

ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม

นายสุรพงษ์ เพชรวัตร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปีการศึกษา 2552

**EFFECT OF ZrO₂ ON MECHANICAL PROPERTIES OF
Al₂O₃ - Cr₂O₃ BASED COMPOSITE MATERIALS**

Surapong Petchawat

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

Suranaree University of Technology

Academic Year 2009

ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(รศ. ดร.สุทิน คูหาเรืองรอง)

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(อ. ดร.วีระยุทธ ลอประยูร)

กรรมการ

(รศ. ดร.จรัสศรี ลอประยูร)

กรรมการ

(ศ. ดร.ชูกิจ ลิ้มปีจันทร์)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ

(รศ. น.อ. ดร.วรพจน์ ขำพิศ)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ศุภพงษ์ เพชรวัตร : ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ
อะลูมินา-โครเมีย (EFFECT OF ZrO_2 ON MECHANICAL PROPERTIES OF
 $Al_2O_3 - Cr_2O_3$ BASED COMPOSITE MATERIALS) อาจารย์ที่ปรึกษา :
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุภเกษม กังวานตระกูล, 117 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบให้เหมาะสม สำหรับการใช้งานเป็นเกราะกันกระสุน การทดลองส่วนแรก ทำการศึกษาผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมินา-โครเมียเซรามิก และหาปริมาณของสารเติมแต่งและอุณหภูมิในการเผาผลาญที่เหมาะสม โดยนำผงอะลูมินามาผสมกับโครเมียปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก และใช้เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 0-6 โดยน้ำหนัก เป็นสารเติมแต่ง ส่วนผสมจะถูกอัดแห้งและทำการเผาผลาญที่อุณหภูมิที่ต่าง ๆ วัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผลาญ จะนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะ ได้แก่ ความหนาแน่น รูพรุน วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค รวมถึง ความแข็งแรง ความแข็ง ความเหนียว และความต้านทานการเจาะทะลุ การทดลองส่วนที่ 2 เป็นการศึกษาผลของความหนาที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ จากวัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดจากการทดลองส่วนแรก

ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าความทนต่อการดัดโค้ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ 204 ± 4.12 MPa ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้สารเติมแต่งเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ $1700^\circ C$ ค่าความเหนียว มีค่าสูงสุดเท่ากับ 6.35 ± 0.34 MPa.m^{0.5} ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้สารเติมแต่งเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ $1750^\circ C$ ในขณะที่การลดความหนาของวัสดุเชิงประกอบส่งผลให้ความต้านทานการเจาะทะลุลดลง

สาขาวิชา วิศวกรรมเซรามิก

ปีการศึกษา 2552

ลายมือชื่อนักศึกษา _____

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา _____

SURAPONG PETCHAWAT : EFFECT OF ZrO₂ ON MECHANICAL
PROPERTIES OF Al₂O₃ - Cr₂O₃ BASED COMPOSITE MATERIALS.
THESIS ADVISOR : ASST. PROF. SUKASEM KANGWANTRAKOOL,
D.Eng., 117 PP.

ALUMINA-CHROMIA / ALUMINA-ZIRCONIA / COMPOSITE / STRENGTH
ALUMINA / ALUMINA-CHROMIA -ZIRCONIA COMPOSITE

The purpose of this work is to improve the mechanical properties of composite materials for the armor application. The first part of the experiment is to study the effect of ZrO₂ on mechanical properties of Al₂O₃ - Cr₂O₃ based composite and to determine the proper amount of additive and sintering temperature. Al₂O₃ powder was mixed with 3%wt Cr₂O₃ and 0-6%wt ZrO₂ as an additive. The mixtures were dry pressed and then sintered at different temperatures. Density, porosity, phase and microstructure of sintered composites were characterized. Flexural strength, hardness, fracture toughness and ballistic performance were also investigated. The second part of the experiment is to study the effect of thickness on ballistic resistance based on composite with the best mechanical properties from the first part.

The results from mechanical tests showed that the highest flexural strength, 204±4.12 MPa, was obtained with 6%wt ZrO₂ addition and sintering temperature at 1700°C. The maximum fracture toughness, 6.35±0.34 MPa.m^{0.5}, was obtained with 6%wt ZrO₂ addition and sintering temperature at 1750°C. Whereas the ballistic resistance of composite decreased with decreasing composite thickness.

School of Ceramic Engineering

Academic Year 2009

Student's Signature_____

Advisor's Signature_____

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจาก ผู้วิจัยได้รับกำลังใจและความช่วยเหลือจากผู้มีพระคุณทุกท่านที่ได้กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำ ช่วยเหลือ อย่างดียิ่ง อาทิเช่น

- คุณพ่อปัญญา เพชรวัตร คุณแม่สุพร เพชรวัตร และอาอีสุภา เล็กวงษ์ ใญ่ให้กำลังใจและอุปการะเลี้ยงดูอบรมสั่งสอน ให้โอกาสทางการศึกษา และเป็นผู้ที่คอยชื่นชมในความสำเร็จของผู้วิจัยมาโดยตลอด

- ผู้ช่วยศาสตราจารย์. ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ที่ให้คำปรึกษาและคอยแนะนำในสิ่งที่เป็ประโยชน์กับผู้วิจัยทั้งเรื่องทางวิชาการและเรื่องส่วนตัว

- อ.ดร.วิระยุทธ ลอประยูร รองศาสตราจารย์ ดร.จรัสศรี ลอประยูร รองศาสตราจารย์ ดร.สุทิน คุณาเรืองรอง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ ทับสูงเนิน รัตนจันทร์ ผู้ให้คำแนะนำและคอยให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์กับผู้วิจัย

- พลอากาศตรีวิระศักดิ์ ลิตานนท์ ผู้อำนวยการสำนักงานวิจัย ศูนย์วิจัยพัฒนาวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีการบินและอวกาศ กองทัพอากาศ และเรืออากาศโทอนุชา พลิกะ นายทหารคนสนิท รองผู้อำนวยการสำนักงานวิจัยศูนย์วิจัยพัฒนาวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีการบินและอวกาศ กองทัพอากาศ ที่สนับสนุนการทดสอบการยิงในงานวิจัย จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

- คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ผู้ที่คอยให้การช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในด้านงานเอกสารแก่ผู้วิจัย

- สถาบันวิจัยและพัฒนามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี หน่วยงานที่สนับสนุนเงินทุนในการวิจัย

- พี่ชายสุรสิทธิ์ เพชรวัตร และพี่สะใภ้สมควร เพชรวัตร ที่คอยดูแลและให้กำลังใจในการทำงานจนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

- คุณจิรวดี อุฬาสสา และคุณจิตติ รินเสนา เพื่อนที่คอยช่วยเหลือ รับฟังและแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ของผู้วิจัยมาโดยตลอด

ท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลท่านอื่นที่ไม่ได้เอ่ยนาม ได้แก่ เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือต่าง ๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

สุรพงษ์ เพชรวัตร

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 อะลูมินา.....	4
2.2 โครเมีย.....	6
2.3 เซอร์โคเนีย.....	7
2.4 รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย.....	7
2.4.1 Partially Stabilised Zirconia.....	8
2.4.2 Tetragonal Zirconia Polycrystals.....	9
2.4.3 Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix.....	11
2.5 กระบวนการเกิดความเหนียวของเซอร์โคเนีย.....	11
2.5.1 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค ของเซอร์โคเนีย.....	11
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	13

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	18
3.1	อุปกรณ์การทดลอง.....	18
3.2	วัสดุและสารเคมี.....	19
3.2.1	ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder).....	19
3.2.2	ผงโครเมียมออกไซด์ (Chromium Oxide Powder).....	19
3.2.3	ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder).....	19
3.3	วิธีการทดลอง.....	21
3.3.1	การทดลองเบื้องต้น.....	21
3.3.1.1	การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิพลออกไซด์ (4Y).....	21
3.3.1.2	การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิพลออกไซด์ (4Y).....	22
3.3.2	การทดลองในงานวิจัย.....	23
3.3.3	การออกแบบการทดลอง.....	26
3.3.4	การทดสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	27
3.3.4.1	การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของตัวอย่าง.....	27
3.3.4.2	การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส.....	28
3.3.5	การเตรียมแผ่นตัวอย่าง.....	29
3.3.6	การเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง.....	30
3.3.7	การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง.....	31
3.3.8	การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง.....	32
3.3.9	การทดสอบความแข็งจุลภาค.....	34
3.3.10	การหาค่าความเหนียว.....	35
3.3.11	การทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุ.....	36
3.3.12	การหาค่าความเปราะ.....	38
3.3.13	การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	39

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.13.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค.....	39
3.3.13.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	40
4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	42
4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	42
4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	42
4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวิภาคของผงอะลูมินา.....	43
4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา.....	44
4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา.....	45
4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงโครเมียม.....	46
4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิภาคของผงโครเมียม.....	47
4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงโครเมียม.....	48
4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงโครเมียม.....	49
4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย.....	50
4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวิภาคของผงเซอร์โคเนีย.....	51
4.1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์โคเนีย.....	52
4.1.3.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์โคเนีย.....	53
4.1.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียร โดยใช้ 4% โมลอิทธิวมออกไซด์ (4Y).....	54
4.1.4.1 การวิเคราะห์ทางวิภาคของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการ ทำให้เสถียร โดยใช้ 4% โมลอิทธิวมออกไซด์ (4Y).....	54
4.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะ และสมบัติเชิงกลของ วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย หลังผ่าน การเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกัน เป็นเวลา 90 นาที.....	55
4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น และปริมาตรรูพรุน.....	55
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวิภาค.....	58

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อขนาดเกรน	63
4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค.....	65
4.2.5 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว ความแข็งและความเปราะ	69
4.2.6 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความต้านทานการเจาะทะลุ.....	74
4.3 ผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ.....	75
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	78
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	78
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	79
รายการอ้างอิง.....	80
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก. XRD แพทเทิร์นของ อะลูมินา โครเมีย อะลูมินาโครเมียออกไซด์ m-ZrO ₂ และ t-ZrO ₂	83
ภาคผนวก ข. มาตรฐานการทดสอบ ASTM.....	89
ภาคผนวก ค. มาตรฐานการทดสอบ NIJ.....	107
ภาคผนวก ง. บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา.....	109
ประวัติผู้เขียน.....	117

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	แสดงผลสรุปสมบัติทางกลที่ได้จากการศึกษาระบบ Al_2O_3 - Cr_2O_3 ของงานวิจัยต่าง ๆ.....16
3.1	แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....18
3.2	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....19
3.3	แสดงค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น.....20
3.4	แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารแต่งเติม และอุณหภูมิในการเผาผนึก ของการทดลองที่ 1 26
4.1	แสดงลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....42
4.2	แสดงลักษณะเฉพาะของผงโครเมียม.....46
4.3	แสดงลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย.....50
4.4	แสดงค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....55
4.5	แสดงผลของปริมาณสารแต่งเติมสมบัติที่มีต่อขนาดเกรนของ วัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....63
4.6	แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะ ของวัสดุเชิงประกอบของตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ ที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 90 นาที.....69
4.7	แสดงค่าความต้านทานการเจาะทะลุและระยะ โป่งหลัง (BFS) ของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ ที่แตกต่างกันเป็นเวลา 90 นาที.....74
4.8	แสดงผลของความหนาที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุและระยะ โป่งหลัง (BFS) ของตัวอย่างสูตร AC6Z1700.....76
ก.1	แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา.....84
ก.2	แสดง XRD แพทเทิร์นของโครเมียม.....85
ก.3	แสดง XRD แพทเทิร์นของ m-ZrO ₂86

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
ก.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของ t-ZrO ₂	87
ก.5 แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินาโครเมียออกไซด์.....	88
ค.1 แสดงมาตรฐานการทดสอบ NIJ.....	108

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	แสดงโครงสร้างของอะลูมินา.....5
2.2	แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ.....7
2.3	แสดงลักษณะของโครงสร้างจุลภาค ของ เซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ.....8
2.4	แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO ₂9
2.5	แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ Y ₂ O ₃ ใน ZrO ₂10
2.6	แสดงผลของปริมาณ สารสร้างความเสถียร กับขนาด Critical Grain Size.....11
2.7	แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค.....12
2.8	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ Al ₂ O ₃ - Cr ₂ O ₃ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ14
2.9	แสดงค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ Al ₂ O ₃ ที่ %mol ของ Cr ₂ O ₃ ที่แตกต่างกัน.....15
2.10	แสดงค่าการปรับปรุงสมบัติความเหนียวและค่าความแข็งแรงของแต่ละตัวอย่าง โดยการใช้เซอร์โคเนีย.....17
3.1	แผนผังแสดงขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิยมออกไซด์ (4Y).....21
3.2	กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y).....22
3.3	แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 1.....23
3.4	แสดงการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกล ของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ.....24
3.5	แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 2.....25
3.6	แสดงเครื่อง Particle Size Analyzer.....27
3.7	แสดงเครื่อง X-ray Diffraction, XRD.....28
3.8	แสดงเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 200 ตัน.....30

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.9 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง	31
3.10 แสดงการเรียงลำดับในการจัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ ที่มีความหยาบไปหาละเอียด.....	34
3.11 แสดงลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน	36
3.12 แสดงตัวอย่างของวัสดุที่ใช้ในการทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุ	37
3.13 แสดงวิธีการวัดค่า BFS โดยวิธี Modeling clay	38
3.14 แสดงเครื่อง Ion Sputtering Device.....	39
3.15 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	40
3.16 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เร็ด	41
4.1 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผงอะลูมินา.....	43
4.2 แสดงรูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	44
4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา.....	45
4.4 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผงโครเมียม	47
4.5 แสดงรูปไมโครกราฟของผงโครเมียมจากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	48
4.6 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของโครเมียม	49
4.7 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผงเซอร์โคเนีย	51
4.8 แสดงรูปไมโครกราฟของผงเซอร์โคเนียจากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	52
4.9 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย	53
4.10 แสดง XRD แพทเทิร์น ของผง 4Yเซอร์โคเนีย	54
4.11 แสดงค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	56
4.12 แสดงปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	56
4.13 แสดงแผนภูมิวิภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียมออกไซด์.....	57

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.14 แสดง XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1650°C.....	58
4.15 แสดง XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1700°C.....	59
4.16 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1750°C.....	60
4.17 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน.....	61
4.18 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน.....	62
4.19 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน.....	62
4.20 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ยของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	64
4.21 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C.....	65
4.22 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700°C.....	66
4.23 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C.....	67
4.24 แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึก ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	70
4.25 แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	71
4.26 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	72
4.27 แสดงค่าความเปราะของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	73
4.28 แสดงค่า BFS ของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	75
4.29 แสดงค่า BFS ของตัวอย่างสูตร AC6Z1700 ที่มีความหนาของ วัสดุเชิงประกอบที่แตกต่างกัน.....	76

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันสถานการณ์ของโลกได้เปลี่ยนแปลงไป ภัยพิบัติที่ก่อให้เกิดความเสียหายแก่มนุษย์ ที่ทุกประเทศทั่วโลกก็ล้วนแล้วแต่ให้ความสำคัญ นอกจากภัยทางธรรมชาติแล้วยังมีภัยที่ร้ายแรงที่ไม่ควรมองข้ามอีกอย่างหนึ่ง นั่นก็คือภัยจากการก่อการร้าย ซึ่งเกิดขึ้นจากน้ำมือของมนุษย์ด้วยกันเอง ไม่เว้นแต่ในประเทศไทย ภัยการก่อการร้ายหรือเหตุการณ์ความไม่สงบที่เกิดขึ้นนั้นได้ทำให้เกิดความเสียหายแก่ประเทศมากมาย ยกตัวอย่างเช่น การสูญเสียความเชื่อมั่นทางด้านเศรษฐกิจระหว่างประเทศ หรือจะเป็นการสูญเสียงบประมาณแผ่นดินที่ต้องนำมาใช้ในการปราบปรามการก่อการร้ายโดยใช่เหตุ และที่สำคัญที่สุดก็คือ การที่ประเทศนั้นต้องสูญเสียทรัพยากรมนุษย์ ซึ่งเป็นทรัพยากรพื้นฐานที่สำคัญที่สุดในการพัฒนาประเทศ การวิจัยและพัฒนาวัสดุก็ถือเป็นศาสตร์อย่างหนึ่งที่จะช่วยพัฒนาวัสดุหรืออุปกรณ์ที่มีศักยภาพสามารถป้องกันการทำลายล้างหรือการโจมตีจากฝ่ายตรงข้ามได้ อุปกรณ์ป้องกันอันตรายจากกระสุน หรือ เกราะกันกระสุน ก็ถือได้ว่าเป็นหนึ่งในหลาย ๆ อุปกรณ์ที่มีบทบาทหน้าที่สำคัญเกี่ยวกับการป้องกันการทำลาย ที่ก่อให้เกิดความเสียหายต่อสิ่งต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นบุคคล ยานพาหนะ ฐานทัพ รวมถึงสิ่งของต่าง ๆ เป็นต้น

เกราะกันกระสุน คือชิ้นงานที่ทำจากวัสดุที่มีความสามารถในการต่อต้าน พลังงานและแรงปะทะของกระสุนปืนไม่ให้ผ่านทะลุเกราะได้ เมื่อหัวกระสุนวิ่งกระทบจะมีการแลกเปลี่ยนพลังงานระหว่างกระสุนกับวัสดุเกราะ ถ้าวัสดุเกราะสามารถถ่ายเทพลังงานจากหัวกระสุน ทำให้กระสุนหมดพลังงานลง กระสุนก็จะไม่สามารถผ่านทะลุเป้าได้ ในปัจจุบันได้มีการนำวัสดุหลายชนิดนำมาผลิตเป็นเกราะกันกระสุน ยกตัวอย่างเช่น

- วัสดุประเภทโลหะ เป็นเกราะที่ทำมาจากแผ่นโลหะ อาจจะใช้โลหะชนิดเดียว หรือหลายชนิดผสมเข้าด้วยกัน สามารถป้องกันกระสุนปืนได้ แต่มีน้ำหนักมาก
- วัสดุประเภทเส้นใยพอลิเมอร์ เป็นเกราะอ่อน น้ำหนักเบา ทำจากเส้นใยซึ่งนำมาถักทอแล้วอัดประกบเข้าด้วยกันหลายชั้น สามารถป้องกันกระสุนปืนได้ แต่ไม่สามารถรับแรงกระแทกและกระสุนที่หมุนด้วยความเร็วสูงได้ ไม่ทนต่อความชื้นทำให้คุณภาพเส้นใยด้อยลงไป
- วัสดุประเภทวัสดุสังเคราะห์ จัดเป็นเกราะวัสดุสังเคราะห์ประเภทหนึ่งที่น่าวัสดุหลายชนิดมาประกอบเข้าด้วยกัน สามารถป้องกันกระสุนปืนได้ แต่ไม่ทนต่อความร้อน

- วัสดุประเภทเซรามิก เป็นเกราะที่ทำจากเซรามิก สามารถลดความรุนแรงของหัวกระสุนได้ เป็นอย่างดีเนื่องจากเซรามิกมีความแข็งสูง สามารถป้องกันกระสุนปืนได้ แต่เกราะเซรามิกมักแตกร้าวได้ง่าย

วัสดุประเภทเซรามิกที่นิยมนำมาใช้ประกอบเป็นแผ่นเกราะป้องกันกระสุน ได้แก่ อะลูมินา เซรามิก เนื่องจากอะลูมินามีความแข็งสูง และคงความแข็งแรงได้ที่อุณหภูมิสูง ทนต่อความร้อน ทนต่อสารเคมีและสภาวะแวดล้อมต่าง ๆ ได้ดี เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุโลหะและวัสดุจำพวกพลาสติก รวมถึงยังมีราคาถูกเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเซรามิกประเภทอื่น ๆ แต่อย่างไรก็ตาม อะลูมินาเองก็มีข้อจำกัดในการนำมาใช้งานเป็นเกราะกันกระสุน โดยเฉพาะอย่างยิ่งทางด้านความเหนียว แตกร้าวได้ง่าย ดังนั้นจึงมีงานวิจัยจำนวนมากที่ได้พยายามปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาโดยใช้สารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ ผสมกับอะลูมินาเพื่อขึ้นรูปเป็นวัสดุเชิงประกอบ และได้มีการนำโครเมียม (Cr_2O_3) เข้ามาปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งและความแข็งแรง

วัสดุเซรามิกในระบบอะลูมินา-โครเมียม ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$) เป็นวัสดุที่มีการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรม เช่น ใช้เป็นเครื่องมือตัดแต่งวัสดุ (Cutting Tools) รวมถึงใช้เป็นแผ่นเกราะป้องกันกระสุน และมีงานวิจัยจำนวนมากที่ได้มีการทำการศึกษาเพื่อที่จะปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาโดยใช้โครเมียม แต่อย่างไรก็ตามจากการศึกษาวัสดุเซรามิกในระบบอะลูมินา-โครเมียม ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$) นั้น พบว่าการเติมโครเมียม (Cr_2O_3) ลงไปสามารถที่จะทำให้ได้วัสดุเซรามิกมีสมบัติทางกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความเหนียว แต่ก็เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ซึ่งยังมีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทำเป็นเกราะกันกระสุน ซึ่งต้องการวัสดุที่มีความเหนียวสูงสามารถรับแรงกระแทกจากกระสุนได้

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้นำเซอร์โคเนีย (ZrO_2) มาใช้เป็นสารเติมแต่งสมบัติทางกลให้แก่ อะลูมินา-โครเมียมเซรามิก โดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติด้านความเหนียว เนื่องจากเซอร์โคเนียนั้นมีสมบัติด้านความเหนียวที่เด่นกว่าเซรามิกชนิดอื่น ๆ

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติ และสภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผลาญที่เหมาะสมเพื่อทำให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลด้านต่าง ๆ ได้แก่ ความแข็ง ความเหนียว ความแข็งแรง เหมาะแก่การนำไปใช้เป็นเกราะป้องกันกระสุนเพื่อการป้องกันให้ได้ในระดับ 3 ถึง ระดับ 4 ตามมาตรฐาน NIJ Standard

1.2.2 เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความเหนียว ความแข็ง ความแข็งแรง ความต้านทานการเจาะทะลุ ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย

1.2.3 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ ได้แก่ วิทยาการ โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่นและความพรุนตัว

1.2.4 เพื่อศึกษาผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) วิทยาการ ความหนาแน่น และความพรุนตัวของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย

1.3.2 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical properties) ได้แก่ ความแข็งแรง ความเหนียว ความแข็ง และทดสอบ Ballistic Performance ของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย

1.3.3 ตรวจสอบความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบถึงภาวะหรือตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกล

1.4.2 ทำให้ทราบผลของลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ของอะลูมินา-โครเมียมเซรามิก ที่มีปริมาณส่วนผสมของสารเติมแต่งสมบัติเชิงกลที่แตกต่างกัน

1.4.3 ทำให้ทราบปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติเชิงกลและสภาวะตัวแปรในการเผาผลาญที่เหมาะสมในการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย

1.4.4 ทำให้ทราบถึงผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ

1.4.5 ทำให้ทราบถึงเทคโนโลยีหรือกระบวนการ การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย

บทที่ 2

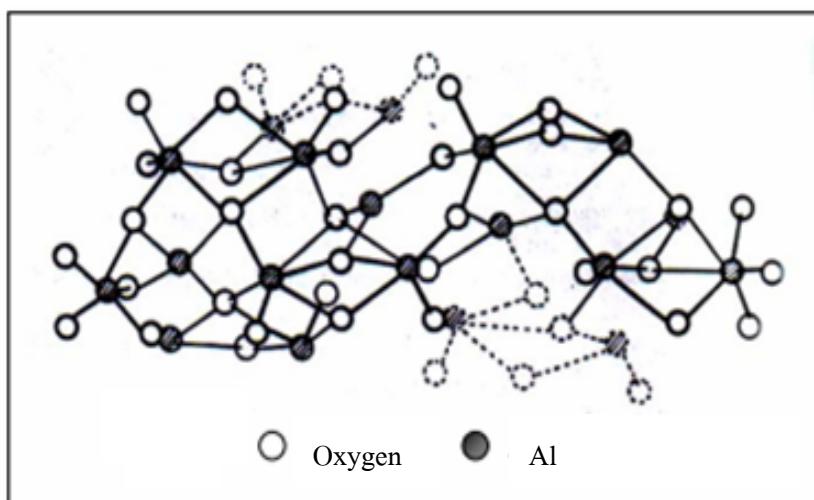
ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมินา

อะลูมินา (Alumina) มีชื่อทางเคมีคือ Aluminium Oxide มีสูตรทางเคมี เป็น Al_2O_3 จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่ศตวรรษที่ 19 และยังคงถูกพัฒนานำมาใช้งานมากขึ้นในอนาคต อะลูมินาบริสุทธิ์มีความถ่วงจำเพาะ 3.69 จุดหลอมเหลว $2030^{\circ}C$ ความแข็ง (Mohs Scale) เท่ากับ 9 อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุที่พบในรูปของ Corundum (Al_2O_3) Diaspore ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) Gibbsite ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) และ Bauxite ($Al_2O_3 \cdot 2H_2O$) โดยแร่ Corundum ที่พบจะเป็นรัตนชาติ เช่น ทับทิม (Ruby) ไพลิน (Sapphire) นูบราคัม (Yellow Sapphire) เป็นรูปแบบของ Corundum ที่มีมลทิน ในขณะที่ Corundum ที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์และ Hydrate อะลูมินา สามารถสกัดได้จาก แร่ Bauxite และดินลูกรังโดยวิธีของ Bayer (Bayer Process) คือนำแร่มาบดแล้วหลอมด้วยโซดาไฟ (Caustic Soda) จากนั้นแยกตะกอนที่ได้ออกมาแล้วเผา

อะลูมินาจะพบในรูปอัลฟา (α) แกมมา (γ) และเบต้า (β) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอัลฟาอะลูมินาและแกมมาอะลูมินาในอุณหภูมิที่ไม่เกิน $500^{\circ}C$ อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมา หากนำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง $1150-1200^{\circ}C$ จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของอัลฟา แต่เบต้าอะลูมินาจะอยู่ในรูปของสารประกอบโซเดียมคือ Sodium Aluminate ($Na_2O \cdot 11Al_2O_3$) (สุจินต์ พราวพันธุ์, 2545)

ซึ่งอะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูปอัลฟาอะลูมินา ($\alpha-Al_2O_3$) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนเรียงตัวกันแบบเฮกซาโกนอล และมีอะลูมิเนียมที่มีขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะออร์บิต 2 ใน 3 ส่วนของช่องทั้งหมด ดังแสดงในรูปที่ 2.1



