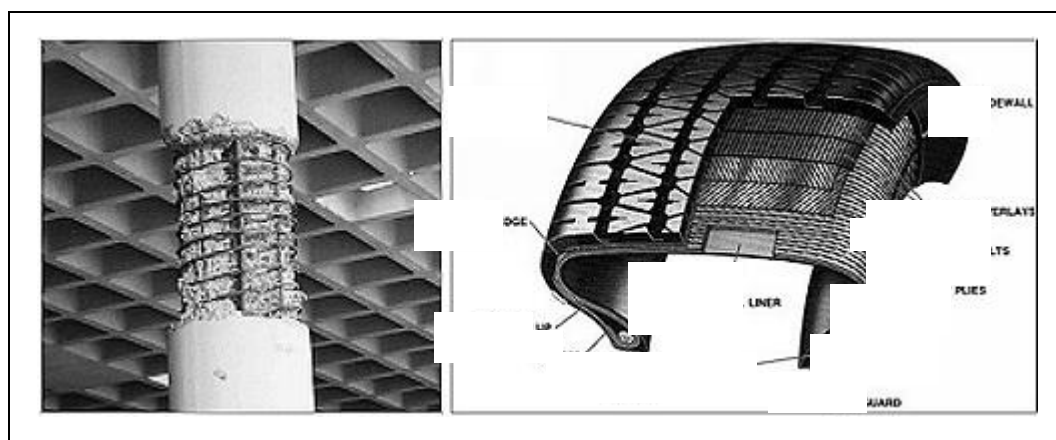
โลหะที่ใช้สารประกอบออกไซด์ในการเสริมความแข็งแรงจัดอยู่ในหัวข้อนี้ เพราะอนุภาคของสารประกอบออกไซด์ที่มีความเปราะจะกระจายตัวอยู่ในเนื้อหลักที่มีความเหนียว การศึกษาวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคของระบบชนิดนี้โดย นายเบนจามิน (Benjamin, 1990) ระบุว่า ในสภาวะการบดเริ่มต้น ฟองอนุภาคของโลหะที่มีความเหนียวจะเกิด การเปลี่ยนแปลงรูปร่างเนื่องจากการชนกันของลูกบด ในขณะที่อนุภาคสารประกอบออกไซด์ที่มีความเปราะจะเกิดการแตก ซึ่งจะไปฝังติดกับอนุภาคของโลหะที่มีความเหนียวที่บริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของโลหะ เมื่อทำการบดต่อไปอนุภาคของโลหะที่มีสารประกอบออกไซด์ปะปนจะเริ่มมีความแข็งตัว เกิดการทับซ้อนกันเพิ่มขึ้นและเริ่มจะแตกละเอียด โดยในสภาวะนี้ฟองอนุภาคที่แตกออกจากกันจะมีส่วนผสมเหมือนกับฟองของสารตั้งต้น ด้วยการบดอย่างต่อเนื่องชั้นรอยต่อของโลหะที่มีสารประกอบออกไซด์ปะปนอยู่จะเริ่มมีระยะห่างระหว่างชั้นลดลง ทำให้อนุภาคของสารประกอบออกไซด์แพร่กระจายได้สม่ำเสมอ ในกรณีที่อนุภาคของออกไซด์ไม่สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็งในเนื้อหลักที่มีความเหนียวได้ เราจะเรียกว่า โลหะที่มีออกไซด์เป็นตัวเสริม ความแข็งแรง ดังรูปที่ 2.12 แต่ถ้าอนุภาคของออกไซด์สามารถเกิดเป็นสารละลายของแข็งได้ ก็จะเกิดโลหะผสมขึ้นโดยวิธีการบดผสมแบบเชิงกลและจะทำให้องค์ประกอบทางเคมี มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลขององค์ประกอบแบบเหนียว-เปราะ จำเป็นจะต้องอาศัยการแตกของอนุภาคที่มีความเปราะเพื่อทำให้เกิดการแพร่ของอนุภาค และความสามารถในการเกิดสารละลายของแข็งด้วย

2.2.3.3 องค์ประกอบความเปราะ-ความเปราะ (brittle-brittle component)

ในกรณีที่องค์ประกอบในการบดผสมแบบเชิงกลเป็นลักษณะขององค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะ การเกิดเป็นโลหะผสมจะเกิดได้ยากเนื่องจากขาดองค์ประกอบที่มีความเหนียวที่จะช่วยให้เกิด การเปลี่ยนแปลงรูปร่างและเชื่อมติดกัน แต่อย่างไรก็ตามมีผลงานวิจัยบางชิ้นกล่าวถึงการบดผสมแบบเชิงกลของสารประกอบ intermetallic ซึ่งวัสดุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นแบบอสัณฐาน ตามหัวข้อที่ได้กล่าวก่อนหน้านี้อีกคือ องค์ประกอบที่มีความเปราะจะเกิดการแตกในระหว่างการบดทำให้ขนาดอนุภาคลดลงอย่างต่อเนื่องจนถึงที่อนุภาคลดลงถึงขนาดที่เล็กมาก อนุภาคเหล่านี้จะแสดงพฤติกรรมคล้ายกับมีความเหนียวเกิดขึ้น และเมื่อทำการบดต่อไปอนุภาคเหล่านี้จะไม่สามารถบดให้เล็กลงไปมากกว่านี้ได้ เรียกว่าข้อจำกัดของการลดขนาด การบดผสมแบบเชิงกลขององค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะ จะพบว่าองค์ประกอบที่มีความแข็งมากกว่าจะเกิดการแตกและผสมกับองค์ประกอบที่มีความแข็งน้อยกว่า ดังนั้นเมื่อทำการบดโดยใช้ระยะเวลามากขึ้นจะทำให้เกิดการแพร่ โดยส่วนมากการเกิดโลหะผสมขององค์ประกอบแบบเหนียว-เปราะและองค์ประกอบแบบเปราะ-เปราะจากการใช้การบดผสมแบบเชิงกลสามารถที่จะเกิดได้ที่อุณหภูมิปกติ กลไกที่เป็นไปได้ก็คือ การที่อุณหภูมิสูงขึ้นในระหว่างการบด การเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของอนุภาคในระดับจุลภาค การเกิดการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิว ความเครียดของผงอนุภาคที่เกิดขึ้นในระหว่างการบด (Suryanarayana, 2001)

2.4 วัสดุเชิงประกอบ

วัสดุเชิงประกอบ หรือ คอมโพสิต เป็นวัสดุที่ประกอบด้วยวัสดุมากกว่า 2 ประเภทเข้าด้วยกัน โดยทั่วไปคอมโพสิตจะมี วัสดุที่เป็นเนื้อหลัก (matrix) และ วัสดุเสริมแรง (reinforcement materials) ที่กระจายตัวอยู่ในเนื้อหลักนั้น วัสดุที่เป็นเนื้อหลักจะรองรับวัสดุเสริมแรงให้อยู่ในรูปร่างที่กำหนดขณะที่วัสดุเสริมแรงจะช่วยเพิ่มหรือปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเนื้อหลักให้สูงขึ้น



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

ซึ่งวัสดุเสริมแรงอาจมีลักษณะเป็นเส้น ก้อน อนุภาค หรือเกล็ดก็ได้แทรกอยู่ในวัสดุ เนื้อหลัก (base materials) อย่างโลหะ เซรามิกส์หรือพอลิเมอร์ ผลของการรวมวัสดุต่างกัน 2 ประเภทเข้าด้วยกันทำให้คอมโพสิตมีความแข็งแรง โดยรวมมากกว่าเมื่อเทียบกับความแข็งแรง ของวัสดุแต่ละประเภทโดยลำพัง ปัจจุบันวัสดุคอมโพสิตแบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ



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

2.4.1 พอลิเมอร์คอมโพสิต (Polymer Matrix Composites, PMC's)

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่พบเห็นได้ง่ายของคอมโพสิตกลุ่มนี้คือผลิตภัณฑ์ที่ทำจาก ไฟเบอร์กลาสส์ต่าง ๆ พอลิเมอร์คอมโพสิตมีพอลิเมอร์ ซึ่งอาจจะเป็นพลาสติกหรือยางเป็นเนื้อหลักและใช้วัสดุเสริมแรงได้หลายชนิดเช่น เส้นใยแก้ว เส้นใยคาร์บอนเส้นลวดโลหะ เป็นต้น



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

2.4.2 เซรามิกคอมโพสิต (Ceramic Matrix Composites, CMC's)

รูจักและคุ้นเคยกับคอมโพสิตกลุ่มนี้ดี คอนกรีตและคอนกรีตเสริมเหล็ก (ปูน กรวด ทราซ เหล็กเส้น) เป็นตัวแทนที่พบเห็นได้ทั่วไปของวัสดุกลุ่มนี้ขณะที่วัสดุเซรามิกคอมโพสิตขั้นสูง (advanced composite) มีเนื้อหลักเป็นเซรามิก และใช้วัสดุเสริมแรงเป็นเส้นใยคอมโพสิตกลุ่มนี้มักนำมาใช้งานในสภาวะแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูงเช่นกังหันใบพัดของเครื่องยนต์ไอพ่น เป็นต้น

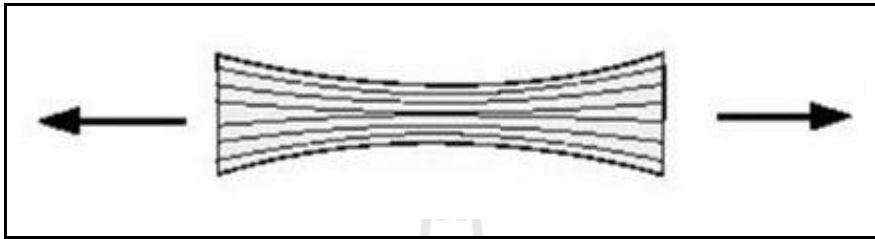
2.4.3 เมทัลคอมโพสิต (Metal Matrix Composites, MMC's)

คอมโพสิตกลุ่มนี้พบมากในผลิตภัณฑ์กลุ่มอุตสาหกรรมยานยนต์เมทัลคอมโพสิตมีโลหะเป็นเนื้อหลักเช่น อะลูมิเนียมเป็นต้นสำหรับวัสดุเสริมแรงของคอมโพสิตกลุ่มนี้เป็นวัสดุเซรามิกส์เช่นกลุ่มคาร์ไบด์ กลุ่มไนไตรด์ เป็นต้น

2.4.4 การรับแรงของวัสดุ

โดยทั่วไปแรงที่กระทำต่อวัสดุมีด้วยกัน 4 ประเภทคือ

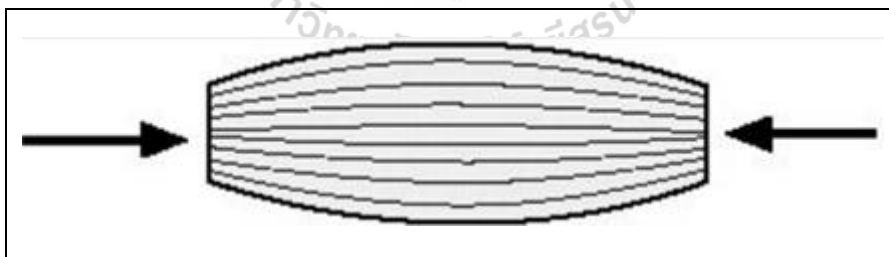
2.4.4.1 แรงดึง (tension)



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

รูปที่ 2.16 แสดงลักษณะแรงดึงที่กระทำต่อคอมโพสิตการตอบสนองต่อแรงกระทำของวัสดุขึ้นอยู่กับแรงดึง และความแข็งแรงเชิงกลของเส้นใยเสริมแรงที่ใช้

2.4.4.2 แรงกดอัด (compression)

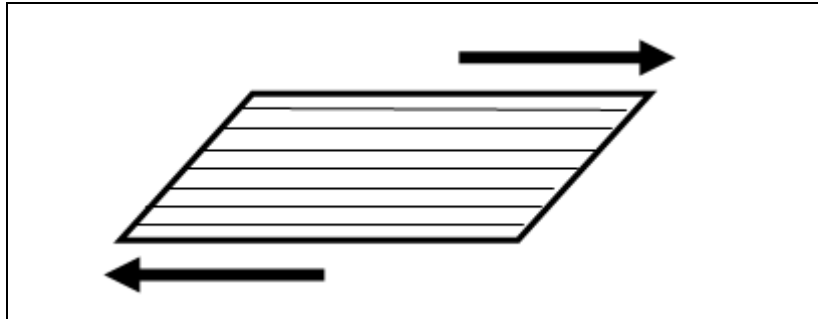


รูปที่ 2.17 ทิศทางของแรงอัด (compression) (<http://www.mtec.or.th>)

รูปที่ 2.17 แสดงลักษณะคอมโพสิตที่ได้รับแรงกดอัดในสภาพนี้ความแข็งแรงของวัสดุจะขึ้นกับสมบัติความแข็งแรงดึงและการยึดติด (adhesion)

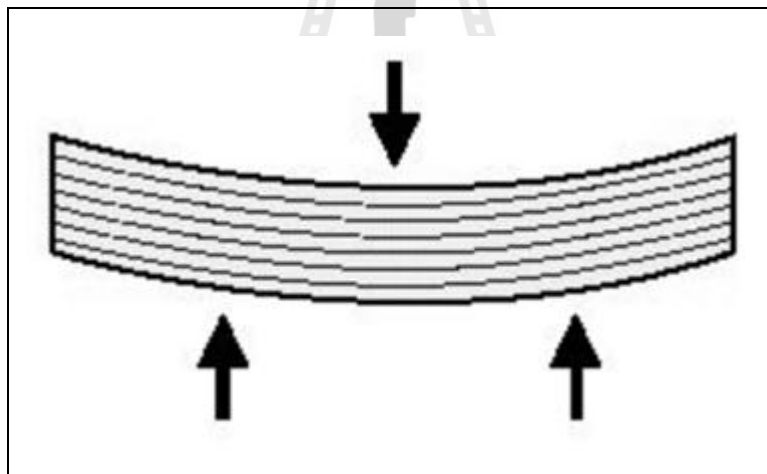
2.4.4.3 แรงเฉือน (shear)

ลักษณะแรงที่กระทำต่อคอมโพสิตมีทิศทางตรงข้ามกันและแนวแรง อยู่ต่างระดับกัน ดังรูปที่ 2.18



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

2.4.4.3 แรงดัด (flexure)



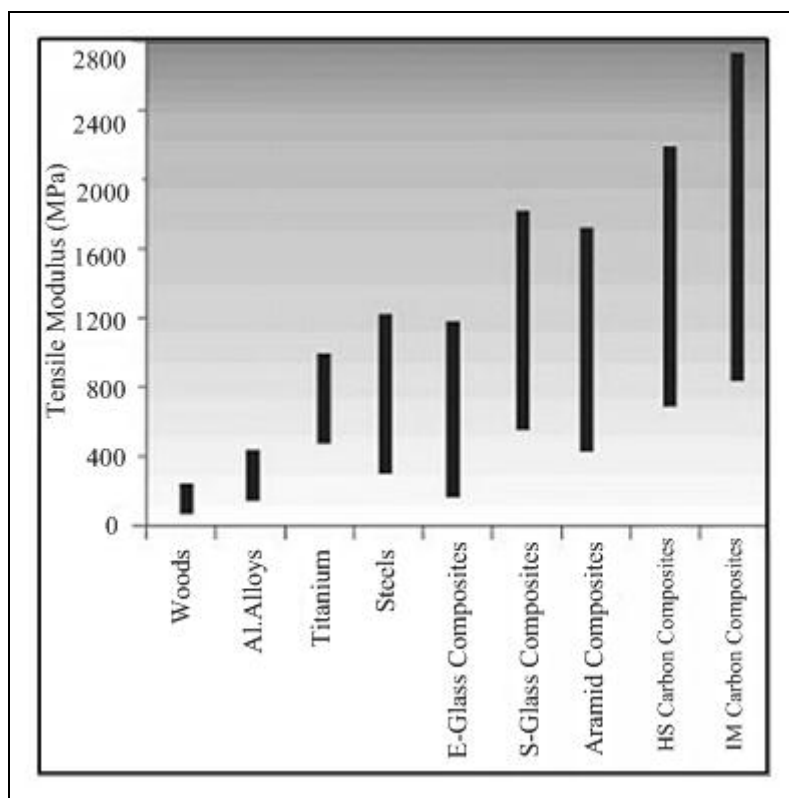
รูปที่ 2.19 ทิศทางของแรงดัด (flexure) (<http://www.mtec.or.th>)

ลักษณะของแรงที่กระทำกับวัสดุมีลักษณะผสมของแรงดึงแรงเฉือน และแรงกดอัด 3 แรงเข้าด้วยกันจากรูปที่ 2.19 เห็นได้ว่ากึ่งกลางของด้านบนของวัสดุถูกแรงกดอัดกระทำขณะที่ใต้วัสดุจะถูกแรงยืดและแรงเฉือนจากการยึดตัวของวัสดุ

เมื่อทราบถึงปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของคอมโพสิตทั้ง 4 ข้อแล้วผู้ผลิตก็สามารถนำข้อมูลเหล่านั้นมาพิจารณาเลือกชนิดเส้นใยเสริมแรงรวมถึงทิศทางของแรงที่กระทำเพื่อจัดวางตำแหน่งเส้นใยเสริมแรง ให้เหมาะสมเพื่อผลิตชิ้นงานคอมโพสิตออกมาให้ได้สมบัติเชิงกลตามต้องการ

รูปที่ 2.20 เป็นกราฟเปรียบเทียบสมบัติของคอมโพสิตกับวัสดุอื่นบางชนิด เส้นกราฟของ คอมโพสิตแต่ละชนิดที่แสดงออกมาเป็นช่วงหมายถึงค่าสมบัติเชิงกลขั้นต่ำและค่าสมบัติเชิงกล

ชั้นสูงโดยค่าสมบัติเชิงกลขั้นต่ำเป็นคอมโพสิตที่ผลิตด้วยเทคโนโลยีทั่วไป เช่นวิธีการขึ้นรูปแบบของ แชนด์เลย์อ์พ ส่วนค่าสมบัติเชิงกลขั้นสูงเป็นค่าที่ได้จากคอมโพสิต ที่ผลิตด้วยเทคโนโลยีระดับสูงอย่าง ใช้งานคอมโพสิตที่ใช้กับอุตสาหกรรมการบินและอวกาศที่ผลิตด้วยเทคโนโลยี Autoclave moulding เป็น ต้น ขณะที่เส้นกราฟของวัสดุชนิดอื่นเช่น เหล็กกล้าที่แสดงออกมาเป็นช่วงเนื่องจากเหล็กกล้ามีมากมาย หลายเกรดเช่นเดียวกับไม้ อะลูมิเนียมผสมและไททานเนียม (ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2549)



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

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

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

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

Jiao, Jenkin, and Davidge (1997) พบว่าค่าพลังงานของผิวสัมผัส (interfacial energy) เป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมสมบัติเชิงกลโดยที่อัตราส่วนพลังงานระหว่างผิวสัมผัส (interface energy) ต่อพลังงานขอบเกรน (grain boundary energy) (γ_i / γ_{gb}) ของ Al_2O_3/SiC_p (SiC particle) จะมีค่าเท่ากับ 1.21 และ Al_2O_3/TiN (TiN particle) มีค่า 0.8 ซึ่งทำให้ขอบเกรนมีความแข็งแรงเนื่องจาก SiC ทำให้ผิวสัมผัสที่แข็งแรง (interface) แต่ Al_2O_3/TiN ขอบเกรนไม่แข็งแรง เนื่องจากเกิด TiO_2 ที่ระหว่างผิวสัมผัสของ Al_2O_3/TiN ทำให้ผิวสัมผัสไม่แข็งแรง

Wu, Lawrence, Robert, and Derby (1998) ทำการศึกษาระบบ Al_2O_3/SiC_p พบว่า ความแข็งแรง (strength) จะเพิ่มขึ้นหลังจากการให้ความร้อน (annealing) และตกแต่งชิ้นงาน (machining) จะเห็นได้ว่าการ annealing สามารถที่จะควบคุม strength ในระยะสุดท้ายได้ ซึ่งการ machining นั้นก็เป็นวิธีการอีกอย่างที่ทำให้เกิดความเค้นกดอัด (compressive strength) ที่ผิวทำให้ค่า strength ที่ได้นั้นมีค่าสูง

Niihara (1991) ได้นำ SiC ที่ปริมาณ 5 vol% ไปกระจายตัวในเนื้อของ Al_2O_3 ทำให้ ความแข็งแรงของ Al_2O_3 เพิ่มขึ้นจากเดิม เนื่องจากการเปลี่ยนการแตกจากการแตกระหว่างเกรน (intergranular) เป็นการแตกภายในเกรน (intragranular) ที่มีความแข็งแรงอยู่ที่ 380 MPa ทำให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นมาอยู่ที่ 1000 MPa

Ko, Kwon, and Kim (2004) พบว่าเมื่อใส่อนุภาค SiC ในปริมาณ 5 wt% และ 10 wt% ลงไปในอะลูมินามีการเปลี่ยนรูปแบบการแตกจากการแตกระหว่างเกรน (intergranular) ไปเป็นการแตกภายในเกรน (intragranular) ทำให้สมบัติด้านความแข็งแรง ความเหนียวดีขึ้น และเมื่อนำไปทำเป็นเครื่องมือการตัด (cutting tools) พบว่าจะมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่า เมื่อเทียบกับเครื่องมือตัด (cutting tools) ประเภทอื่นๆ ที่ทำจาก Al_2O_3 , Al_2O_3/TiC และ $Al_2O_3-SiC_w$ (whisker)

Anya and Robert (1997) ใช้อะลูมินา (Al_2O_3) และใช้อ่อนภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ในปริมาณ 5 10 และ 15 vol% โดยใช้การเผาผนึกแบบไม่ใช้ความดัน (pressureless sintering) ได้หาค่าความเหนียว (fracture toughness) โดยใช้ Vickers indentation พบว่าขนาดของตำหนิ (flaw size) ของวัสดุเชิงประกอบจะมีขนาดเล็กกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับอะลูมินาทั่วไป (monolithic Al_2O_3) ซึ่งมีขนาดที่ใหญ่กว่า ผลของการเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) ทำให้มีความเหนียวเพิ่มขึ้น

Kim, Enoki, and Teruo (1998) พบว่าบริเวณที่เป็นเนื้อของอะลูมินา (Al_2O_3) ที่มีอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) กระจายตัวอยู่จะพบว่าบริเวณรอบๆ อนุภาค SiC จะมีความเค้นกดอัด (compressive stress) เกิดขึ้นซึ่งเมื่อเกิดมีรอยแตกขึ้น อนุภาค SiC จะเป็นตัวรับไม่ให้อรอยแตก นั้นแตกต่อไปและยังพบอีกว่า เมื่อเพิ่มปริมาณ SiC จะทำให้ fracture toughness เพิ่มขึ้นด้วย