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

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งสูง มีความหนาแน่นสูง มีความต้านทานต่อการขีดสีและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดี และมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู (Abrasive) อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมเซรามิก และอื่น ๆ ซึ่งแนวโน้มในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ โดยเฉพาะอุตสาหกรรมเซรามิกสมัยใหม่ สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภท เช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น โดยอะลูมินาที่นำมาใช้นั้นจะมีชนิดทั้งที่เป็นผง เป็นผลึกเดี่ยว ๆ เป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุน ทั้งนี้อะลูมินาที่จะนำมาใช้นั้นต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้โดยการกำจัดมลทินต่าง ๆ ออกไป เช่น ซีลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อการควบคุม Microstructure มีผลต่ออัตราการสึกกร่อนของอะลูมินารวมทั้งมีผลต่อการเผาผนึก (Sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง

2.2 โครเมีย

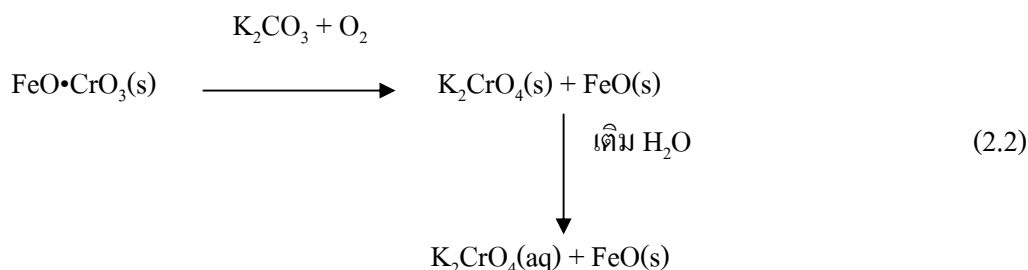
โครเมีย หรือโครเมียออกไซด์ เป็นสารประกอบอนินทรีย์ มีสูตรทางเคมีคือ Cr_2O_3 มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซาโกนอล (Hexagonal) มีความหนาแน่นค่อนข้างสูง ประมาณ 5.22 g/cm^3 จุดหลอมเหลวประมาณ 2330°C

โครเมียนั้นเกิดจากแร่โครไมต์ซึ่งมีสูตรเคมีว่า $\text{FeO}\cdot\text{Cr}_2\text{O}_3$ โดยในเนื้อสินแร่จะพบเหล็กออกไซด์ (FeO) อยู่ประมาณ 32% และโครเมียม (Cr_2O_3) อยู่ประมาณ 68% มีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กเล็กน้อย ส่วนมากที่พบจะมีสีดำ สีเทา หรือสีดำน้ำตาล

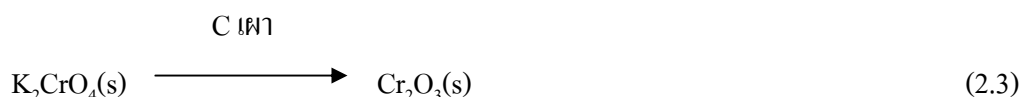
ซึ่งการสังเคราะห์โครเมียนั้นสามารถทำได้โดยเริ่มจากการเผาแร่โครไมต์กับคาร์บอน



Fe และ Cr ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปโลหะเจือ โดยมี Fe : Cr = 1 : 2 ถ้าต้องการโครเมียบริสุทธิ์สามารถเตรียมได้โดยเผาแร่โครไมต์กับ K_2CO_3 ในอากาศจะได้ K_2CrO_4 ซึ่งละลายน้ำได้จึงสามารถแยกออกจาก FeO ได้



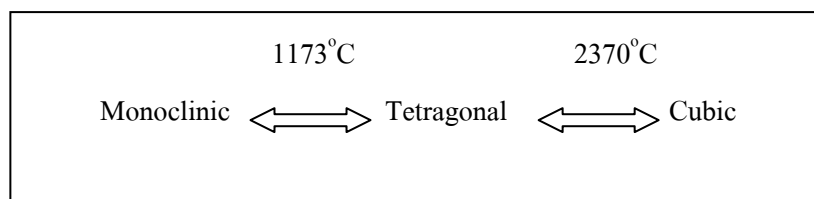
กรอง K_2CrO_4 ออกจาก FeO ระเหยน้ำออกจะได้ $\text{K}_2\text{CrO}_4(\text{s})$ จากนั้นนำมาเผากับคาร์บอน (C) จะได้ Cr_2O_3



2.3 เซอร์โคเนีย

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

เซอร์โคเนียบริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในวัฏภาคแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้องและจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้ (R. Stevens, 1986)



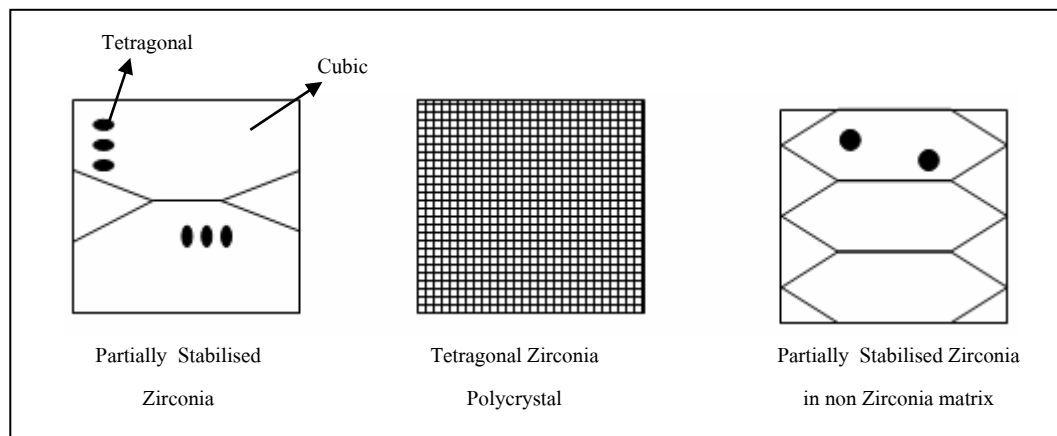
รูปที่ 2.2 แสดงการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ (K.K. Chawla, 1993)

แต่ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรดังกล่าวนี้ก็เป็จุดเด่นพิเศษของเซอร์โคเนียที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้โดยการเติมสารบางตัวที่เรียกว่าสารสร้างความเสถียร (Stabilizer) เมื่อเติมสารดังกล่าวแล้ว เซอร์โคเนียจะสามารถนำมาใช้งานที่อุณหภูมิห้องได้และยังเกิดสมบัติพิเศษที่สำคัญประการหนึ่งคือ ความเหนียว

2.4 รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย

ดังได้กล่าวในเบื้องต้นแล้วว่า เซอร์โคเนียไม่สามารถนำมาใช้งานได้ตามลำพังที่อุณหภูมิห้องจำเป็นที่จะต้องเติมสารสร้างความเสถียรบางตัวเข้าไป โดยสารที่นิยมใช้โดยทั่วไปได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) อิตเทียมออกไซด์ (Y_2O_3) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยสารดังกล่าวนี้จะทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะไปทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียเสถียรในรูปเตตระโกนอลหรือลูกบาศก์ การเติมสารสร้างความเสถียรที่ต่างชนิดและปริมาณที่ต่างกันจะทำให้ได้ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะความต่างของโครงสร้างจุลภาค ได้เป็น 3 ลักษณะคือ

1. Partially Stabilised Zirconia
2. Tetragonal Zirconia Polycrystal
3. Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix



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

ซึ่งจากลักษณะของ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกันจึงทำให้เกิดชื่อเรียกและสัญลักษณ์ของเซอร์โคเนียแตกต่างกันออกไปเช่น

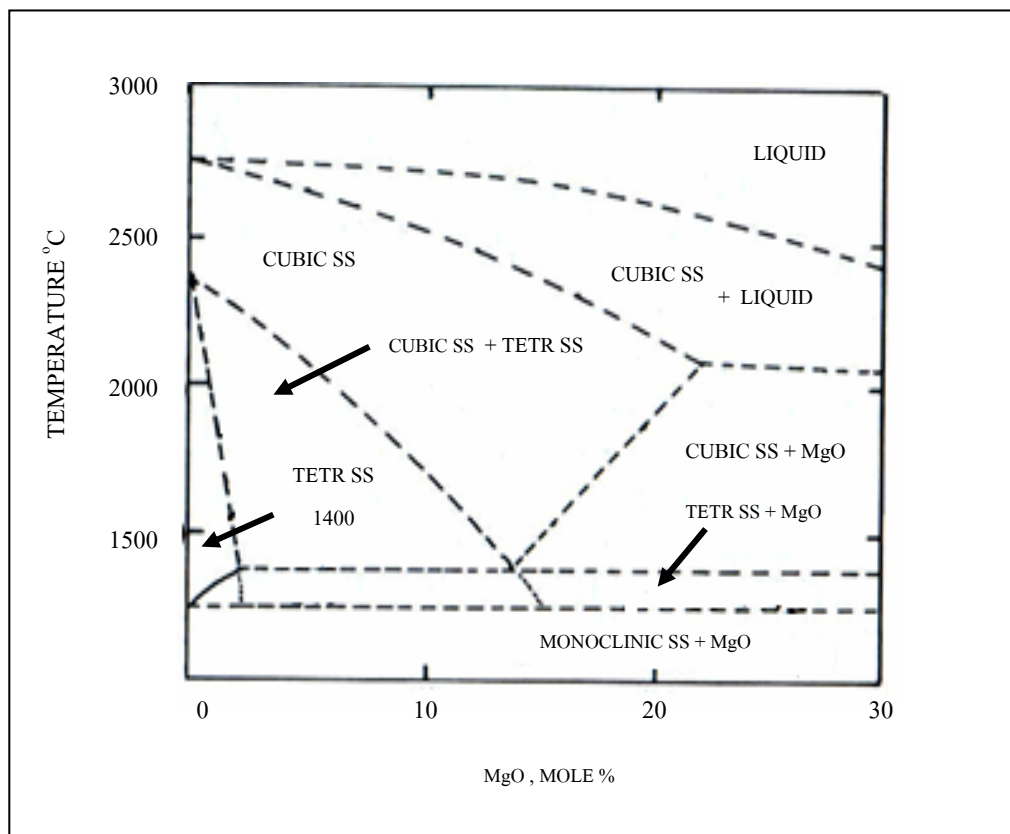
- TZP Tetragonal Zirconia Polycrystal
- PSZ Partially Stabilised Zirconia
- FSZ Fully Stabilised Zirconia
- TTC Transformation Toughened Ceramics
- ZTA Zirconia Toughened Alumina
- TTZ Transformation Toughened Zirconia

2.4.1 Partially Stabilised Zirconia

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนเสถียร (Stable) ในวัฏภาคเตตระโกนอลแล้วกระจายอยู่ในวัฏภาคลูกบาศก์ โดยทั่วไปการทำให้เกิดโครงสร้างลักษณะนี้จะใช้ MgO และ CaO เป็นสารสร้างความเสถียร โดยหากพิจารณาจากแผนภูมิวัฏภาคในรูปที่ 2.4 ในระบบของ ZrO_2 และ MgO เมื่อเราพิจารณาปริมาณของ MgO ในช่วง 6%mol - 8%mol จะพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ $2000^{\circ}C-2450^{\circ}C$ เกิดสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ในวัฏภาคลูกบาศก์ หากทำให้สารละลาย

ของแข็งนี้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (Quench) มาอยู่ในบริเวณที่เกิดสารละลายของแข็ง วัฏภาคลูกบาศก์ และวัฏภาคเตตระโกนอลในบริเวณนี้จะเกิดนิวเคลียสของสารละลายของแข็งวัฏภาคเตตระโกนอล ซึ่งสามารถควบคุมขนาดของนิวเคลียสได้ โดยการคุมอัตราการลดอุณหภูมิ (Cooling Rate) จากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวมาที่อุณหภูมิห้อง

จากกระบวนการดังกล่าวจะได้ PSZ ซึ่งผลึกของ $t\text{-ZrO}_2$ นี้จะสามารถเปลี่ยนรูปเป็น โมโนคลีนิกเซอร์โคเนีย ($m\text{-ZrO}_2$) ได้เมื่อมีแรงจากภายนอกกระทำ ซึ่งเป็นกระบวนการการเกิดความเหนียวที่สำคัญกระบวนการหนึ่ง ซึ่งจะกล่าวถึงในรายละเอียดต่อไป



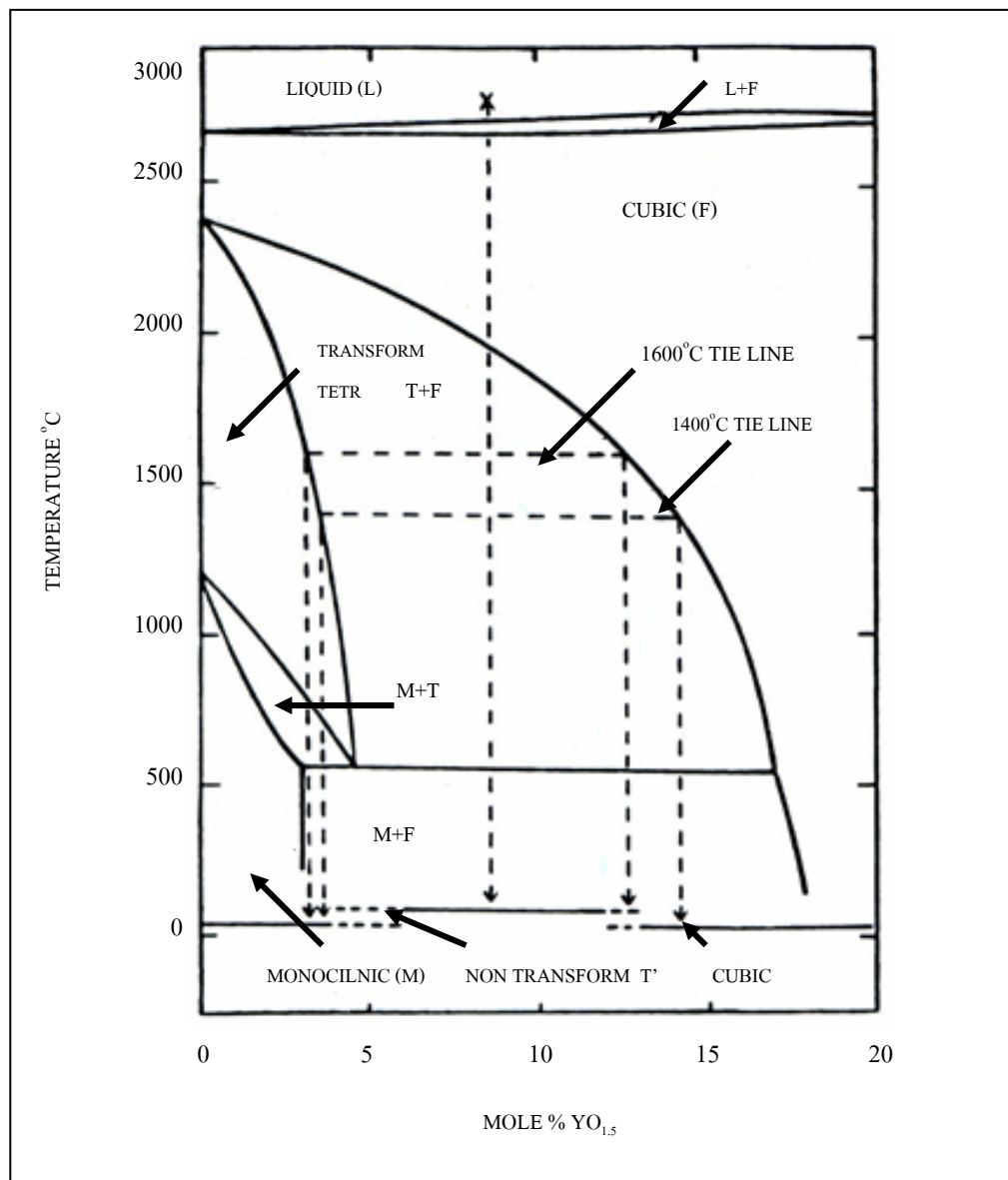
รูปที่ 2.4 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO₂ (Grain C.F., 1967)

2.4.2 Tetragonal Zirconia Polycrystal (TZP)

คือ เซอร์โคเนียที่เสถียรอยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลทั้งหมด โดยทั่วไปจะเกิดจากการใช้ Y₂O₃ เป็นสารสร้างความเสถียร หากพิจารณาแผนภูมิวัฏภาคในระบบ ZrO₂-Y₂O₃ (รูปที่ 2.5) บริเวณ 0%mol - 5%mol ของ Y₂O₃ จะพบว่าในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ประมาณ 1300°C ถึง 1650°C เซอร์โคเนียจะ

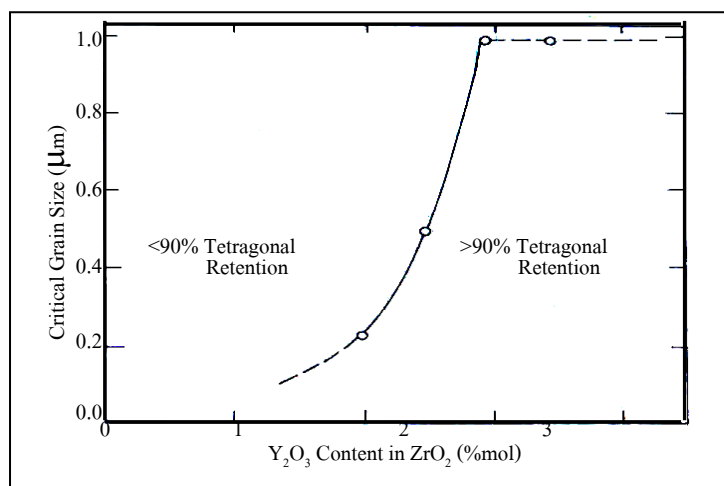
อยู่ในวัฏภาคเตตระโกนอลเกือบ 100% ซึ่งหากทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสภาพดังกล่าวเย็นตัวอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง จะได้เซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปของ TZP

จากการศึกษาสมบัติระหว่างความแข็งแรงกับขนาดอนุภาคของ TZP พบว่าเมื่อขนาดของอนุภาคใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) (แสดงในรูปที่ 2.6) โครงสร้างเตตระโกนอลจะสามารถเปลี่ยนวัฏภาคได้เองตามธรรมชาติ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลง (R. Stevens, 1986)



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

จากที่กล่าวเบื้องต้นว่าขนาดของเกรน (Grain Size) ของ TZP มีผลต่อค่าความแข็งแรง ดังนั้นจึงมีการศึกษาหาขนาดวิกฤตที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียพบว่าขนาดวิกฤตขึ้นอยู่กับปริมาณของสารสร้างความเสถียรที่เติมลงไป ดังรูปที่ 2.6 (R. Stevens, 1986)



รูปที่ 2.6 แสดงผลของปริมาณสารสร้างความเสถียรกับขนาด Critical Grain Size (R. Stevens, 1986)

2.4.3 Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix

คือ เซอร์โคเนียที่มีความละเอียดระดับไมครอนกระจายอยู่ในเนื้อหลัก (Matrix) อื่นที่ไม่ใช่เซอร์โคเนีย เช่น อะลูมินาหรือมุลไลต์ หากกระจายอยู่ในเนื้อหลักที่เป็นอะลูมินาโดยทั่วไปจะเรียกว่า Zirconia Toughened Alumina (ZTA) หรือหากเซอร์โคเนียถูกกระจายอยู่ในเนื้อหลักซึ่งเป็นมุลไลต์ก็จะถูกเรียกว่า Zirconia Toughened Mullite (ZTM)

2.5 กระบวนการเกิดความเหนียวของเซอร์โคเนีย

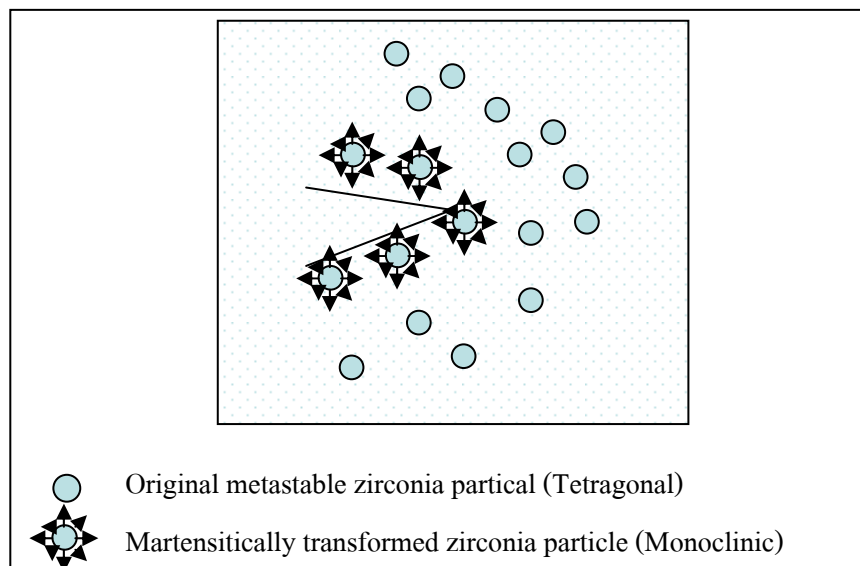
2.5.1 กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

คือ การเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ โดยทั่วไปแล้วเมื่อทำการลดอุณหภูมิหลังจากการเผาพูนิก เซอร์โคเนียจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ที่อุณหภูมิประมาณ 1200°C อย่างไรก็ตาม เซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคเล็กหรือถูกบังคับโดยวัฏภาคหลัก (เช่น เซอร์โคเนียที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของอะลูมินา) เซอร์โคเนียเหล่านี้จะสามารถคงตัวอยู่ในสภาวะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ ได้ กระบวนการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวัฏภาคนี้อาจเริ่มขึ้นเมื่อ มีรอยร้าวเกิดขึ้นภายในชิ้นงาน รอยร้าวที่เกิดขึ้น

นี้จะส่งผลทำให้บริเวณที่มีรอยร้าวเกิดแรงเค้น ซึ่งพลังงานส่วนนี้จะทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสถานะอูปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนกลับไปอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้อาจจะทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตร โดยจะขยายตัวประมาณ 3% ส่งผลให้เกิดแรงกดบริเวณปลายของรอยร้าว จึงทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้

ตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการเกิดความเหนียวนี้คือ ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เซอร์โคเนียจะมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคเนื่องจากแรงเค้นที่เกิดโดยรอยร้าวขนาดหนึ่งเท่านั้น ซึ่งจะเรียกขนาดนี้ว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) ถ้าอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กไปกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะไม่ยอมเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวขึ้นในชิ้นงาน แต่ถ้าเซอร์โคเนียมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนวัฏภาคเองโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดวิกฤตนี้จะถูกกำหนดโดย การบังคับของวัฏภาคหลัก และธรรมชาติของเซอร์โคเนียเอง (R. Stevens, 1986)

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



รูปที่ 2.7 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค (R. Stevens, 1986)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

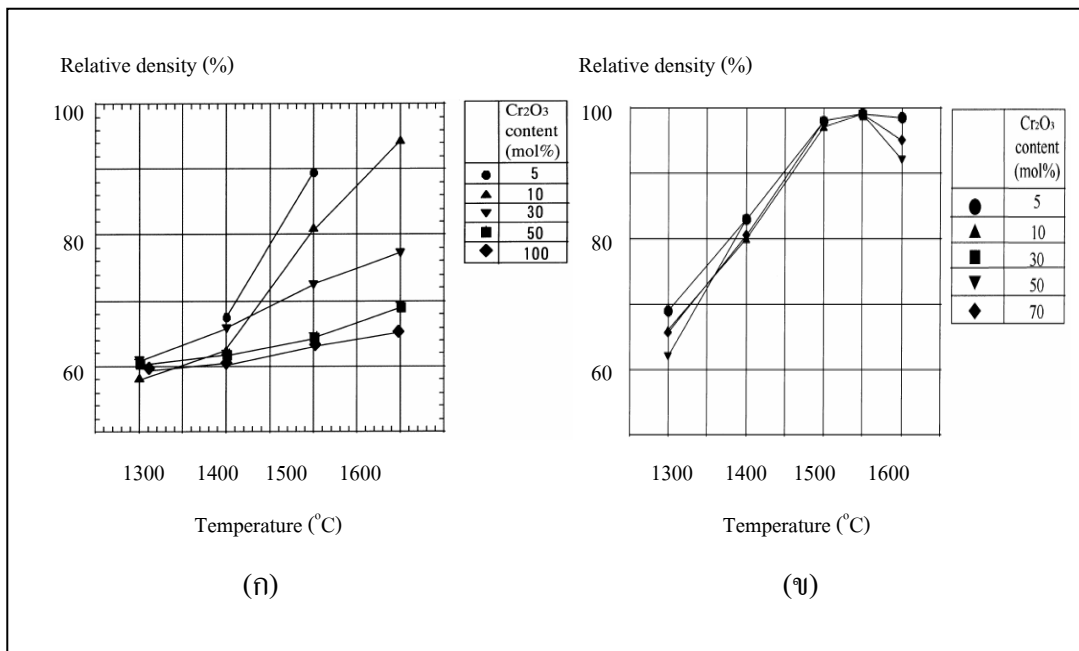
มีนักวิจัยหลายกลุ่มได้พยายามที่จะปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้วยการทำอะลูมินาเป็นวัสดุเชิงประกอบโดยการเติมสารเติมแต่งสมบัติเชิงกล (Additive)

อย่างที่ได้อธิบายไปแล้วว่า โครเมียมั้นเป็นสารประกอบทางเซรามิกที่มีการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรมหลายอย่าง ยกตัวอย่างเช่น ใช้เป็นเครื่องมือตัดแต่ง (Cutting Tools) รวมถึงใช้เป็นวัสดุขัดถู (Abrasive) และเป็นสื่อเกราะกันกระสุน เป็นต้น และมีงานวิจัยจำนวนมากที่ได้มีการทำการศึกษาเพื่อที่จะปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาโดยใช้โครเมียม

Takehiko Hirata et al. (2000) ได้ศึกษาผลการ Sintering ของระบบ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ ซึ่งทำการศึกษาโดยการเติม Cr_2O_3 ใน %mol ที่แตกต่างกันคือ 5 10 30 และ 50%mol Cr_2O_3 ลงไปใน Al_2O_3 จากนั้นนำมาเผาผนึก ที่อุณหภูมิแตกต่างกันคือ 1300 1400 1500 และ 1600°C ตามลำดับ ในบรรยากาศปกติและสุญญากาศ ผลการทดลองที่ได้พบว่า การเผาผนึกในบรรยากาศปกติ Cr_2O_3 จะเปลี่ยนรูปเป็นก๊าซ CrO_3 ระบายออกมาเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นซึ่งเป็นไปตามสมการ (2.4)

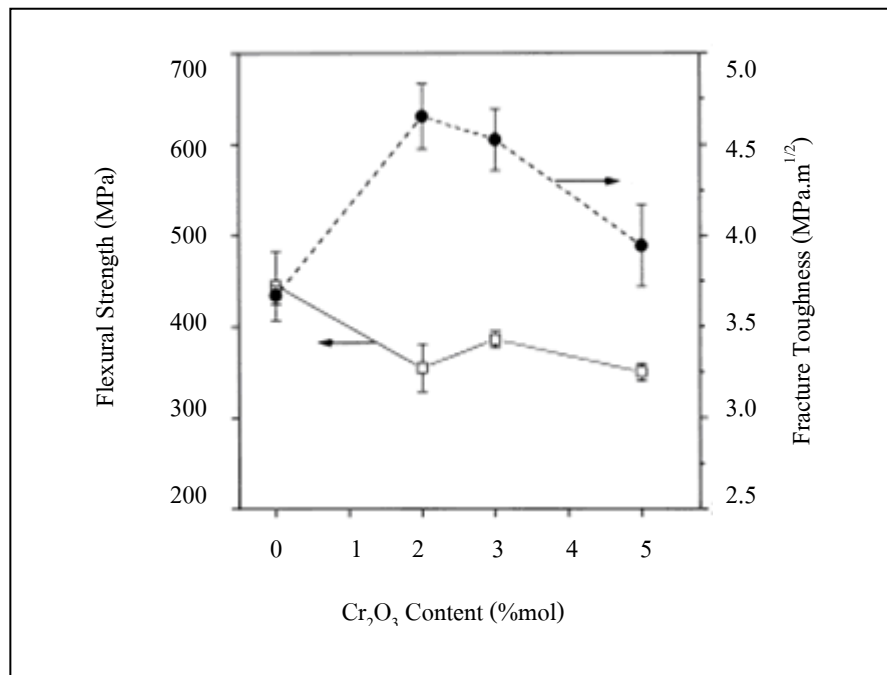


ซึ่งมีผลทำให้ Microstructure ที่ได้มีลักษณะหยาบ (Coarsening) และมีรูพรุนมาก และเมื่อทำการเผาผนึกในบรรยากาศสุญญากาศ Microstructure ที่ได้จะมีปริมาณรูพรุนลดลง ส่วนอุณหภูมิในการเผาผนึกที่สูงขึ้นจะมีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นและมีการหดตัวลดลง ในขณะที่ปริมาณ Cr_2O_3 เพิ่มขึ้นความหนาแน่นจะต่ำและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึก



รูปที่ 2.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของวัสดุ Al₂O₃-Cr₂O₃ เซรามิก ที่อุณหภูมิต่าง ๆ (ก) บรรยากาศปกติ (ข) บรรยากาศสุญญากาศ (Takehiko Hirata et al., 2000)

Doh-Hyung Riu et al. (2000) ได้ศึกษาผลการเติม Cr₂O₃ ลงไปใน Al₂O₃ เพื่อดูผลการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกลของ Al₂O₃ โดยการเติม Cr₂O₃ ใน %mol ที่แตกต่างกันไปคือ 0 2 5 และ 10%mol จากนั้นนำแต่ละตัวอย่างไปทำการขึ้นรูปด้วยวิธี hot press ด้วยความดัน 40 MPa และเผาผืนที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลที่ได้พบว่า Cr₂O₃ ที่เติมเข้าไปนั้นจะทำให้ค่าความแข็งแรงลดลง ในขณะที่ค่าความแข็งและความเหนียวจะมีค่าเพิ่มขึ้น แต่ถ้าเติม Cr₂O₃ ในปริมาณที่มากจนเกินไปก็จะทำให้สมบัติทางกลของ Al₂O₃ ลดลง ซึ่งสาเหตุนี้เกิดจากความผิดปกติของเกรน ซึ่งเกรนโตและมีลักษณะรูปร่างเป็น Platelike เกิดจาก Cr ions ที่อยู่ผิวของ Al₂O₃ ที่อยู่ติดกับ Cr₂O₃ จะมี Cr ions จำนวนมาก ส่งผลให้เกรนโตอย่างรวดเร็วและบริเวณ Boundary มีลักษณะไม่พอดีกัน (Misfit) โดย %mol Cr₂O₃ ที่เหมาะสมที่สุดจะอยู่ที่ Al₂O₃+ 2%mol Cr₂O₃ ซึ่งเมื่อเติมเข้าไปแล้วจะมีค่าความเหนียวประมาณ 4.7 MPa.m^{1/2} และมีค่าความแข็งประมาณ 1738 Kg/mm²



รูปที่ 2.9 แสดงค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ Al_2O_3 ที่ %mol ของ Cr_2O_3 ที่แตกต่างกัน (Doh-Hyung Riu et al., 2000)

K. Shibata et al. (1997) ได้ศึกษาผลของสมบัติทางกลของ Al_2O_3 - Cr_2O_3 โดยการเติม Al_2O_3 ใน %mol ที่แตกต่างกัน คือ 0 5 10 15 20 และ 25%mol จากนั้นนำแต่ละตัวอย่างไปทำการขึ้นรูปด้วยวิธี HIP ภายใต้อุณหภูมิ 196 MPa และเผาเหนียวที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่าค่าความแข็งแรงและความเหนียวที่วัดได้ มีค่าเพิ่มขึ้นไม่มากนักประมาณ 23.4 GPa และ $4.0 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ส่วนค่าความแข็งแรงจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ %mol Al_2O_3 เพิ่มขึ้น โดยสูงสุดจะอยู่ที่ 25%mol Al_2O_3 จะมีค่าประมาณ 380 MPa ซึ่งเกิดจาก Al_2O_3 ที่เติมเข้าไปจะมีผลทำให้ Cr_2O_3 มีขนาดของเกรนลดลง จึงทำให้ความแข็งแรงมีค่าสูงขึ้น

อย่างไรก็ตามจากการศึกษาระบบอะลูมินา-โครเมีย (Al_2O_3 - Cr_2O_3) นั้น พบว่าการเติมโครเมีย (Cr_2O_3) ลงไปสามารถที่จะทำให้อะลูมินามีสมบัติทางกลที่ดีขึ้นได้จริง (ดังแสดงในตารางที่ 2.1) แต่ก็พบว่ายังมีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทำเป็นเกราะกันกระสุน กล่าวคือ โครเมียที่เติมลงไป อะลูมินานั้นสามารถทำให้ความเหนียวเพิ่มขึ้นได้เล็กน้อย

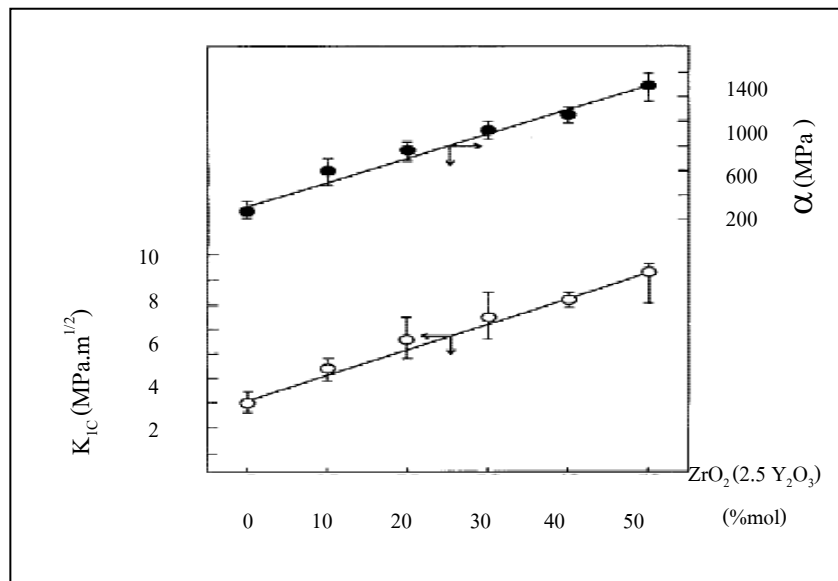
ตารางที่ 2.1 แสดงผลสรุปสมบัติทางกลที่ได้จากการศึกษาระบบ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ ของงานวิจัยต่าง ๆ

ผลงานวิจัย	Materials	Composition (%mol)	Mechanical properties		
			K_{IC} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	MOR (MPa)	Hv (GPa)
Doh-Hyung Riu	Al_2O_3	100	3.7	455	16.81
K. Shibata	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}_2\text{O}_3$	25/75	4.0	380	23.40
Doh-Hyung Riu	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}_2\text{O}_3$	98/2	4.7	355	17.38

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้นำ เซอร์โคเนีย (ZrO_2) มาใช้เป็นสารเติมแต่งสมบัติด้านความเหนียวให้แก่ อะลูมินา-โครเมียมเซรามิก เนื่องจากเซอร์โคเนียมีสมบัติด้านความเหนียวที่เด่นกว่าเซรามิกชนิดอื่น ๆ ดังจะเห็นได้จาก มีงานวิจัยจำนวนมากได้ใช้เซอร์โคเนียเป็นสารเติมแต่งสมบัติด้านความเหนียว

W. H Tuan et al. (2002) ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงสมบัติทางกลของ Al_2O_3 โดยการเติม ZrO_2 ในปริมาณที่แตกต่างกัน คือ 0 5 7.5 10 12.5 และ 15%vol ZrO_2 จากนั้นนำมาทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Pressureless Sintering ด้วยความดัน 44 MPa และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่า ZrO_2 ที่เติมเข้าไปสามารถที่จะปรับปรุง Al_2O_3 ให้มีสมบัติทางกลที่ดีขึ้นได้ โดยที่ %vol ZrO_2 ที่ให้ค่าสูงที่สุดจะอยู่ที่ 12.5%vol ZrO_2 คือเมื่อเติมเข้าไปแล้วจะมีค่าความแข็งแรงประมาณ 575 MPa และมีค่าความเหนียว ประมาณ $5.8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

Yoshihiko Takano et al. (1998) ได้ทำการศึกษาสมบัติทางกลของ $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(2.5\text{Y}_2\text{O}_3)$ โดยการเติม ZrO_2 ในปริมาณที่แตกต่างกัน คือ 0 9.75(0.25 Y_2O_3) 19.5(0.5 Y_2O_3) 29.25(0.75 Y_2O_3) 39.0(1.0 Y_2O_3) และ 48.75(1.25 Y_2O_3) ทำการขึ้นรูปด้วยวิธี SPS ด้วยความดัน 30 MPa และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่า ที่ %mol $\text{ZrO}_2(2.5\text{Y}_2\text{O}_3)$ มากขึ้น ค่าความแข็งแรงจะลดลง ในขณะที่ความเหนียวและความแข็งแรงมีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่ 48.75(1.25 Y_2O_3) จะให้ค่าสูงที่สุดคือ $9.3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ และ 1290 MPa ตามลำดับ



รูปที่ 2.10 แสดงค่าการปรับปรุงสมบัติความเหนียวและค่าความแข็งแรงของแต่ละตัวอย่าง โดยการใช้เซอร์โคเนีย (Yoshihiko Takano et al., 1998)

L. Pla Zanet et al. (1999) ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงสมบัติทางกลของ NiAl โดยการเติม ZrO₂ กับ SiC ที่ %vol ที่แตกต่างกันคือ 0 5 10 15 และ 30%vol จากนั้น นำแต่ละตัวอย่างมาทำการขึ้นรูปด้วยวิธี hot press ด้วยความดัน 30 MPa และเผาที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 นาที ผลการทดลองที่ได้พบว่า SiC ที่เติมเข้าไปนั้นสามารถช่วยปรับปรุงค่าความแข็งแรงของ NiAl ได้ ส่วน ZrO₂ ที่เติมเข้าไปนั้นสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติความแข็งแรง และความเหนียวได้โดยที่ 15%vol ZrO₂ จะให้ค่าความแข็งแรง และความเหนียวสูงที่สุดคือ 735 MPa และ 11.3 MPa.m^{1/2} ตามลำดับ

Sui Lin Shi et al. (2007) ได้ทำการศึกษาการเพิ่มความเหนียวของ Ti₃SiC₂ โดยการเติม 3Y-TZP โดยได้ทำการทดลองโดยการเติม 3Y-TZP ที่ 0 10 30 และ 50%vol 3Y-TZP จากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยวิธี SPS ด้วยความดัน 50 MPa และเผาที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 5 นาที จากผลการทดลองที่ได้พบว่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเมื่อ %3Y-TZP เพิ่มขึ้น ส่วนที่ 30%vol 3Y-TZP ค่าความเหนียวจะมีค่ามากที่สุดประมาณ 11.94 MPa.m^{1/2} ส่วนค่าความแข็งแรงจะมีค่าลดลงเมื่อ %3Y-TZP เพิ่มขึ้น

ซึ่งจากการศึกษางานวิจัยต่าง ๆ พบว่าเซอร์โคเนียนั้นมีสมบัติเด่นในการช่วยปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบทั้งนี้ก็ขึ้นอยู่กับปริมาณวิฏภาค และอุณหภูมิการเผาที่ที่เหมาะสม

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมด แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
Particle Size Analyzer	Malvern	Mastersizer S
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Ball Mill	P.S.C.M.	-
Dryer	ELE	Model SDO 225E1
Vibrator/Shaker	Retsch	AS200
Compression Machine (200 tons)	ELE	ADR2000
Vernier	Mitutoyo	Diamond
High Temperature Furnace (1800°C)	Labquip	Vecstar/VF2
Microhardness Tester	Wilson	450SVD CK-AH
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

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminum Oxide	CA 5 M	Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.
	Chromium Oxide	-	Carlo Erba Regenti
สารเติมแต่งสมบัติ	Zirconium Oxide	m-ZrO ₂	Riedel-de Haen
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Tapioca Starch	Premium Quality	Kriangkrai LTD., Part
สาร Starbilizer	Yttrium Oxide	-	Riedel-de Haen

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide Powder)

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

3.2.2 ผงโครเมียมออกไซด์ (Chromium Oxide Powder)

ผงโครเมียมออกไซด์ (โครเมียม) สูตรเคมี Cr₂O₃ เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงานเซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย โครเมียมร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก แอมโมเนียมร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก คลอไรด์ร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก ตะกั่วร้อยละ 0.002 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก Water - soluble matter ร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนักและมลทินอื่น ๆ ร้อยละ 1.718 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก บริษัท คาโร เอบรา รีเจนต์ จำกัด)

3.2.3 ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder)

ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (เซอร์โคเนีย) สูตรเคมี ZrO₂ เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงานเซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย เซอร์โคเนียร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก ไททานเนียมร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.03 โดยน้ำหนัก และมลทินอื่น ๆ ร้อยละ 0.37 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เคอ ฮัท จำกัด)

ตารางที่ 3.3 แสดงค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น

องค์ประกอบทางเคมี	อะลูมินา (%wt)*	โครเมียม (%wt)**	เซอร์โคเนีย (%wt)***
Al ₂ O ₃	95.0	-	-
Cr ₂ O ₃	-	98.0	-
ZrO ₂		-	99.0
SiO ₂	0.2	-	0.3
SO ₄	-	0.01	0.2
Fe	-	0.05	0.03
Fe ₂ O ₃	0.02	-	-
Na ₂ O	0.3	-	-
CaO	0.1	-	-
NH ₄	-	0.01	-
Cl	-	0.002	-
Ti	-	-	0.1
Water-soluble matter	-	0.2	-
อื่น ๆ	4.38	1.718	0.37

หมายเหตุ: * ข้อมูลจาก Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd

** ข้อมูลจาก บริษัท คาโร เอบรา รีเจนต์ จำกัด

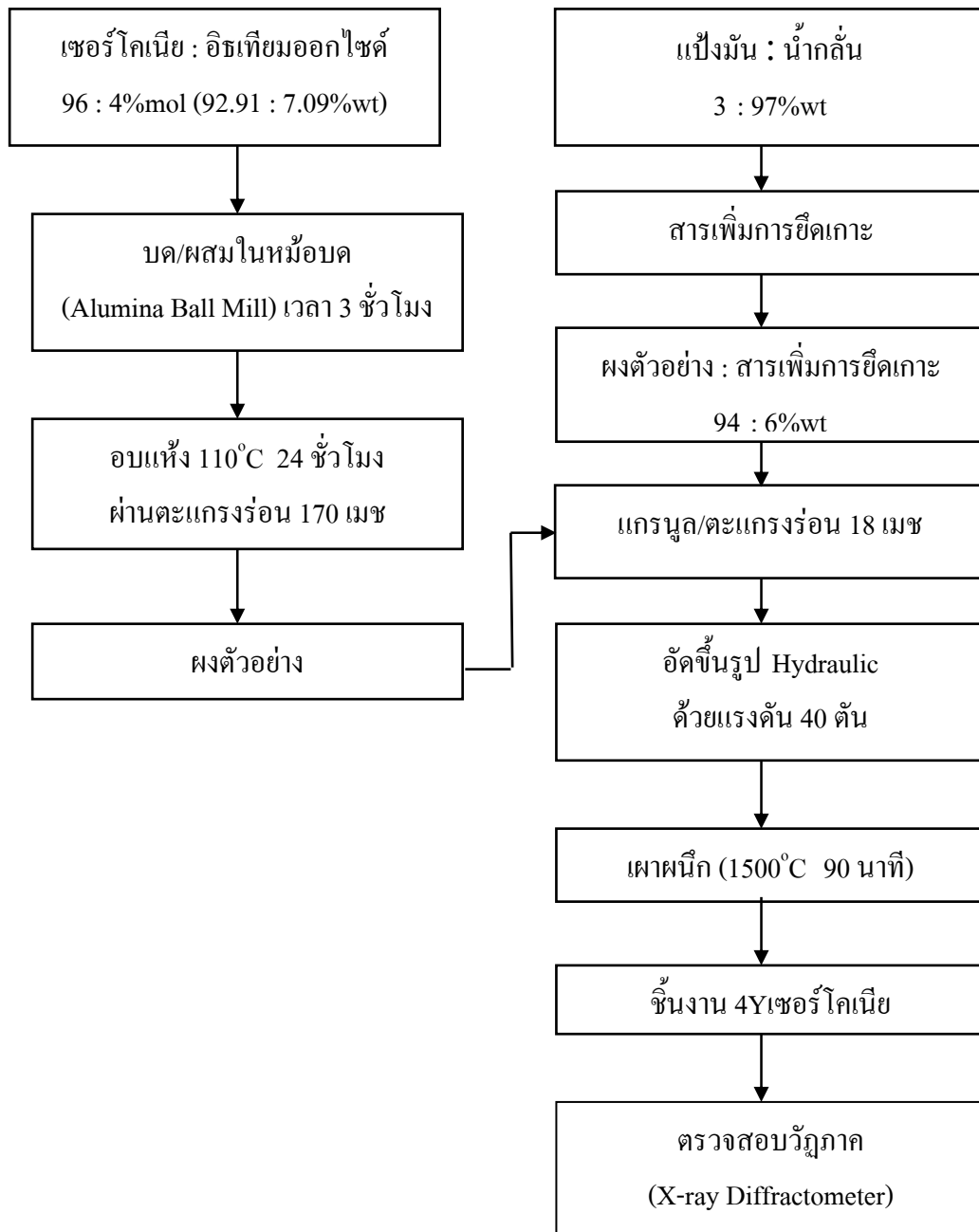
*** ข้อมูลจาก บริษัท รีเดอร์ เดอ ฮัท จำกัด

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การทดลองเบื้องต้น

3.3.1.1 การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

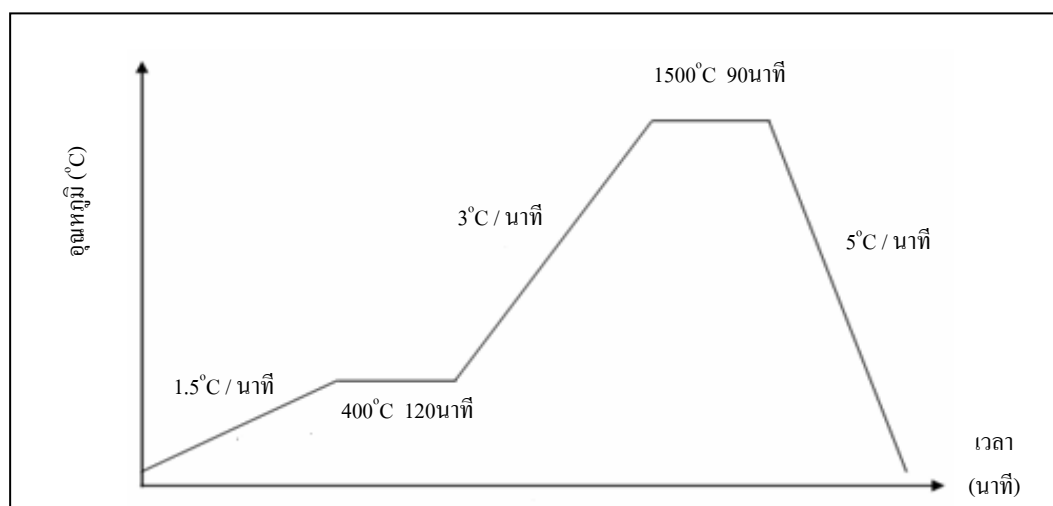
ขั้นตอนและวิธีการ Stabilize เซอร์โคเนีย แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

3.3.1.2 การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

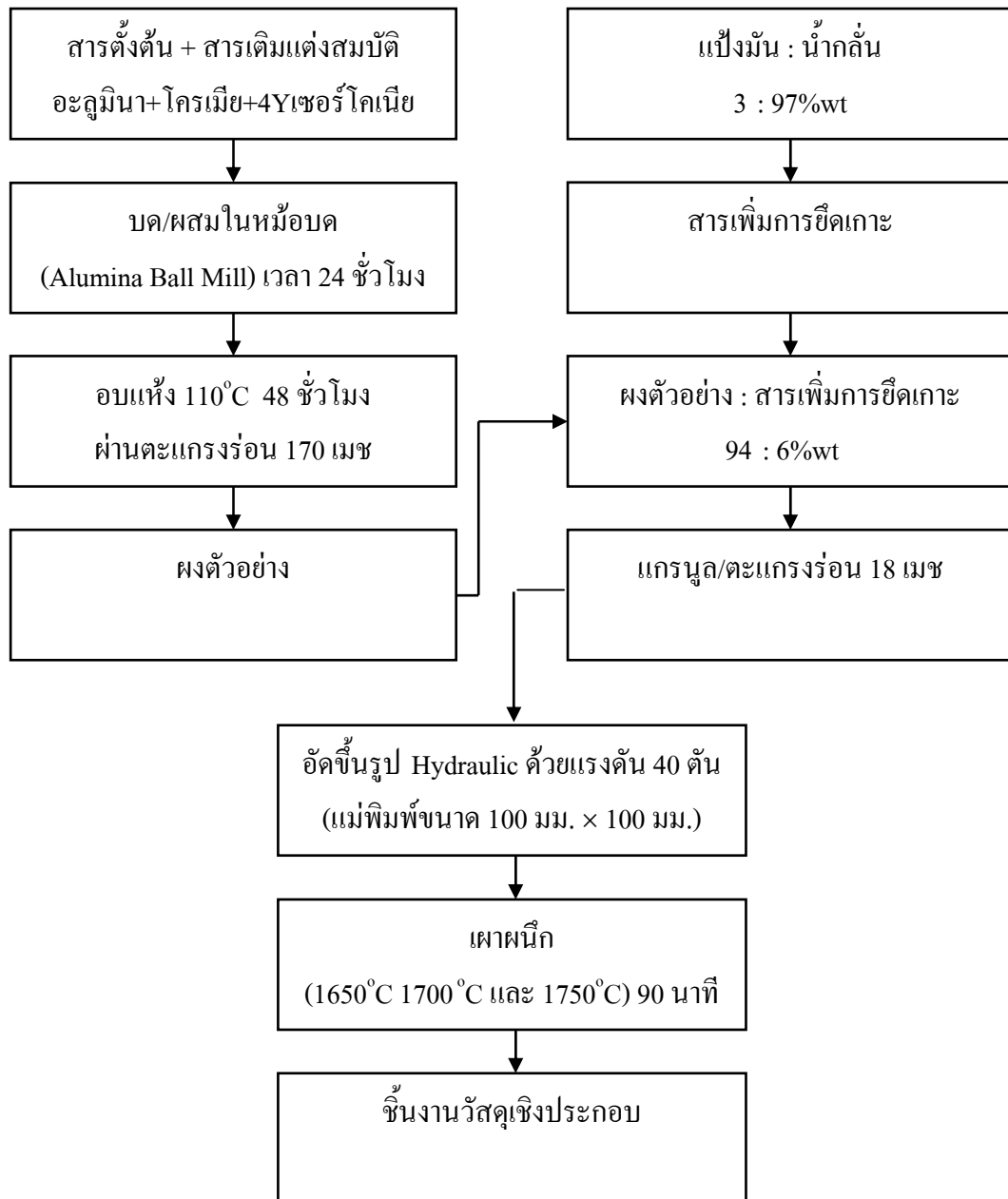
- 1) นำเซอร์โคเนียมาผสมแบบเปียกในหม้อบดกับอิธเทียมออกไซด์จนเข้ากันในอัตราส่วน 96 : 4% โมล (92.91 : 7.09%wt) โดยใช้เวลาบดผสม 3 ชั่วโมง
- 2) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบด แล้วร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh)
- 3) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและแป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว
- 4) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 2. มาผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 3. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 6 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูลง่ายต่อการขึ้นรูป
- 5) นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกโดยใช้แรงอัด 40 ตัน แม่พิมพ์อัดขนาด 100 x 100 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C โดยใช้เวลาเผาแชน์ 90 นาที
- 6) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผานี้ที่ได้จากข้อ 5. มาทำการบดแห้งด้วยโกร่งแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช (Mesh) จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปทำการตรวจสอบวัฏภาคด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer



รูปที่ 3.2 กราฟแสดงข้อมูลในการเผานี้กแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