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

Chen, Rainforth, and Lee (2000) ได้มีการศึกษาระบบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ โดยทำการใส่อนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ที่อัตราส่วนที่แตกต่างกันไปคือ 2.5 5 10 15 vol% เพื่อศึกษาพฤติกรรมการสึกหรอ (wear behavior) พบว่าเมื่อใส่อนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณ 15 vol% จะมีความต้านทานการสึกหรอ (wear resistance) เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมินา (monolithic Al_2O_3)

Jianxin, Helen, and Martin (1995) ได้ศึกษาแล้วพบว่าพฤติกรรมของความเค้นตกค้าง (residual stress) ใน $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_p$ โดยใส่อนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC particle) ในปริมาณ 5 vol% เหมือนกัน พบว่าจะเกิดความเค้นตกค้างอยู่ในเนื้อ Al_2O_3 เมื่อนำมาให้ความร้อน (annealing) ที่ $1300\text{ }^\circ\text{C}$ สามารถลดความเค้นตกค้างในบางส่วน แต่นำมาเปรียบเทียบกับ Al_2O_3 ที่ยังไม่ได้เติม SiC ความเค้นตกค้างของ Al_2O_3 ลดลงอย่างมาก

Jeong and Niihara (1997) ได้มีการศึกษาระบบวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา/อนุภาค ซิลิคอนคาร์ไบด์ ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_p$ composite) โดยการใส่แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นสารเติมแต่ง (additive) เพื่อที่จะทำให้มีความหนาแน่น (density) สูงขึ้น ซึ่งพบว่าประสิทธิภาพของแมกนีเซียมออกไซด์สามารถทำให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นมากกว่า 98%

อย่างไรก็ตามจากการศึกษาพบว่าไม่เพียงแต่ปริมาณของอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่ใส่เข้าไปในเนื้ออะลูมินาเท่านั้นที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินา แต่ยังพบว่าขนาดอนุภาคของ ซิลิคอนคาร์ไบด์ ยังมีผลต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินาอีกด้วย โดยเฉพาะอย่างยิ่งการใส่อนุภาคระดับนาโนเมตร จะทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินานั้นดีขึ้น สำหรับอนุภาคระดับนาโนเมตรนั้น สามารถที่จะสังเคราะห์ได้หลายวิธี ตัวอย่างเช่น CVD carbothermal และ mechanical alloying เป็นต้น สิ่งหนึ่งที่ต้องคำนึงเป็นอย่างแรกนั้นจะเป็นเรื่องราคา ซึ่งในปัจจุบันผงที่มีอนุภาคระดับนาโนจะมีราคาที่สูงมาก จึงเป็นหัวข้อหลักอันหนึ่งในการวิจัยเพื่อที่จะลดราคาค้นทุนลงมา ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีความพยายามที่จะสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรขึ้นนำมาใช้เอง โดยใช้วิธีการบดผสมแบบเชิงกล (mechanical alloying) ซึ่งจะทำให้ได้ราคาที่ถูกลง เนื่องจากง่ายต่อการควบคุมเพราะ ไม่มีขบวนการทางเคมีและอุณหภูมิเข้ามาเกี่ยวข้อง เมื่อนำวิธีนี้มาเปรียบเทียบกับวิธีอื่น ๆ จะเห็นได้ว่าวิธีการนี้สามารถลดต้นทุนในการผลิตลงได้

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมดดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

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

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

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

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

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

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง(ต่อ)

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

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder, Al₂O₃)

ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al₂O₃ ใช้เกรด CA 5 M เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมออกไซด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนักซิลิกา ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนักแคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe₂O₃) ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.)

3.2.2 ผงซิลิคอน (Silicon powder, Si)

ผงซิลิคอน สูตรเคมี Si ใช้เกรด finest powder เป็นซิลิคอนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 โดยน้ำหนัก

3.2.3 ผงคาร์บอน (Carbon powder, C)

ผงคาร์บอน สูตรเคมี C ใช้เกรด reactive carbon เป็นคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์ ร้อยละ 99.95 โดยน้ำหนัก

3.2.4 ผงอิตเทรียมออกไซด์ (Yttrium oxide powder, Y₂O₃)

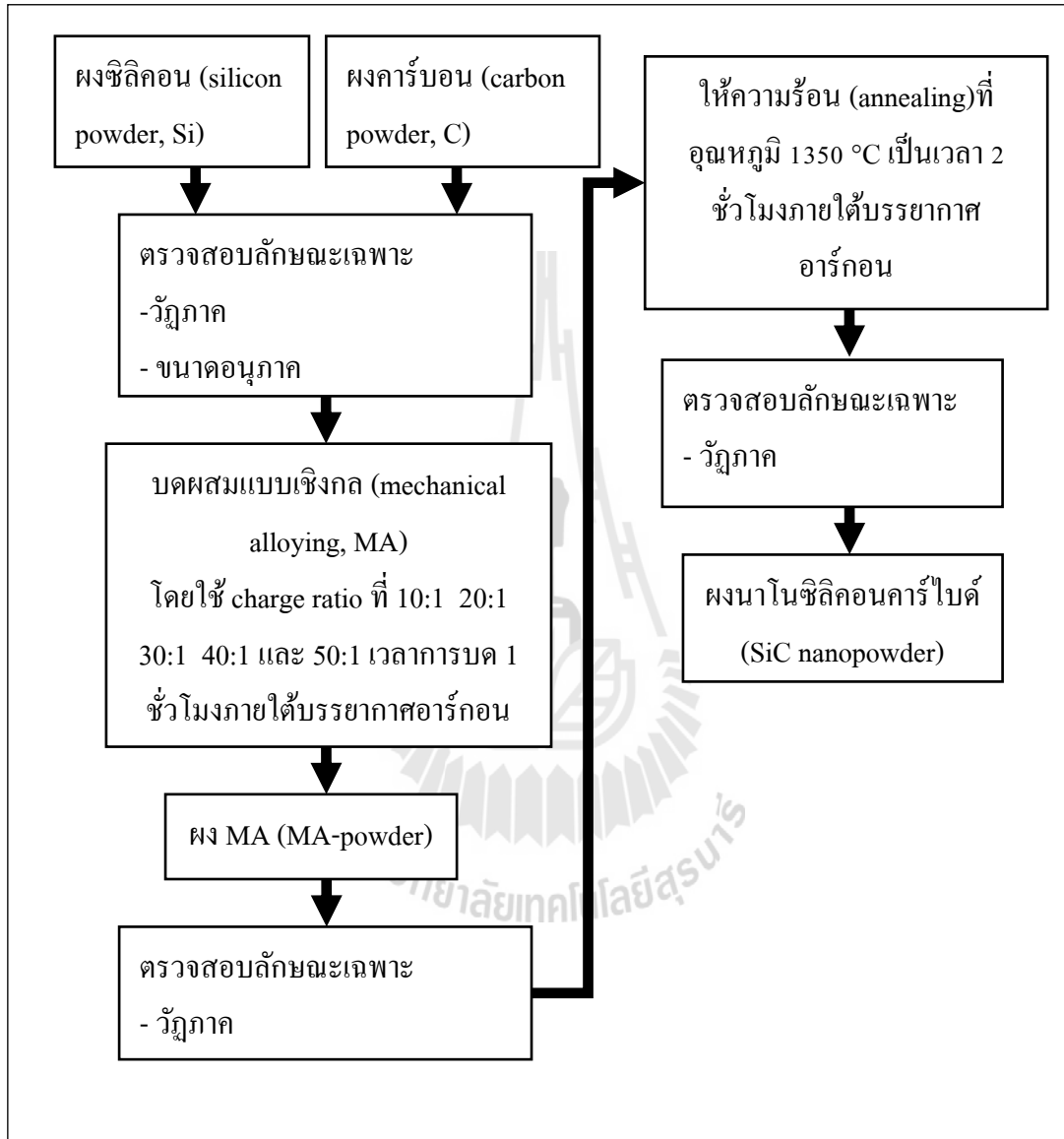
ผงอิตเทรียมออกไซด์ สูตรเคมี Y₂O₃ ใช้เกรด premium quality เป็นอิตเทรียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 โดยน้ำหนัก

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

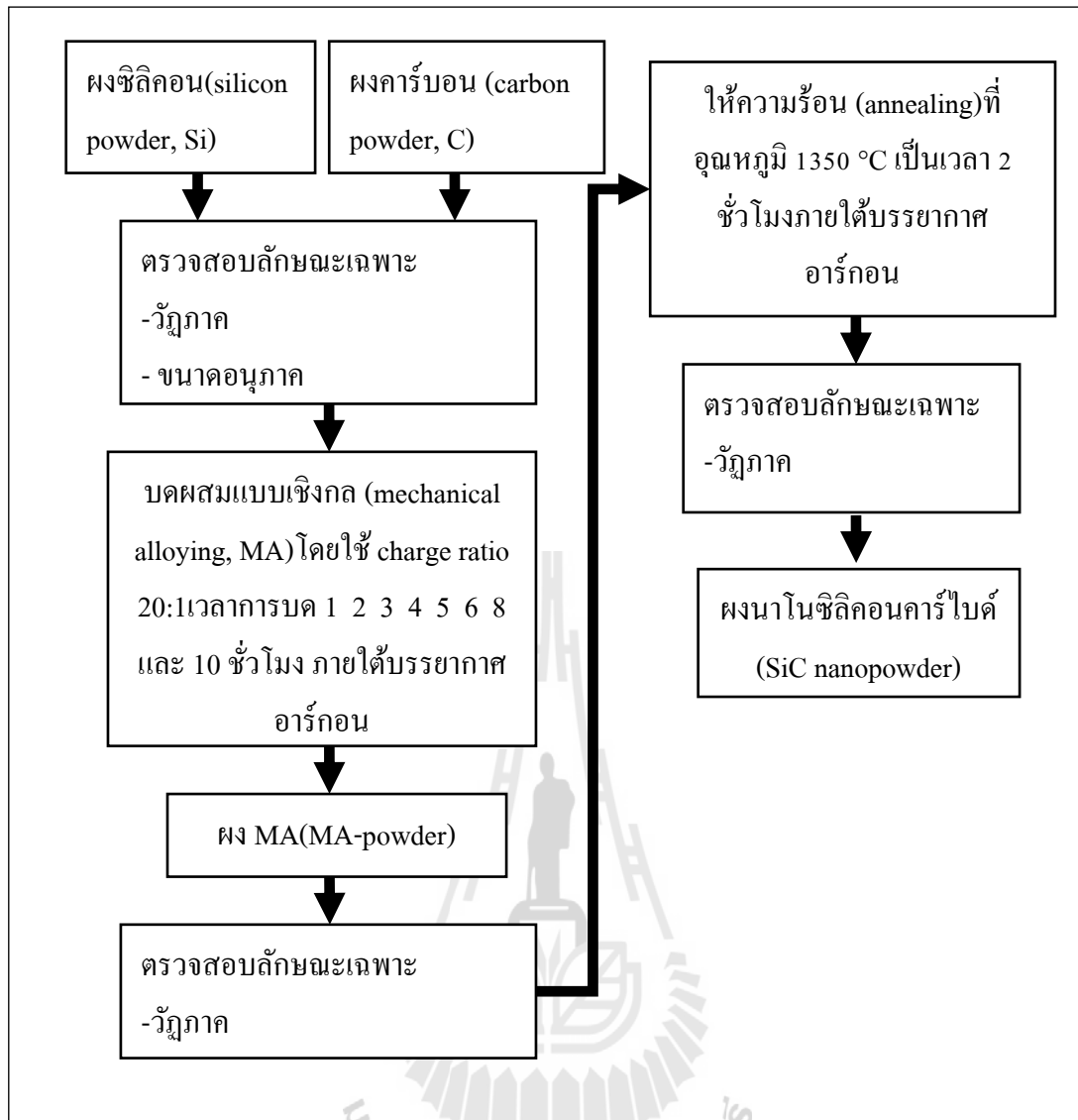
ขั้นตอนและวิธีการทดลอง แสดงในรูปที่ 3.1-3.5

หา charge ratio ที่เหมาะสมต่อการเกิดผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์รูปที่ 3.1



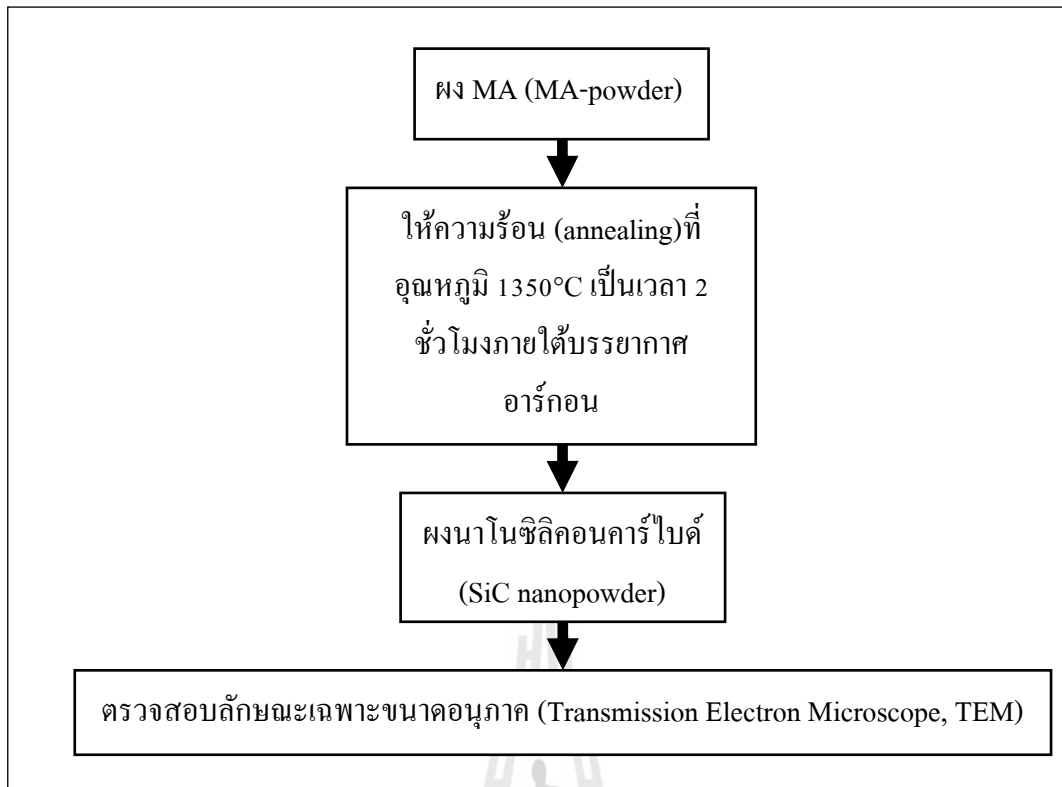
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ใช้เวลาในการบด 1 ชั่วโมง

หลังจากได้ charge ratio ที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาซิลิคอนคาร์ไบด์รูปที่ 3.1 จากนั้นหาเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาของซิลิคอนคาร์ไบด์ดังแสดงในรูป 3.2



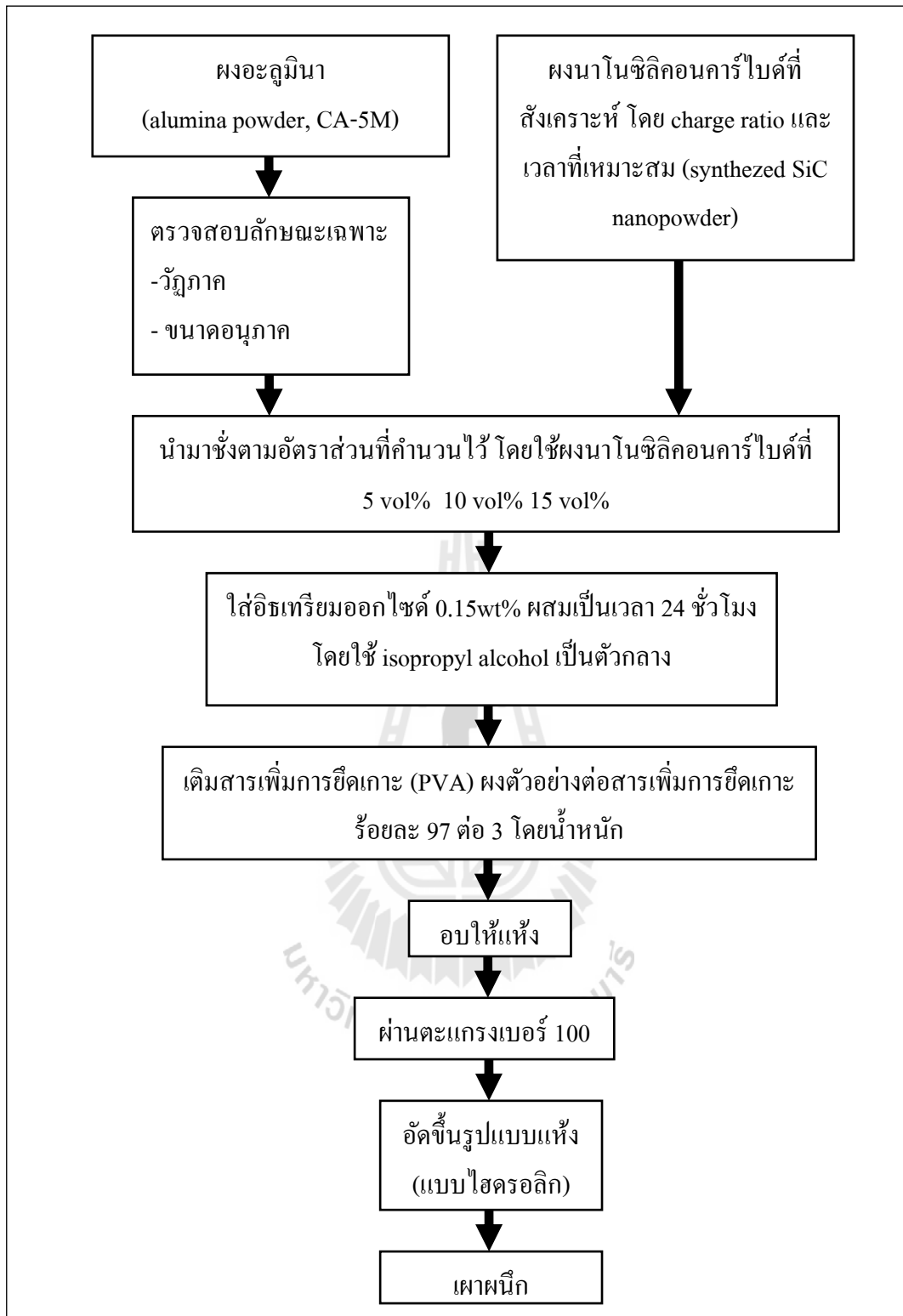
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio 20:1 ใช้เวลาในการบด

1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง



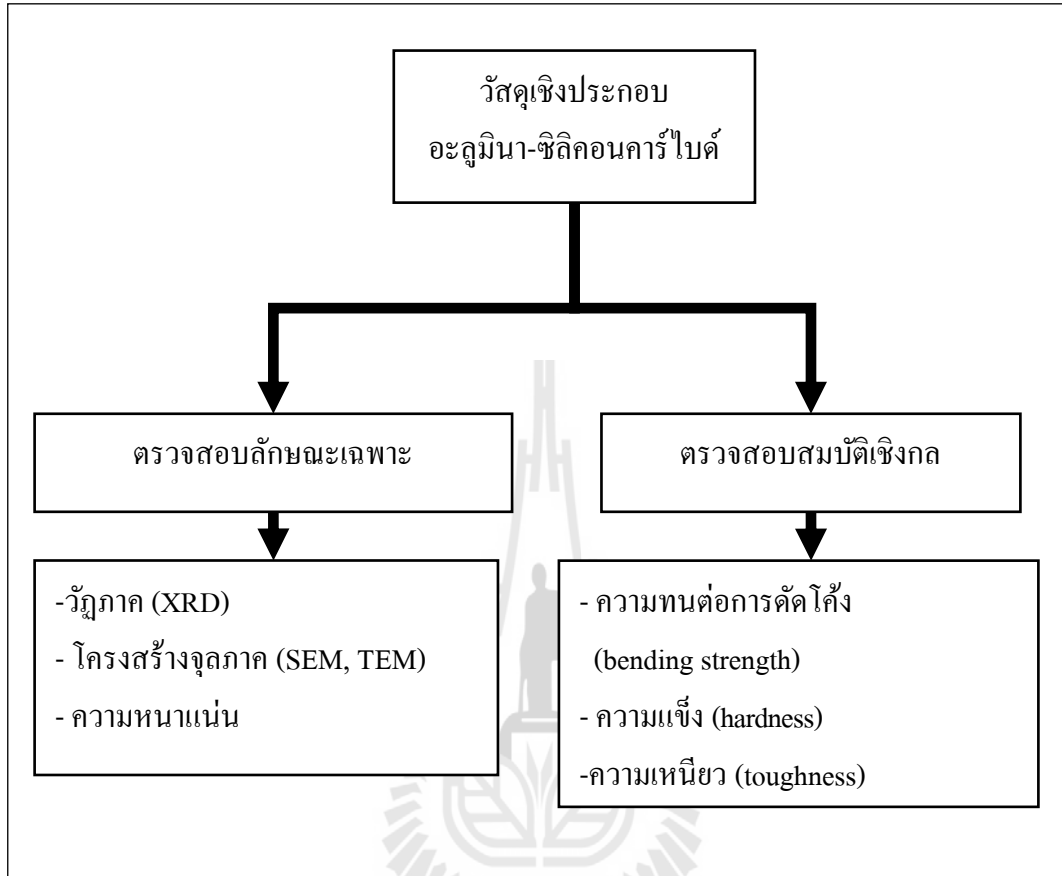
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาของซิลิคอนคาร์ไบด์

หลังจากได้ charge ratio และเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาซิลิคอนคาร์ไบด์ จากนั้นนำมาตรวจสอบขนาดอนุภาคดังรูปที่ 3.3 นำผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์มาเสริมแรงใน อะลูมินา ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ โดยใช้ปริมาณด้วยผงนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน

เมื่อทำการเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ นำมาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

จากรูปที่ 3.1-3.5 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียดดังนี้

3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่าง

เตรียมผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยจะใช้สารตั้งต้นคือ ซิลิคอน (Si) และคาร์บอน (C) ที่อยู่ในรูปของแกรไฟต์ นำมาวิเคราะห์ลักษณะของสารตั้งต้นก่อน โดยจะทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะขนาดและวิภาค ซึ่งจะผสมลงในเครื่องผสมแบบเชิงกล (SPEX mill) ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องบดผสมแบบเชิงกล (SPEX mill)

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

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

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

ดังนั้นเมื่อใช้ charge ratio ที่ 10:1 จะได้

$$Y = 15/10$$

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

คำนวณเพื่อหาอัตราส่วนของ ซิลิคอนกับคาร์บอนตามสมการที่ (3.2)