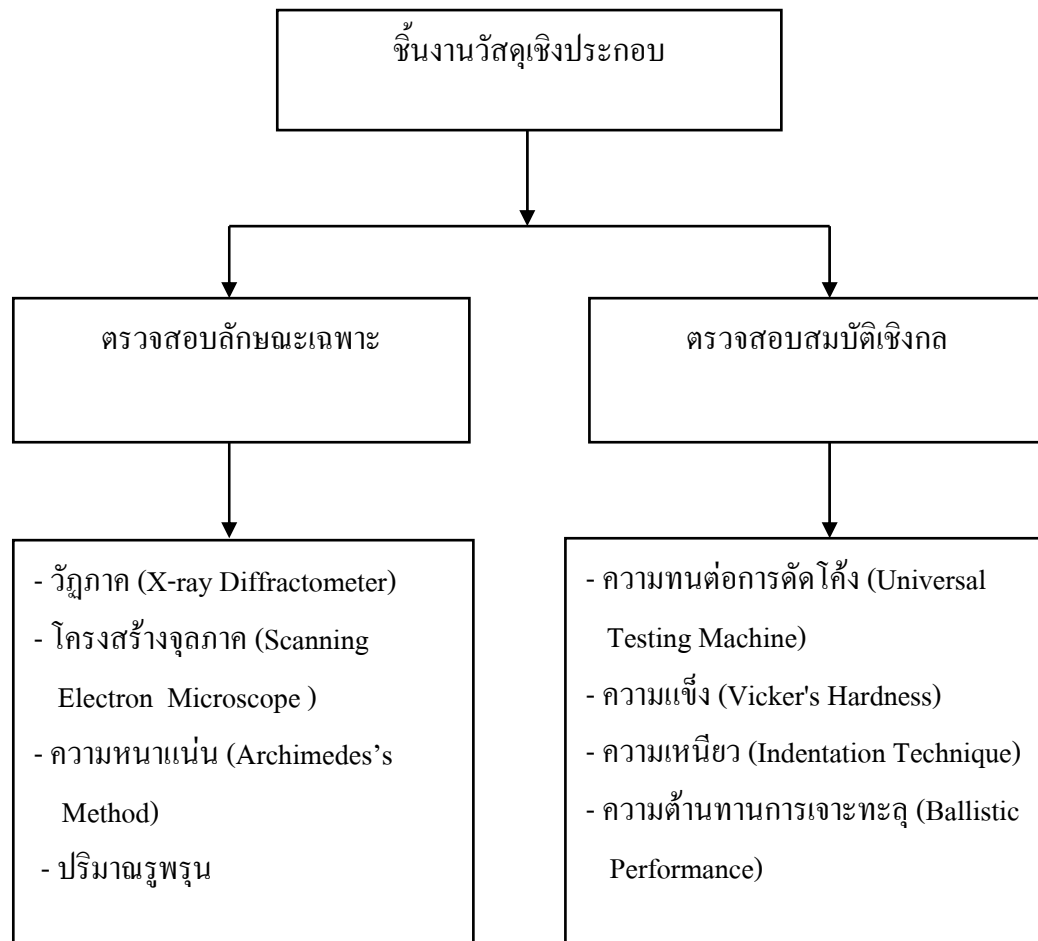
3.3.2 การทดลองในงานวิจัย

ขั้นตอนและวิธีการทดลองแบ่งเป็น 2 การทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 3.3 และรูปที่ 3.5

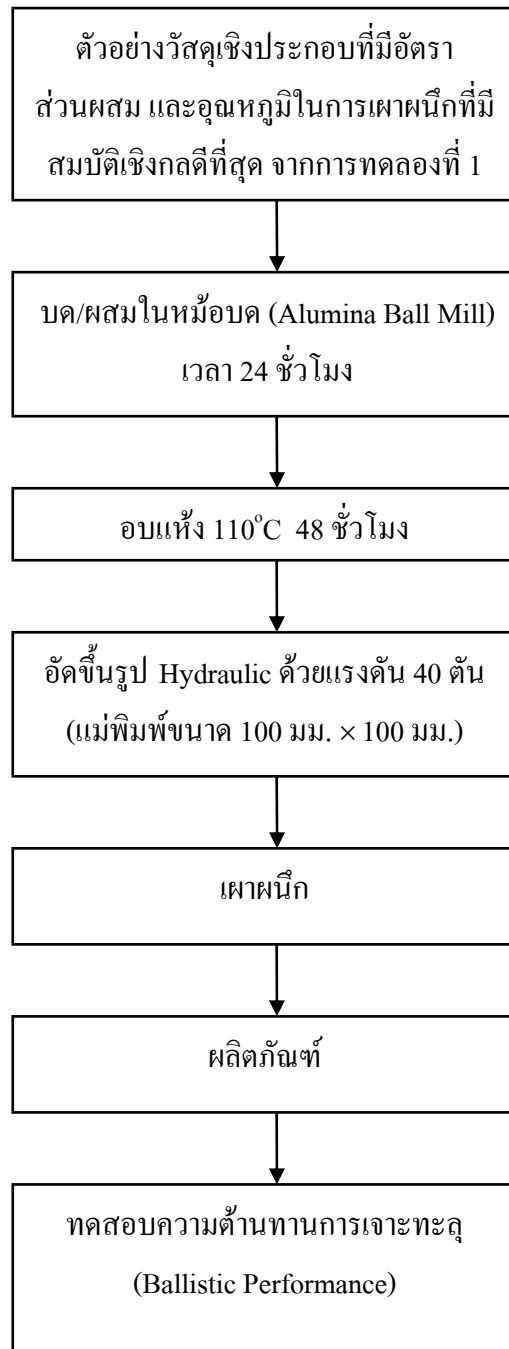


รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 1

หลังจากนั้นนำชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ได้จากกระบวนการเตรียมในรูปที่ 3.3 จะนำมาตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แสดงการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 2

จากรูปที่ 3.3 - 3.5 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.3 การออกแบบการทดลอง

การทดลองที่ 1 เป็นการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้น ซึ่งได้แก่ อะลูมินาและโครเมียม ต่อสารเติมแต่งสมบัติ ซึ่งได้แก่ เซอร์โคเนีย ที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลซึ่งได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็ง ความเหนียว และความต้านทานการเจาะทะลุ ที่เหมาะสมที่สุดต่อการใช้งาน โดยตัวแปรคือ ปริมาณของเซอร์โคเนีย ที่เติมลงในอะลูมินา และอุณหภูมิในการเผาพูนิก ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารเติมแต่ง และอุณหภูมิในการเผาพูนิก ของการทดลองที่ 1

รหัสตัวอย่าง	สารตั้งต้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		สารเติมแต่ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	4Y-ZrO ₂		
A1650	100	0	0	1650	90
AC1650	97	3	0		
AC2Z1650	95	3	2		
AC4Z1650	93	3	4		
AC6Z1650	91	3	6		
A1700	100	0	0	1700	90
AC1700	97	3	0		
AC2Z1700	95	3	2		
AC4Z1700	93	3	4		
AC6Z1700	91	3	6		
A1750	100	0	0	1750	90
AC1750	97	3	0		
AC2Z1750	95	3	2		
AC4Z1750	93	3	4		
AC6Z1750	91	3	6		

การทดลองที่ 2 เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ โดยการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีอัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาผนึก ที่ทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบดีที่สุดจากการทดลองที่ 1 นำมาทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุ (Ballistic Performance) โดยมีตัวแปรคือ ความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีค่าเท่ากับ 6 และ 8 มิลลิเมตร ตามลำดับ

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

3.3.4.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ: Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd.

วิธีการทดสอบ

- 1) ชั่งผงตัวอย่างโดยการสุ่มปริมาณ 2 กรัม
- 2) เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
- 3) เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic bath)

เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.6 แสดงเครื่อง Particle Size Analyzer

3.3.4.2 การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส (Phase Analysis)

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

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

วิธีการทดสอบ

- 1) โปรมองตัวอย่างลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (Sample holder)
 - 2) ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่างให้เรียบแน่น
 - 3) นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์
- สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator tension	=	40 KV
Generator current	=	40 mA
Start angle	=	20°
End angle	=	70°
Time per step	=	0.1s
Step size	=	0.02°



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่อง X-ray diffraction, XRD

3.3.5 การเตรียมแผ่นตัวอย่าง

1) นำผงอะลูมินา มาบดผสมกับโครเมียมปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นสารตั้งต้น และสารเติมแต่งสมบัติซึ่งจะใช้ (4Y)เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 0-6 โดยน้ำหนัก ดังแสดงในตารางที่ 3.4 ทำการบดผสมด้วย Ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

3) หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบดแห้งด้วยโกร่ง เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกันแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh) แล้วจะได้ผงตัวอย่างที่มีขนาดเล็กกว่า 90 ไมครอน

4) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและแป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว

5) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 3. มาบดผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 4. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 6 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูล ง่ายต่อการขึ้นรูป

6) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 5. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Compression Machine, 200 tons ของบริษัท ELE International) ดังรูปที่ 3.8 โดยใช้แรงอัด 40 ตันแม่พิมพ์อัดขนาด 100 x 100 มิลลิเมตร ซึ่งจะอัดให้แผ่นตัวอย่างมีความหนา 10 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.8 แสดงเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 200 ตัน

3.3.6 การเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

นำแผ่นตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.5 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูงเพื่อทำให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : High Temperature Furnace (1800°C) ของบริษัท Labquip

สถานะที่ใช้ในการทดลอง

ช่วงที่ 1

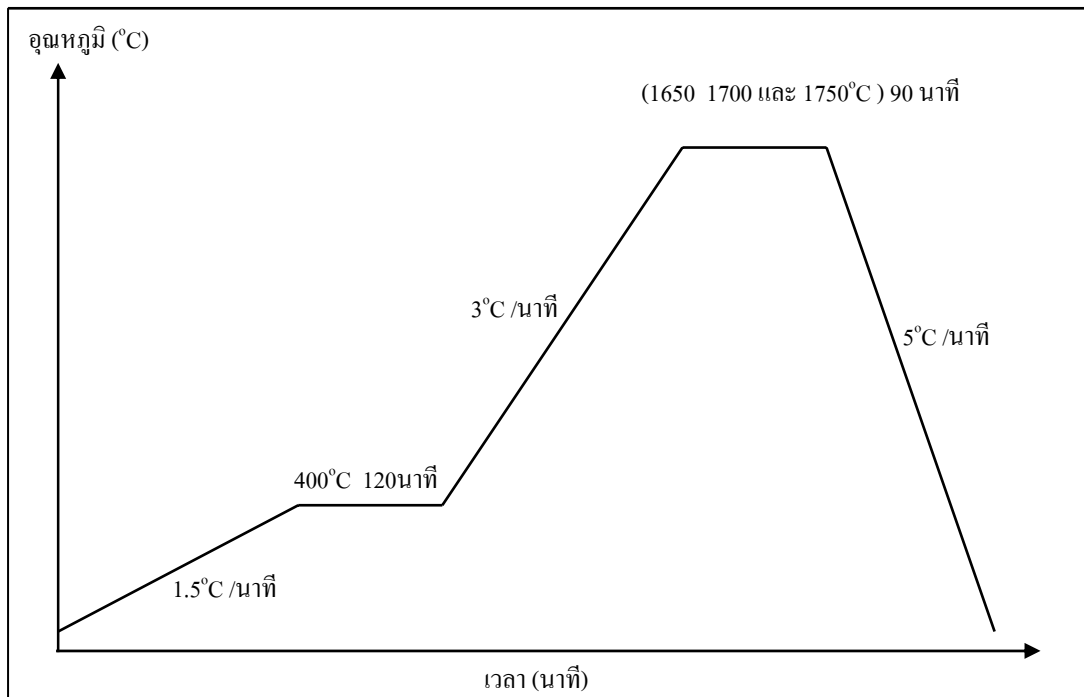
อุณหภูมิ	=	400 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	1.5 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

ช่วงที่ 2

อุณหภูมิ	=	1650 1700 และ 1750 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	3 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	90 นาที

ช่วงที่ 3

อุณหภูมิ	=	50 องศาเซลเซียส
อัตราการลดลงของอุณหภูมิ	=	5 องศาเซลเซียส/นาที
บรรยากาศ	=	ปกติ



รูปที่ 3.9 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาไหม้แผ่นตัวอย่าง

3.3.7 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

การทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88

วิธีการทดสอบความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาไหม้ไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (W_D)
- 2) นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแวนลอยในน้ำ (W_{SS})

4) นำตัวอย่างที่ผ่านการซั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาซั่งน้ำหนักอิมมัวในน้ำ (W_s) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาด แล้วซั่งน้ำส่วนเกินที่ผิวออกแล้วจึงทำการซั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

5) การคำนวณหาความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของตัวอย่าง

$$\text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} = \frac{W_s - W_{ss}}{\rho}$$

ρ คือ ความหนาแน่นของน้ำ เท่ากับ 1 g/cm^3

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk Density)} = \frac{W_D}{V}$$

$$\text{ปริมาณรูพรุน (Apparent Porosity)} = \frac{(W_s - W_D)}{V} \times 100$$

3.3.8 การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง (Bending Strength)

ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

1) การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ $10 \times 100 \times 10$ (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (Low Speed Diamond Saw)

- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบสถานะที่ใช้ในการเตรียม

ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว

$$\text{ความเร็วรอบ} = 150 \text{ รอบ/นาที}$$

$$\text{น้ำหนักกดตัด} = 150 \text{ กรัม}$$

ใช้น้ำหล่อเย็นขณะตัด

2) การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

นำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

$$\text{ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจตุรกรรับตัวอย่าง} = 2 \text{ มิลลิเมตร}$$

$$\text{ความกว้างของจตุรกรรับตัวอย่าง (Support span)} = 50 \text{ มิลลิเมตร}$$

ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead speed)	=	0.1 มิลลิเมตร/นาที
จำนวนตัวอย่าง	=	15 ตัวอย่าง
ทดสอบซ้ำตัวอย่างละ	=	3 ครั้ง
ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง		
การคำนวณความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)		

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

โดย MOR = ความทนต่อการตัดโค้งของชิ้นงาน
P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก
L = ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง
b = ความกว้างของตัวอย่าง
d = ความสูงของตัวอย่าง
การคำนวณค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-2)

$$\bar{X} = \sum X / N \quad (3-2)$$

โดย \bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง
 $\sum X$ = ผลรวมของความทนต่อการตัดโค้ง
N = จำนวนตัวอย่าง
การคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

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

โดย S.D. = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
 X_i = ค่าความทนต่อการตัดโค้งของตัวอย่าง

\bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการดัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

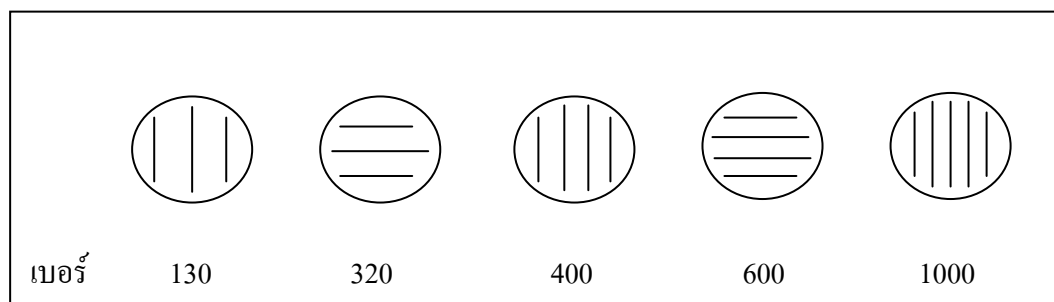
3.3.9 ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness Test)

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM E384-89

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด (เบอร์ 130-1000) ดังแสดงในรูปที่ 3.10 (เมื่อมีการเปลี่ยนกระดาษทรายต้องวางชิ้นงานให้ตัดกับรอยเดิมทุกครั้ง)



รูปที่ 3.10 แสดงการเรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด

2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนงานขัดแบบผ้า

3) ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4) ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

5) สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)

เวลากดแช่ = 15 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 5 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3-4)

$$Hv = 0.1891F / d^2 \quad (3-4)$$

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

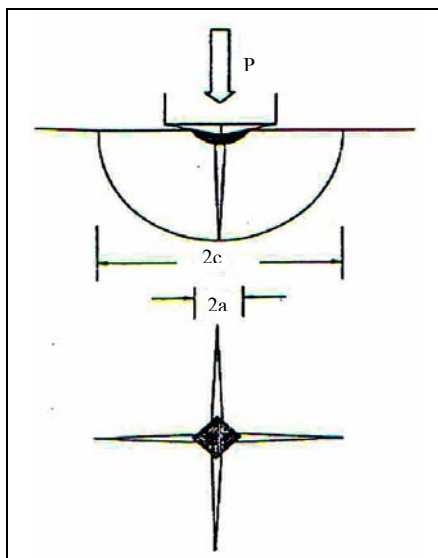
3.3.10 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของแอนทิสและคณะ (Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., and Marshall D.B., 1981) คำนวณได้จากสมการ (3-5)

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P / C^{3/2} \quad (3-5)$$

โดย K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว)
E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)
H = ค่าความแข็ง
P = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน
C = ความยาวรอยแตก/2
 ξ = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทชัน โดยการใช้หัตถกดแบบวิกเกอร์ของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004
สถานะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียวใช้สถานะเดียวกันกับการทดสอบความ

แข็งจุลภาค



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะรอยแตกและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Ansis et al., 1981)

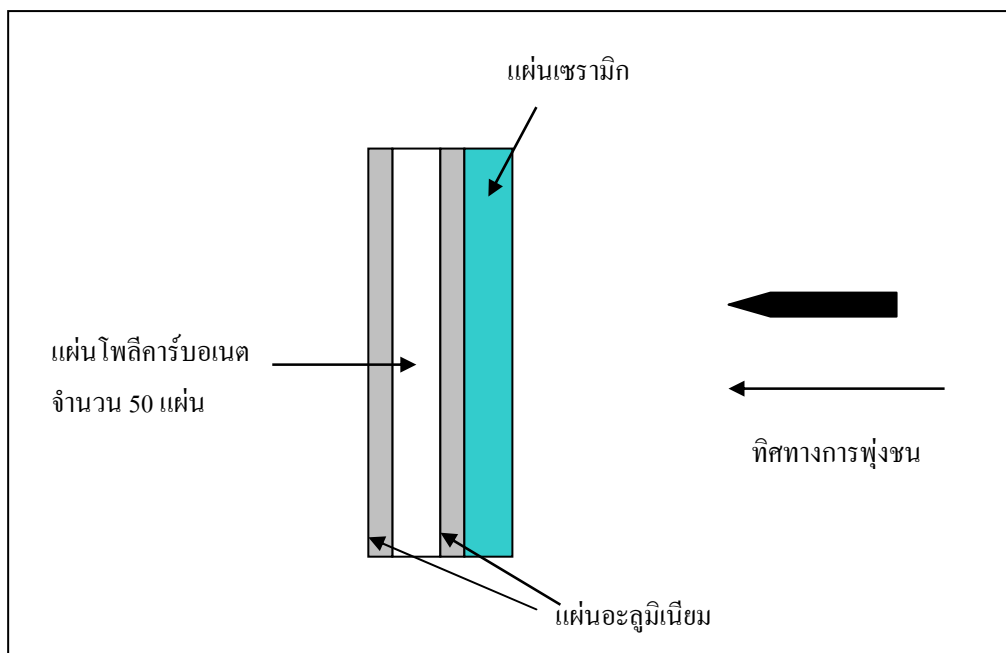
3.3.11 การทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุ (Ballistic Performance Testing)

การทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุนั้นจะทดสอบตามมาตรฐาน NIJ.0101.03 และ NIJ.0101.04

วิธีทดสอบ

1) เตรียมวัสดุ Backing Plate ซึ่งทำโดย การนำแผ่นอะลูมิเนียม ที่มีความหนา 1.38 มิลลิเมตร จำนวน 2 แผ่น มาปะกบด้านหน้าและหลังของแผ่น โพลีคาร์บอเนต (Polycarbonate) ที่มีความหนา 0.2 มิลลิเมตร จำนวน 50 แผ่น

2) นำแผ่นเซรามิกที่ได้จากงานวิจัยมาติดกับ Backing Plate ที่ได้จากข้อ 1. โดยใช้ Epoxy Resin เกรด High Strength ซึ่งตัวอย่างที่ได้จะแสดงดังรูปที่ 3.12

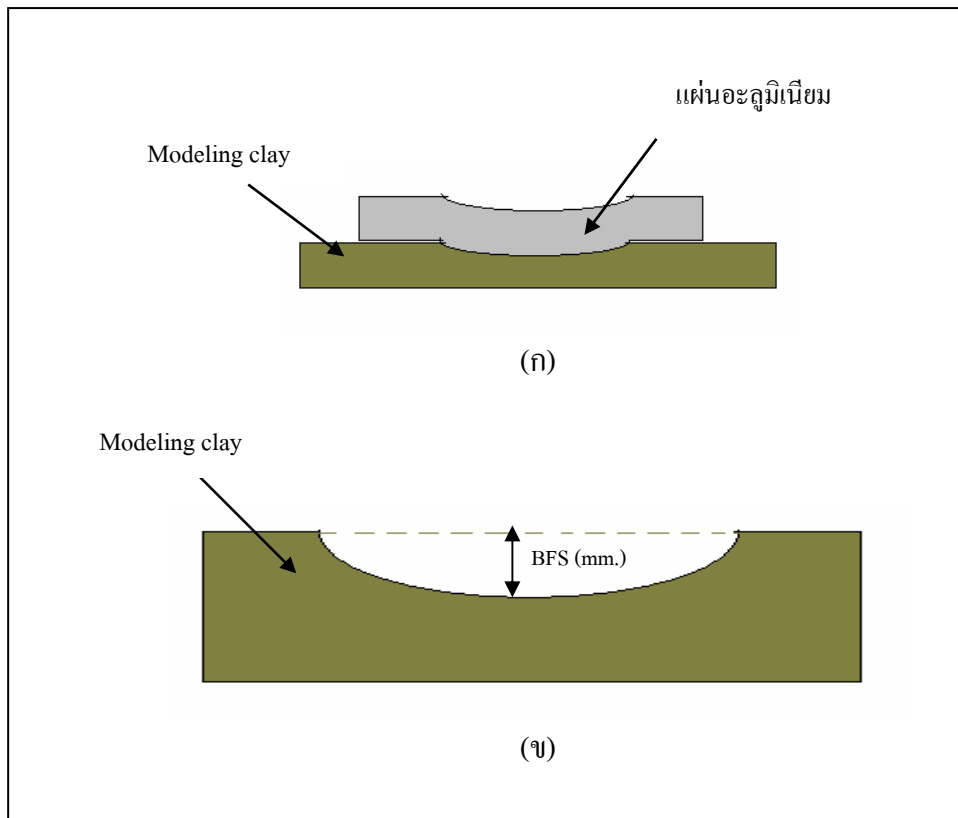


รูปที่ 3.12 แสดงตัวอย่างของวัสดุที่ใช้ในการทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุ

3) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 2. ไปทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุโดยใช้อาวุธปืน M16 A1 ใช้กระสุนขนาด 5.56 x 45 มิลลิเมตร ด้วยความเร็วประมาณ 900 เมตรต่อวินาที ที่ระยะการยิง 15 เมตร ตามมาตรฐาน NIJ ระดับ 3

4) นำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบจากข้อ 3. มาวัดการโป่งหลัง (Blunt Trauma) ซึ่งจะคิดค่าออกมาโดยเรียกว่า Back Face Signature (BFS) มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร

สำหรับการวัดค่า Back Face Signature (BFS) นั้นจะวัดโดยวิธี Modeling clay (E. Medvedovski, 2006) ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ซึ่งโดยทั่วไปตามมาตรฐาน NIJ จะยอมรับค่า BFS ได้ไม่เกิน 44 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.13 (ก) และ (ข) แสดงวิธีการวัดค่า BFS โดยวิธี Modeling clay

3.3.12 การหาค่าความเปราะ (Brittleness Factor)

การหาค่าความเปราะใช้เทคนิคของ J.B.Quinn (J.B.Quinn, 1997) คำนวณได้จากสมการ (3-6)

$$B = HE / K_{IC}^2 \quad (3-6)$$

โดย B = ค่าความเปราะ
 E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)
 H = ค่าความแข็ง
 K_{IC} = ค่าความเหนียว

3.3.13 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure Analysis)

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

3.3.13.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

- 1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด ดังแสดงตามรูปที่ 3.10
- 2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
- 3) ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
- 4) ขัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออก โดยใช้เครื่องสันสะเทือนคลื่นความถี่สูง
- 5) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (Ion Sputtering Device ของบริษัท JEOL)
- 6) นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปถ่ายรูปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.14 แสดงเครื่อง Ion Sputtering Device



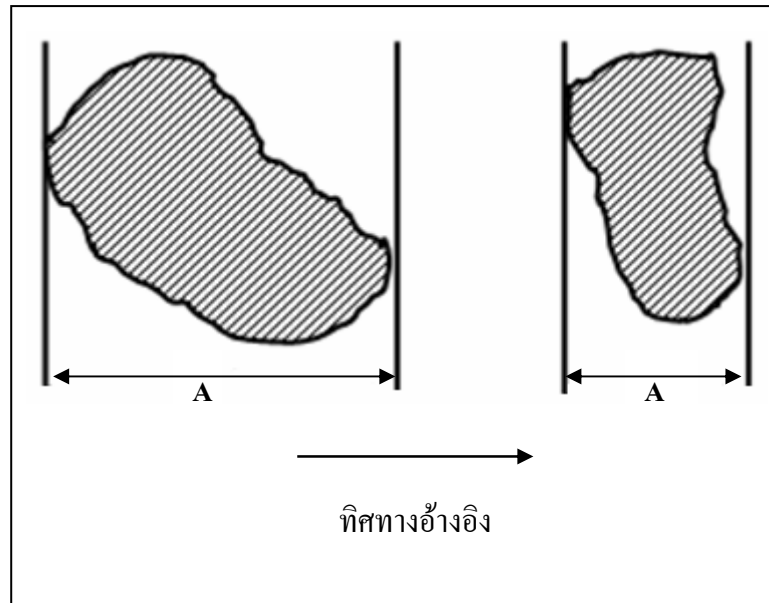
รูปที่ 3.15 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.13.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบจะทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.13.1

วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและเส้นสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของเกรนที่ต้องการวัดจากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของเกรนตามทิศทางนั้นตลอดดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์

บทที่ 4

ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

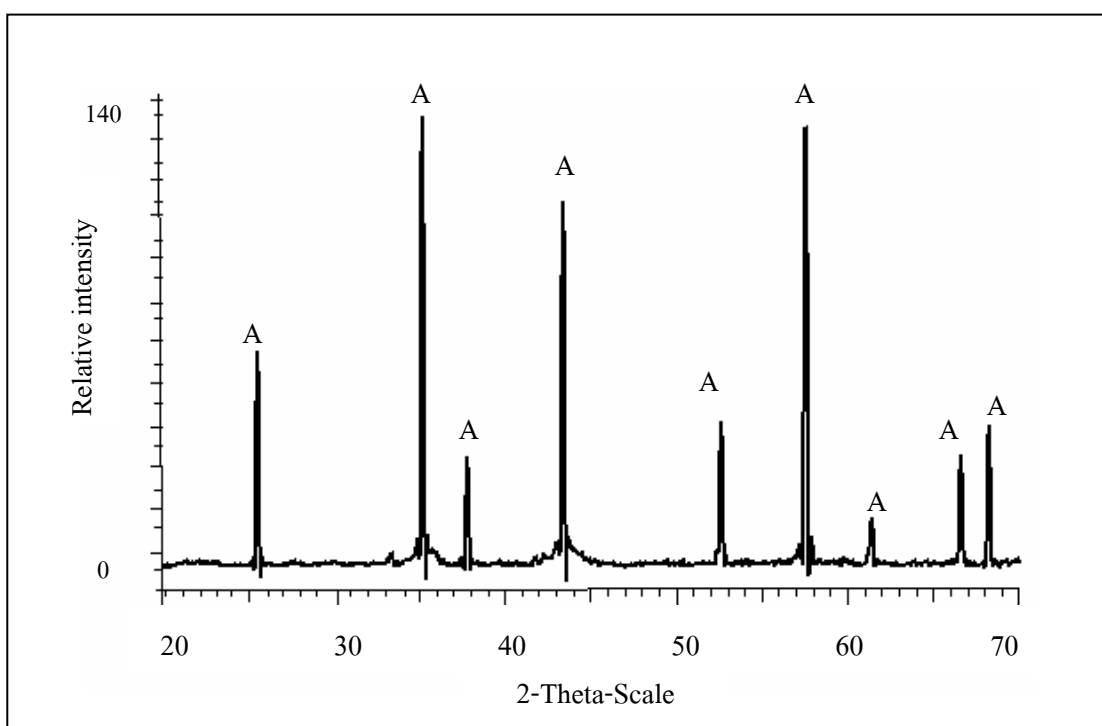
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.69
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.39	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 5.45	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 13.30	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Al ₂ O ₃	95.0
Na ₂ O	0.3
SiO ₂	0.2
CaO	0.1
Fe ₂ O ₃	0.02
อื่น ๆ	4.38
วัสดุภาค	α- Al ₂ O ₃