โดยที่	มวล โมเลกุลของซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC)	=	40.09	กรัมต่อโมล
	มวล โมเลกุลของซิลิคอน (Si)	=	28.09	กรัมต่อโมล
	มวล โมเลกุลของคาร์บอน (C)	=	12	กรัมต่อโมล

ดังนั้นจะทำให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ 1.5 กรัม ต้องใช้ซิลิคอนเท่ากับ

$$\begin{aligned} \text{Silicon} &= (1.5/40.09) \times 28.09 \\ &= 1.05 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ดังนั้นจะทำให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ 1.5 กรัม ต้องใช้คาร์บอนเท่ากับ

$$\begin{aligned} \text{Carbon} &= (1.5/40.09) \times 12 \\ &= 0.44 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

3.3.3 การตรวจสอบ charge ratio ที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง

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

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

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

3.3.4 การตรวจสอบเวลาที่เหมาะสมของผงตัวอย่าง

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

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

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



3.3.5 อุณหภูมิในการให้ความร้อน

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

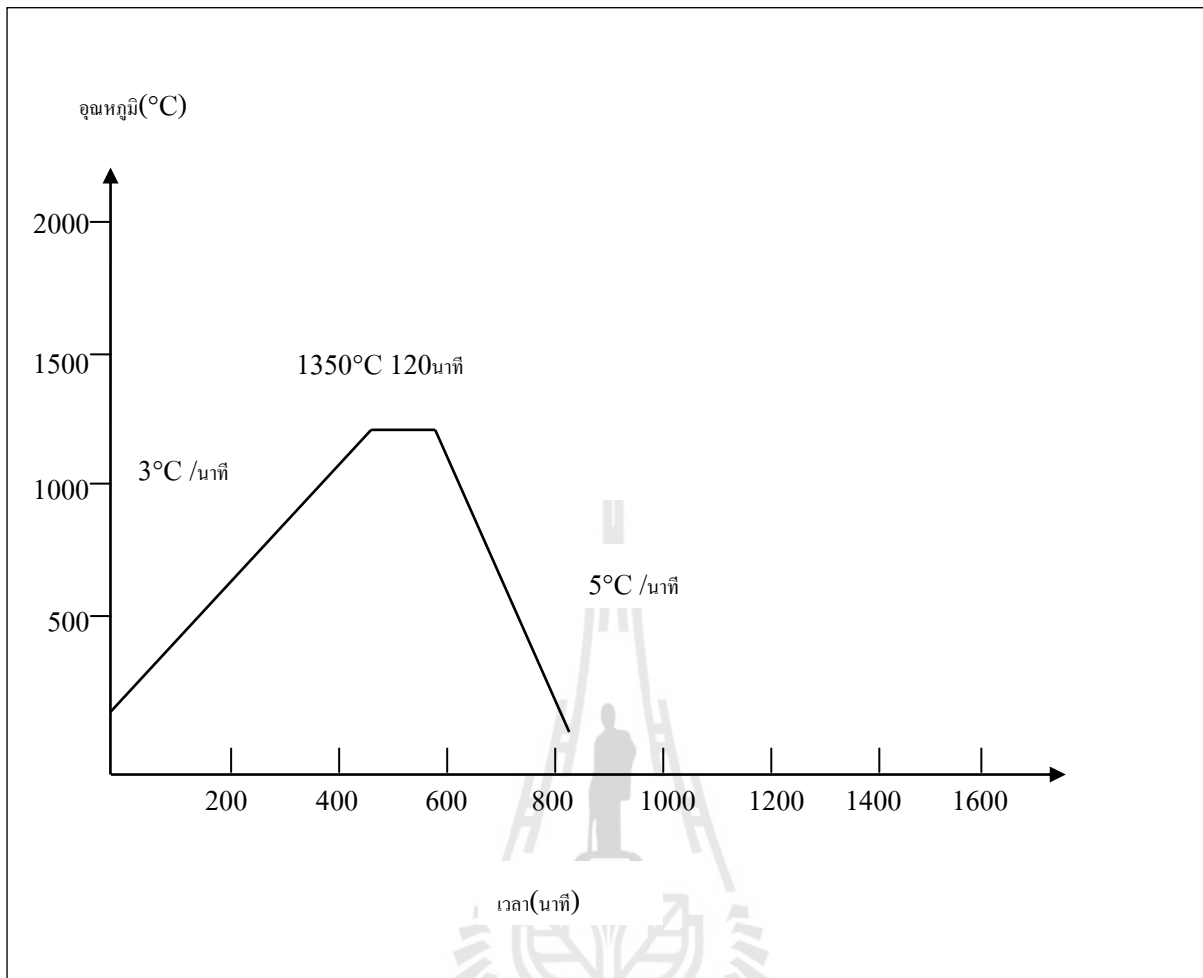


รูปที่ 3.7 แสดงเตาไฟฟ้าแบบท่อ (tube furnace)

ตารางที่ 3.5 ข้อมูลในการให้ความร้อน*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาแซ่ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-1350	3	-	-
2	1350	-	120	อุณหภูมิให้ความร้อน
3	1350-25	5	-	-

หมายเหตุ * บรรยากาศอาร์กอน



รูปที่ 3.8 สภาวะที่ใช้ในการให้ความร้อน

3.3.6 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นและผงตัวอย่าง

3.3.6.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิคอน อะลูมินาและคาร์บอน

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงซิลิคอนและคาร์บอนโดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง โดยใช้ซีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง



รูปที่ 3.9 เครื่อง particle size analyzer ของบริษัท Malvern Instrument Ltd.

วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

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

ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือน โดยคลื่นเสียงความถี่สูง (ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป

3.3.6.2 การหาขนาดผลึกของสารตัวอย่าง

การหาขนาดของผลึกที่มีขนาดนาโนเมตร โดยใช้ Scherrer formula และนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบขนาดผลึกดังสมการที่ 3.3

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

โดยที่

λ คือ ความยาวคลื่นของ $\text{CuK}\alpha$

B คือ full width half maximum หาได้จากโปรแกรมในเครื่อง XRD

Θ คือ มุมองศา (2 theta scale)

3.3.6.3 การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส (phase analysis) ของผง

ซิลิคอน คาร์บอน อะลูมินาและผงตัวอย่าง

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

วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

1. โปรมผงที่ทดสอบลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (sample holder)
2. ใช้แผ่นกระจกคดผงอะลูมินาที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่างให้เรียบแน่น
3. นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

สภาวะในการวิเคราะห์คือ

generator voltage	=	40 KV
generator current	=	40 mA
start angle	=	5°
end angle	=	90°
time per step	=	0.2 s
step size	=	0.02°



รูปที่ 3.10 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

3.3.6.4 การหาขนาดของผงตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

(Transmission Electron Microscope, TEM)

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

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

3.3.7 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบ

3.3.7.1 การเตรียมผงตัวอย่างเสริมแรงในอะลูมินา

เตรียมผงตัวอย่างที่ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม ดังในตารางที่ 3.6 แล้วนำมาให้ความร้อนตามข้อ 3.3.5

ตารางที่ 3.6 ตารางของ charge ratio และเวลาที่เหมาะสม

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

คำนวณอัตราส่วนผงตัวอย่างที่นำมาเสริมแรงในอะลูมินา

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

2. คำนวณอัตราส่วนเป็นอัตราส่วนโดยปริมาตร ได้ตามตารางที่ 3.7

ในการคำนวณจะใช้ความหนาแน่นของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งความหนาแน่นมีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (g/cm^3) ความหนาแน่นของอะลูมินาคือ 3.98 g/cm^3 และ

ซิลิคอนคือ 3.21 g/cm^3 นำผงอะลูมินาอัลไฮโดรลิกให้มีความหนา 10 มิลลิเมตร (mm) จะได้ผงอะลูมินาที่มีน้ำหนัก 40 กรัม จากนั้นจะนำมาคำนวณเป็นร้อยละโดยปริมาตร

● ตัวอย่างการคำนวณดังนี้

หากต้องการร้อยละ 95 ของอะลูมินา 40 กรัมคือ 38 กรัม นำมาหารด้วยความหนาแน่นของอะลูมินา

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

● การคำนวณใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ดังนั้นร้อยละ 5 ของซิลิคอนคาร์ไบด์ จากอะลูมินา 40 กรัม คือ 2 กรัม นำมาหารด้วยความหนาแน่นของซิลิคอนคาร์ไบด์

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

ปริมาตรทั้งหมดคือ

$$\text{Total} = 9.54 + 0.62 = 10.16 \text{ cm}^3$$

สัดส่วนร้อยละ โดยปริมาตรของอะลูมินา

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

สัดส่วนร้อยละ โดยปริมาตรของซิลิคอนคาร์ไบด์

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

● ดังนั้นต้องการซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

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

ซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร จะมีซิลิคอนคาร์ไบด์เท่ากับ 1.71 กรัม

● ดังนั้นต้องการซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร

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

ซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดยปริมาตร จะมีซิลิคอนคาร์ไบด์เท่ากับ 3.42 กรัม

● ดังนั้นต้องการซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 15 โดยปริมาตร

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

ซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร จะมีซิลิคอนคาร์ไบด์เท่ากับ 5.13 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

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

อะลูมินาที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 5 โดยปริมาตร จะใช้อะลูมินาเท่ากับ 5.13 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร

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

อะลูมินาที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 10 โดยปริมาตร จะใช้อะลูมินาเท่ากับ 5.13 กรัม

- ดังนั้นต้องการอะลูมินาที่ใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ร้อยละ 15 โดยปริมาตร

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

ตารางที่ 3.7 ข้อมูลอัตราส่วนผสม

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

3.3.7.2 การผสมผงตัวอย่างกับอะลูมินา (mixing)

1. เตรียมส่วนผสมในอัตราส่วนตามตารางที่ 3.8 และชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของส่วนผสมทั้งหมดแล้วนำไปละลายในน้ำร้อน

2. บดผสมวัตถุดิบตามข้อ 1 โดยบดผสมอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) ใช้การบดผสมแบบเปียกโดย isopropyl alcohol เป็นตัวกลางในการบดผสมในขวดพลาสติก high density polyethylene ที่มีลูกบดอะลูมินา เพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นเวลา 23 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติม PVA ที่ละลายน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 3 โดยน้ำหนักแล้ว ทำการบดต่ออีก 1 ชั่วโมง

3. นำสารละลาย (slurry) ที่ได้จากการบดผสมมาอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 60 °C จนกระทั่งน้ำระเหยออกเกือบหมด เป็นเวลา 24 ชั่วโมงหรือมากกว่าจนกระทั่งตัวอย่างแห้งสนิท

4. ใช้โกร่งบดตัวอย่างที่ผ่านการอบแห้งแล้ว เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน จากนั้นนำผงที่ได้ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เมช (mesh)

3.3.8 การขึ้นรูปโดยการอัดแห้ง (hydraulic press)

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



รูปที่ 3.11 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

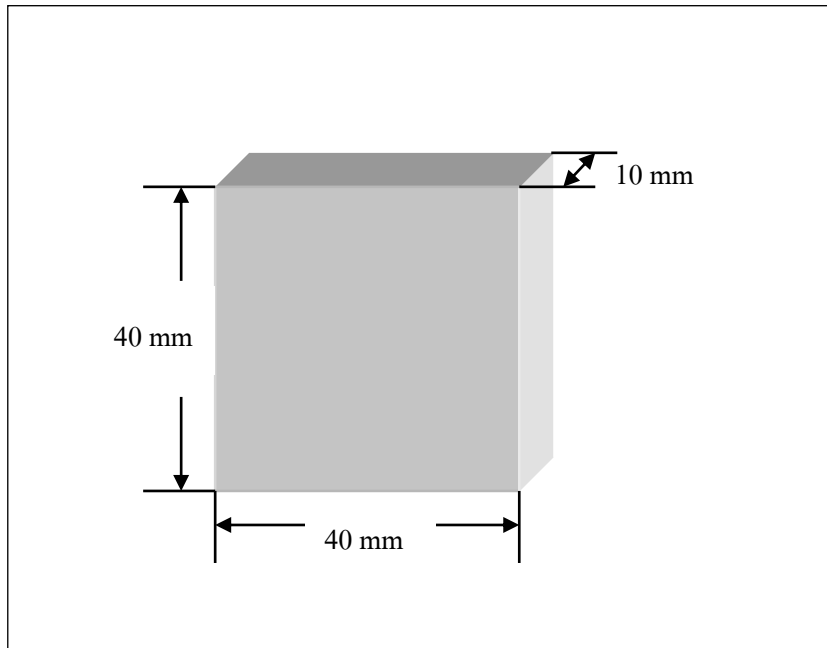


รูปที่ 3.12 เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) ของบริษัท Carver

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

ความดัน	=	15	MPa
เวลาอัดแซ่	=	30	วินาที

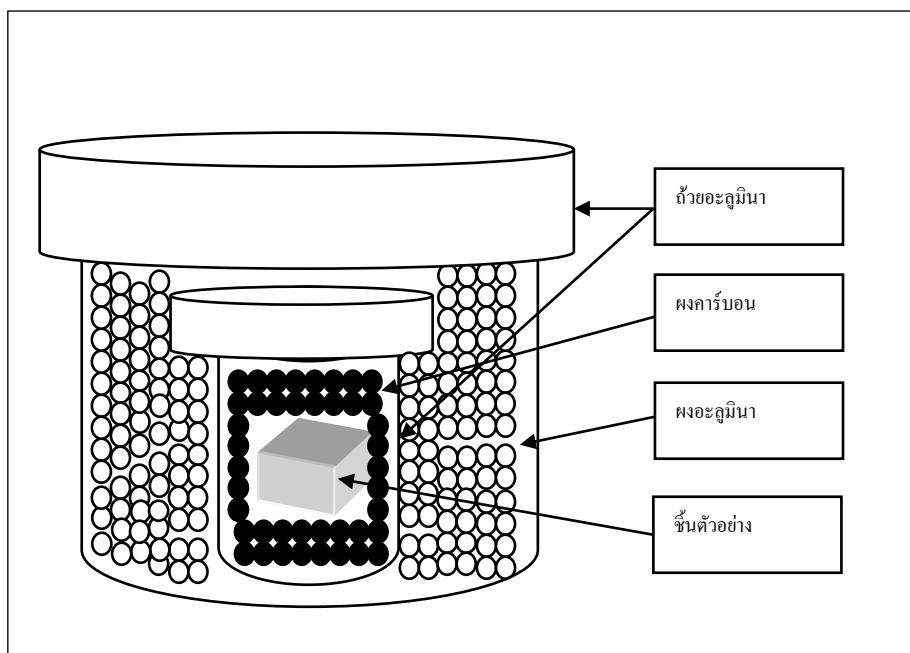
ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้ จะมีลักษณะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมจตุรัสขนาดประมาณ 40 x 40 x 10 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.13



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

3.3.9 การเผาผนึก (sintering)

นำแผ่นอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.8 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง (high temperature furnace (1800 °C) ของบริษัท Labquip) เพื่อให้ชิ้นงาน สุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงานซึ่งใช้การฝังกลบจะใช้ถ้วยที่ใส่ชิ้นตัวอย่างทำจากอะลูมินา (alumina crucible) ชั้น 2 ใบ ดังรูปที่ 3.14



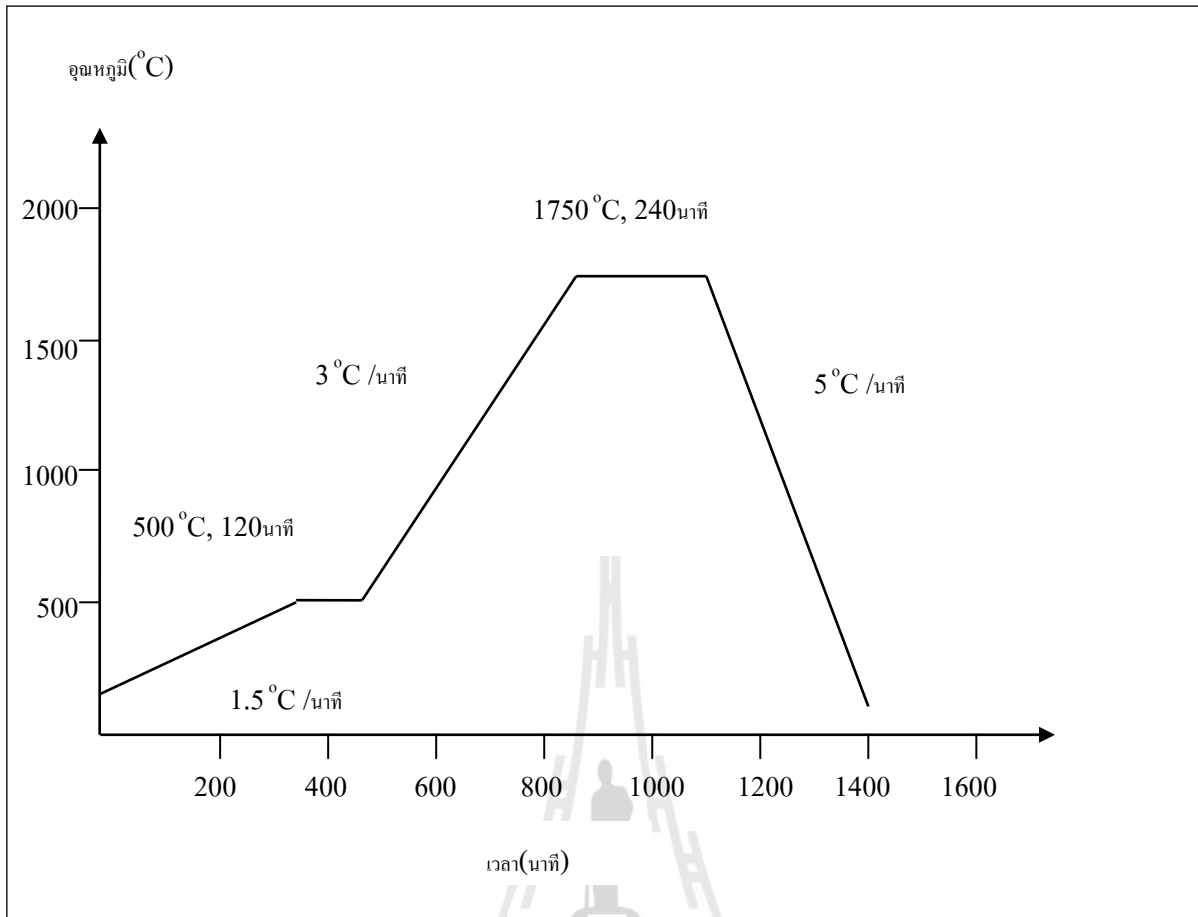
รูปที่ 3.14 การฝังกลบด้วยการซ้อนถ้วยที่ทำจากอะลูมินา

สถานะที่ใช้ในการทดลองแสดงในตารางที่ 3.8-3.10 และรูปที่ 3.15-3.17

ตารางที่ 3.8 ข้อมูลในการเผาผนึกชิ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์*

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

หมายเหตุ * บรรยากาศปกติ

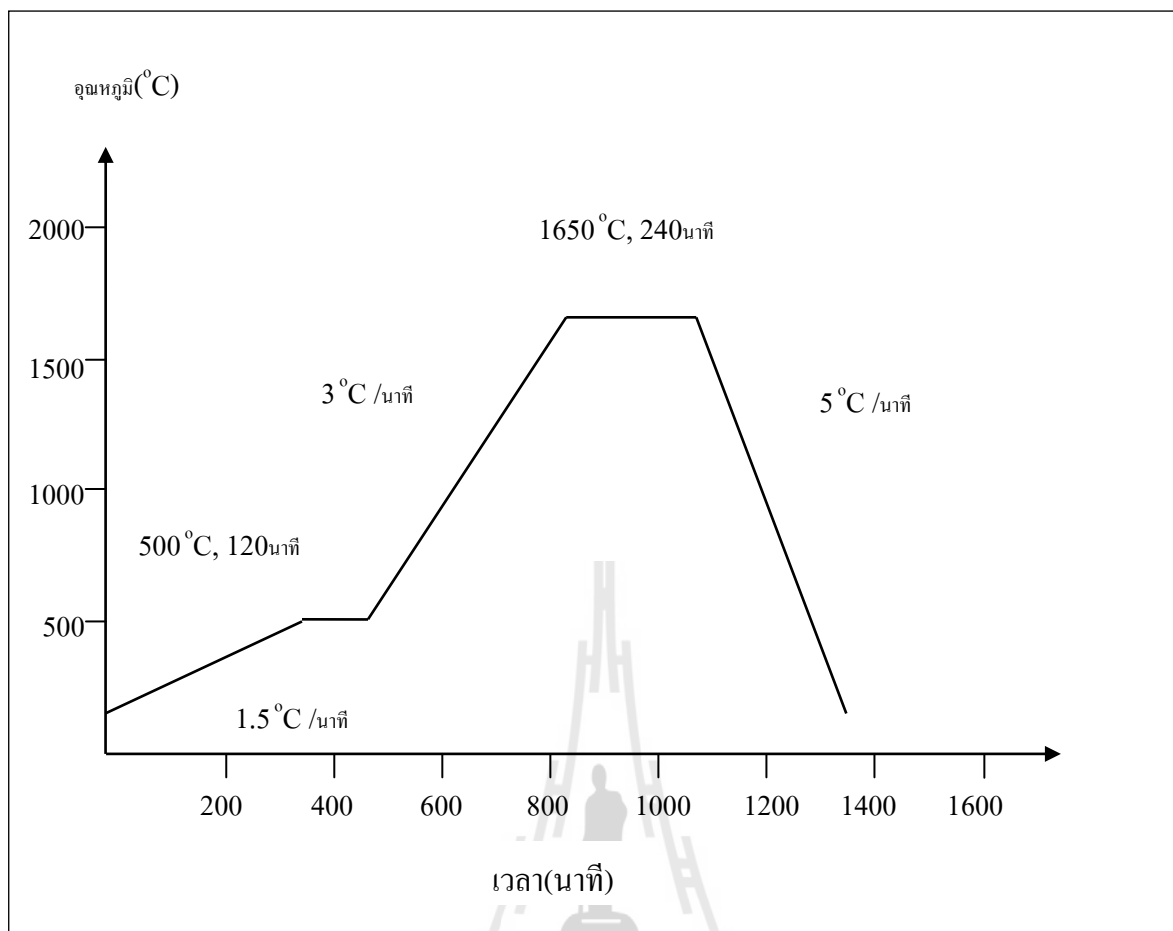


รูปที่ 3.15 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาพริกชิ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.9 ข้อมูลในการเผาพริกชิ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์*

ช่วงที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียส/นาที)	เวลาเผาแช่ (นาที)	หมายเหตุ
1	25-500	1.5	-	-
2	500	-	120	เผาไล่สารเพิ่ม การยึดเกาะ
3	400-1650	3	-	-
4	1650	-	240	อุณหภูมิสูงสุด
5	1650-25	5	-	-