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

จากการศึกษาอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก) จะมีสมบัติเชิงกลสูงด้วย แต่การวิจัยครั้งนี้ใช้อะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วและลดต้นทุนในการผลิต

4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงอะลูมินา

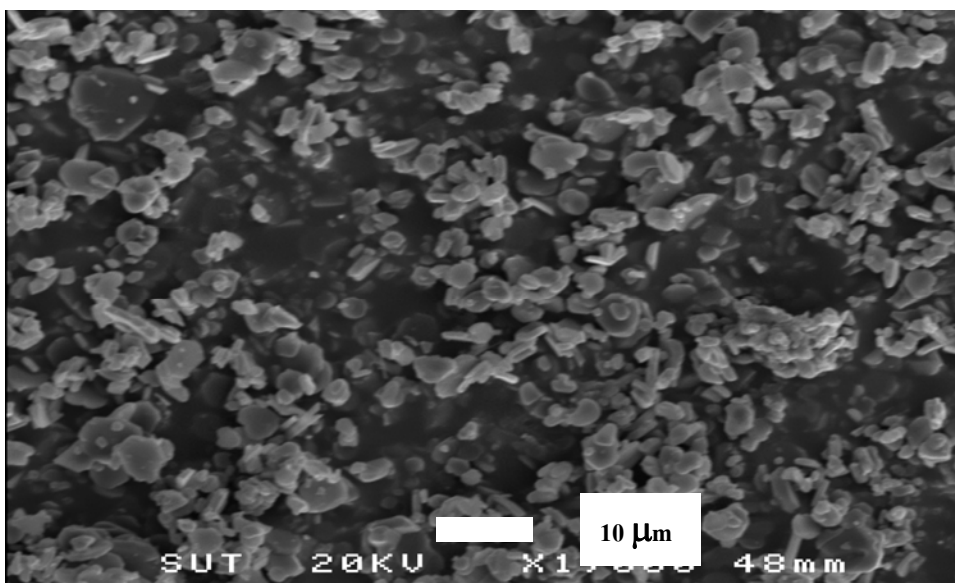
การวิเคราะห์ทางวิทยา ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.13 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 57.51 และ 43.36 องศา ตามลำดับ มีวิทยาอยู่ในรูปแอลฟา- อะลูมินา (α - Al_2O_3) (Card number 00-010-0173) เพียงวิทยาเดียว



รูปที่ 4.1 แสดง XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวิทยาแอลฟา- อะลูมินา

4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา

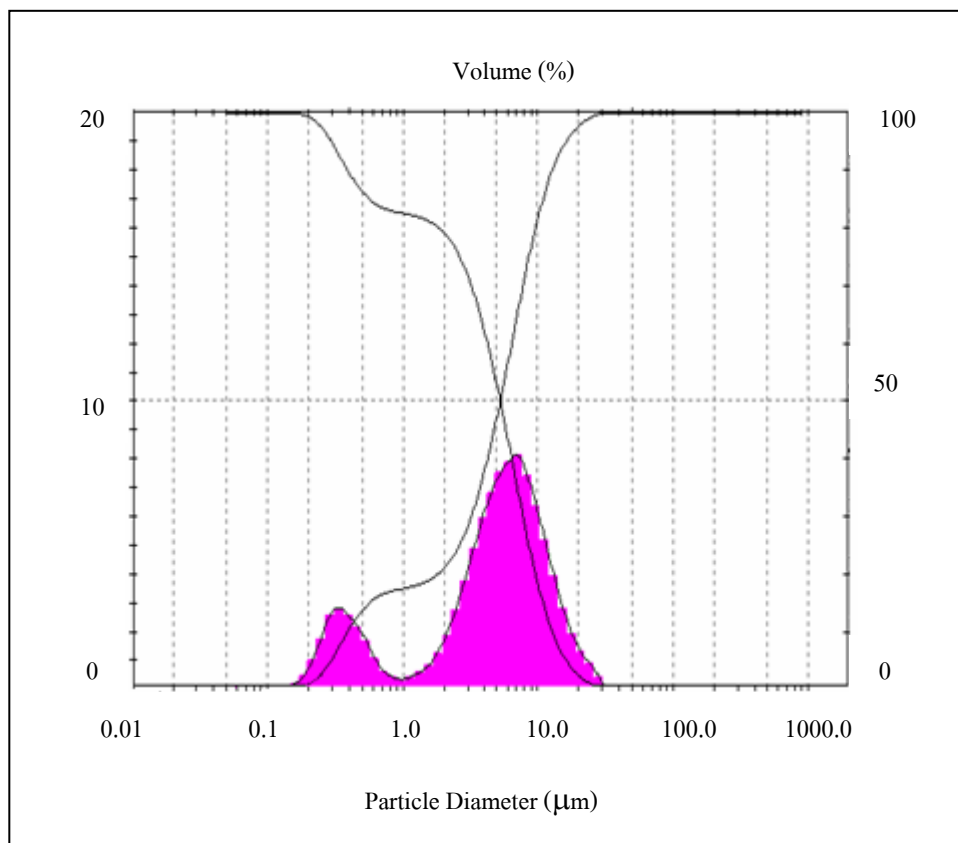
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าผงอะลูมินามีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 10 ไมครอน



รูปที่ 4.2 แสดงรูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 5.45 ไมครอน



รูปที่ 4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงโครเมียม

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงโครเมียม แสดงในตารางที่ 4.2

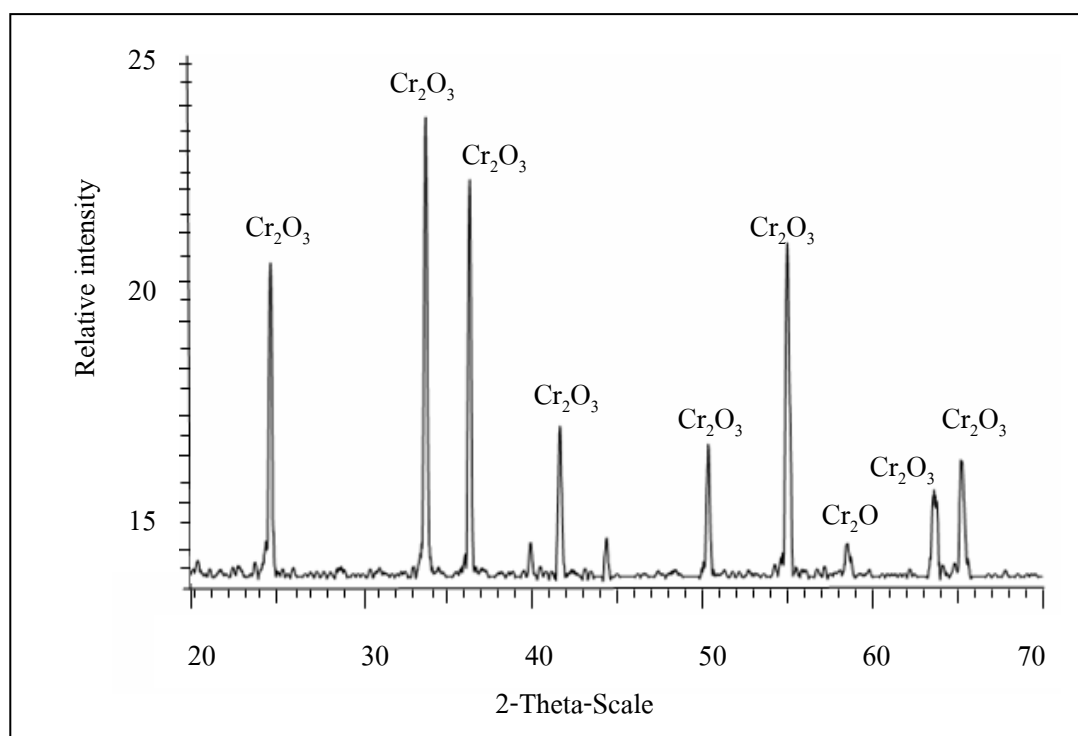
ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะเฉพาะของผงโครเมียม

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	5.22
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.26	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.53	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 3.66	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก)*	
Cr ₂ O ₃	98
NH ₄	0.01
Cl	0.002
SO ₄	0.01
Fe	0.05
Water-soluble matter	0.2
อื่น ๆ	1.718
วิฤภาค	Cr ₂ O ₃

หมายเหตุ: * ข้อมูลจาก บริษัท คาโร เอบรา รีเจนต์ จำกัด

4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงโครเมียม

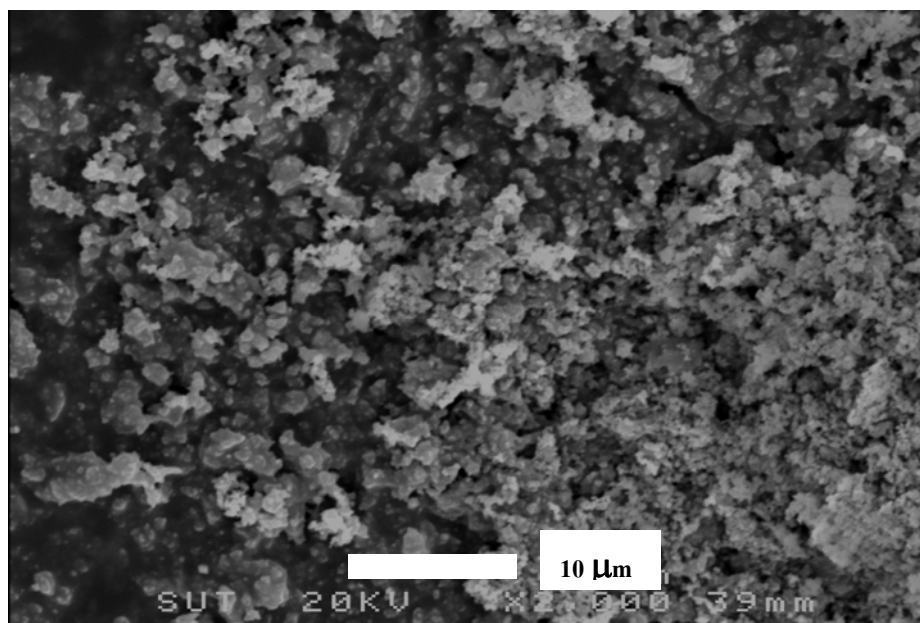
การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 33.58 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 36.19 และ 54.86 องศา ตามลำดับ มีวิทยาศาสตร์อยู่ในรูปโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) (Card number 00-006-0504) เพียงวิทยาศาสตร์เดียว



รูปที่ 4.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของผงโครเมียม โดย Cr_2O_3 แสดงวิทยาศาสตร์โครเมียมออกไซด์

4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงโครเมียม

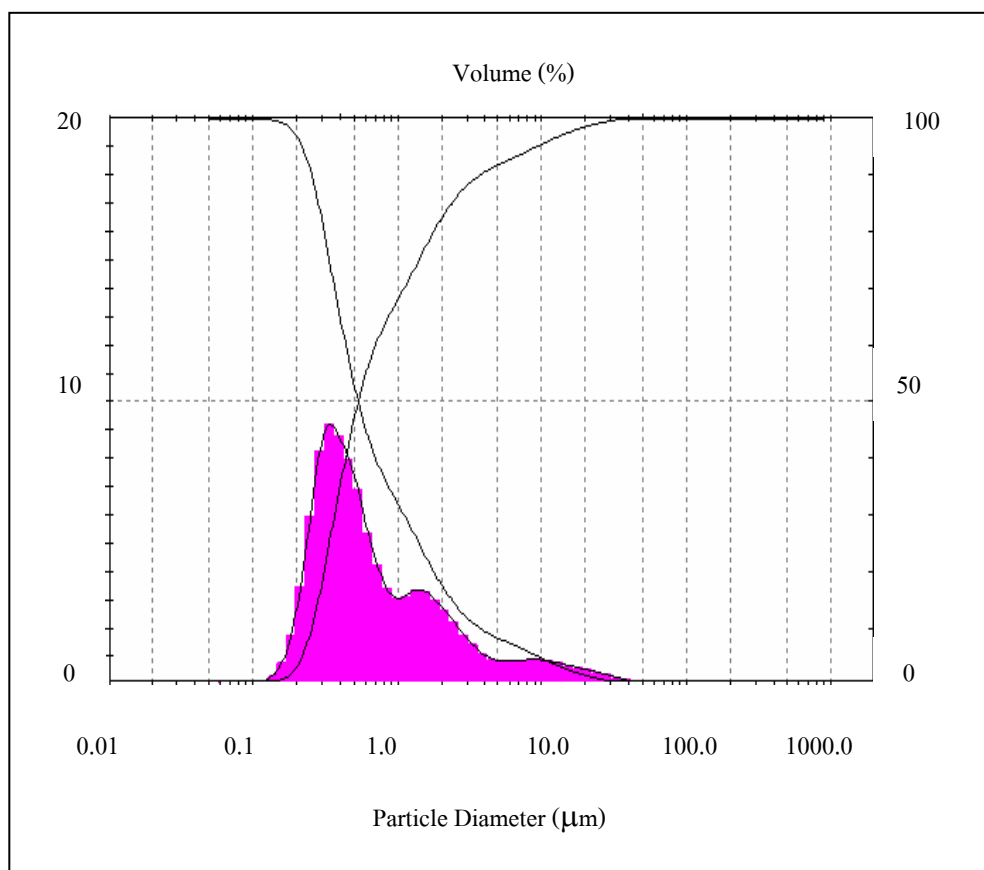
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าผงโครเมียมมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคค่อนข้างละเอียดอยู่ในช่วงประมาณ 0.1 ถึง 5 ไมครอน



รูปที่ 4.5 แสดงรูปไมโครกราฟของผงโครเมียมจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของโครเมียม

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของโครเมียม จากการศึกษาคู่ด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงใน รูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 0.53 ไมครอน



รูปที่ 4.6 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของโครเมียม

4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย แสดงในตารางที่ 4.3

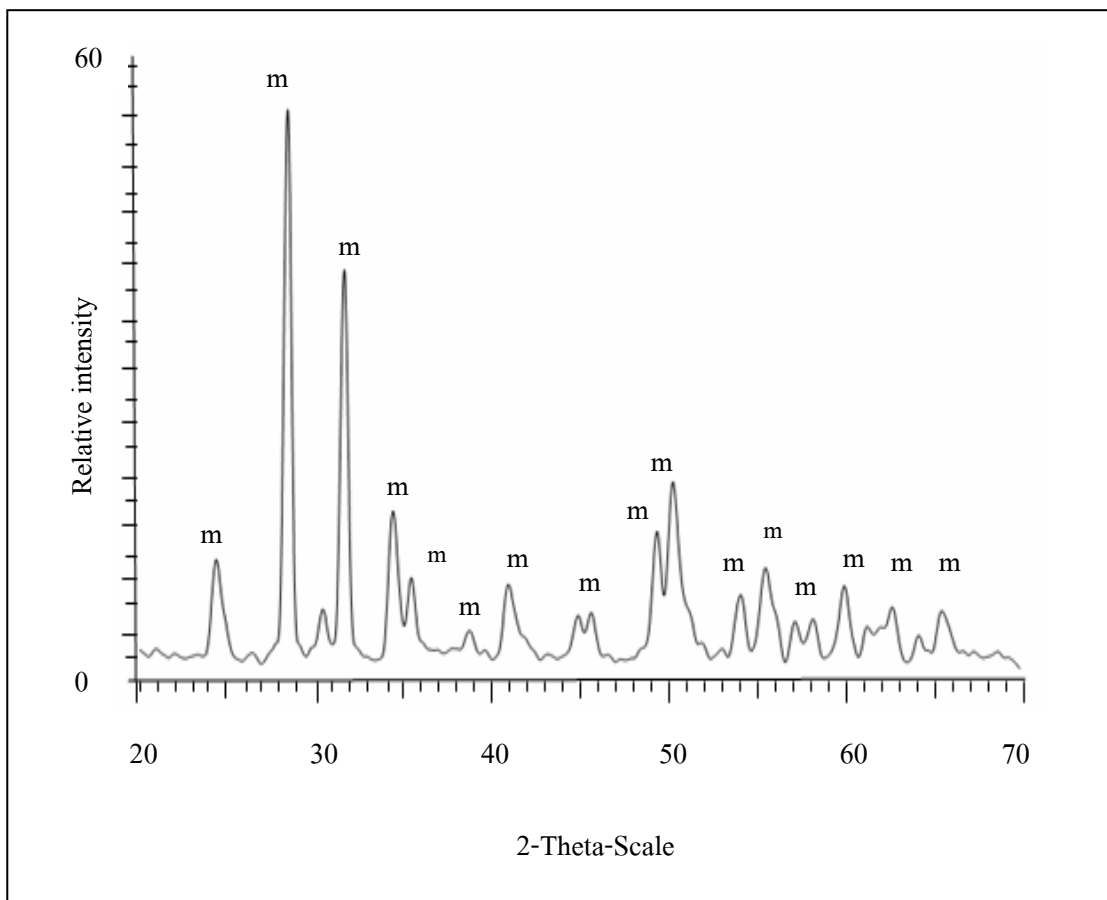
ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	5.68
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.48	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 13.67	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 21.50	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)*	
ZrO ₂	99
Fe	0.03
Ti	0.1
SiO ₂	0.3
SO ₄	0.2
อื่น ๆ	0.37
วัสดุภาค	m-ZrO ₂

หมายเหตุ:* ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เคอ ฮัท จำกัด

4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์โคเนีย

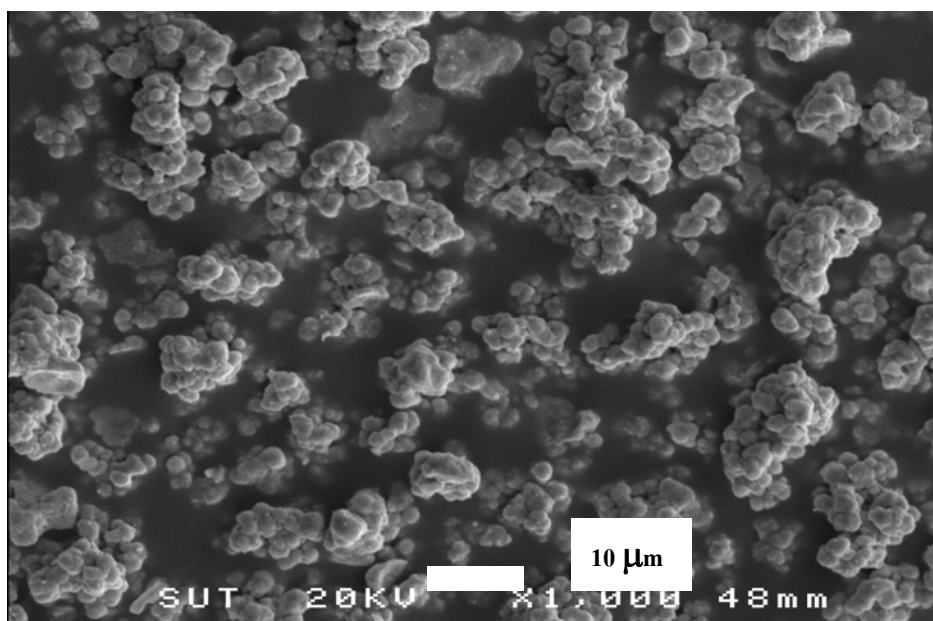
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 28.17 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.46 และ 50.11 องศา ตามลำดับ มีวัฏภาคอยู่ในรูปโมนอกลิติก-เซอร์โคเนีย ($m\text{-ZrO}_2$) (Card number 00-037-1484) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.7 แสดง XRD แพทเทิร์นของผงเซอร์โคเนีย โดย m แสดงวัฏภาค
โมนอกลิติก-เซอร์โคเนีย ($m\text{-ZrO}_2$)

4.1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์โคเนีย

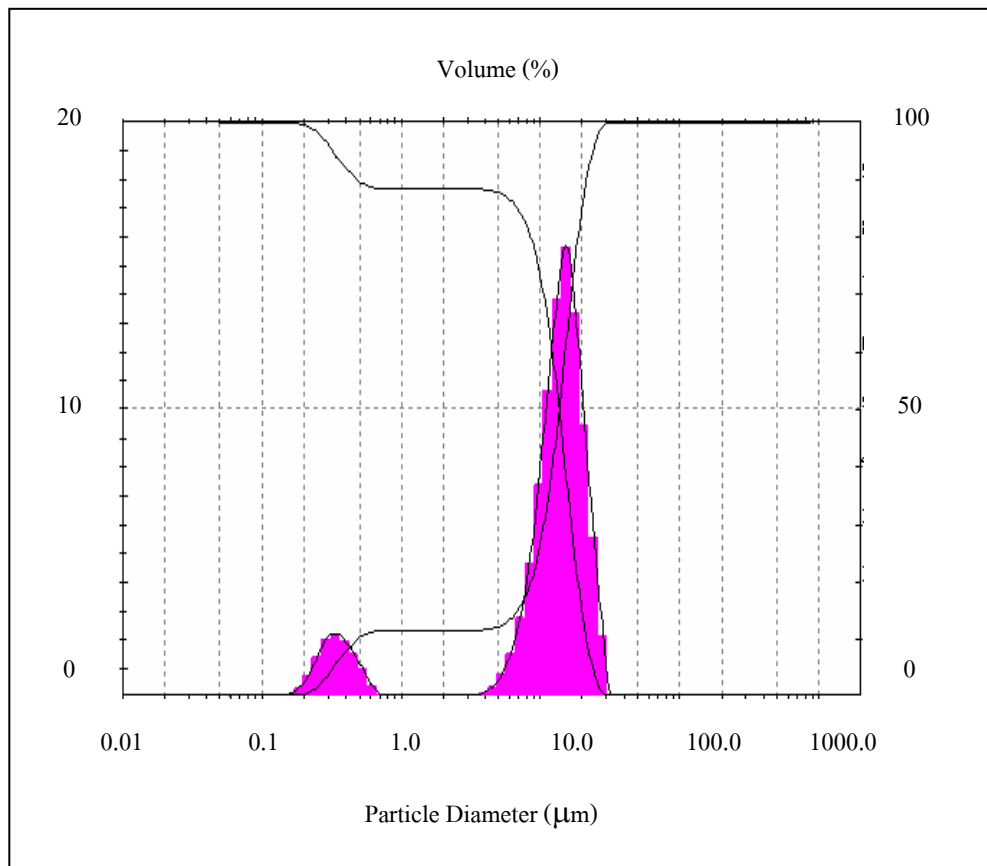
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าผงเซอร์โคเนียมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีการกระจายตัวที่แคบและจับตัวกันเป็นก้อน มีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 20 ไมครอน



รูปที่ 4.8 แสดงรูปไมโครกราฟของผงเซอร์โคเนียจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.3.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์โคเนีย

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย จากการศึกษาคด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงใน รูปที่ 4.9 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 13.67 ไมครอน

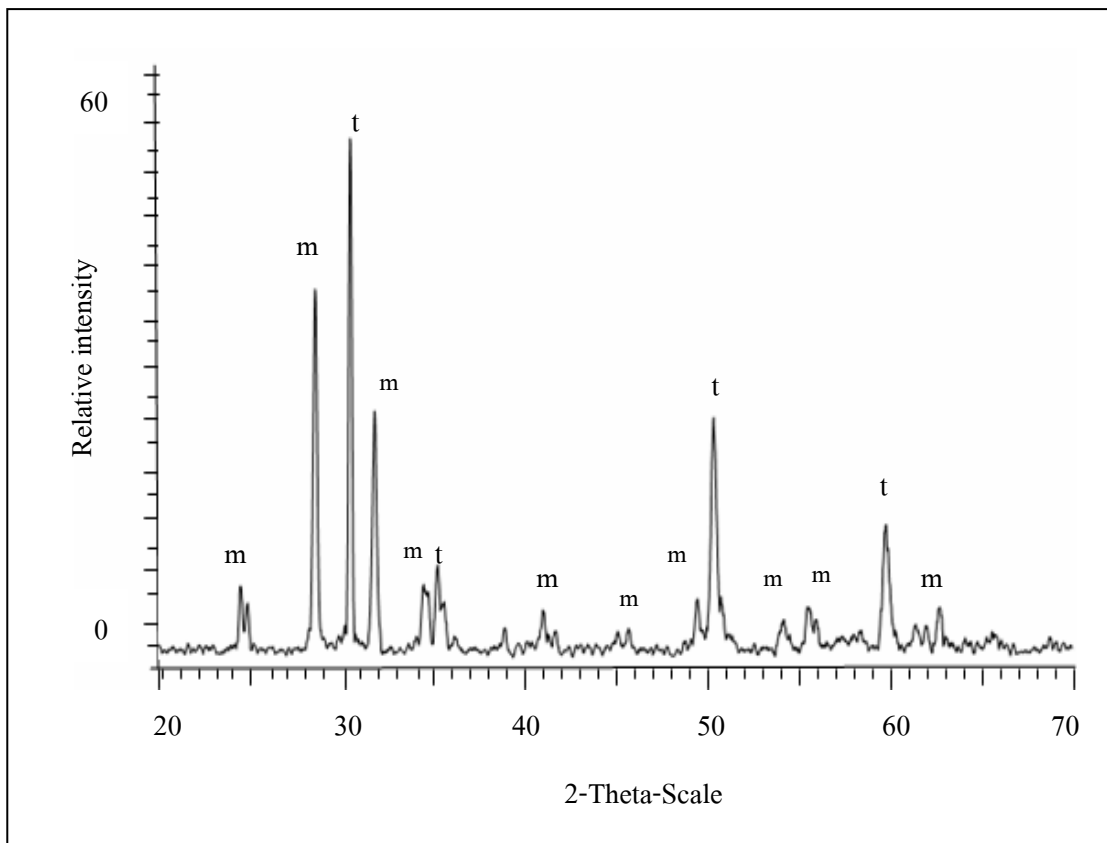


รูปที่ 4.9 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

4.1.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

4.1.4.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

การวิเคราะห์วิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.10 พบว่า มีพีคของเตตระโกนอลเซอร์โคเนียเกิดขึ้น ซึ่งพีคเตตระโกนอลเซอร์โคเนียที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 30.14 องศา พีคที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 50.23 และ 59.76 องศา ตามลำดับ (Card number 01-070-4430)



รูปที่ 4.10 แสดง XRD แพทเทิร์นของผง 4Y เซอร์โคเนีย โดย m แสดงวัฏภาคโมโนคลินิก ($m\text{-ZrO}_2$) และ t แสดงวัฏภาคเตตระโกนอล ($t\text{-ZrO}_2$)

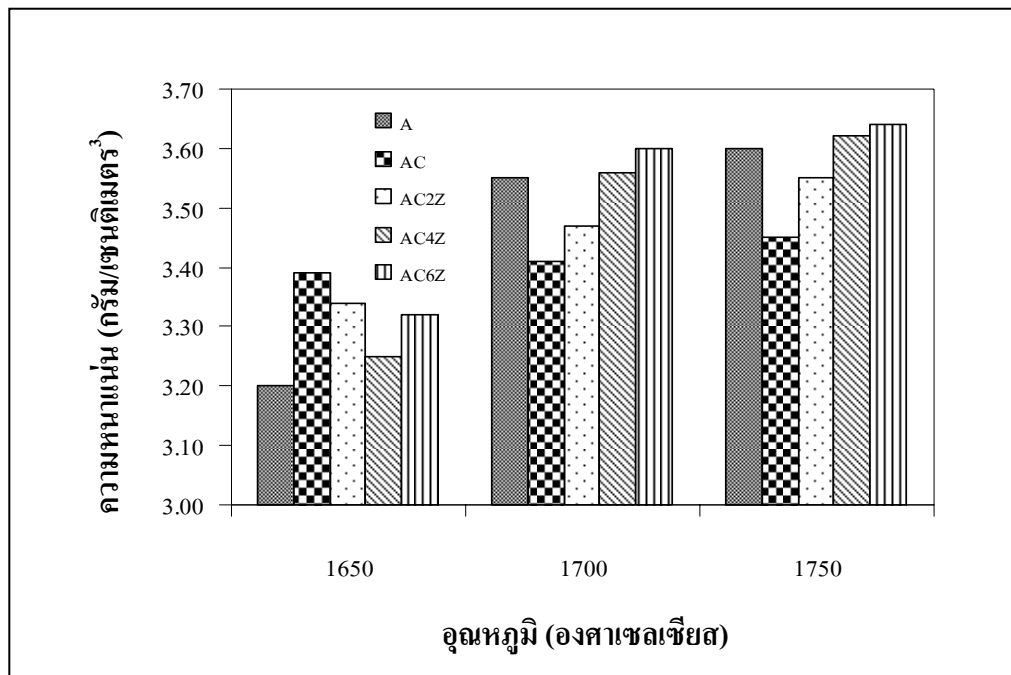
4.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม/เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 90 นาที

4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

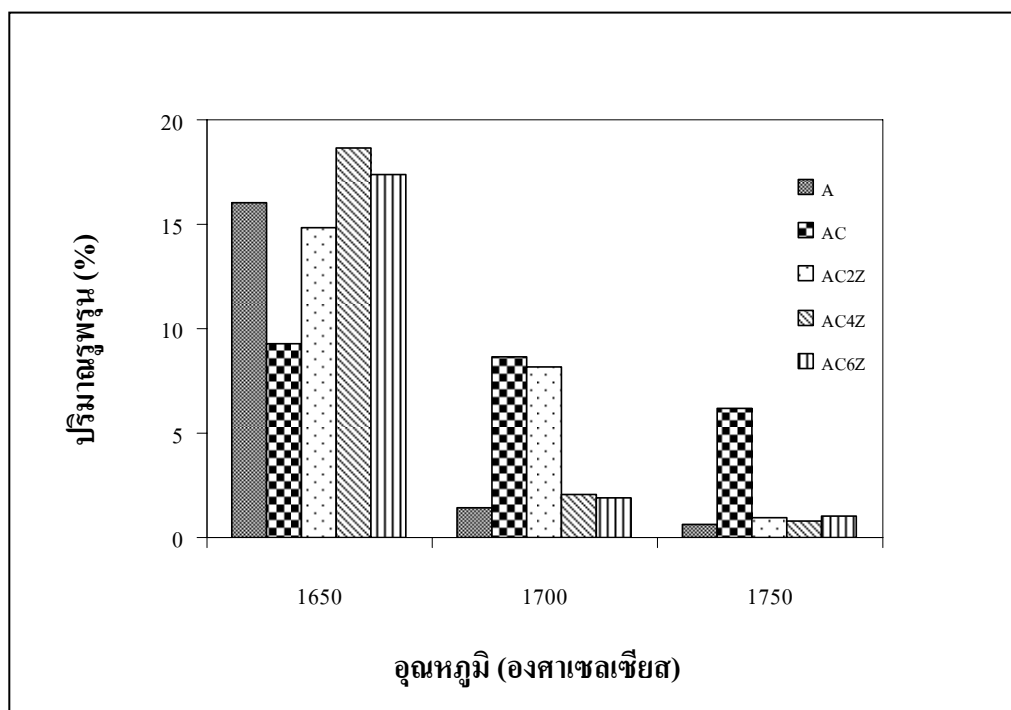
ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของแต่ละตัวอย่างแสดงไว้ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Bulk Density) (กรัม/เซนติเมตร ³)	ปริมาณรูพรุน (%) (Apparent Porosity)
1650	A1650	3.20	16.01
	AC1650	3.39	9.28
	AC2Z1650	3.25	18.67
	AC4Z1650	3.34	14.86
	AC6Z1650	3.37	16.02
1700	A1700	3.55	1.45
	AC1700	3.41	8.65
	AC2Z1700	3.47	8.20
	AC4Z1700	3.56	2.07
	AC6Z1700	3.60	1.89
1750	A1750	3.60	0.64
	AC1750	3.45	6.22
	AC2Z1750	3.55	0.93
	AC4Z1750	3.62	0.80
	AC6Z1750	3.64	1.04

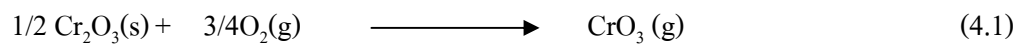


รูปที่ 4.11 แสดงค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

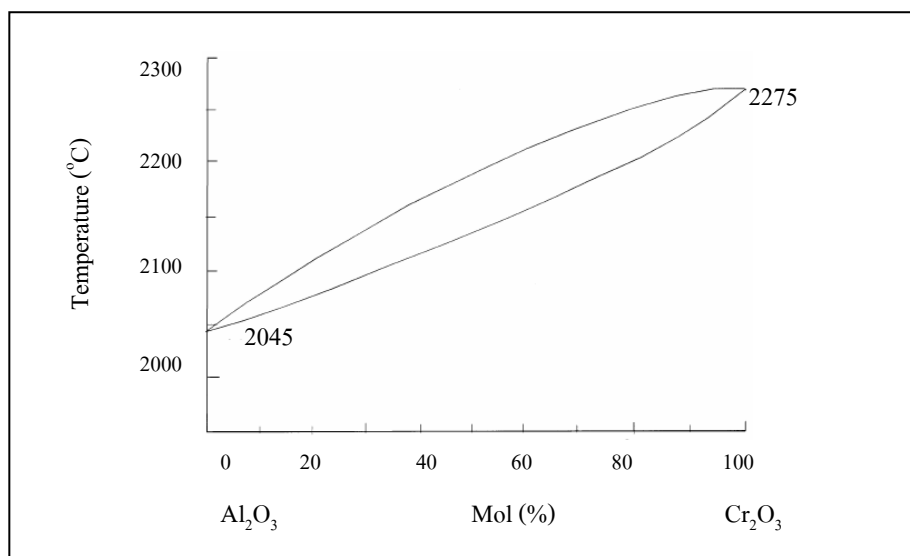


รูปที่ 4.12 แสดงปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของแต่ละตัวอย่าง ดังตารางที่ 4.4 รูปที่ 4.11 และรูปที่ 4.12 พบว่า โครเมียที่เติมเข้าไปส่งผลให้ความหนาแน่นของอะลูมินาตกลง เนื่องจากโครเมียมนี้มีจุดหลอมเหลวที่สูง (ประมาณ 2330°C) (H. Gitzen, 1997) มีผลทำให้ความสามารถในการเผาผนึกของอะลูมินาตกลงจึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในอะลูมินาเพิ่มขึ้น และหากพิจารณาแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมีย ซึ่งสอดคล้องกับในรูปที่ 4.13 ที่แสดงให้เห็นว่าโครเมียมีผลในการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินา และพบว่าการเผาผนึกโครเมียในบรรยากาศปกตินั้น โครเมียจะเกิดการเปลี่ยนรูปจาก Cr_2O_3 ไปเป็น CrO_3 ดังสมการที่ 4.1 ทำให้ความหนาแน่นของอะลูมินาตกลง (Hirata et al., 2000)

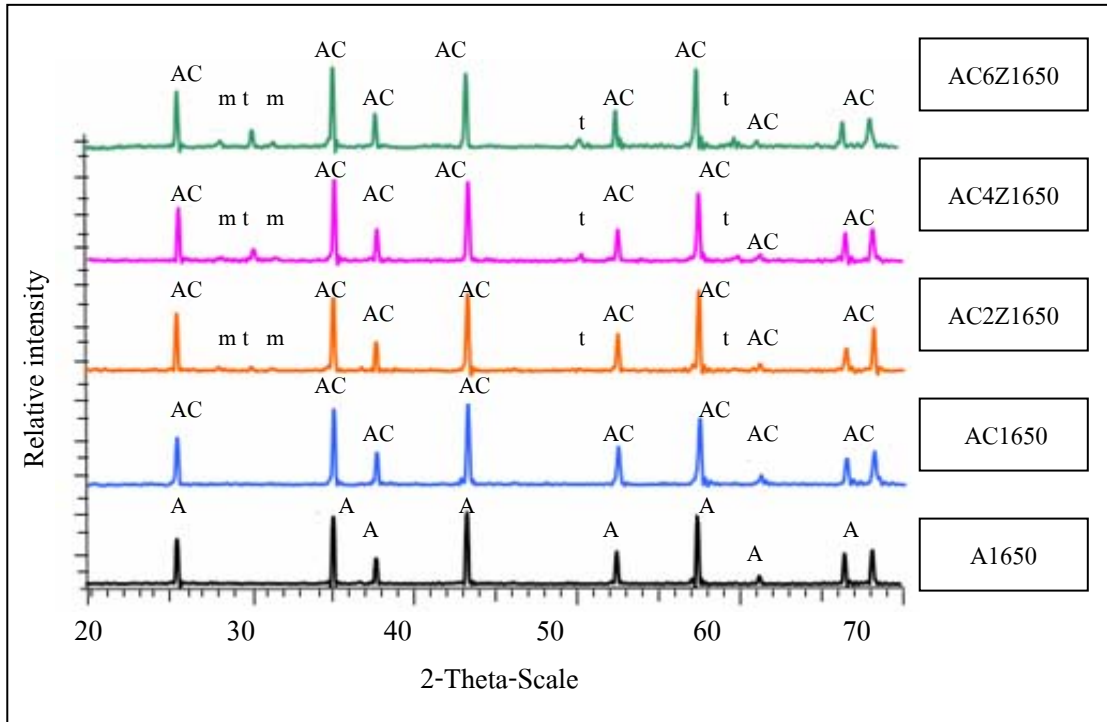


ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนีย (ผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมลอิทเทียมออกไซด์) ในปริมาณร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก นั้นจะทำให้ความหนาแน่นของอะลูมินา-โครเมียเซรามิกมีค่าสูงขึ้น เนื่องจาก m-ZrO_2 เมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจะเกิดการขยายตัวใหญ่ขึ้นส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบตกลง (Yoshihiko Takano et al., 1998) และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างจะเพิ่มขึ้นเนื่องจากมีการสุกตัวเพิ่มขึ้น (P.G.Rao et al., 2003)

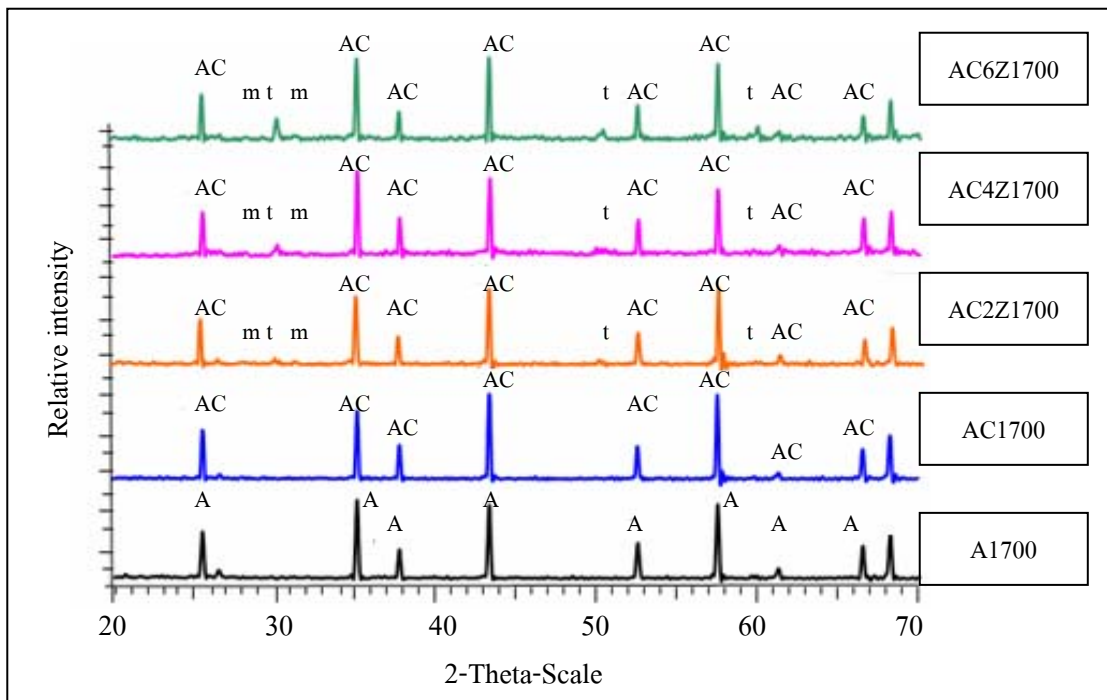


รูปที่ 4.13 แสดงแผนภูมิวัฏภาคระหว่างอะลูมินาและโครเมียออกไซด์ (E.N. Bunting, 1931)

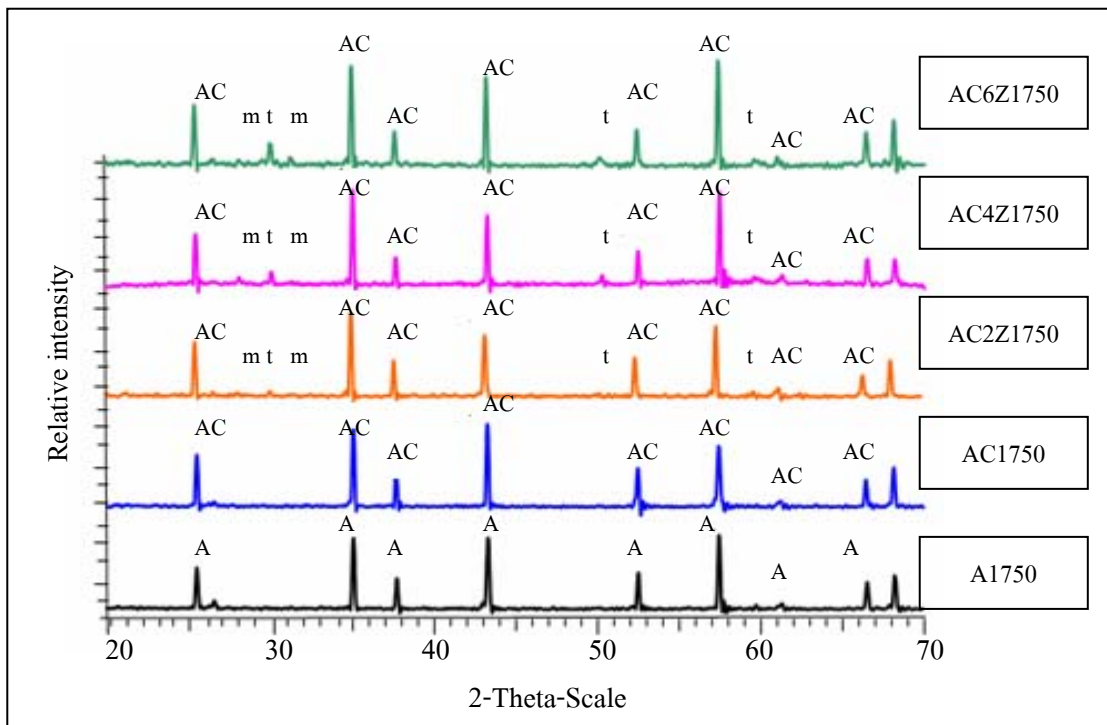
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวิฤภาค



รูปที่ 4.14 แสดง XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวิฤภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมียมโซลิโดโซลูชัน $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ



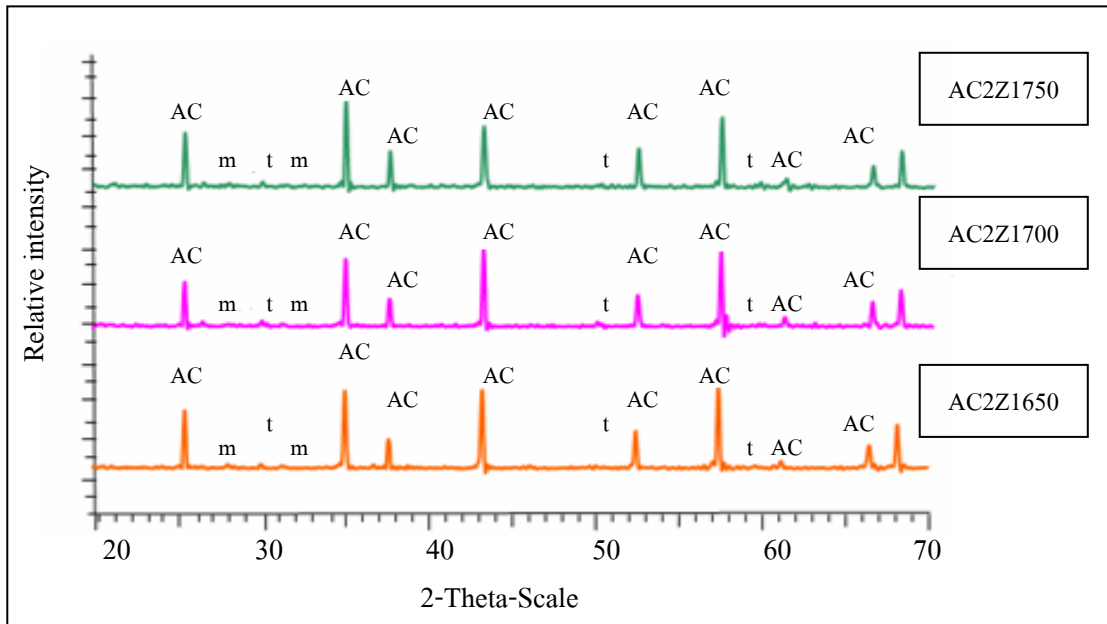
รูปที่ 4.15 แสดง XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1700°C โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมียโซลิคโซลูชัน m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ



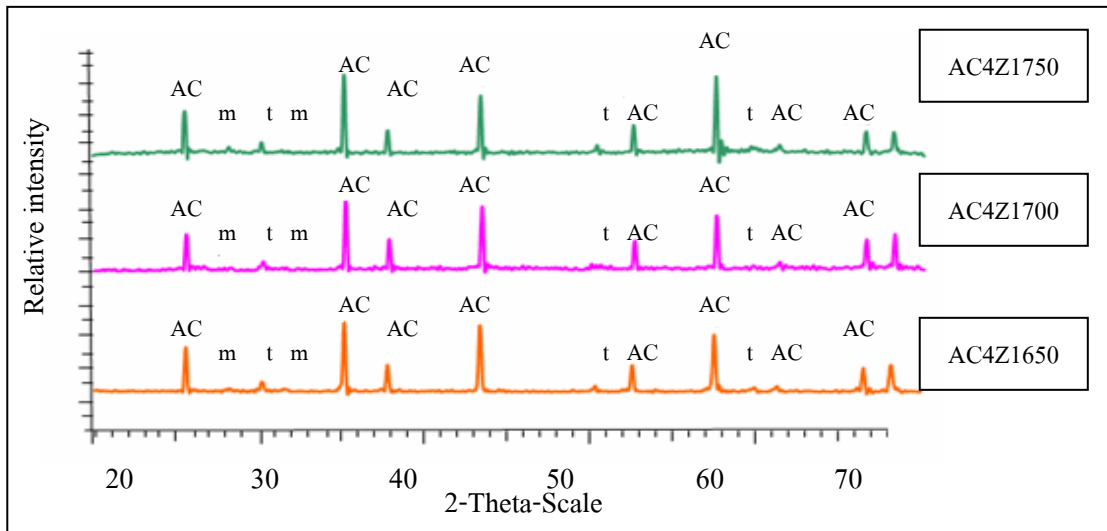
รูปที่ 4.16 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1750°C โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมียโซลิดโซลูชัน $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

รูปที่ 4.14-4.16 แสดงผลการวิเคราะห์ทางวัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ของแต่ละตัวอย่างหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิเดียวกันพบว่า อะลูมินาร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก แสดงพีคของอัลฟาอะลูมินาซึ่งมีลักษณะเหมือนกับ XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินาซึ่งแสดงในรูปที่ 4.1 และเมื่อเติมโครเมียเข้าไปพบว่า โครเมียจะซึมผ่าน (Diffuse) อะลูมินาระหว่างการเผาเกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution) อะลูมินาโครเมียอย่างสมบูรณ์ (Takehiko Hirata et al., 2000) พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.14 องศา พีคที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 43.34 และ 57.48 องศา ตามลำดับ (Card number 01-073-0027) ซึ่งวัฏภาคเหล่านี้เกิดจากการซึมผ่าน (Diffuse) ระหว่างการเผา และเมื่อเติม 4Yเซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก เข้าไปในตัวอย่างก็จะปรากฏวัฏภาคของ $m\text{-ZrO}_2$ (Card number 00-037-1484) และ $t\text{-ZrO}_2$ (Card number 01-070-4430) ซึ่งวัฏภาคเหล่านี้จะมีปริมาณพีคเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ 4Yเซอร์โคเนียที่เติมเข้าไป และจะไม่ปรากฏพีคอื่น ๆ เข้ามาเจือปน และเมื่อพิจารณาตัวอย่างที่มีปริมาณของ 4Yเซอร์โคเนียที่เติมเข้าไปในปริมาณที่ร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก

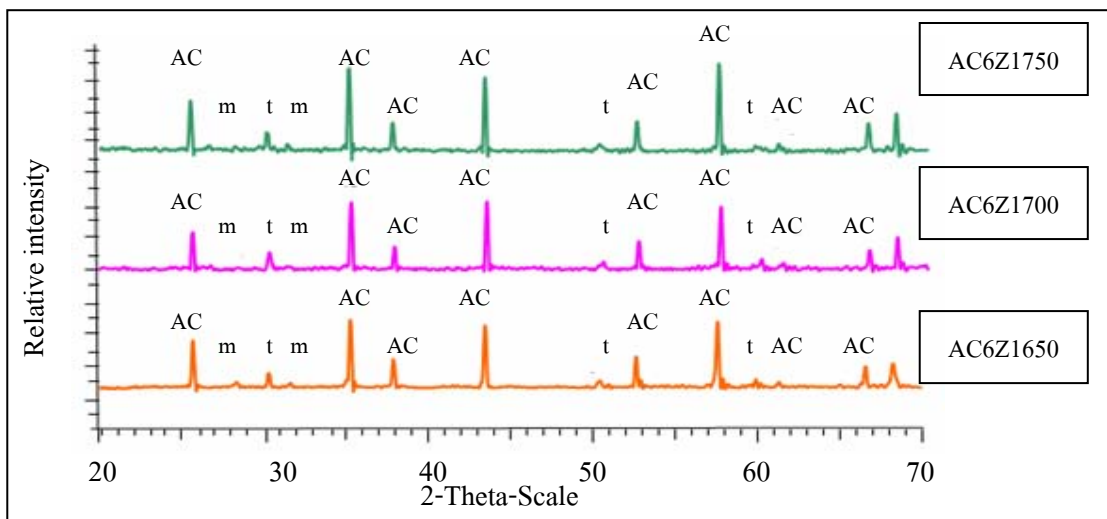
หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันดังรูปที่ 4.17-4.19 พบว่าไม่ปรากฏฟิสิกอื่น ๆ เข้ามาเจือปน เช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.17 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 2 โดย น้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวิภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมียโซลิดโซลูชัน m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ



รูปที่ 4.18 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 4 โดย น้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมีย โซลิด โซลูชัน $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ



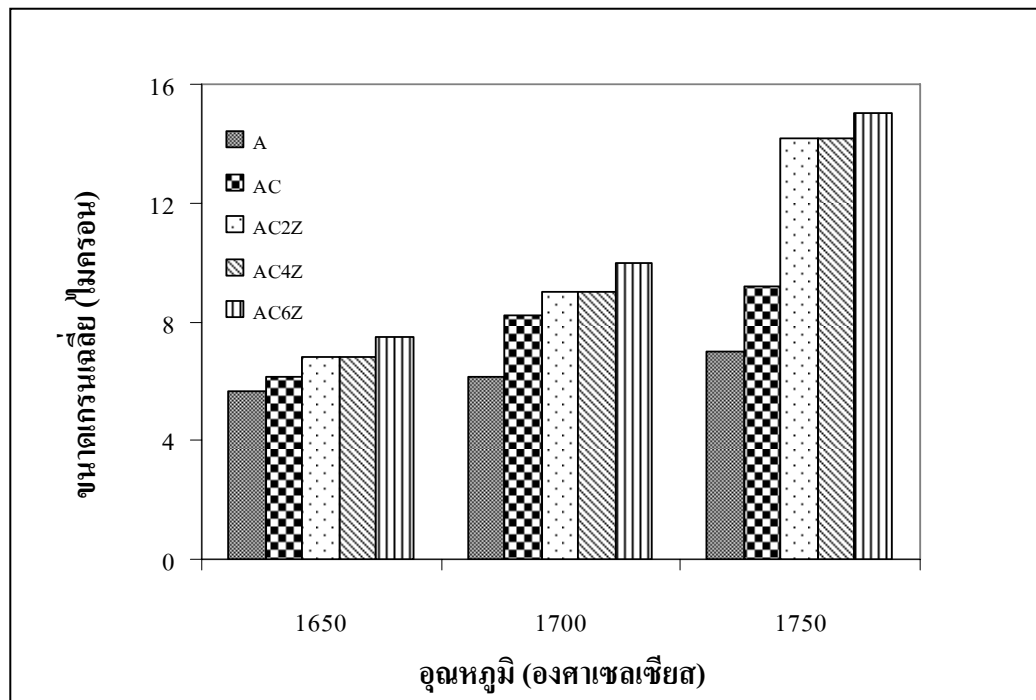
รูปที่ 4.19 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดย น้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A AC m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา อะลูมินาโครเมีย โซลิด โซลูชัน $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อขนาดเกรน