หมายเหตุ * บรรยากาศปกติ

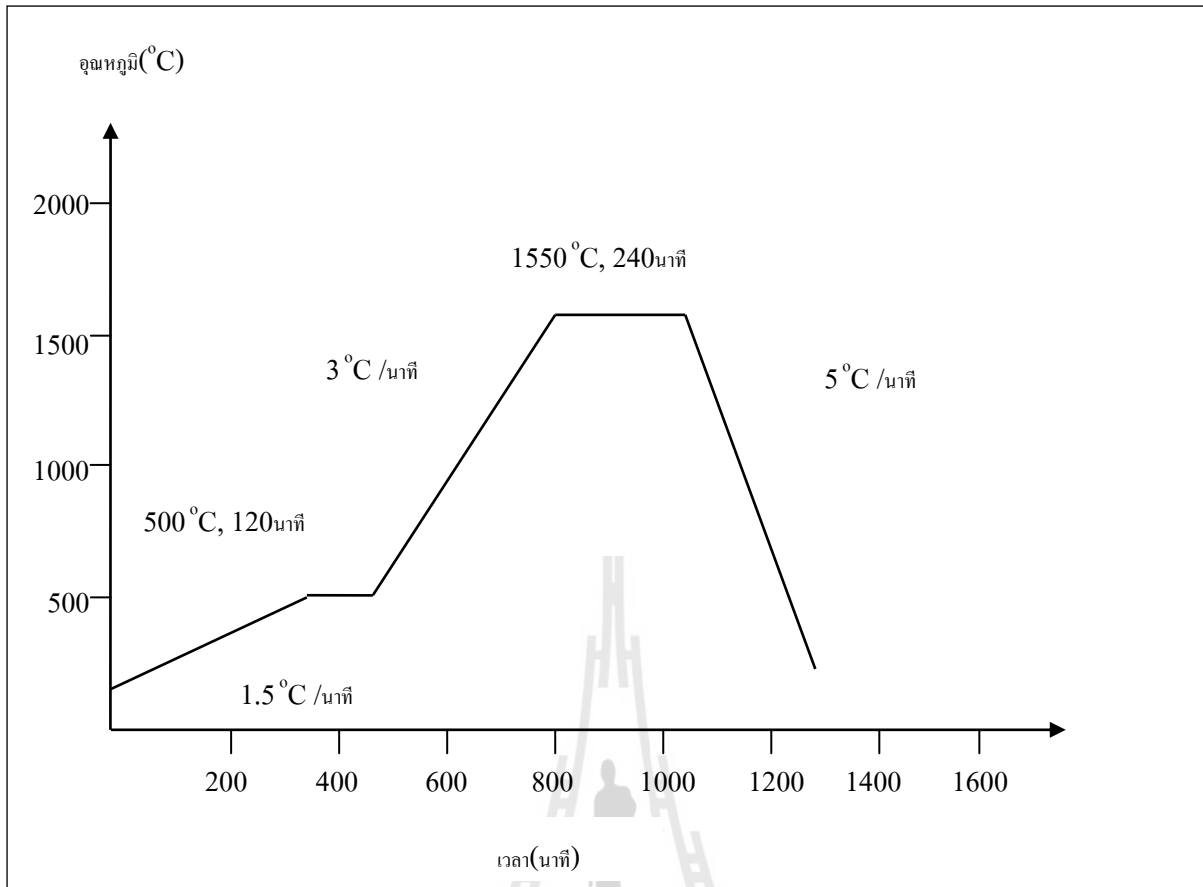


รูปที่ 3.16 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.10 ข้อมูลในการเผาขึ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์*

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

หมายเหตุ * บรรยากาศปกติ



รูปที่ 3.17 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาฟลักซ์ชิ้นงานอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์

3.3.10 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88 (1994)

วิธีการทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

- นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาฟลักซ์ไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 °C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (W_D)
- นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (W_{SS})
- นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมัวในน้ำ (W_S) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาดแล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออก แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้น นำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

5. การคำนวณหาความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

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

3.3.11 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง

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

3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยม ขนาดประมาณ 5 x 40 x 5 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (low speed diamond saw)

- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบสถานะที่ใช้ในการเตรียม

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

3.3.11.2 การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

วิธีการทดสอบนำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบสถานะที่ใช้ในการทดสอบ

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



รูปที่ 3.18 เครื่อง universal testing machine

การคำนวณความทนต่อการดัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3.4)

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

โดย

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

3.3.12 ทดสอบความแข็งจุลภาค

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM C1327-96a

เครื่องมือ : microhardness tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1. เตรียมตัวอย่าง โดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยจานขัดเพชรที่มีความละเอียด 15 ไมครอน ด้วยจานขัดแบบก้นหอยติดตั้งกับเครื่องขัดแบบจานหมุน

2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1 ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับด้วยจานขัดแบบผ้า

3. ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4. ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูงแล้วนำไปทดสอบ

5. สภาพที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)

เวลากดแช่ = 15 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 3 จุด

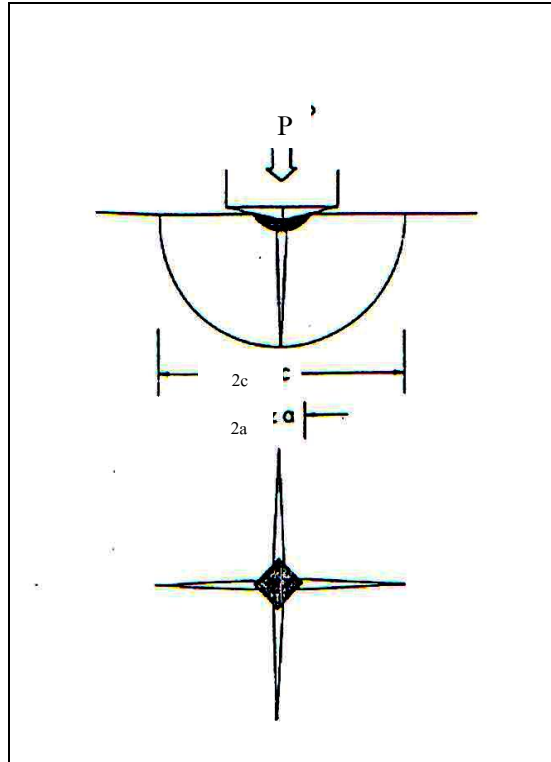
หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศาการคำนวณหาความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3.5)

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

โดย Hv = ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร

d = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็นมิลลิเมตร = $(d_1 + d_2)/2$

F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน



รูปที่ 3.19 ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน

(Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981)

3.3.13 การหาค่าความเหนียว

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

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

โดย

K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอย (ความเหนียว)

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus)

H = ค่าความแข็ง

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทนชัน

C = ความยาวรอยแตก/2

ξ = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทนชัน โดยการ ใช้หัวกดแบบวิกเกอร์ของ

Anstis (Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981) ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004

สถานะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียว ใช้สถานะเดียวกันกับการทดสอบ

ความแข็งจุลภาค

3.3.14 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (microstructure analysis) ตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของรอยแตกของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

3.3.14.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

1. เตรียมตัวอย่างโดยการทุบให้หักเพื่อที่จะส่องบริเวณที่เป็นรอยแตก
2. ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (dryer) เป่าให้แห้ง
3. ขจัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออกโดยใช้เครื่องสันความถี่สูง
4. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ3 นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (ion sputtering device ของบริษัท JEOL) เพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า
5. นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและถ่ายรูปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.20 เครื่อง ion sputtering device



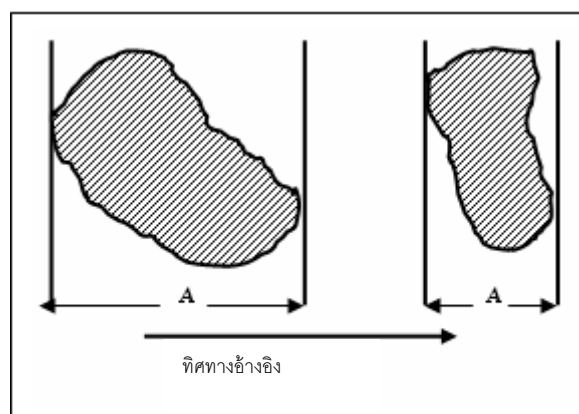
รูปที่ 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

3.3.14.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบจะทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.14.1

วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและเส้นสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของเกรนที่ต้องการวัดจากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของเกรนตามทิศทางนั้นตลอดดังแสดงในรูปที่ 3.23



รูปที่ 3.22 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์

3.3.14.3 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) ขึ้นตัวอย่างที่ได้ทำการเผาผนึกแล้ว

1. นำตัวอย่างที่ได้จากการเผาผนึก (sintering) แล้วนำมาตัดด้วยเครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw) ด้วยความเร็วรอบ 100 รอบต่อนาที เป็นแผ่นให้มีความกว้างประมาณ 5 มิลลิเมตรและมีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร (1000 μm)



รูปที่ 3.23 เครื่องตัดความเร็วต่ำ (low speed saw)

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

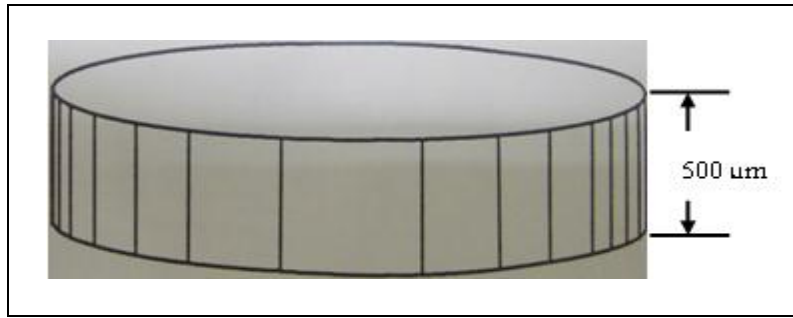


รูปที่ 3.24 เครื่องขัดกระดาษทราย

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



รูปที่ 3.25 เครื่องตัดความถี่สูง (ultrasonic disc cutter) ของบริษัท GATAN



รูปที่ 3.26 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ตัดด้วยเครื่องตัดความถี่สูง

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



รูปที่ 3.27 เครื่องขัด disc grinder ของบริษัท GATAN

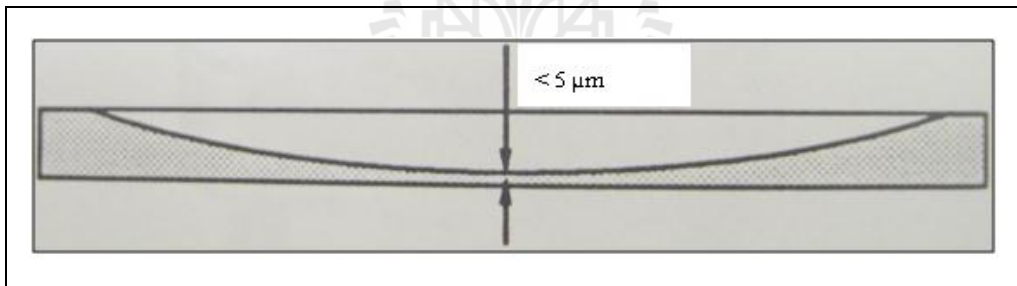


รูปที่ 3.28 ชิ้นตัวอย่างที่ได้ขัดด้วย disc grinder

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

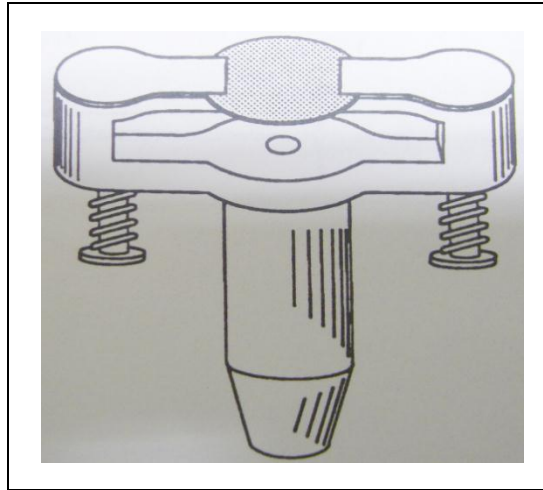


รูปที่ 3.29 เครื่อง dimple deep ของบริษัท GATAN



รูปที่ 3.30 ชิ้นตัวอย่างที่ขัดให้ลึกลงไปด้วยเครื่อง dimple deep

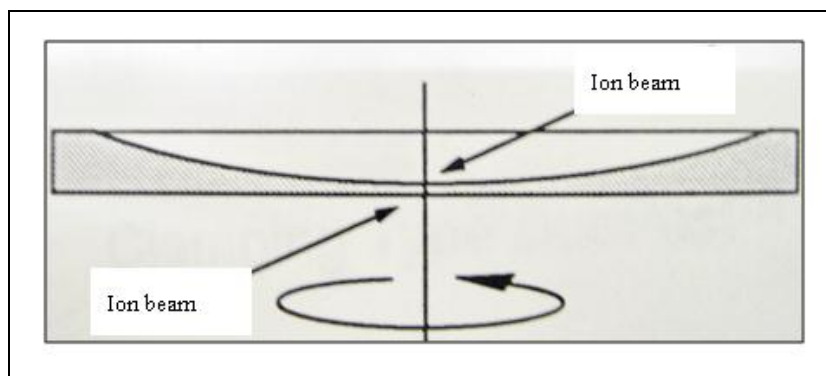
6. นำชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนที่ 5 นำมาใส่ใน clamping type duopost ดังรูปที่ 3.31 เพื่อจับชิ้นงานนำเข้าสู่เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ดังรูปที่ 3.32 ทำการยิงลำแสงไอออน (ion beam) ตรงกลางจนชิ้นงานทะลุ ซึ่งลักษณะการยิง ion beam ดังรูปที่ 3.33



รูปที่ 3.31 ที่จับยึดชิ้นงาน clamping type duopost



รูปที่ 3.32 เครื่องกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling) ของบริษัทGATAN



รูปที่ 3.33 ชิ้นตัวอย่างที่ทำการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยไอออน (ion milling)

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



รูปที่ 3.34 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)



บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินาแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

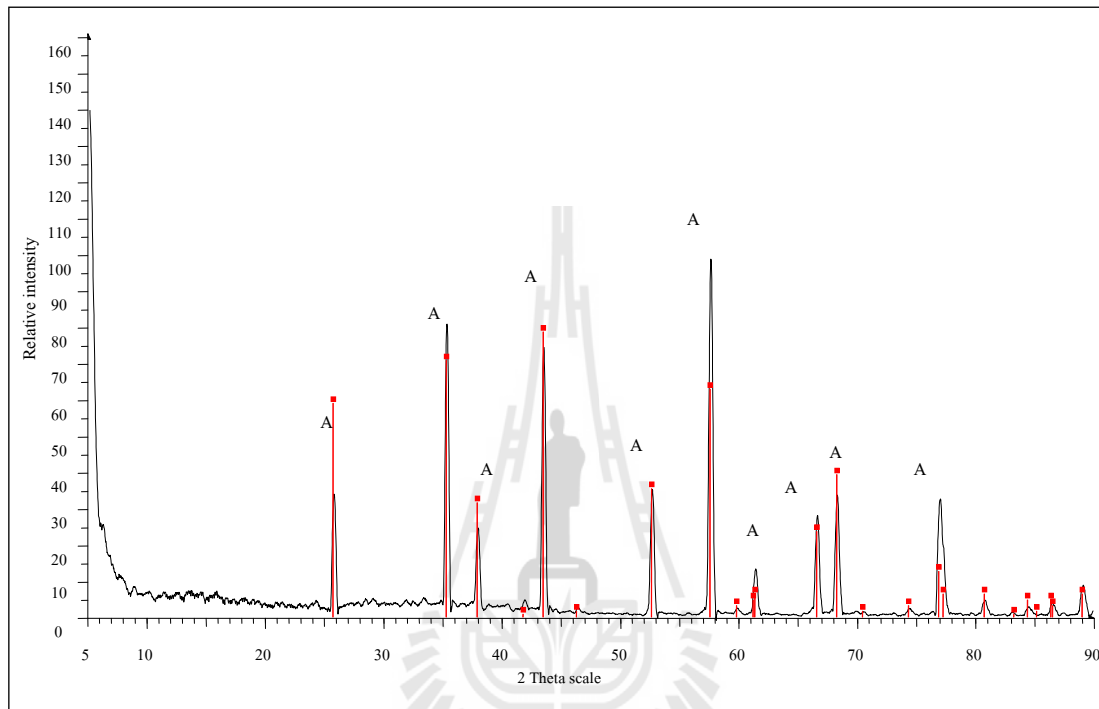
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.69
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 3.08	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 7.47	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 14.16	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Al ₂ O ₃	95.0
Na ₂ O	0.30
SiO ₂	0.20
CaO	0.10
Fe ₂ O ₃	0.02
อื่น ๆ	4.38
วิฤภาค	α-Al ₂ O ₃

หมายเหตุ * Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.

จากการศึกษาอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก) จะมีสมบัติเชิงกลสูง แต่การวิจัยครั้งนี้ใช้อะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วและลดต้นทุนในการผลิต

4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา

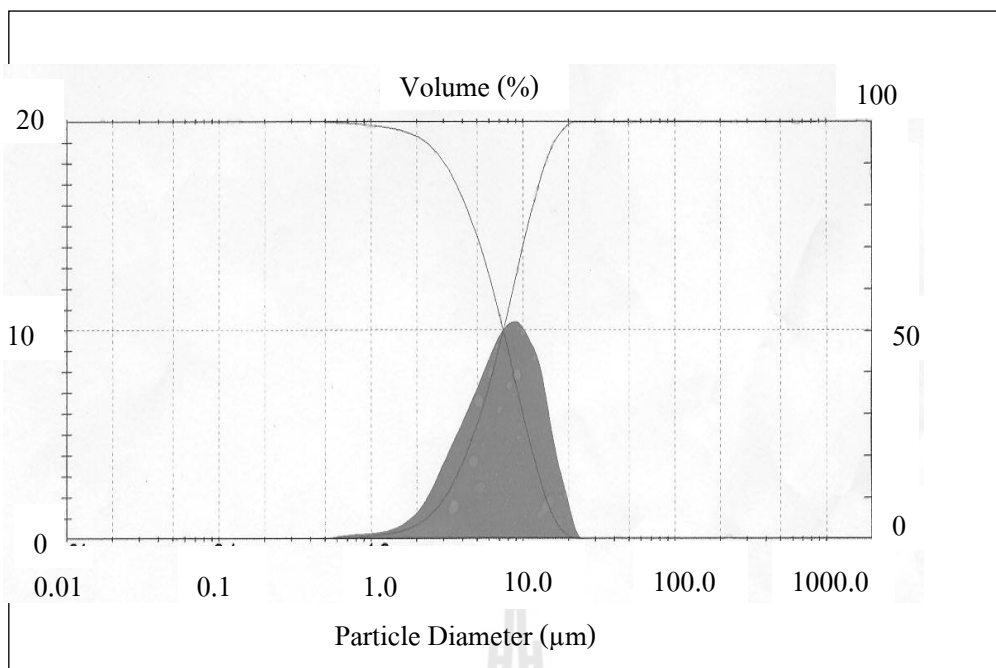
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.13 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 57.51 และ 43.36 องศา ตามลำดับมีวัฏภาคอยู่ในรูปแอลฟา-อะลูมินา ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)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



รูปที่ 4.1 XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวัฏภาคแอลฟา-อะลูมินา

4.1.1.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 7.47 ไมครอน



รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอนแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ลักษณะเฉพาะของผงคาร์บอน

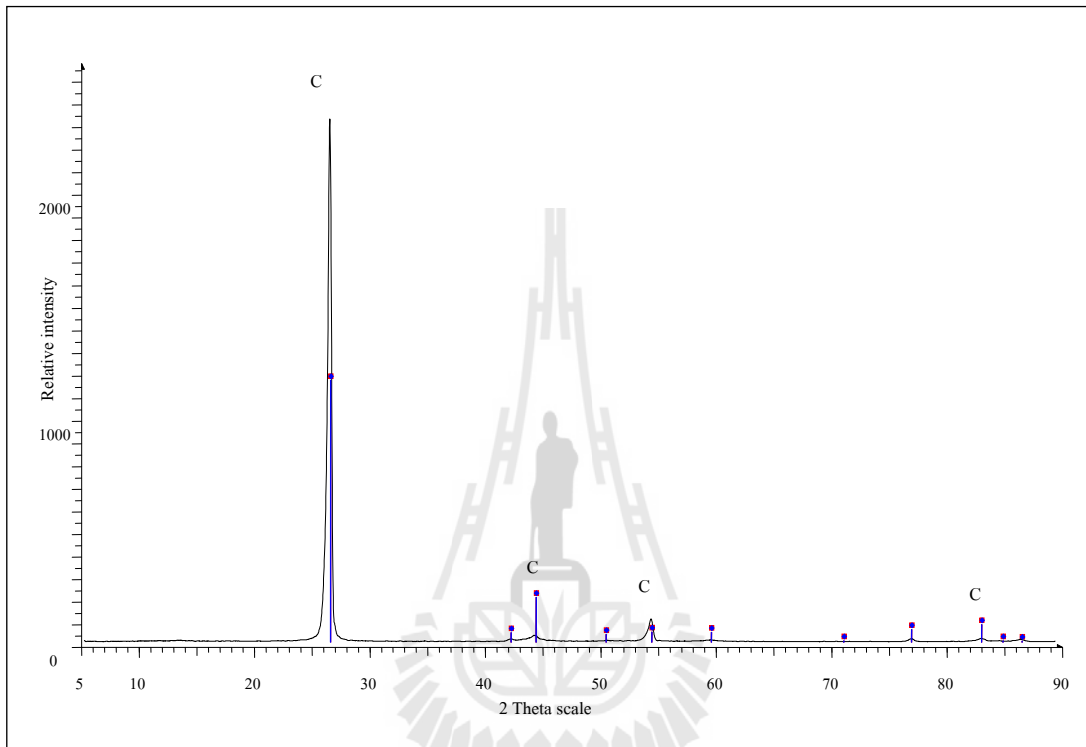
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	2.27
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 2.73	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 8.63	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 23.96	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) *	
C	99.95
Al	ppm
Mg	ppm
Mo	ppm
Ni	ppm
K	ppm
วัสดุภาค	C

หมายเหตุ* SIGMA-ALDRICH Co., Ltd.

จากการศึกษาคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.95 โดยน้ำหนัก)

4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงคาร์บอน

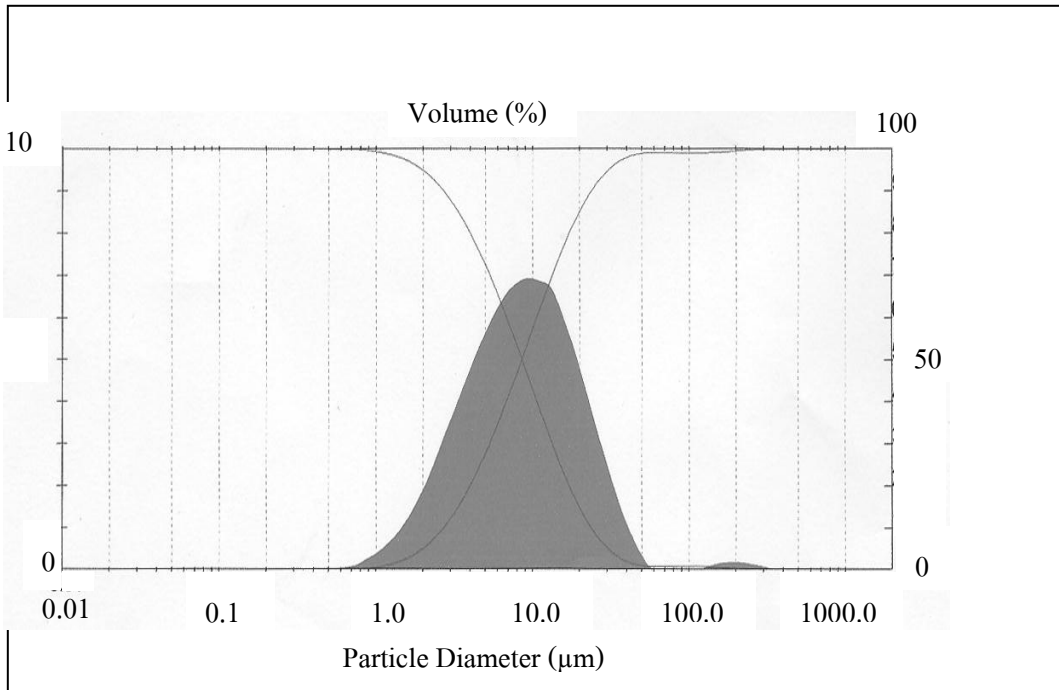
การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 26.54 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 44.52 และ 83.52 องศา ตามลำดับมีวิทยาศาสตร์อยู่ในรูปคาร์บอน (C) (Card number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



รูปที่ 4.3 XRD แพทเทิร์นของผงคาร์บอน โดย C แสดงวิทยาศาสตร์คาร์บอน

4.1.2.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงคาร์บอน

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของคาร์บอน จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 8.63 ไมครอน



รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคคาร์บอน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอนแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอน

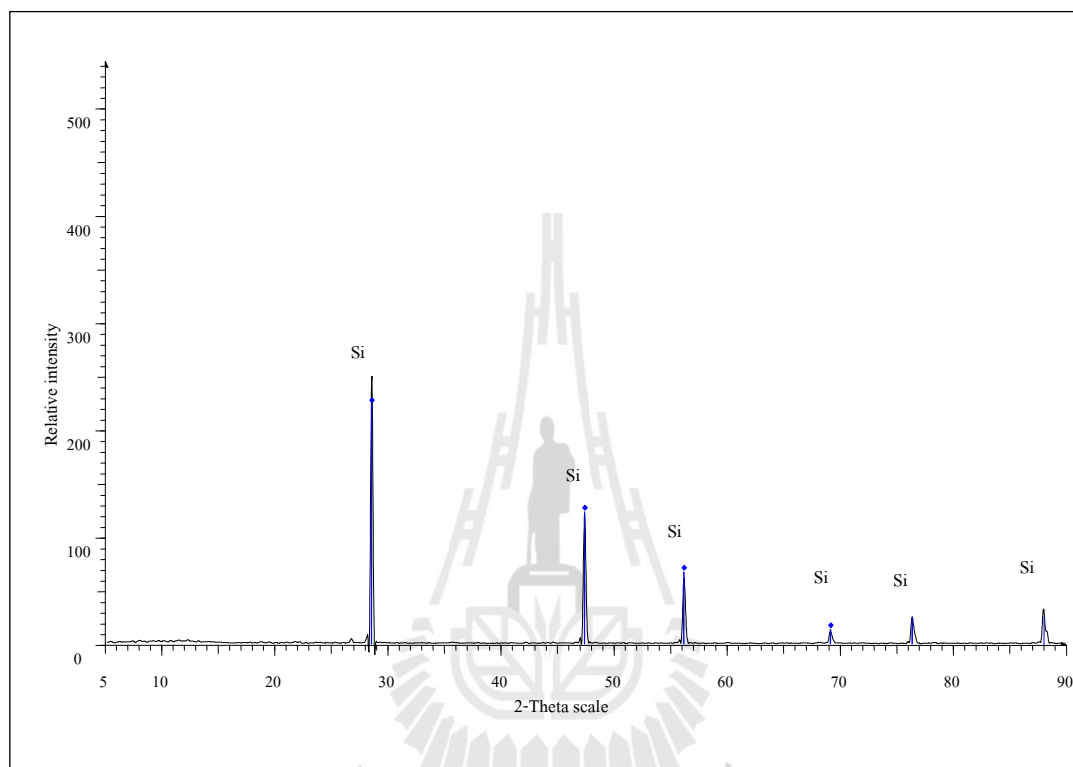
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	2.33
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 3.73	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 14.33	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 31.42	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Si	98.5
Al	ppm
B	ppm
Co	ppm
Cr	ppm
Ca	ppm
วัฏภาค	Si

หมายเหตุ* SIGMA-ALDRICH Co., Ltd.

จากการศึกษาซิลิคอนที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 98.5 โดยน้ำหนัก)

4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงซิลิคอน

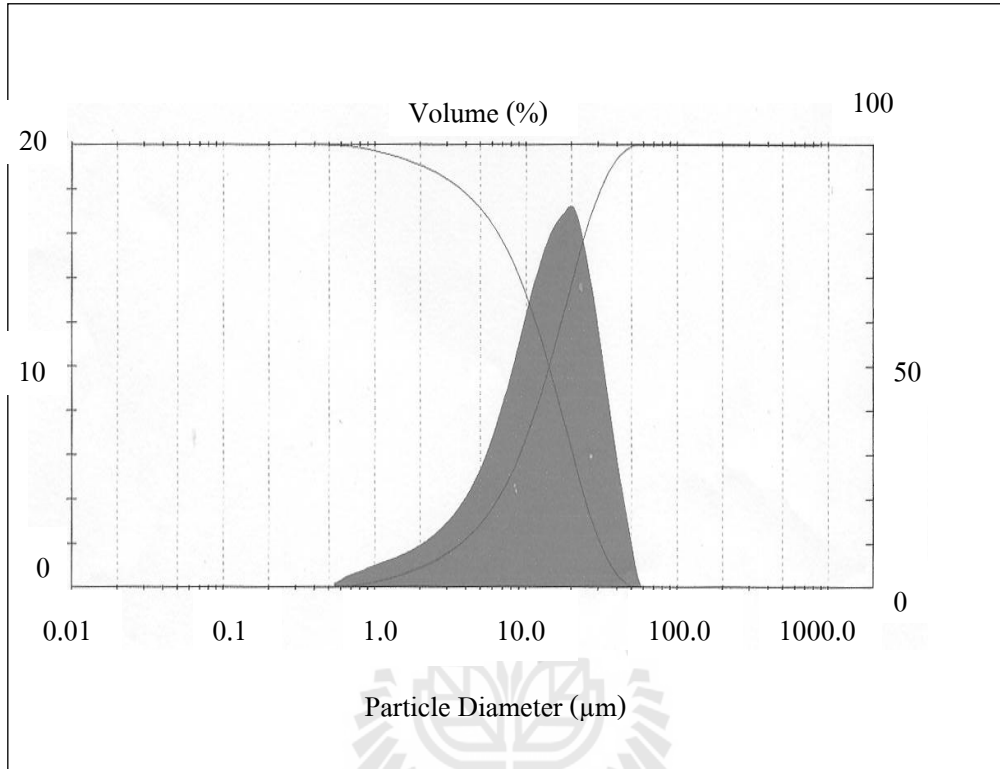
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าพีคที่มีความเข้ม (intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 28.44 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 47.30 และ 56.12 องศา ตามลำดับมีวัฏภาคอยู่ในรูปซิลิคอน (Si) (Card number 00-027-1402)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



รูปที่ 4.5 XRD แพทเทิร์นของผงซิลิคอน โดย Si แสดงวัฏภาคซิลิคอน

4.1.3.2 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงซิลิคอน

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิคอน จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 14.33 ไมครอน



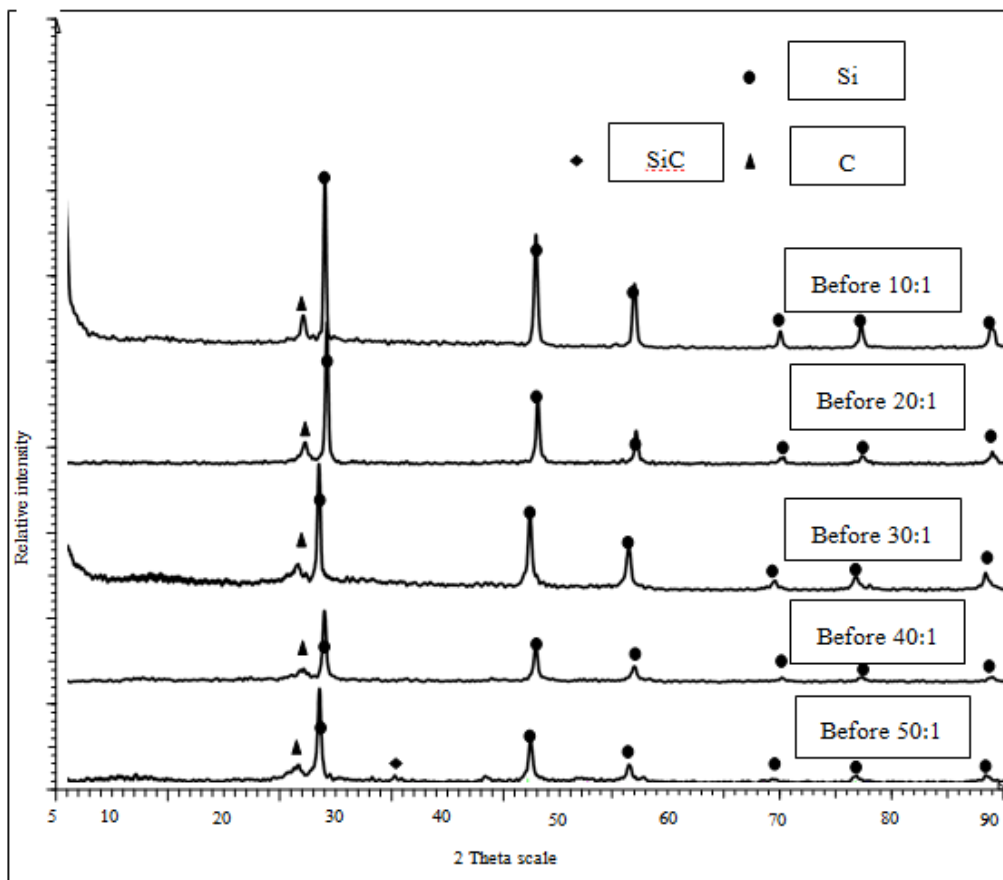
รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคซิลิคอน

4.2 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ หลังจากการบดที่เวลาต่าง ๆ กัน

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิฤภาคของผงตัวอย่างหลังจากทำการบด

เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์จ เรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 ก่อนทำการ annealing

จากผลการวิเคราะห์ทางวิฤภาคด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พีคสูงสุดที่มุม 2θ เท่ากับ 28.44 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาที่ 47.30 และ 56.12 เป็นวิฤภาคของซิลิคอน พีคที่มุม 2θ เท่ากับ 26.54 องศา เป็นวิฤภาคของคาร์บอน โดยปรากฏวิฤภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์เพียงเล็กน้อย มีพีคที่มุม 2θ เท่ากับ 35.59 ที่ซาร์จเรโซ 50:1 ใช้เวลาบดผสม 1 ชั่วโมง



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

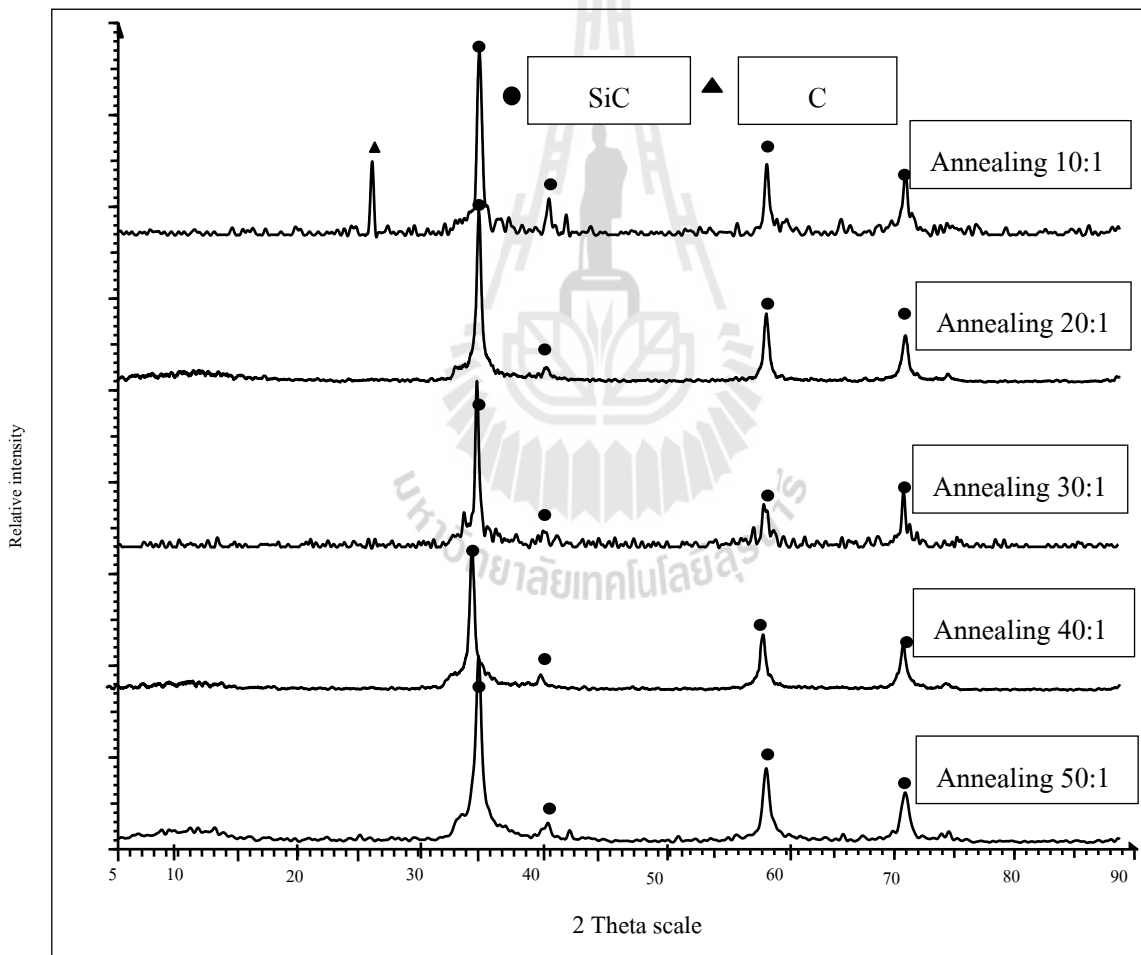
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาศาสตร์ของผงตัวอย่างหลังจากทำการบด

เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์จ เรโซ 10:1 20:1 30:1 40:1 และ 50:1

หลังทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C

เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

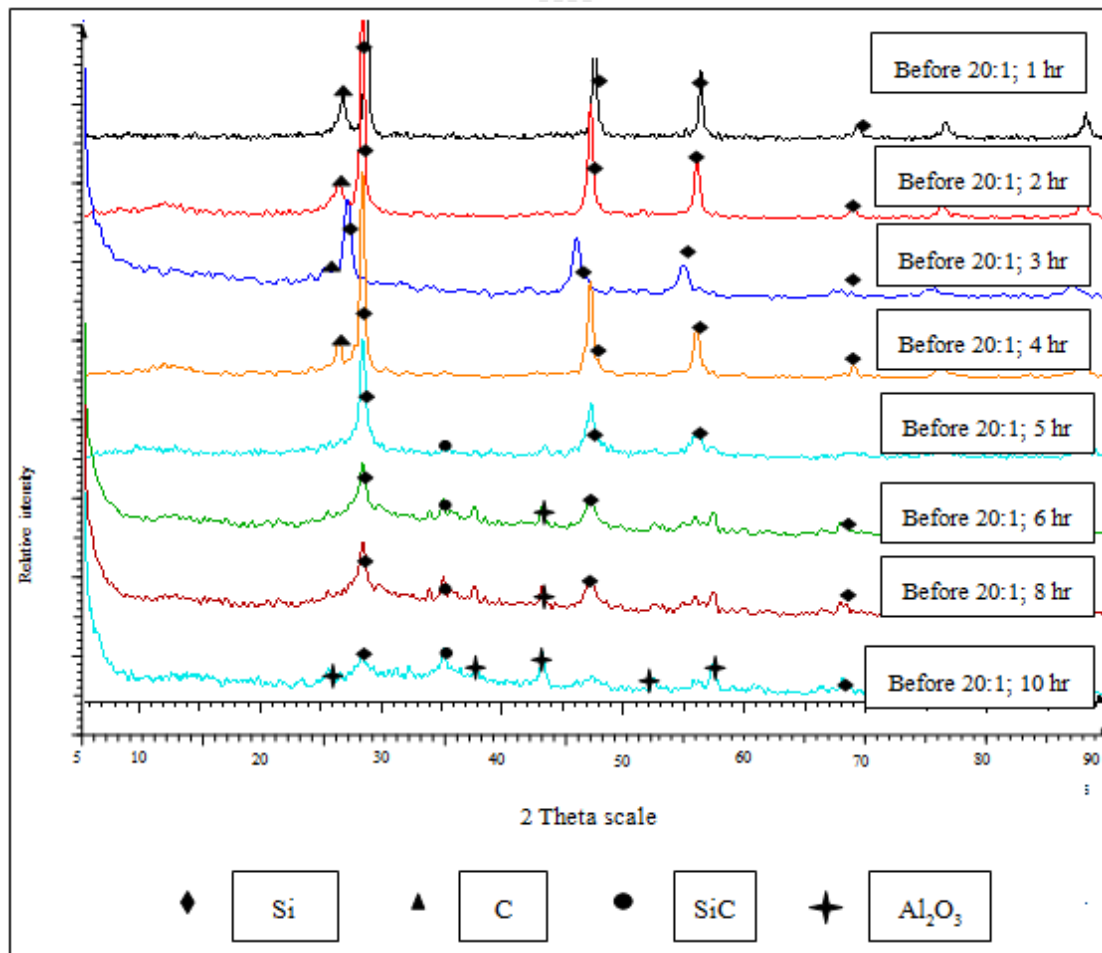
จากผลการวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ที่แสดงในรูปที่ 4.8 โดยจากการบดผสมแบบเชิงกลที่ชาร์จ เรโซ 10:1 แสดงพีกความเข้มสูงสุดที่มุม 2θ เท่ากับ 35.59 และพีกที่มีความเข้มรองลงมาคือ 59.97 และ 71.77 องศาตามลำดับ ซึ่งเป็นวิทยาศาสตร์ของซิลิคอนคาร์ไบด์และพีกความเข้มที่มุม 2θ เท่ากับ 26.54 องศา เป็นวิทยาศาสตร์ของคาร์บอนที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาส่วนการบดผสมเชิงกลจะใช้ชาร์จเรโซที่ 20:1 30:1 40:1 และ 50:1 หลังทำการ annealing ปรากฏพีกความเข้มของวิทยาศาสตร์ซิลิคอนคาร์ไบด์เพียงวิทยาศาสตร์เดียว



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

หลังจากทำการบดผสมแบบเชิงกลโดยใช้ชาร์จ์เรโซ ต่าง ๆ กันพบว่าที่ชาร์จ์เรโซ 10:1 ปรากฏ วัฏภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์ แต่ยังไม่พบเหลือวัฏภาคคาร์บอนอิสระ (free carbon) และในส่วนของชาร์จ์เรโซที่ 30:140:1 และ 50:1 ในการทำการบดแต่ละครั้งจะได้ปริมาณสารออกมาน้อยมาก จึงทำให้เลือกทำการบดที่ชาร์จ์เรโซ 20:1 ซึ่งเป็นอัตราส่วนของลูกบดต่อปริมาณสารที่ทำให้เริ่มปรากฏซิลิคอนคาร์ไบด์ เพียงวัฏภาคเดียว โดยทำการบดที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้นคือ 2 3 4 5 6 8 และ 10 ตามลำดับ เพื่อหาระยะเวลาในการบดผสมแบบเชิงกลที่เหมาะสม ในการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์

4.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวัฏภาคของผงตัวอย่างหลังจากทำการบดที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ชาร์จ์ เรโซ 20:1 ก่อนทำ การ annealing



รูปที่ 4.9 ชาร์จ์เรโซ 20:1 ที่การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงตัวอย่างก่อนทำการบดที่ชาร์จ์ เรโซ 20:1 ที่เวลาต่าง ๆ กัน