ตารางที่ 4.5 แสดงผลของปริมาณสารเติมแต่งที่มีต่อขนาดเกรนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ขนาดเกรนเฉลี่ย* (ไมครอน)
1650	A1650	5.65
	AC1650	6.15
	AC2Z1650	6.79
	AC4Z1650	6.93
	AC6Z1650	7.51
1700	A1700	6.15
	AC1700	8.19
	AC2Z1700	9.00
	AC4Z1700	9.61
	AC6Z1700	9.98
1750	A1750	7.00
	AC1750	9.18
	AC2Z1750	14.20
	AC4Z1750	14.50
	AC6Z1750	15.00

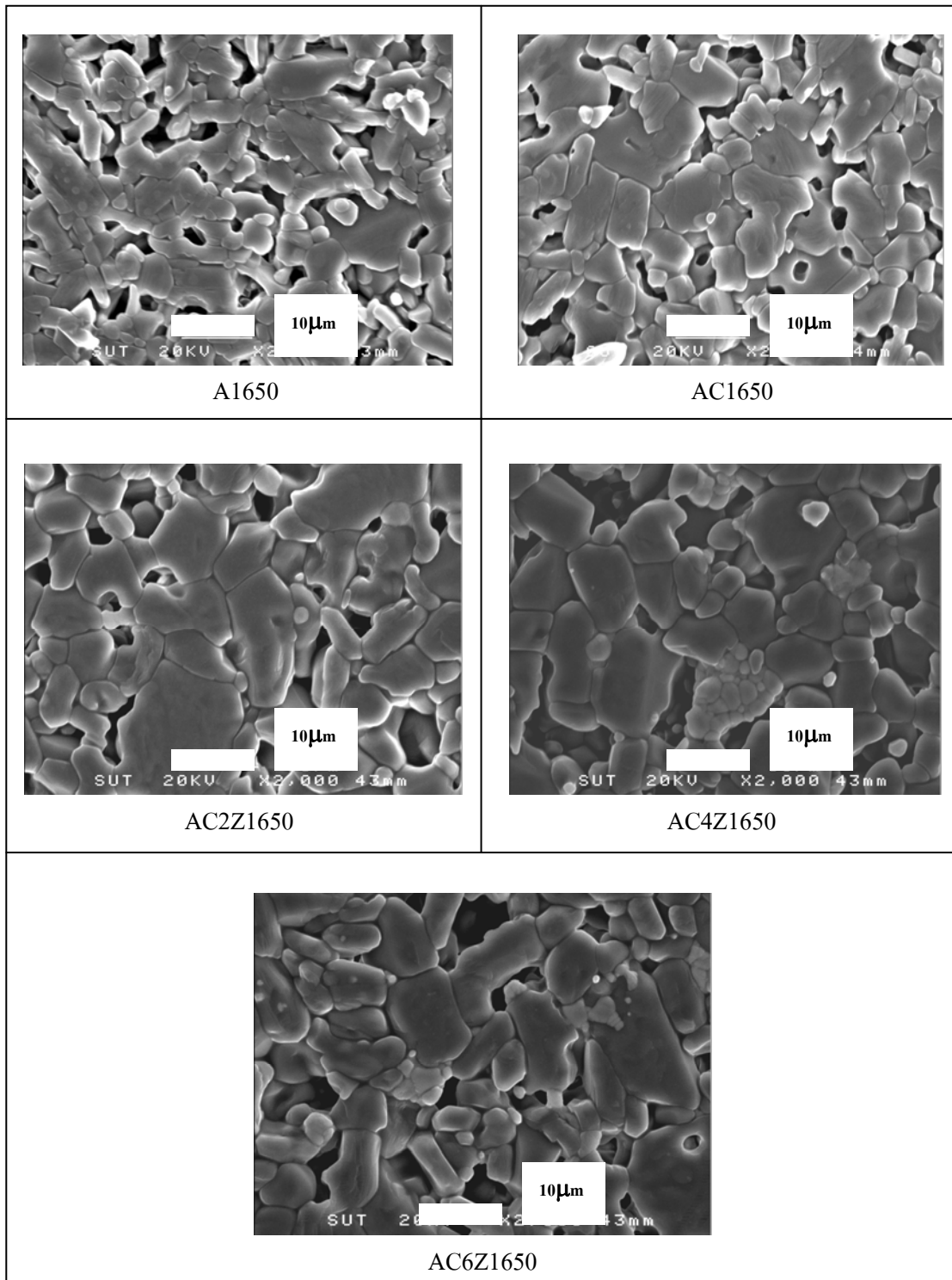
หมายเหตุ:* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวัดเกรนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
จำนวน 100 เกรน



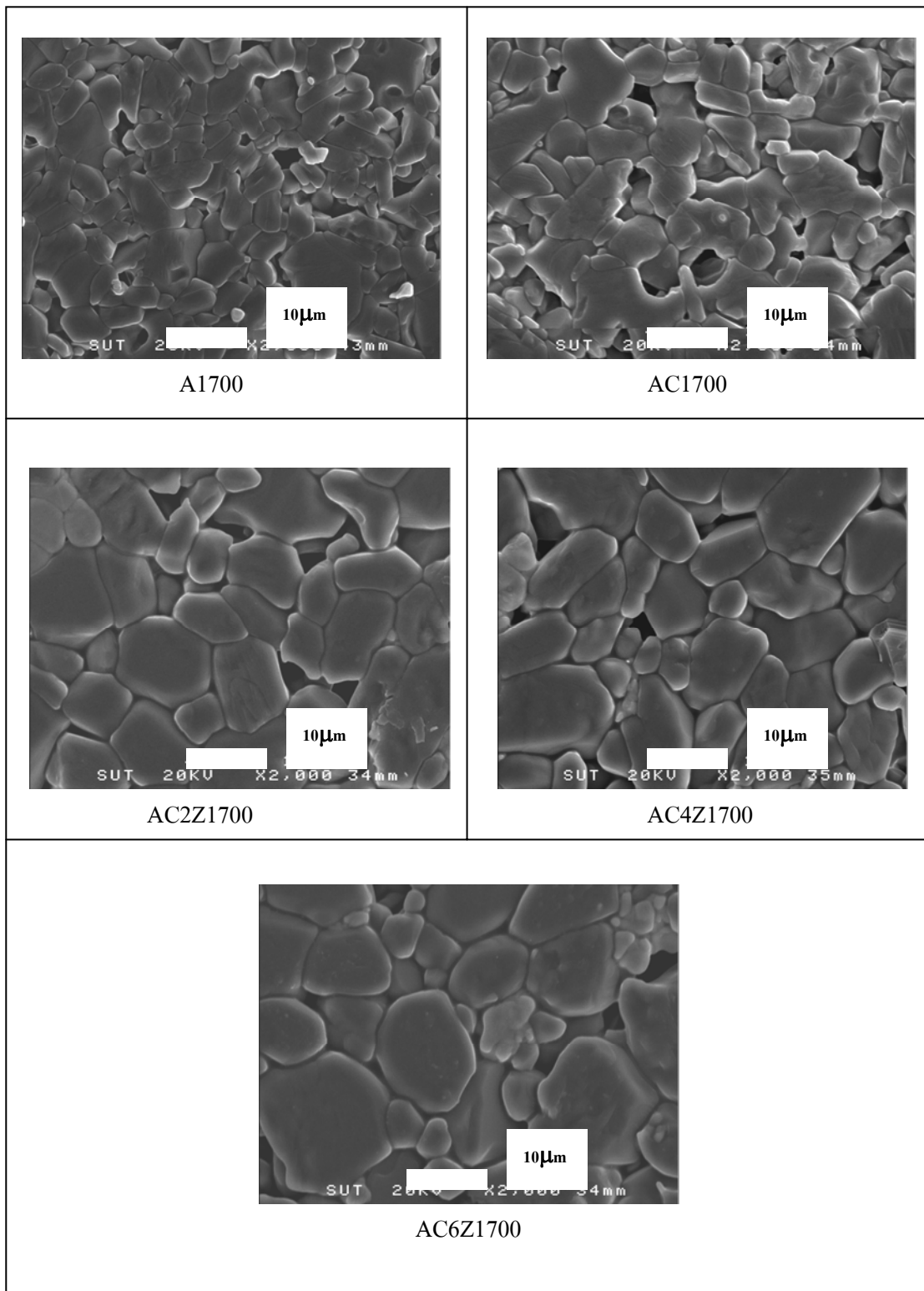
รูปที่ 4.20 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ยของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากการศึกษาผลของสารเติมแต่งสมบัติที่มีต่อขนาดเกรน ดังตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.20 พบว่า โครเมียมที่เติมเข้าไปส่งผลให้ขนาดเกรนเฉลี่ยของอะลูมินาเพิ่มขึ้นซึ่งเกิดจาก Cr ions ที่อยู่บริเวณ Grain Boundary และเชื่อว่า Cr ions จะทำให้เกรนเติบโตอย่างรวดเร็ว (Doh-Hyung Riu et al., 2000) ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก นั้นจะทำให้เกรนโตขึ้นตามปริมาณ 4Y เซอร์โคเนียที่เติมเข้าไปและเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาก็พบว่าเกรนจะโตขึ้นตามอุณหภูมิการเผาก็เพิ่มขึ้นเช่นกัน

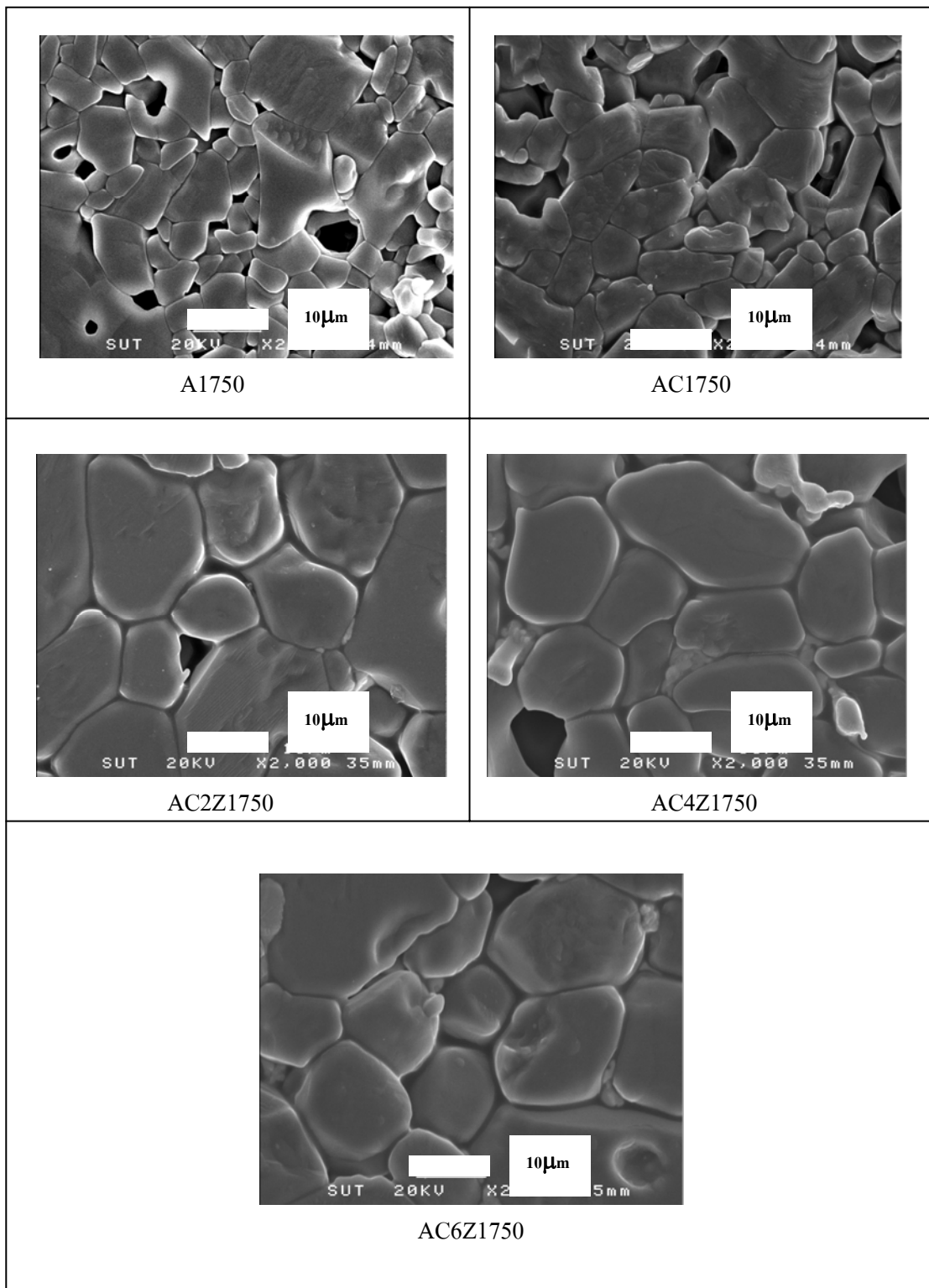
4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค



รูปที่ 4.21 แสดง โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1650°C



รูปที่ 4.22 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1700°C



รูปที่ 4.23 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1750°C

เมื่อศึกษาผลของสารเติมแต่งที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่าง (ดังรูปที่ 4.21-4.23) พบว่า ตัวอย่างที่เติมโครเมียมเข้าไปจะมีขนาดของเกรนที่โตขึ้นซึ่งสาเหตุเกิดจากการที่มี Cr ions จำนวนมากที่อยู่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบเกรนของอะลูมินากับโครเมียม ซึ่ง Cr ions นั้นจะส่งผลให้เกรนมีขนาดโตขึ้นอย่างรวดเร็ว และบริเวณขอบเกรนมีลักษณะไม่พอดีกัน (Doh Hyung Riu et al., 2000) (ตามคำอธิบายในหัวข้อที่ 4.2.3) และเมื่อปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียเพิ่มมากขึ้น จะส่งผลให้เกรนมีขนาดโตขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึก พบว่าขนาดของเกรนจะโตขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับ ค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนดังตารางที่ 4.4 ที่มีค่าเพิ่มขึ้นและลดลงตาม อุณหภูมิเผาผนึก

4.2.5 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะ

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.6

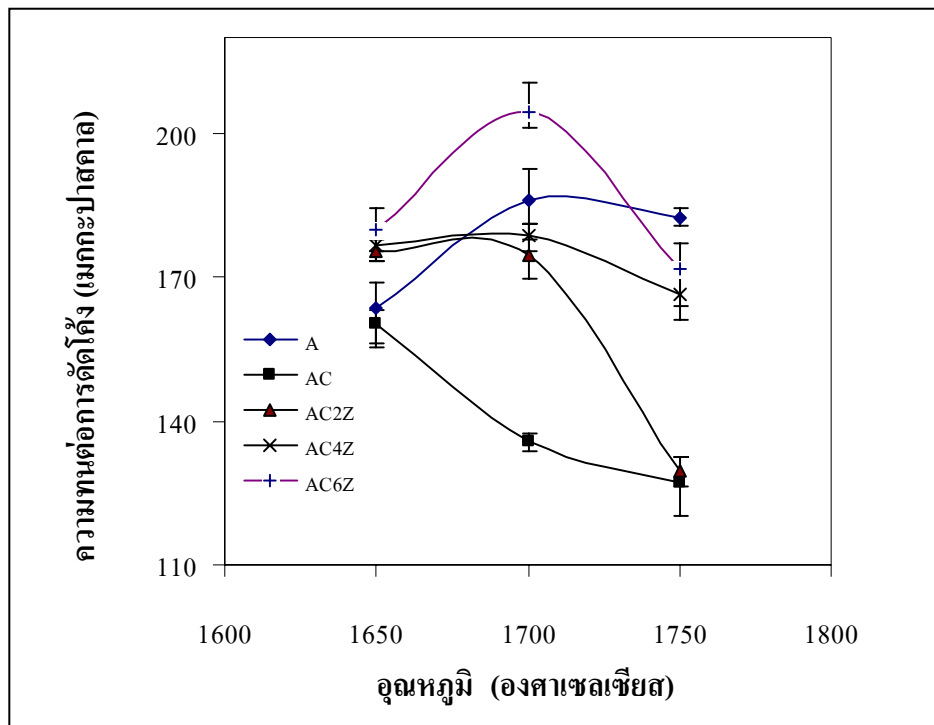
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียว ความแข็ง และความเปราะ ของวัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 90 นาที

อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อการ ตัดโค้ง(เมกกะ ปาสคาล)	ความเหนียว* (เมกกะปาสคาล× เมตร ^{0.5})	ความแข็ง วิกเกอร์(จิก กะปาสคาล)	ความเปราะ** x10 ⁶ (1/เมตร)
1650	A	163.4 ± 5.78	3.03 ± 0.42	7.25 ± 0.08	58.03 ± 1.28
	AC	160.32 ± 3.09	3.24 ± 0.15	8.46 ± 0.05	66.83 ± 0.57
	AC2Z	175.27 ± 1.96	3.40 ± 0.22	6.69 ± 0.15	46.4 ± 0.99
	AC4Z	176.46 ± 2.45	3.75 ± 0.17	5.79 ± 0.03	36.03 ± 0.33
	AC6Z	180.11 ± 3.59	4.03 ± 0.13	5.74 ± 0.05	30.0 ± 0.49
1700	A	186.12 ± 6.12	3.33 ± 0.33	8.09 ± 0.12	54.63 ± 1.64
	AC	135.58 ± 1.65	3.42 ± 0.29	8.69 ± 0.05	58.17 ± 0.57
	AC2Z	174.67 ± 4.72	3.48 ± 0.15	7.95 ± 0.04	53.63 ± 0.6
	AC4Z	178.53 ± 2.43	4.25 ± 0.21	7.56 ± 0.07	45.93 ± 0.7
	AC6Z	204.64 ± 4.12	5.60 ± 0.26	7.18 ± 0.05	24.07 ± 0.24
1750	A	182.32 ± 1.47	2.92 ± 0.37	8.12 ± 0.08	38.9 ± 0.48
	AC	127.23 ± 4.83	3.86 ± 0.31	8.62 ± 0.14	41.9 ± 0.96
	AC2Z	129.51 ± 2.50	4.02 ± 0.20	7.23 ± 0.07	31.77 ± 0.57
	AC4Z	166.48 ± 3.40	4.53 ± 0.33	6.67 ± 0.05	26.53 ± 0.52
	AC6Z	171.79 ± 5.44	6.35 ± 0.34	6.23 ± 0.04	13.33 ± 0.21

หมายเหตุ: * ความเหนียวคำนวณจากสมการที่ (3-5) หน้า 35

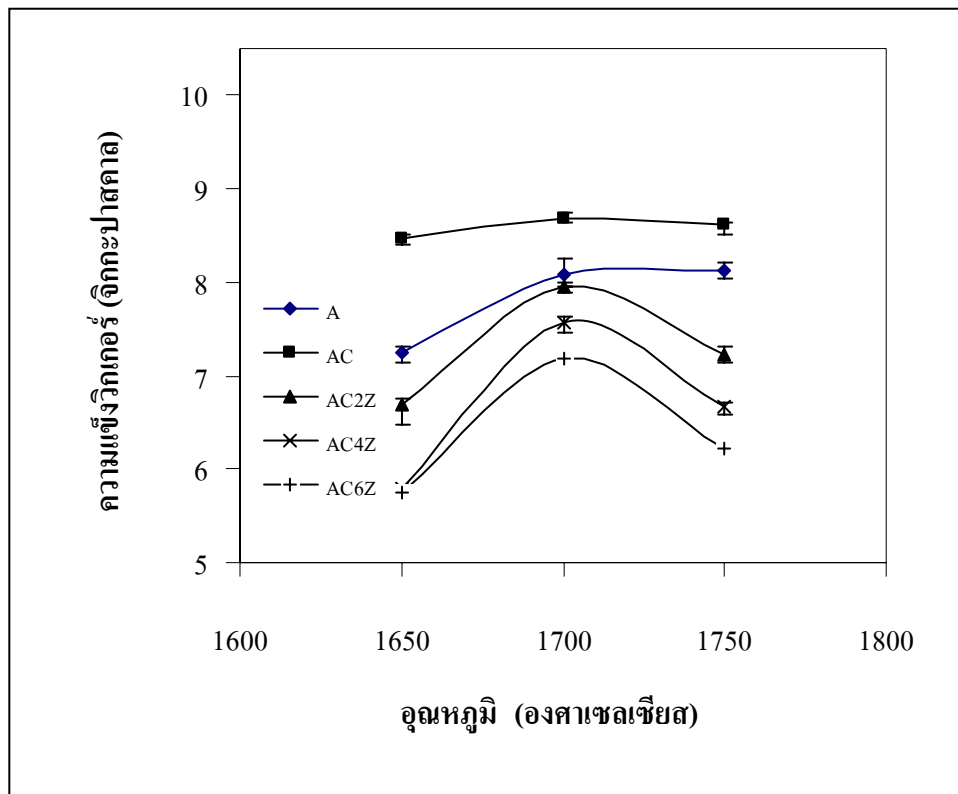
** ความเปราะคำนวณจากสมการที่ (3-6) หน้า 38

ตัวอย่างทดสอบซ้ำจำนวน 3 ครั้ง



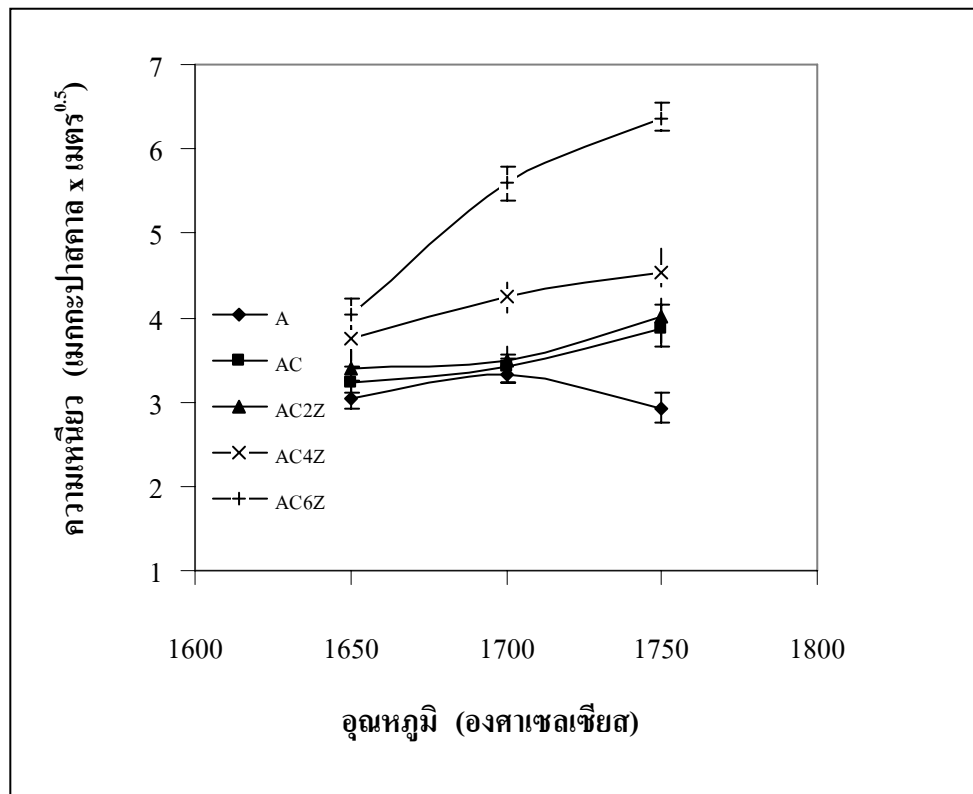
รูปที่ 4.24 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.24 เมื่อเติมโครเมียมเข้าไปในอะลูมินา พบว่าค่าความทนต่อการตัดโค้งของอะลูมินาลดลงสาเหตุเกิดจากขนาดของเกรนที่โตขึ้น (K.Shibata et al., 1997) และบริเวณขอบเกรนไม่พอดีกัน (Doh Hyung Riu et al., 2000) ซึ่งสอดคล้องกับคำอธิบายตามรูปที่ 4.21-4.23 และการเติมโครเมียมนี้มีผลให้อุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินาสูงขึ้น จึงส่งผลให้ปริมาณรูพรุนในอะลูมินาเพิ่มมากขึ้น ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มนี้ เป็นสาเหตุให้ความทนต่อการตัดโค้งของอะลูมินาลดลง ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนีย ในปริมาณร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่อปริมาณ 4Y เซอร์โคเนียมากขึ้นจะส่งผลให้ค่าความทนต่อการตัดโค้งเพิ่มขึ้น ซึ่งสาเหตุเกิดจาก 4Y เซอร์โคเนียจะช่วยลดปริมาณรูพรุนของวัสดุลง และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบจะเพิ่มขึ้นและเริ่มลดลงเมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกมากกว่า 1700°C เนื่องจากขนาดของเกรนที่โตขึ้น ซึ่งตัวอย่าง AC6Z1700 จะมีค่าความทนต่อการตัดโค้งสูงสุด โดยมีค่าเท่ากับ 204.64 ± 4.12 MPa