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

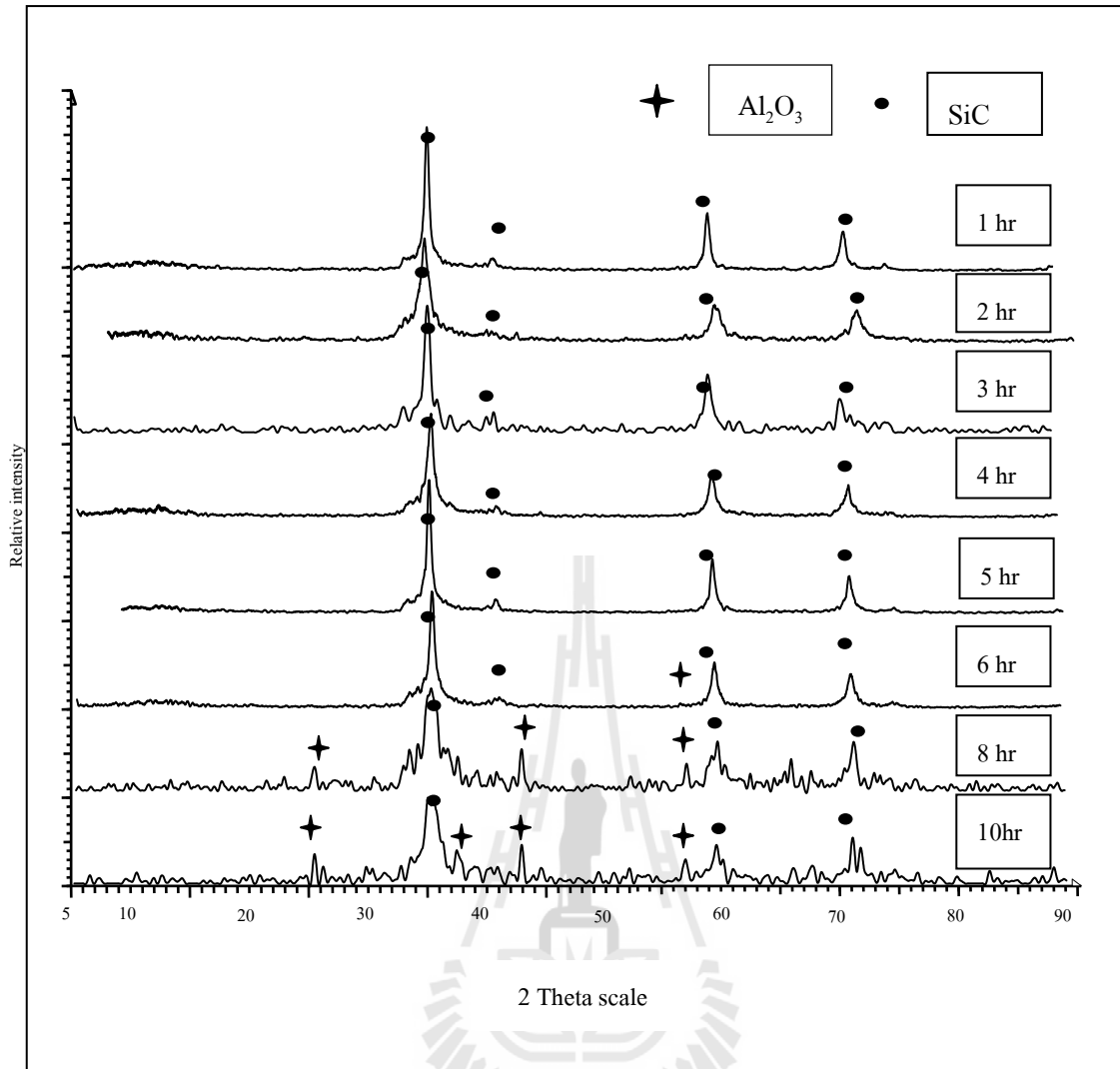
4.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางวิทยาศาสตร์ของผงตัวอย่างหลังจากทำการบด

ที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมง โดยใช้ซาร์เจอร์โซ 20:1

หลังทำ การ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

หลังจากนำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมแบบเคมีเชิงกลที่ระยะเวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงไปทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) ของผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมแบบเคมีเชิงกลที่เวลา 1 2 3 4 และ 5 ชั่วโมงแล้วนำไป annealing พบว่าฟีกที่มีความเข้มสูงสุดที่มุม 2 θ เท่ากับ 35.59 และฟีกที่มีความเข้มรองลงมาคือ 59.97 และ 71.77 องศาตามลำดับ ซึ่งมีวัฏภาคซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงวัฏภาคเดียว ดังรูปที่ 4.10

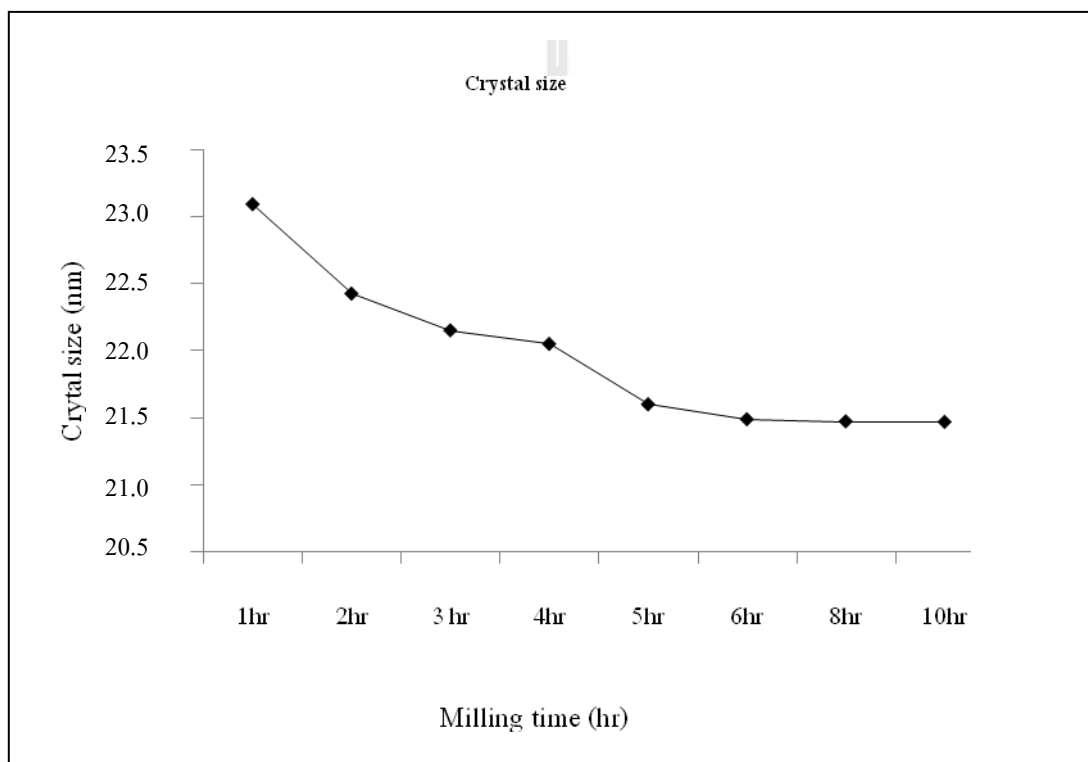


รูปที่ 4.10 ซาร์เจอร์ โซ 20:1 โดยใช้เวลา 1 2 3 4 5 6 8 และ 10 ชั่วโมงหลัง annealing

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

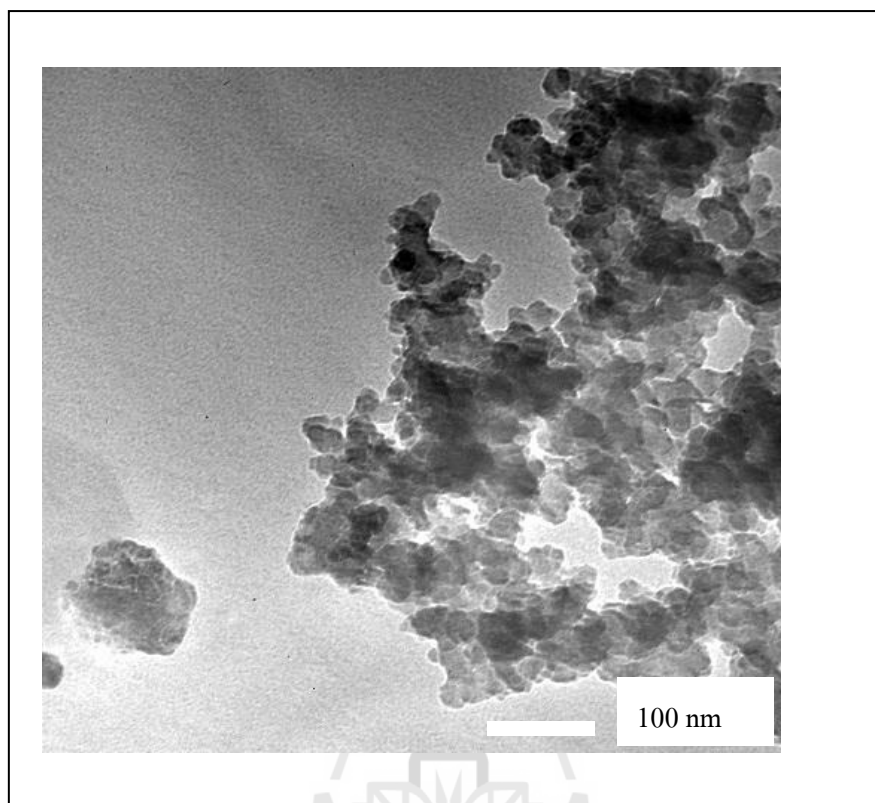
4.2.5 ผลของกระบวนการบดผสมแบบเชิงกลที่มีต่อขนาดผลึก (crystallite size) ของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลาการบด 5 ชั่วโมงหลังทำการ annealing

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



รูปที่ 4.11 ขนาดผลึกของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ (nm) ที่เวลาบดผสมต่างกัน โดยใช้ซาร์เจอร์ โช 20:1

ภาพแสดงลักษณะของผงอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการบดผสมแบบเชิงกล โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน



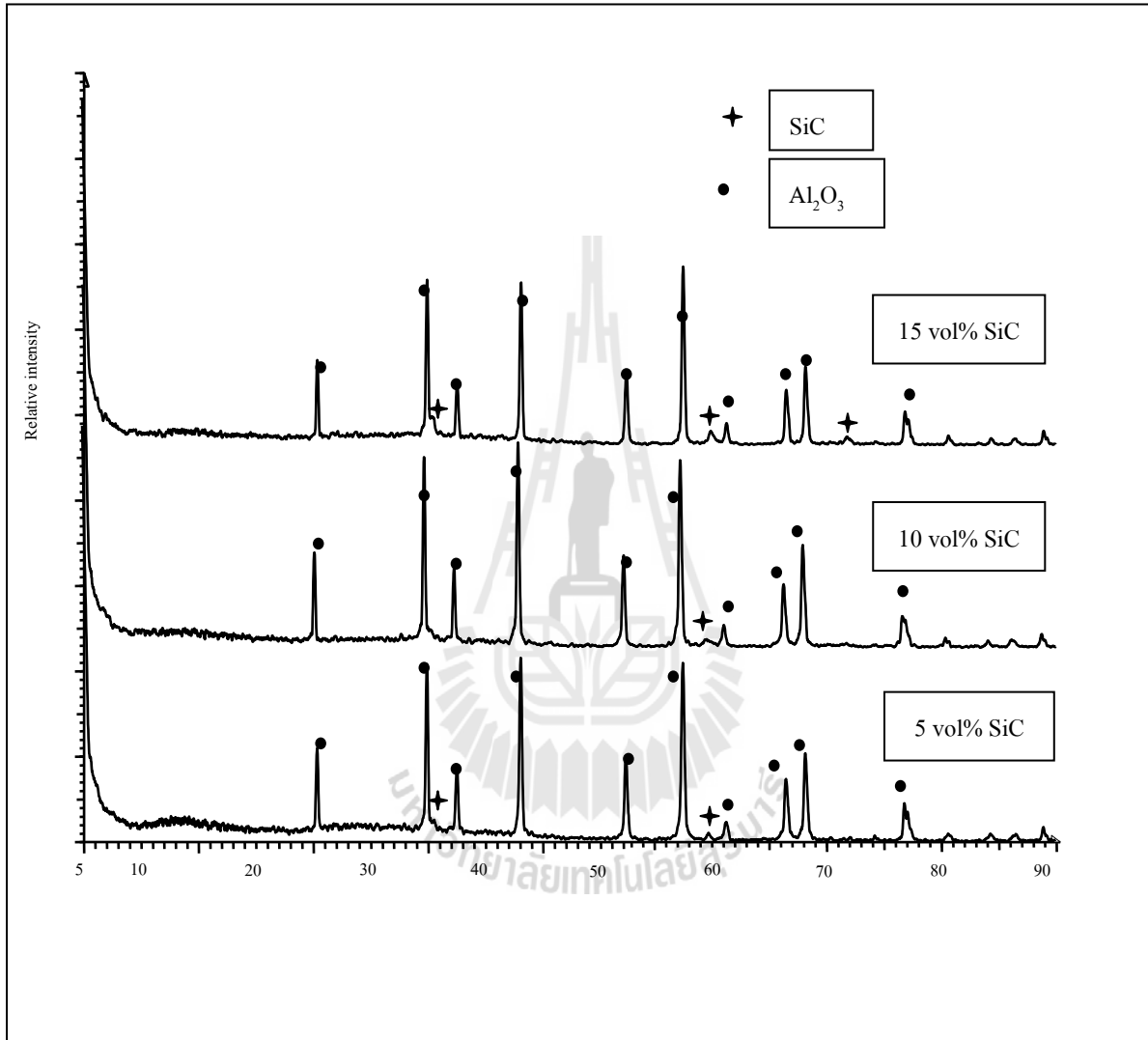
รูปที่ 4.12 ขนาดผลึกของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ ใช้ซาร์จเรโซที่ 20:1 เวลาในการบด 5 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

จากรูปที่ 4.12 ภาพถ่าย TEM ของผงอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดผสมแบบเชิงกล โดยใช้ซาร์จเรโซ 20:1 ใช้เวลาในการบด 5 ชั่วโมงและทำการ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอาร์กอน พบว่าผงอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ มีขนาดประมาณ 20 นาโนเมตรและมีลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate)

จากผลการบดผสมแบบเชิงกลที่ระยะเวลาต่าง ๆ กันทำให้ทราบว่าระยะเวลาในการบดและอัตราส่วนลูกบดต่อปริมาณสารที่เหมาะสมคือระยะเวลา 5 ชั่วโมงและซาร์จเรโซ 20:1 ตามลำดับ เนื่องจากทำให้ได้ปริมาณสารที่พอเพียงและไม่เกิดการเจือปนของอะลูมินา ซึ่งเป็น impurity

4.3 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.3.1 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 °C



รูปที่ 4.13 วัฏภาคของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์
ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เผาผนึกที่ 1750 °C

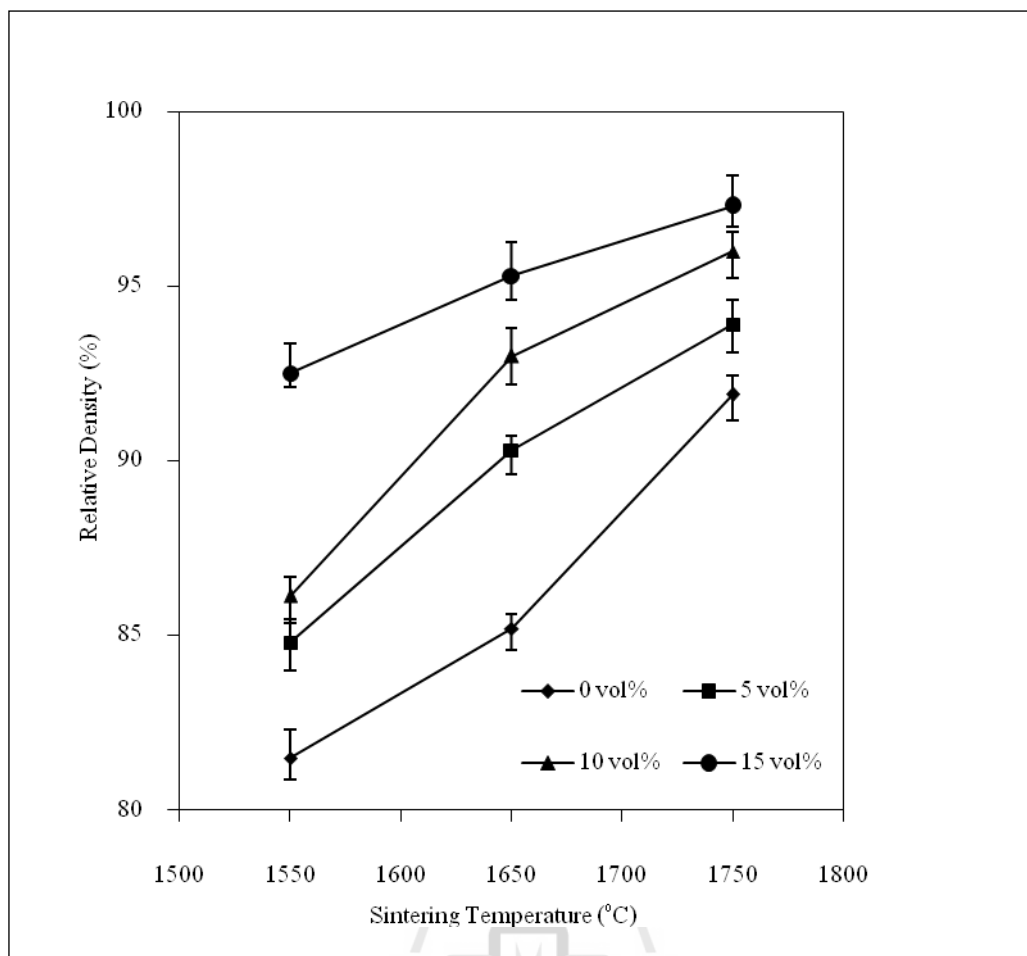
วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์หลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C พบว่ามีพีคที่มุม 2θ 25.58 35.13 37.78 43.36 52.55 57.51 61.34 66.54 68.29 และ 77.22 เป็นวัฏภาคของอะลูมินา ซึ่งพีคที่มุม 2θ 35.39 59.97 และ 77.71 เป็นวัฏภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์ พบว่าเมื่อใส่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณ 5 vol% พีคยังไม่ค่อยชัดเจน เนื่องจากปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์มีปริมาณน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ 15 vol% จะเห็นวัฏภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์อย่างชัดเจน

4.3.2 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

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

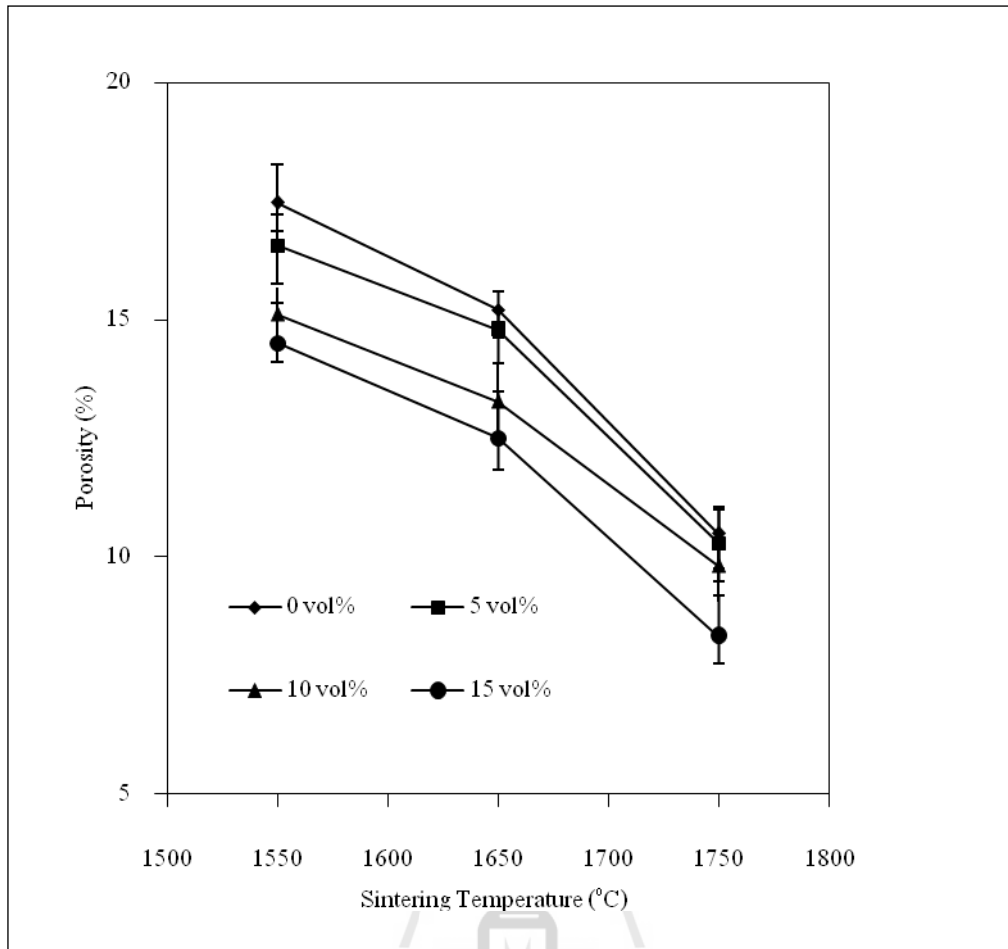
ตารางที่ 4.4 ค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Relative density) (%)	ปริมาณรูพรุน (%) (Apparent Porosity)
1550	AS0	81.48	17.48
	AS5	84.80	16.58
	AS10	86.13	15.13
	AS15	92.50	14.52
1650	AS0	85.20	15.22
	AS5	90.30	14.80
	AS10	93.00	13.29
	AS15	95.30	12.51
1750	AS0	91.90	10.50
	AS5	93.90	10.30
	AS10	96.00	9.82
	AS15	97.30	8.34



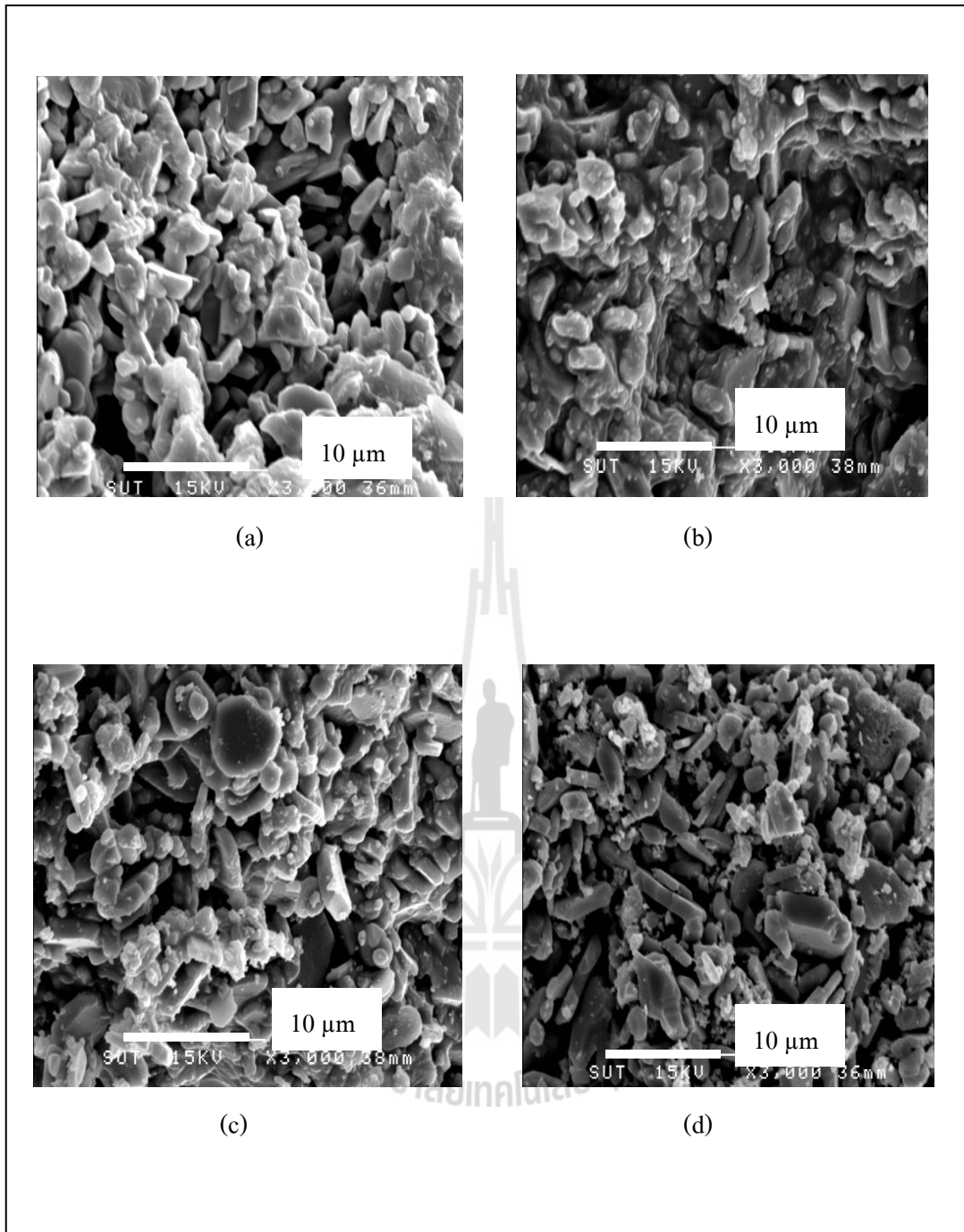
รูปที่ 4.14 ผลของปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกันที่มีต่อ Relative density

เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นและของตัวอย่าง ดังตารางที่ 4.4 รูปที่ 4.14 พบว่า ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เติมเข้าไปในปริมาณร้อยละ 5 และ 15 โดยปริมาตร ส่งผลให้ความหนาแน่นของอะลูมินาเพิ่มขึ้นเนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์นั้นมีจุดหลอมเหลวที่สูง (ประมาณ 2830°C) (Tairov and Tsvetkov, 1988) มีผลทำให้ความสามารถในการเผาผนึกของอะลูมินาตกลงจึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในอะลูมินาซึ่งซิลิคอนคาร์ไบด์ได้เข้ามาอยู่รอยต่อระหว่างเกรน 3 เกรน (triple point junction) ทำให้เกิด pin effect จะทำให้ขนาดเกรนของอะลูมินามีขนาดที่ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ (Deng, Shi, Zhang, Jian, and Guo, 1998) และขนาดของอนุภาคก็มีผลต่อความหนาแน่นด้วย การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นมาจาก Y_2O_3 ที่ใส่เพื่อเป็น sintering aid ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ Shapiro เมื่อใส่ Y_2O_3 ที่ปริมาณ 0.15 wt% ทำให้ความหนาแน่นของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ โดยใส่ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ 5 vol% นั้นเพิ่มขึ้น (Shapiro, Todd, Titchmarsh, and Robert, 2009) จากงานวิจัยของ Jang พบว่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น เมื่อใส่ SiC ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่ SiC มีขนาดเล็กจะอยู่ภายในเกรน อนุภาค SiC ที่มีขนาดใหญ่กว่าจะอยู่ระหว่างเกรน จะทำให้ยับยั้งการเกิดการโตของเกรน (Jang, Kishi, and Oh, 1995)



รูปที่ 4.15 ผลของปริมาณของ ซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกันที่มีต่อ Apparent Porosity

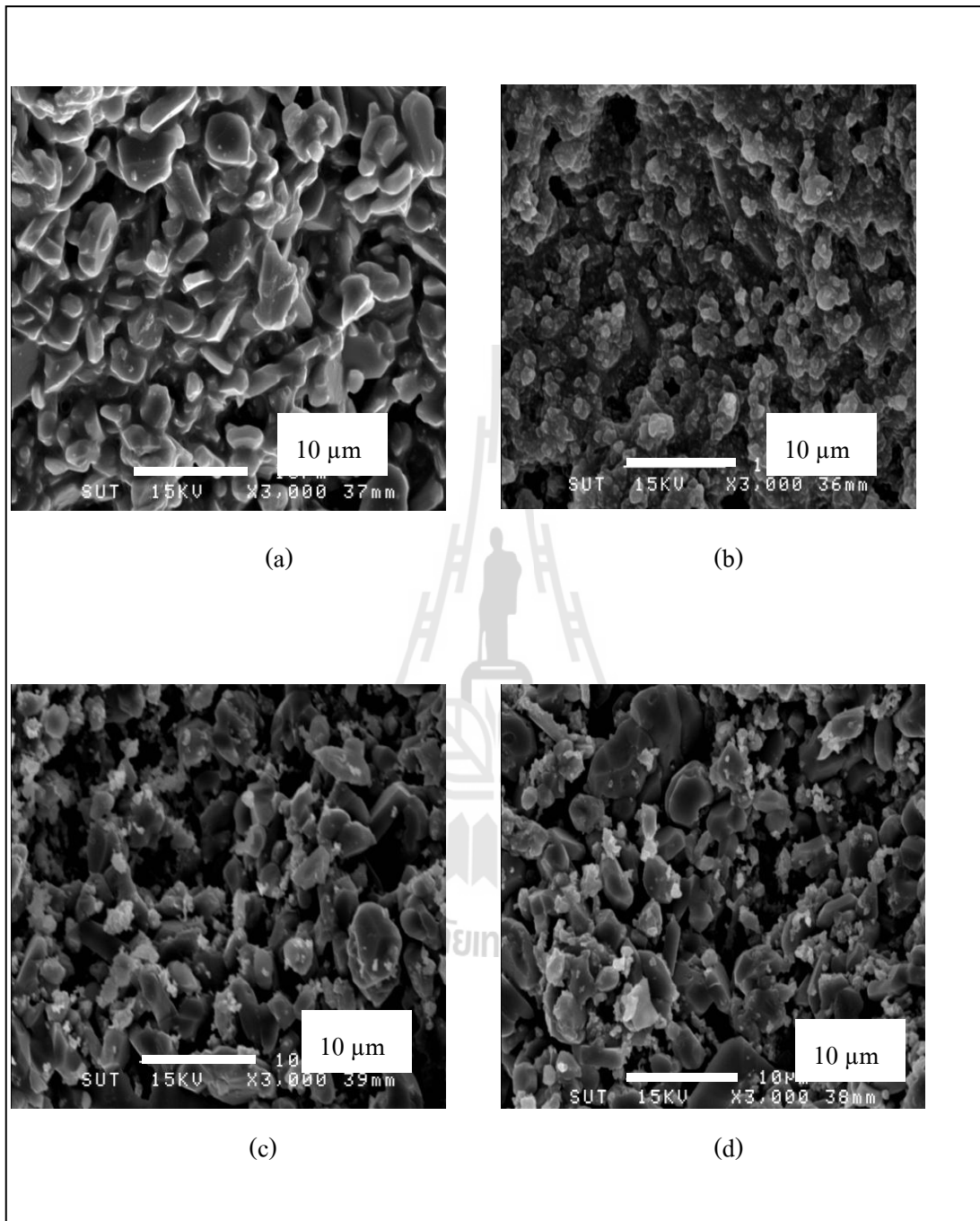
เมื่ออะลูมินาได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจะเกิดการขยายตัวใหญ่ขึ้นส่งผลให้ปริมาณของรูพรุน ในวัสดุเชิงประกอบลดลงและเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างจะเพิ่มขึ้นเนื่องจากการสุกตัวเพิ่มขึ้น (Shi, Xu, Zhang, Dong, Tan, Wang and Yang, 2010) ขนาดของเกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้ปริมาณรูพรุนน้อยลง เมื่อนำซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อัตราส่วนต่างกัน ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wang เเผผนิกวัสดุเชิงประกอบ $Al_2O_3/30 \text{ wt\% TiCN}$ ในช่วงอุณหภูมิ 1700 °C ถึง 1850 °C ทำให้ความหนาแน่นที่อุณหภูมิที่ได้มากกว่า 99% เมื่อทำการเผผนิกที่อุณหภูมิที่มากกว่า 1800 °C (Wang, Guo, L., and Guo, J., 2000)



รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C (a) Al_2O_3 (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

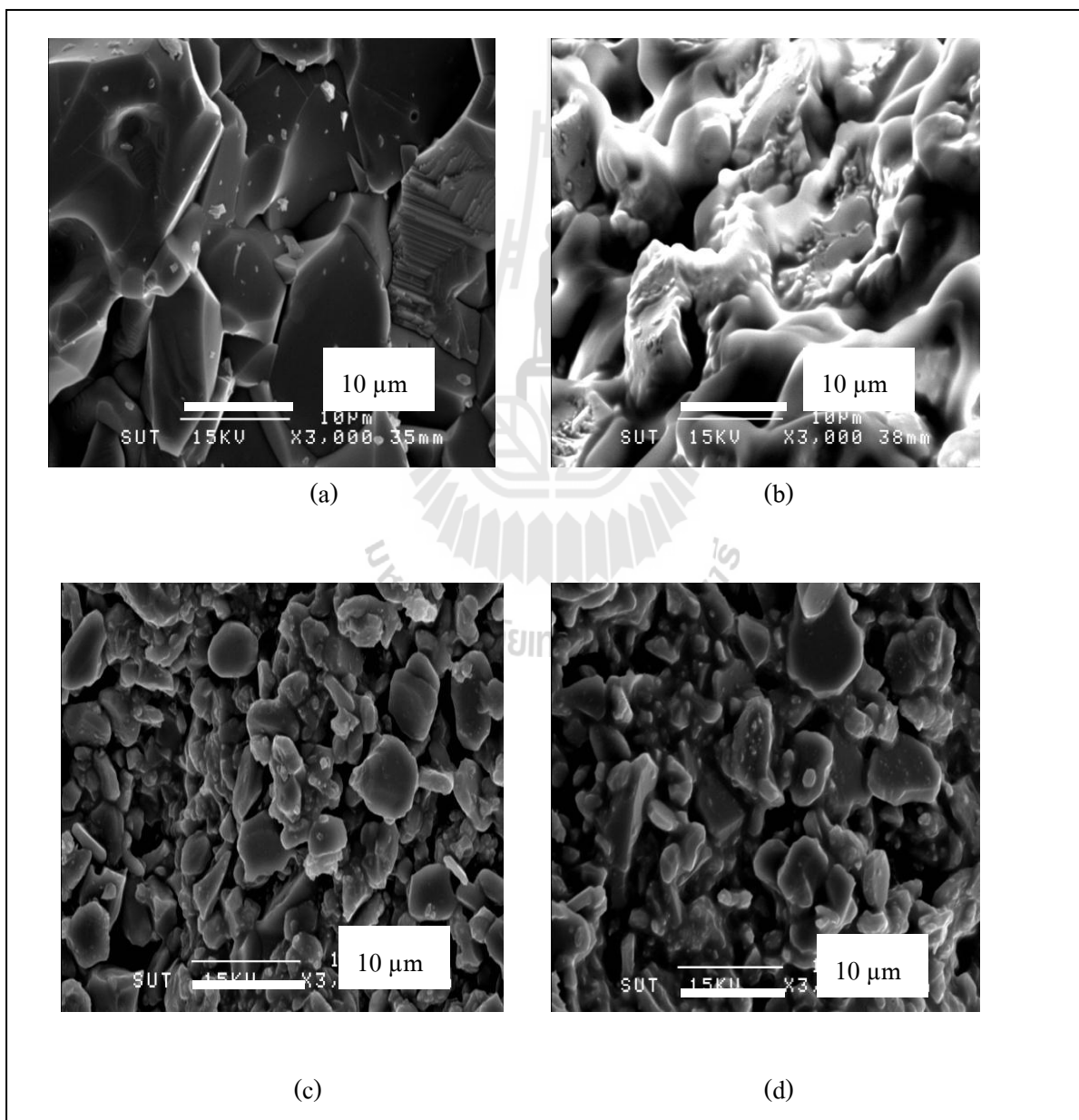
จากรูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ดังที่ได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.3.1 ก่อนหน้านี้คือ (a) แสดงวัฏภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ (b) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะพบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงเมื่อปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิงประกอบมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่

เพิ่มขึ้น พบการกระจายของซิลิคอนคาร์ไบด์และขนาดเกรนของอะลูมินายังไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนักเมื่อทำการเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์



รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C (a) Al_2O_3 (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

จากรูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM แสดงของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ (a) แสดงวัฏภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ (b) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะพบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลงเมื่อปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิงประกอบมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับ ค่าความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น และพบซิลิคอนคาร์ไบด์กระจายตัวอยู่ทั่วไปภายใน โครงสร้าง ขนาดเกรนของอะลูมินาที่ปรากฏจะมีขนาดใกล้เคียง เมื่อเทียบกับอะลูมินาผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C

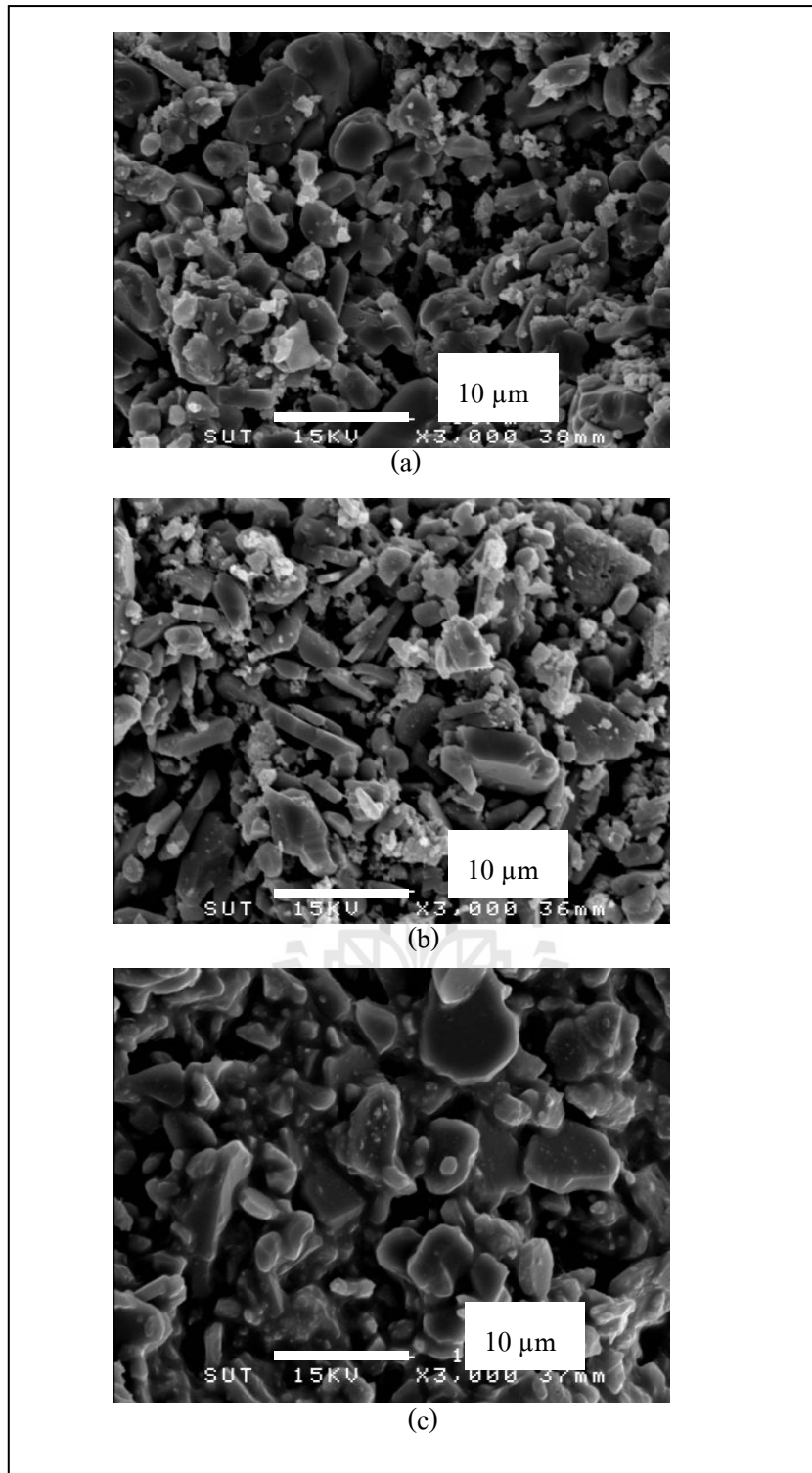


รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ

1750°C (a) Al_2O_3 (b) 5 vol% SiC (c) 10 vol% SiC (d) 15 vol% SiC

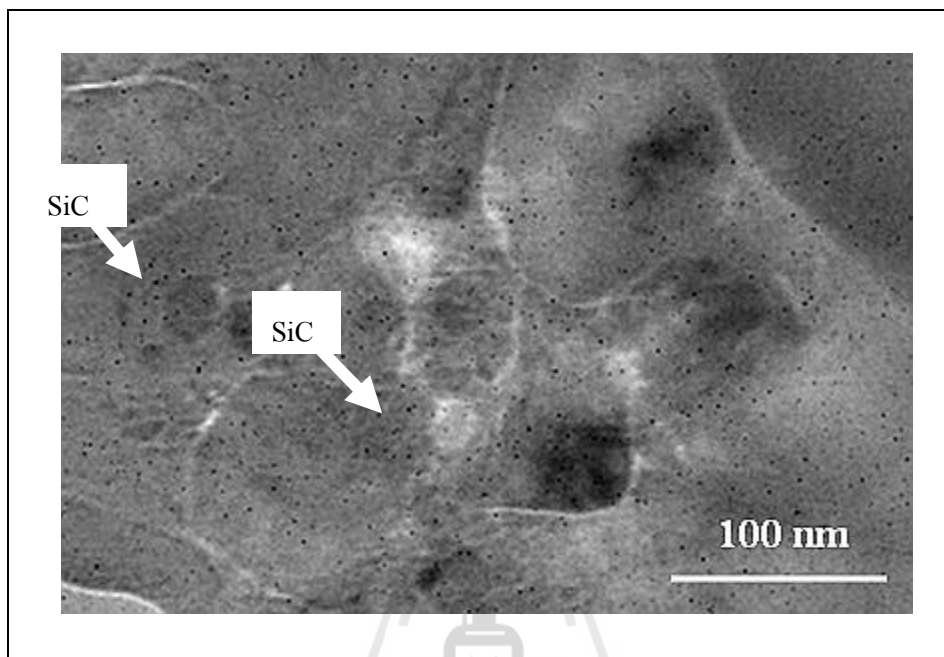
จากรูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ (a) แสดงวัฏภาคอะลูมินาที่ยังไม่ได้ทำการเสริมแรงด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ (b) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 5 โดยปริมาตร (c) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร (d) แสดงวัฏภาคของอะลูมินาและซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ปริมาณร้อยละ 15 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาจากภาพจะพบว่าปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบจะลดลง เมื่อปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ในวัสดุเชิงประกอบมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่า ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น ขนาดเกรนที่ของอะลูมินาที่ปรากฏในภาพ (a) จะมีขนาดโตขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมินาที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 1550 °C และ 1750 °C เมื่อปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์เพิ่มมากขึ้นจะทำให้เกรนของอะลูมินามีขนาดลดลงเนื่องจากอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถยับยั้งโตของเกรนอะลูมินาได้





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

จากรูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคที่มีปริมาณ SiC 15 vol% ใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่ต่างกัน (a) 1550°C (b) 1650°C (c) 1750°C ซึ่งจะใช้เวลาในการเผาผนึกที่ 4 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าความพรุนตัวน้อยลง เมื่อเผาผนึกในอุณหภูมิที่สูงขึ้น และความหนาแน่นก็เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเจนที่อุณหภูมิในการเผาผนึกที่ 1750°C พบว่าเกรนของอะลูมินาเชื่อมติดกันมากขึ้น



รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย TEM ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ส่วนผสม 15vol% SiC ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C

จากรูป 4.20 ปรากฏอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ประมาณ 20 นาโนเมตรกระจายตัวอยู่ในเกรนของอะลูมินาและขอบเกรน

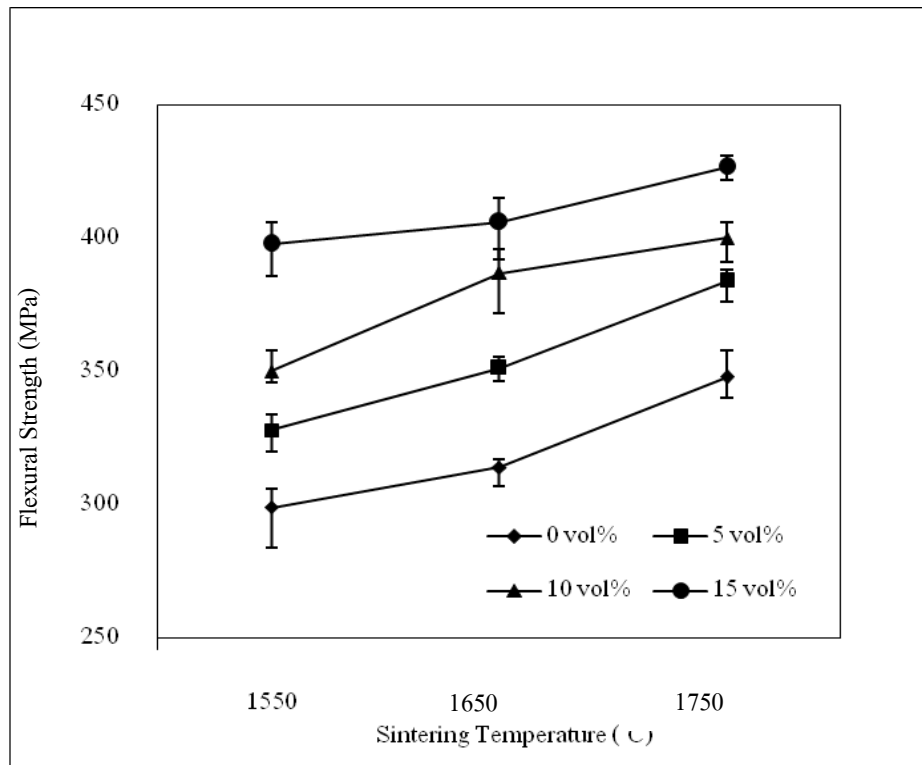
4.3.3 ผลของปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีต่อสมบัติวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัย ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใช้ได้จากชาร์เรโซที่ 20:1 ใช้เวลาในการบดผสม 5 ชั่วโมงและ annealing ที่อุณหภูมิ 1350 °C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนซึ่ง AS0 (SiC 0 vol%) AS5 (SiC 5 vol%) AS10 (SiC 10 vol%) AS15 (SiC 15 vol%) แสดงไว้ในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็งของวัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

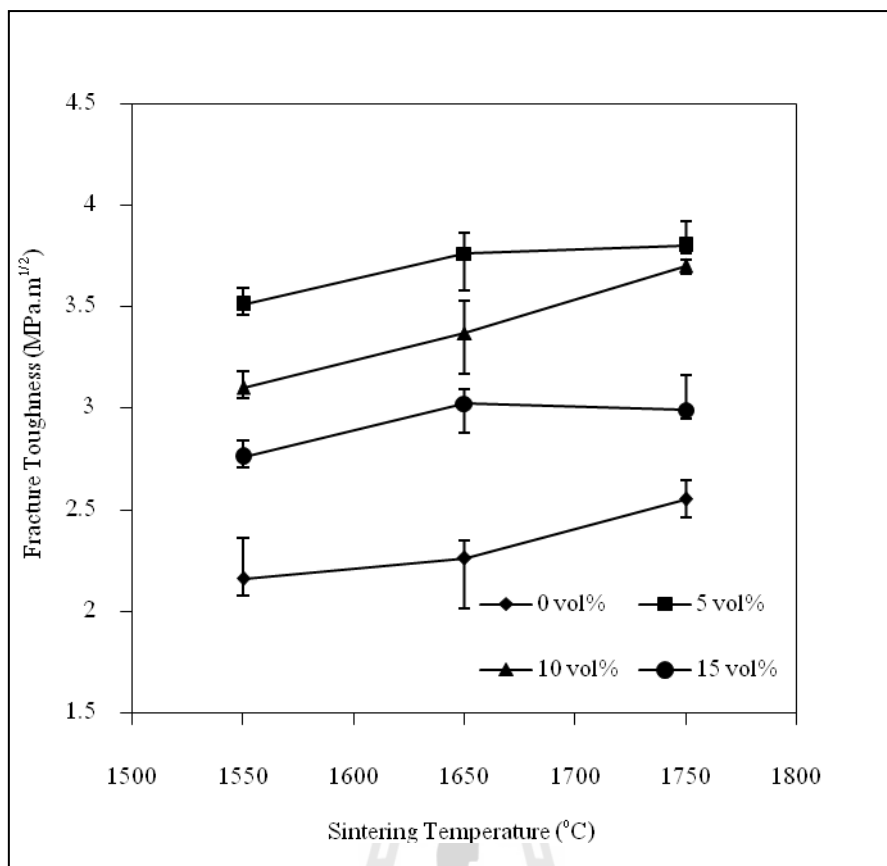
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อการ ดัดโค้ง(MPa)	ความเหนียว*(MPa. m ^{0.5})	ความแข็งวิกเกอร์ (GPa)
1550	AS0	299.0	2.16	12.00
	AS5	328.0	3.51	15.71
	AS10	350.0	3.10	18.76
	AS15	398.0	2.76	20.00
1650	AS0	314.0	2.26	14.82
	AS5	351.3	3.76	18.12
	AS10	387.0	3.37	20.18
	AS15	406.2	3.02	23.40
1750	AS0	348.0	2.55	14.62
	AS5	384.0	3.80	19.60
	AS10	400.0	3.70	22.20
	AS15	426.8	2.99	23.40

หมายเหตุ* ความเหนียวคำนวณจากสมการที่ (3.6) หน้า 65



รูปที่ 4.21 ผล Flexural Strength ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน

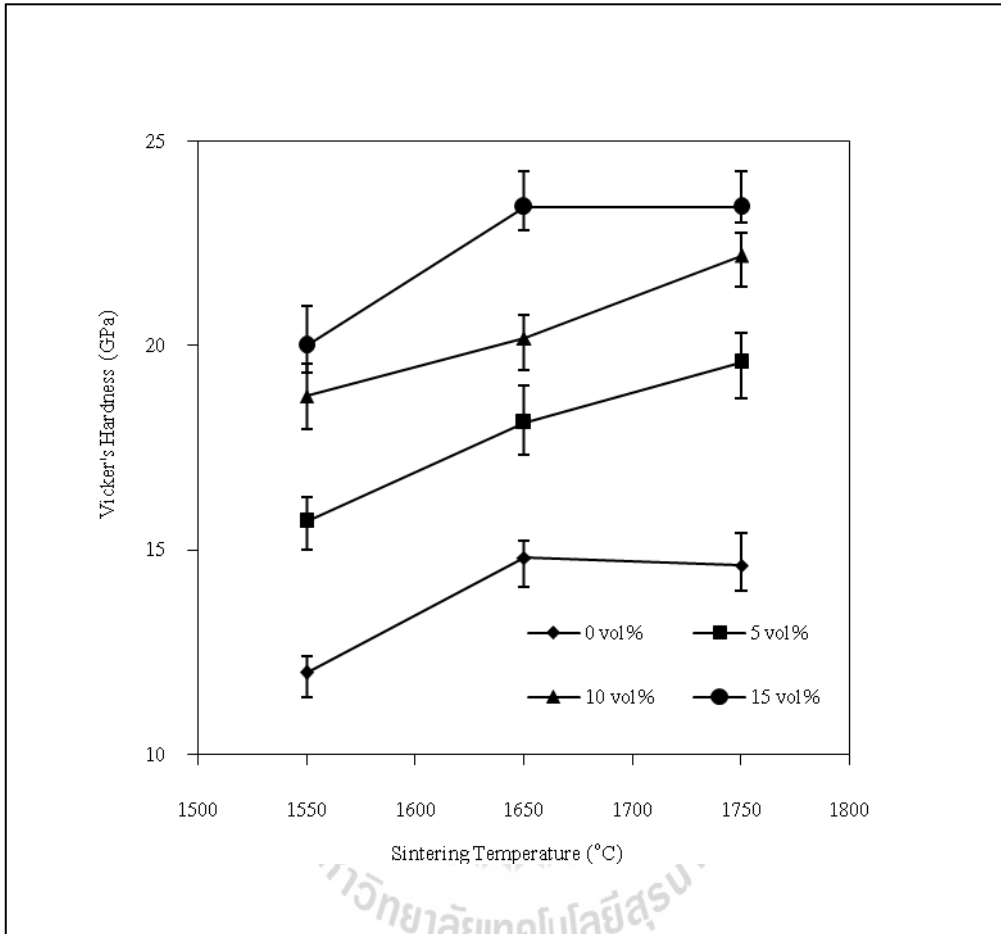
จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบพบว่าอุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์มีผลต่อความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบเมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรง โดยพบว่าความแข็งแรงของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยพบว่าความแข็งแรงสูงสุดคือ 426.8 MPa ที่อุณหภูมิ 1750 °C ที่ปริมาณผงซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรรูปที่ 4.21 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์และอุณหภูมิในการเผาผลาญทำให้ความแข็งแรงสูงขึ้น ซึ่งจะสอดคล้อง กับผลงานวิจัยในความแข็งแรงเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ ความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้น 30 ถึง 60% เมื่อเปรียบเทียบกับ monolithic Al₂O₃ (Dong, Xu, Shi, Zhang, Yang, and Tan, 2009) วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ เมื่อนำอนุภาคระดับนาโนเมตรใส่ในปริมาณ 10 ถึง 20 wt% ทำให้ความแข็งแรงมากกว่าการใส่อนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ระดับไมโครเมตรในปริมาณที่เท่ากัน โดยวิธีการเผาผลาญแบบไม่ใช้แรงดัน (Perez et al., 1998) งานวิจัยของ Carroll พบว่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น เกิดจากอนุภาคของ SiC ที่เล็กลงจากขนาดอนุภาคไมโครเมตรเป็นขนาดอนุภาคนาโนเมตร (Carroll, Sternitzke, and Derby, 1996)



รูปที่ 4.22 ผล Fracture toughness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน

จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์พบว่า อุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์มีผลต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ เมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรง โดยพบว่าความเหนียวของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยความเหนียวสูงสุดคือ $3.8 \text{ MPa.m}^{0.5}$ ที่อุณหภูมิ $1750 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ปริมาณผงซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตร รูปที่ 4.22 เมื่อค่าความเหนียวสูงสุดอยู่ที่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตรแล้วจะลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ ความเหนียวที่เพิ่มขึ้นมาจาก monolithic Al_2O_3 มีลักษณะการแตกแบบ intergranular และเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์จะทำให้เกิด การเปลี่ยนแปลงการแตกไปเป็นแบบ intragranular ซึ่งการแตกนั้นจะเกิดจากนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่กระจายตัวอยู่บนเกรนและขอบเกรน (Gao et al., 1999) จากงานวิจัยของ Wang พบว่าเมื่อใส่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ 5 wt% จะทำให้ความเหนียวเพิ่มขึ้นเป็น $4.7 \text{ MPa.m}^{0.5}$ เมื่อเปรียบเทียบกับ monolithic Al_2O_3 ซึ่งมีค่าความเหนียวจะอยู่ที่ $3.25 \text{ MPa.m}^{0.5}$ และพบว่าใส่ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ 10wt% ความเหนียวจะเพิ่มขึ้นเป็น $4.7 \text{ MPa.m}^{0.5}$ (Wang, Guo, L., and Guo, J.K., 1998) จากงานวิจัยของ Levin พบว่าความเหนียวที่เพิ่มขึ้นเกิดจากการเปลี่ยนแปลงการแตกจาก intergranular เป็น intragranular เนื่องจาก thermo-elastic mismatch ระหว่าง Al_2O_3 และ SiC (Levin, Kaplan, Brandon, and Layous, 1995) จากงานวิจัยของ Dong พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ SiC เป็น 15 vol% และ 20 vol% จะทำให้ความเหนียวลดลง เนื่องมาจากการเพิ่มปริมาณ SiC ที่มากเกินไปทำให้เกิด high tensile residual

stress (Dong, Xu, Shi, Zhang, Yang, and Tan, 2009) และงานวิจัยของ Shi พบว่าปริมาณของ SiC มีอิทธิพลโดยตรงต่อขนาดของเกรน ซึ่งความเหนียวที่ลดลงจะเกิดจาก grain-bridging เป็นผลมาจากขนาดเกรนที่เล็กลงจากการเติม SiC จะทำให้ค่าความเหนียวเพิ่มขึ้นถึงจนสูงสุดที่ปริมาณ 5 vol% จากนั้นเมื่อใส่ SiC เพิ่มขึ้นมากกว่านี้จะทำให้ความเหนียวลดลง เนื่องจากขนาดเกรนที่เล็กมาก ๆ (Shi et al., 2010)



รูปที่ 4.23 ผล Vickers hardness ของวัสดุเชิงประกอบที่ปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ต่างกัน

จากตารางแสดงที่ 4.5 ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์พบว่า อุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์มีผลต่อความแข็งของวัสดุเชิงประกอบเมื่อเทียบกับวัสดุอะลูมินาที่ไม่ได้ทำการเสริมแรงโดยพบว่าความแข็งของวัสดุจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิและปริมาณของผงซิลิคอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยความแข็งสูงสุดคือ 23.4 GPa ที่อุณหภูมิ 1750 °C ที่ปริมาณผงซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรดังรูปที่ 4.23 พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ความแข็งจะเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Gustafsson พบว่าความแข็งจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่น เมื่อเพิ่มปริมาณ SiC เพิ่มขึ้นเป็น 15 vol% ทำให้ความหนาแน่นสูงและความแข็งก็เพิ่มตามไปด้วย ซึ่งค่าความแข็งจะอยู่ในช่วง 17-18.5 GPa (Gustafsson, Falk, Liden, and Carlstrom, 2008)

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์สมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อปริมาณรูพรุนภายในชิ้นงานลดลงวัสดุจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวลดลง
2. วัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก จะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ แต่ความเหนียวของวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีค่าที่น้อยกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากเกรนขนาดใหญ่จะเกิดการหักเหของรอยร้าวมากกว่าเกรนขนาดเล็ก
3. การเติมซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 5 โดยปริมาตรเข้าไปในอะลูมินามีผลให้ความแข็งแรง และความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้น โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C จะมีสมบัติดีที่สุด
4. การเติมซิลิคอนคาร์ไบด์ในอะลูมินาเนื้อหาลึกมีผลทำให้ความแข็งแรงของอะลูมินามีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าความแข็งแรงที่สูงสุดจะมีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1750°C ส่วนความเหนียวของอะลูมินามีค่าลดลงตามปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เพิ่มขึ้น โดยค่าความเหนียวที่สูงสุดจะได้จากตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C
5. การเติมปริมาณอิตเทรียมออกไซด์ร้อยละ 0.15 โดยน้ำหนักทำให้ลดอุณหภูมิ ที่ทำการเผาผนึกและยังทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น
6. การเผาผนึกแบบสั้งกลบสามารถช่วยลดการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้และทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับ การเผาผนึกแบบทั่วไป

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. การทดลองควรใช้ลูกบดและหม้อบดที่มีองค์ประกอบทางเคมีชนิดเดียวกับสารประกอบที่เราต้องการเพื่อลดปัญหาการเจือปน
2. การปรับปรุงสมบัติควรมีการทดลองใช้สารเติมแต่งชนิดอื่นเช่น แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) + อิตเรียมออกไซด์ (Y_2O_3) เพื่อให้วัสดุเชิงประกอบมีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น
3. การทดลองควรทำการเผาผนึกโดยใช้แรงดัน เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกลให้ดียิ่งขึ้น
4. การเผาผนึกแบบฝังกอบ ซึ่งใช้ถ้วยอะลูมินาซ้อน 2 ใบ ขณะทำการเผาผนึกจะทำให้ความร้อนเกิดการแพร่เข้าไปถึงชิ้นงานได้ช้า เนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุฉนวนกั้นความร้อน ดังนั้นจึงมีการควบคุมอัตราการให้ความร้อนให้เป็นไปอย่างช้า ๆ



บรรณานุกรม

- ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก.(2545).อะลูมินากับการนำไปใช้งานทางเซรามิก [ออนไลน์]. ได้จาก http://www.dss.go.th/dssweb/st-articles/files/ct_2_2545_alumina.pdf.
- ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. (2549). วัสดุความรู้:โพลีเมอร์คอมโพสิต[ออนไลน์]. ได้จาก http://www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=79&Itemid=176.
- สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. (2545). ผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ในปัจจุบัน[ออนไลน์]. ได้จาก <http://www.material.chula.ac.th/Radio45/April/radio4-1.htm>.
- สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. (2547). ซิลิคอนคาร์ไบด์[ออนไลน์]. ได้จาก www.material.chula.ac.th/RADIO47/April/radio4-2.htm.
- Accuratus Corporation. (2003). **Aluminum Oxide, Al₂O₃** [online]. Available: <http://accuratus.com/alumox.html>.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorbtion, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fire Whiteware Product. **ASTM C373-88**. New York:ASTM.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. **ASTM C1161-90**. New York: ASTM.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Vicker Indentation Hardness of Advance Ceramics. **ASTM C1237-96a**. New York:ASTM.
- Anstis, G.P., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for mearsuring fracture toughness:I, direct crack measurement. **Journal of American Ceramic Society**. 64:533-538.
- Anya, C.C., and Robert, S.G. (1997). Pressureless sintering and elastic constant of Al₂O₃-SiC nanocomposites. **Journal of the European Ceramic Society**. 17:565-573.
- Chen, H.J., Rainforth, W.M., and Lee, W.E. (2000). The wear behavior of Al₂O₃-SiC ceramic nanocomposites. **Scripta Materialia**. 42:555-560.
- Carroll, L., Sternitzke, M., and Derby, B. (1996). Silicon carbide particle size effect in alumina-base nanocomposite. **Acta Materialia**. 44:4543-4552.
- Deng, Z.Y., Shi, J.L., Zhang, Y.-F., Jian, D.Y., and Guo J.K. (1998). Pinning effect of SiC particle on mechanical properties. **Journal of the European Ceramic Society**. 18:501-508.
- Dong, Y.L., Xu, F.M., Shi, X.L., Zhang, Z.J., Yang, J.M., and Tan,Y. (2009). Fabrication and mechanicalpropertes of nano-/micro-size Al₂O₃/SiCcomposite. **Materials Science**. 504: 49-54.

- Gao, L., Wang, H.Z., Hong, J.S., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Nishikawa, Y., and Torre, S.D.D.L. (1999). Mechanical properties and Microstructure of Nano-SiC-Al₂O₃ composite densified by spark plasma sintering. **Journal of the European Ceramic Society**. 19:609-613.
- Gustafsson, S., Falk, L.K.L., Liden, E., and Carlstrom, E. (2008). Pressureless sintered Al₂O₃-SiC nanocomposite. **Ceramic International**. 34:1609-1615.
- Jang, B.K., Kishi, T.M.E., and Oh, H.K. (1995). Effect of second phase on mechanical properties and toughness of Al₂O₃ based ceramic composite. **Composite Engineering**. 5:1275-1286.
- Jeong, Y.K., and Niihara, K. (1997). Microstructure and mechanical properties of pressureless sintered Al₂O₃-SiC nanocomposites. **NanoStructured Materials**. 9:193-196.
- Jianxin, F., Helen, M.C., and Martin, P.H. (1995). Residual stress relaxation behavior in Al₂O₃-SiC nanocomposite. **Material Science and Engineering**. 195:163-167.
- Jiao, S., Jenkin, M.L., and Davidge, R.W. (1997). Interfacial fracture energy-mechanical behavior relationship in Al₂O₃/SiC and Al₂O₃/TiN nanocomposites. **Acta Materialia**. 45:149-156.
- Jose, L.O.M., and Richard, I.T. (2005). Relationship between wear rate surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites. **Acta Materialia**. 53:3345-3357.
- Kim, B.N., Enoki M.W.M., and Teruo, K. (1998). Simulation of fracture behavior in particle-dispersed ceramic composite. **Engineering Fracture Mechanics**. 59:289-303.
- Ko, Y. M., Kwon, W., and Kim, Y.W. (2004). Development of Al₂O₃-SiC composite tool for machining application. **Ceramic International**. 30:2081-2086.
- Levin, I., Kaplan, W.D., Brandon, D.G., and Layyous, A.A. (1995). Effect of SiC submicrometer particle size and content of fracture toughness of alumina-SiC nanocomposite. **Journal of the American Ceramic Society**. 78:254-256.
- Niihara, K. (1991). New design concept of structural ceramics-ceramic nanocomposites. **Journal of the Ceramic Society Japan**. 99:947-982.
- Perez, R.J., Pastor, J.Y., Llorca, J., Elices, M., Miranzo, P., and Moya, J.S. (1998). Revisiting the mechanical behavior of alumina/silicon carbide nanocomposite. **Acta Materialia**. 46:5399-5411.
- Shapiro, I.P., Todd, R.I., Titchmarsh, J.M., and Robert, S.G. (2009). Effect of Y₂O₃ additives and powder purity on the densification and grain boundary composition of Al₂O₃/SiC nanocomposite. **Journal of the European Ceramic Society**. 29:1613-1624.
- Shi, Z.Y., X.L., Xu, F.M., Zhang, Z.J., Dong, Y.L., Tan, Y., Wang, L., and Yang, J.M. (2010). Mechanical properties of hot-pressed Al₂O₃/SiC composites. **Materials Science and Engineering**. 15:1350-1359.

- Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. **Progress in Material Science**. 46:1- 184.
- Wang, H.Z., Guo, L., and Guo, J.K. (1998). Preparation and properties of the intergranular. Al_2O_3 -SiC nanocomposites. **NanoStructured Materials**. 10:947-953.
- Wang, H.Z., Guo, L., and Guo, J.K. (2000). The effect of nanoscale SiC particle on the microstructure of Al_2O_3 ceramic. **Ceramic International**. 26:391-396.
- Wu, H.Z., Lawrence, C.W., Robert, S.G., and Derby, B. (1998). The strength of Al_2O_3 -SiC nano composites after grinding and annealing. **Acta Materialia**, 46:3839-3848.



ประวัติผู้วิจัย

1. ชื่อ(ภาษาไทย) ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล
(ภาษาอังกฤษ) Assist. Prof. Dr.Sukasem Kangwantrakool
2. รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ 42500056
3. เลขหมายประจำตัวประชาชน 3-3099-00294-82-5
4. ตำแหน่งปัจจุบัน หัวหน้าสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
5. ที่ทำงาน สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา 30000
โทรศัพท์ 0-4422-4471 โทรสาร 0-4422-4612
โทรศัพท์มือถือ 089-845-0557 E-mail: sukasemk@yahoo.com

6. ประวัติการศึกษา

ปีที่สำเร็จการศึกษา	ระดับปริญญา	ชื่อปริญญา	สาขาวิชา	สถาบันการศึกษา	ประเทศ
2546	ปริญญาเอก	D.Eng.	วิศวกรรมวัสดุศาสตร์	Hokkaido University	ญี่ปุ่น
2540	ปริญญาโท	วทม.	เทคโนโลยีเซรามิก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2537	ปริญญาตรี	วทบ.	เทคโนโลยีการผลิต	สถาบันราชภัฏพระนคร กรุงเทพฯ	ไทย

7. สาขาวิชาที่เกี่ยวข้อง

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

8. ผลงานวิจัย

- S. Kangwantrakool and K. Shinohara; "Preparation of New WC-Co/TiC- Al_2O_3 Composite Materials with Mechanically Coated Particles," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2001; 34(12):1486-1492.
- S. Kangwantrakool and K. Shinohara; "New Design of Microstructure of WC-Co/TiC- Al_2O_3 Composite Materials by Mechanical Coating of Particles," *Journal of the Japan Society Powder and Powder Metallurgy*, 2002; 49(12): 1070-1075.

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

9. ผลงานวิชาการอื่น ๆ

- สุขเกษม กังวานตระกูล: Hot Isostatic Press (HIP) of Materials, Proceeding of Annual Meeting of the Thai Ceramic Society of Thailand, Bangkok (1994).
- สุขเกษม กังวานตระกูล; “Ceramic Cutting Tools: Part I”, วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 16: 20-23.
- สุขเกษม กังวานตระกูล; “Ceramic Cutting Tools: Part II”, วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 7: 60-64.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Advanced Preparation of WC-Co/Al₂O₃-TiC Surface Composite Particles for Sintered Materials,” Proceeding of the First Asian Particle Technology Symposium (APT 2000), Bangkok, Thailand, CD-ROM, pp. S-II (2)-3#0076 (2000).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Proper Composition of Coated Particles for New Cemented Carbide Material,” Proceeding of 34th Autumn Meeting of the Society of Chemical Engineering of Japan, Sapporo, CD-ROM, pp.R109(2001).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Microstructure of WC-Co/TiC-Al₂O₃ Composite Materials Prepared from Coated Particles by Rotational Impact Blending,” Proceeding of Annual Spring Meeting of the Powder Technology Society of Japan, Kyoto, pp.106 (2002).