รูปที่ 4.25 แสดงค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

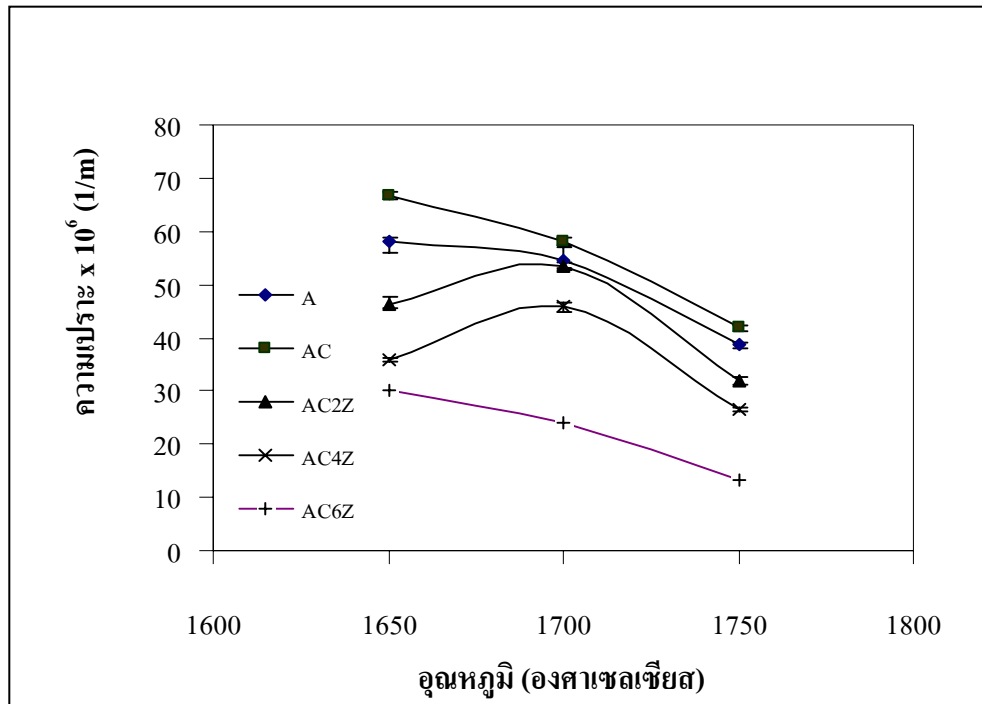
ส่วนการศึกษาค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.25 พบว่า โครเมียที่เติมเข้าไปจะช่วยให้อะลูมินามีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับคำอธิบายตามรูปที่ 4.21-4.23 (ในหัวข้อที่ 4.2.4) ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 2, 4 และ 6 โดยน้ำหนัก เข้าไปนั้นยังส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลงตามปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นไปตามกฎ Rule of Mixture ของ (Y. Takano et al., 1998) ที่ได้อธิบายไว้ว่าวัสดุจะมีความแข็งแรงที่ดีได้นั้นจะขึ้นอยู่กับสารเติมแต่งที่ใช้ หากสารเติมแต่งที่ใช้มีปริมาณของวัฏภาคที่มีความแข็งแรงที่สูงในปริมาณมากก็จะส่งผลให้วัสดุที่ได้นั้นมีค่าความแข็งแรงที่สูงขึ้น โดยค่าความแข็งแรงของ Cr_2O_3 มีค่าประมาณ 23 GPa ส่วน ZrO_2 มีค่าประมาณ 9.4 GPa



รูปที่ 4.26 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.26 การเติมโครเมียมเข้าไปในอะลูมินาพบว่าจะทำให้ค่าความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้นเล็กน้อย สาเหตุเกิดจากเกรนที่โตขึ้น (K.Shibata et al., 1997) และเหตุผลอีกประการคือ ในวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่จะสามารถยับยั้งการวิ่งของรอยร้าว (Crack Propagation) ได้ดีกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก (Doh Hyung Riu et al., 2000) จึงเป็นผลให้วัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่มีความเหนียวมากกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก และโครเมียมนั้นจะมีส่วนที่ช่วยในการเพิ่มปริมาณรูพรุนในอะลูมินา (ตามคำอธิบายในหัวข้อที่ 4.2.1) ซึ่งปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นดังกล่าวจะช่วยในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าว และเมื่อเติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนักเข้าไป พบว่าค่าความเหนียวของอะลูมินา-โครเมียมจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเติม 4Y เซอร์โคเนียในวัสดุจะส่งผลให้เกิดวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$ ขึ้นภายในวัสดุ ซึ่งวัฏภาคดังกล่าวมีผลในการช่วยเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุ โดยกระบวนการการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ ไปเป็น $m\text{-ZrO}_2$ (Stress Induces Phase Transformation) ของ (Y.Takano et al., 1998) จึงเป็นสาเหตุทำให้วัสดุที่เติม 4Y เซอร์โคเนียมีค่าความ

เหนียวที่สูงขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกสูงขึ้นค่าความเหนียวของวัสดุจะมีแนวโน้มสูงขึ้น โดยค่าความเหนียวที่สูงที่สุดได้แก่ ตัวอย่าง AC6Z1750 ซึ่งจะมีค่าเท่ากับ $6.35 \pm 0.34 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$



รูปที่ 4.27 แสดงค่าความเปราะของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.27 แสดงให้เห็นว่าการเติมโครเมียมเข้าไปในอะลูมินา ส่งผลให้มีความเปราะเพิ่มขึ้น เนื่องจากโครเมียมมีผลทำให้ค่าความแข็งของอะลูมินาเพิ่มขึ้น ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนีย เข้าไปในอะลูมินา-โครเมียมเซรามิก พบว่ามีค่าความเปราะจะลดลงตาม ปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้นเนื่องจาก 4Y เซอร์โคเนียมีผลทำให้ค่าความแข็งลดลงและมีค่า ความเหนียวเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับ J.B.Quinn ที่ได้อธิบายไว้ว่า วัสดุที่มีค่าความแข็งสูงจะมีความ ความต้านทานการเปลี่ยนรูป (Deformation) ที่สูง เมื่อมีแรงกระทำจึงทำให้วัสดุมีความเข้มข้นของ ความเค้นสะสม (Stress Concentration) มากจึงทำให้เกิดรอยแตกขึ้นภายในวัสดุ วัสดุจึงมีค่าความ เปราะสูง ในขณะที่วัสดุที่มีค่าความแข็งต่ำและมีค่าความเหนียวสูง วัสดุจะมี Fracture Surface Energy ที่สูง สามารถเปลี่ยนรูปได้ง่ายเมื่อมีแรงกระทำ ทำให้มีความเข้มข้นของความเค้นสะสม ต่ำในบริเวณที่มีแรงกระทำ วัสดุจึงมีค่าความเปราะน้อยหรือมีความเหนียวสูงนั่นเอง ในขณะที่การ เพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกจะส่งผลให้ค่าความเปราะมีค่าลดลง (J.B.Quinn, 1997)

4.2.6 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความต้านทานการเจาะทะลุ

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความต้านทานการเจาะทะลุ ของแต่ละตัวอย่างแสดงไว้ในตารางที่ 4.7

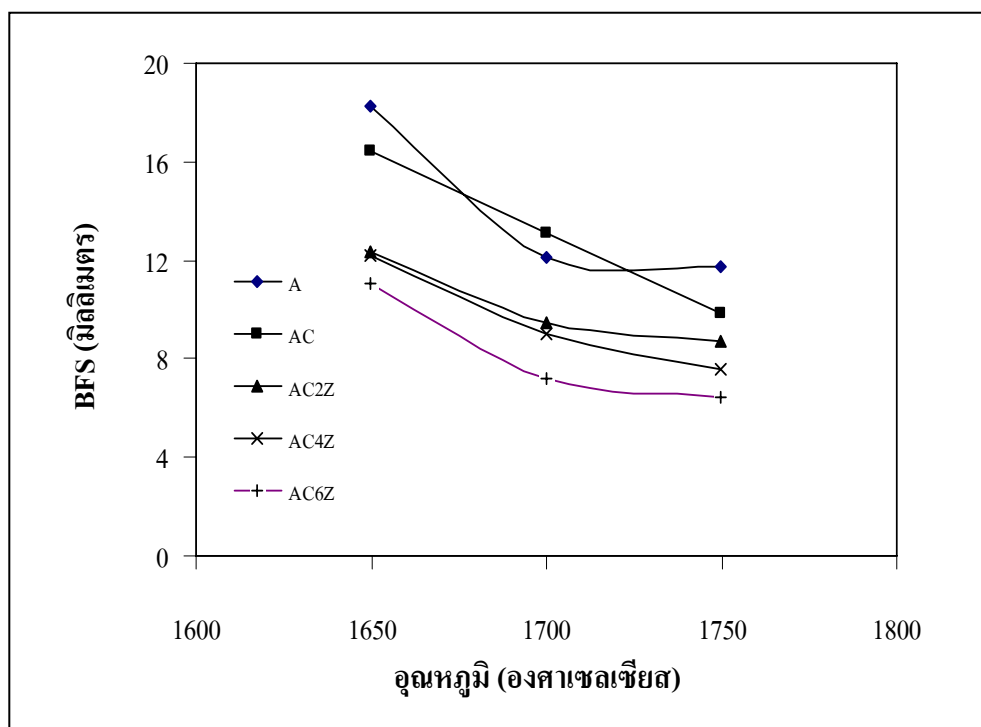
ตารางที่ 4.7 แสดงค่าความต้านทานการเจาะทะลุและระยะโป่งหลัง (BFS)* ของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 90 นาที

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	สูตร	Back Face Signature** (BFS, มิลลิเมตร)	ความต้านทานการเจาะทะลุ***
1650	A	18.22	ไม่ทะลุ
	AC	16.44	ไม่ทะลุ
	AC2Z	12.38	ไม่ทะลุ
	AC4Z	12.22	ไม่ทะลุ
	AC6Z	11.04	ไม่ทะลุ
1700	A	12.12	ไม่ทะลุ
	AC	13.1	ไม่ทะลุ
	AC2Z	9.5	ไม่ทะลุ
	AC4Z	9.02	ไม่ทะลุ
	AC6Z	7.16	ไม่ทะลุ
1750	A	11.78	ไม่ทะลุ
	AC	9.86	ไม่ทะลุ
	AC2Z	8.68	ไม่ทะลุ
	AC4Z	7.54	ไม่ทะลุ
	AC6Z	6.42	ไม่ทะลุ

หมายเหตุ:* ทดสอบและวัดค่าตามมาตรฐาน NIJ ด้วยความร่วมมือกับศูนย์วิจัยพัฒนาวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีการบินและอวกาศ กองทัพอากาศ

** วิธีวัดแสดงในหน้า 37-38

*** วิธีวัดแสดงในหน้า 37



รูปที่ 4.28 แสดงค่า BFS ของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่าการเติมโครเมียมเข้าไปในอะลูมินาส่งผลให้มีค่า BFS ที่เพิ่มขึ้นและเริ่มลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกในขณะที่เมื่อเติม 4Y เซอร์โคเนียเข้าไปในอะลูมินา-โครเมียมเซรามิก พบว่าค่า BFS ลดลงตามปริมาณ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่การเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกจะส่งผลให้ BFS มีค่าที่ลดลง เนื่องจากวัสดุมีความเหนียวเพิ่มขึ้น และทุกตัวอย่างไม่มีรอยทะเล ซึ่งทั้งหมดนี้จะสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 4.2.5 และทั้งหมดมีค่า BFS น้อยกว่าที่กำหนดไว้ตามมาตรฐาน NIJ ที่ 44 มิลลิเมตร

4.3 ผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุ

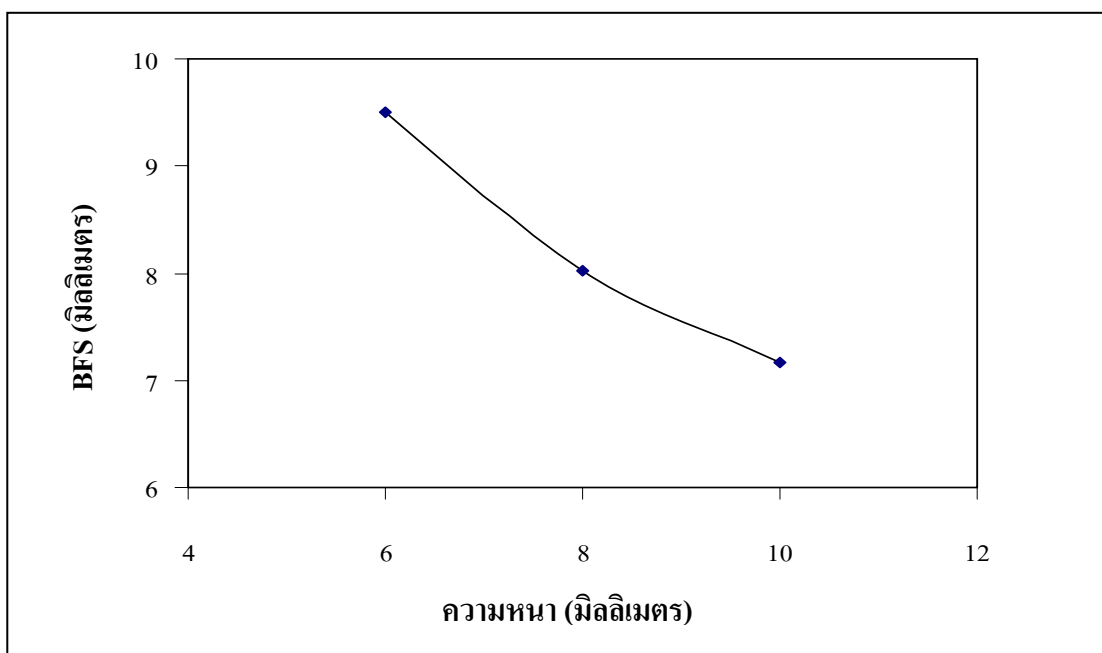
ผลของความหนาของวัสดุเชิงประกอบ จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.2 พบว่าวัสดุเชิงประกอบซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 91 โดยน้ำหนัก โครเมียร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700°C จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด ดังนั้นในการศึกษาผลของความหนาต่อความต้านทานการเจาะทะลุของวัสดุเชิงประกอบ จึงได้เลือกวัสดุเชิงประกอบที่มีส่วนผสมดังกล่าวข้างต้นมาทำการศึกษาโดยตัวอย่างมีความหนา 6 8 และ 10 มิลลิเมตร ตามลำดับ

ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาต่อความต้านทานการเจาะทะลุ ของแต่ละตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงผลของความหนาที่มีต่อความต้านทานการเจาะทะลุและระยะโป่งหลัง (BFS)* ของตัวอย่างสูตร AC6Z1700

ความหนา (มิลลิเมตร)	Back Face Signature (BFS, มิลลิเมตร)	ความต้านทานการเจาะทะลุ
10	7.16	ไม่ทะลุ
8	8.02	ไม่ทะลุ
6	9.50	ไม่ทะลุ

หมายเหตุ:* ทดสอบและวัดค่าตามมาตรฐาน NIJ ด้วยความร่วมมือกับศูนย์วิจัยพัฒนาวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีการบินและอวกาศ กองทัพอากาศ



รูปที่ 4.29 แสดงค่า BFS ของตัวอย่างสูตร AC6Z1700 ที่มีความหนาของวัสดุเชิงประกอบที่แตกต่างกัน

โดยปกติแล้ววัสดุเซรามิกเมื่อมีแรงกระทำจะมี New Surface หรือรอยแตกเกิดขึ้น ทำให้ความเค้นลดลงได้ ในขณะที่เดียวกันวัสดุก็จะมีความต้านทานต่อแรงกระทำลดลง เนื่องจากมี รอยแตกร้าวเกิดขึ้นภายในเนื้อวัสดุ ซึ่งผลกระทบอันนี้จะส่งผลให้ประสิทธิภาพในการป้องกัน ความต้านทานการเจาะทะลุลดลง ดังนั้นการเพิ่มความหนาของวัสดุจะสามารถช่วยเพิ่ม ประสิทธิภาพในการป้องกันความต้านทานการเจาะทะลุได้ และความหนาที่เพิ่มขึ้นยังสามารถช่วย ดูดซับ (Absorption) แรงที่มากระทำได้มากขึ้น (Vemuri Madhu et al., 2005) ซึ่งจากตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.29 พบว่าเมื่อวัสดุเชิงประกอบมีความหนาเพิ่มขึ้นในขณะที่ค่า BFS จะลดลง

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อปริมาณรพูนภายในชิ้นงานลดลงวัสดุจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวลดลง
2. วัสดุที่มีเกรนขนาดเล็ก จะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ แต่ความเหนียวของวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีค่าที่น้อยกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากเกรนขนาดใหญ่จะเกิดการหักเหของรอยร้าวมากกว่าเกรนขนาดเล็ก
3. การเติมโครเมียร์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเข้าไปในอะลูมินามีผลให้ความแข็งแรง และความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้น โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C จะมีสมบัติที่ดีที่สุด
4. การเติมสารเติมแต่งเซอร์โคเนียในอะลูมินา-โครเมียร์เซรามิกมีผลทำให้ความแข็งแรงของอะลูมินา-โครเมียร์เซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าความแข็งแรงที่สูงสุดจะมีปริมาณเซอร์โคเนียร์ร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1700°C ส่วนความเหนียวของอะลูมินา-โครเมียร์เซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น โดยค่าความเหนียวที่สูงสุดจะได้จากตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750°C
5. เมื่อเติมโครเมียร์เข้าไปในอะลูมินา และการเติมเซอร์โคเนียเข้าไปในอะลูมินา-โครเมียร์เซรามิก พบว่ามีความต้านทานการเจาะทะลุเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกก็พบว่าความต้านทานการเจาะทะลุมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากวัสดุมีค่าความเหนียวเพิ่มขึ้น และมีความเปราะลดลง
6. การลดความหนาของวัสดุเชิงประกอบส่งผลให้มีความต้านทานการเจาะทะลุลดลง เนื่องจากความหนาที่ลดลงวัสดุเชิงประกอบจะมีความสามารถในการดูดซับแรงที่มากกระทำได้ลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. การทดลองควรมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของโครเมียให้เพิ่มขึ้นหรือลดลง ซึ่งอาจส่งผลให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งและความเหนียวซึ่งจากเดิมเดิมโครเมียในปริมาณคงที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก

2. การลดปริมาณและเปลี่ยนตัวสารเพิ่มการยึดเกาะ ซึ่งจากเดิมใช้แป้งมันในปริมาณร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ควรมีการลดปริมาณลง หากสารเพิ่มยึดเกาะมีปริมาณมากเกินไปจะส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบมีปริมาณรูพรุนมาก ทำให้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลลดลง หรืออาจเปลี่ยนชนิดของสารเพิ่มการยึดเกาะ ซึ่งจากเดิมใช้แป้งมันอาจเปลี่ยนมาใช้ PVA ในปริมาณไม่เกินร้อยละ 3 โดยน้ำหนักซึ่งอาจส่งผลให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น

3. การทดสอบความต้านทานการเจาะทะลุโดยการยิง ควรมีการทดลองเพิ่มระดับความสามารถการป้องกันอาวุธสงครามจากมาตรฐาน NIJ ระดับ 3 เป็น NIJ ระดับ 4 เพื่อทดสอบความสามารถของวัสดุในการป้องกัน

รายการอ้างอิง

- จิตติ รินเสนา. (2552). การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-อะลูมิเนียม แบบอัดซ้อน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. (2539). เซรามิกส์. (พิมพ์ครั้งที่ 4). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- อนุรัตน์ ภูวนคำ. (2548). การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับงานทางวิศวกรรม. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fired Whiteware Products. **ASTM C373-88**. New York: ASTM.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. **ASTM C1161-90**. New York: ASTM.
- Anstis, G.P., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of American Ceramic Society**. 64: 533-538.
- Casellas, D., Rafols, I., Llanes, L., Anglada, M. (1999). Fracture toughness of zirconia-alumina composites. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**. 17: 11-20.
- Choi, S.R., and Bansal, N.P. (2005). Mechanical behavior of zirconia/alumina composites. **Ceramics International**. 31: 39-46.
- Doh-Hyung Rin, Young-Min Kong, and Hyoun-Ee Kim. (2000). Effect of Cr_2O_3 addition on microstructural evolution and mechanical properties of Al_2O_3 . **Journal of the European Ceramic Society** . 20: 1475-1481.
- Eugene Medvedovski. (2005). **Ceramic armor and armor system II**. (Vols 178). Maryland The American Ceramic Society.

- Eugene Medvedovski. (2006). Alumina-mullite ceramic for structural applications. **Ceramic International**. 32: 369-375.
- Hernandez, M.T., Gonzales, M., and De Pablo, A. (2003). C-diffusion during hot press in the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ system. **Acta Materialia**. 51: 217-228.
- Lange, F.F. (1983). Processing-related fracture origins: Observation in sintered and isostatically hot-pressed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ composites. **Journal of the American Ceramic Society**. Vol.66 No.6: 396-398.
- Michael F Ashby, and David R H Jones. (1986). **Engineering materials 1 an introduction to their properties and application**. (Volume 34). International Series on Materials Science and Technology.
- Michael V. Swain. (1994). **Materials science and technology structure and properties of ceramic**. (volume 11). Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft mbH.
- Quinn, J.B., Quinn, G.D. (1997). Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. **Journal of Materials Science**. 32: 4331-4346.
- Rao, P.G., Iwasa, M., Tanaka, T., Kondoh, I., and Inoue, T. (2003). Preparation and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-15wt.\%ZrO}_2$ composites. **Scripta Materialia**. 48: 437-441.
- Shibata, K., Yoshinaka, M., Hirota, K., and Yamaguchi, O. (1997). Fabrication and mechanical properties of Cr_2O_3 solid solution ceramics in the system $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$. **Materials Research Bulletin**. Vol.32 No.5: 627-632.
- Stevens, R. (1986). **Zirconia and zirconia ceramics**. Magnesium Elektron: 26-30.
- Soon-Kil Chung. (1990). Fracture characterization of armor ceramics. (1990). **American Ceramic Society Bulletin**. Vol 69(3): 358-66.
- Takehiko Hirata, Katsunori Akiyama, and Hirokazu Yamamoto. (2000). Sintering behavior of $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ ceramic. **Journal of the European Ceramic Society**. 20: 195-199.
- Tuan, W.H., Chen, R.Z., Wang, T.C., Cheng, C.H., and Kuo, P.S. (2002). Mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ composites. **Journal of the European Ceramic Society**. 22 : 2827-2833.

- Vemuri Madhu, Ramanjaneyulu, K., Balakrishna Bhat, T., Gupta, N.K. (2005). An experimental study of penetration resistance of ceramic armour subjected to projectile impact. **International Journal of Impact Engineering**. 32: 337-350.
- William F. Smith. (1996). **Principle of Material Science and Engineering**. 3rd.ed. New York: McGraw-Hill.
- Yodhihiko Takano, Tetsuya Komeda, Masaru Yoshinaka, Ken Hirota, and Osamu Yamaguchi. (1998). Fabrication, microstructure, and mechanical properties of Cr₂O₃/ZrO₂(2.5Y) composite ceramics in the Cr₂O₃- rich region. **Journal of the American Ceramic Society**. 81(9): 2497-500.
- Yosuke Matsumoto, Ken Hirota, and Osamu Yamaguchi. (1993). Mechanical properties of hot isostatically pressed zirconia-toughened alumina ceramics prepared from coprecipitated powders. **Journal of the American Ceramic Society**. 76(10): 2677-80.

ภาคผนวก ก

**XRD แพทเทิร์นของ อะลูมินา โครเมีย อะลูมินาโครเมียออกไซด์
m-ZrO₂ และ t-ZrO₂**

ตารางที่ ก.1 แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา

Pattern: 00-010-0173		Radiation = 1.540600		Quality : Indexed				
Al ₂ O ₃		2th	i	h	k	l		
Aluminum Oxide		25.584	75	0	1	2		
Corundum, syn		35.136	90	1	0	4		
Also called: alumina, alundum, diamonite		37.785	40	1	1	0		
Lattice :Rhombohedral		Mol. Weight = 101.96		41.685	1	0	0	6
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 254.70		43.363	100	1	1	3
a = 4.75800	z = 6	Dx = 3.989		46.184	2	2	0	2
c = 12.99100		Dm = 4.050		52.553	45	0	2	4
		l/lcor = 1.00		57.519	80	1	1	6
				59.769	4	2	1	1
Temperature data collection : Pattern taken at 26 C.		61.166	6	1	2	2		
Data collection flag : Ambient		61.345	8	0	1	8		
		66.548	30	2	1	4		
		68.198	50	3	0	0		
		70.359	2	1	2	5		
		74.268	4	2	0	8		
		76.882	16	1	0	10		
		77.229	8	1	1	9		
Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 9, page 3 (1960)		80.695	8	2	2	0		
Radiation: CuKα1		Filter: Beta		83.219	1	3	0	6
Lambda: 1.54050		d-sp : Not given		84.378	6	2	2	3
SS/FOM: F30= 50(0.0188,32)		85.183	2	1	3	1		
		86.378	6	3	1	2		
		86.464	4	1	2	8		
		89.020	8	0	2	10		
		90.665	4	0	0	12		
		91.204	8	1	3	4		

ตารางที่ ก.2 แสดง XRD แพทเทิร์นของโครเมียม

Pattern: 00-006-0504		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted				
Cr ₂ O ₃		2th	i	h	k	l		
Chromium Oxide		24.483	75	0	1	2		
Eskolaite, syn		33.588	100	1	0	4		
Also called :chrome green, green cinnabar		36.191	95	1	1	0		
Lattice : Rhombohedral		Mol. Weight = 151.99	39.783	12	0	0	6	
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 289.37	41.464	40	1	1	3	
a = 4.95800	z = 6	Dx = 5.233	44.187	10	2	0	2	
			50.197	40	0	2	4	
c = 13.59300		l/lcor = 1.80	54.865	90	1	1	6	
			58.397	14	1	2	2	
Temperature of data collection: Pattern taken at 26 C.			63.444	25	2	1	4	
Data collection flag : Ambient			65.115	40	3	0	0	
			72.929	20	1	0	10	
			76.824	18	2	2	0	
			79.071	8	3	0	6	
			82.088	14	3	1	2	
			84.215	10	0	2	10	
			86.531	10	1	3	4	
Swanson et al., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 5, page 22 (1995)			90.208	18	2	2	6	
			95.311	16	2	1	10	
			108.997	14	3	2	4	
Radiation: CuKα1		Filter: Beta	110.589	12	4	1	0	
Lambda: 1.54050		d-sp : Not Given	118.633	14	1	3	10	
SS/FOM: F28= 25(0.0170,65)			120.261	8	3	0	10	
			125.670	25	4	1	6	

ตารางที่ ก.3 แสดง XRD แพทเทิร์นของ m-ZrO₂

Pattern: 00-037-1484		Radiation = 1.540598		Quality : High				
ZrO ₂		2th	i	h	k	l		
Zirconium Oxide		17.419	3	0	0	1		
Also called : zirconium dioxide, Baddeleyite, syn, zirkite, zirconia		24.048	14	1	1	0		
		24.441	10	0	1	1		
Lattice : Monoclinic		Mol. Weight = 123.22		28.175	100	-1	1	
S.G. : P21/a (14)		Volume [CD] = 140.70		31.468	68	1	1	
a = 5.31290	Beta = 99.22 z = 4	Dx = 5.817		34.160	21	2	0	
b = 5.21250				34.383	11	0	2	
c = 5.14710				35.309	13	0	0	
a/b = 1.01926		l/lcor = 2.60		35.900	2	-2	0	
c/b = 0.98745				38.396	1	-2	1	
Temperature of data collection: 25.5°		38.541	4	1	2	0		
Data collection flag : Ambient .		39.411	1	0	1	2		
		39.990	1	-2	1	1		
		40.725	12	-1	1	2		
		41.150	5	2	0	1		
		41.374	5	-1	2	1		
		44.826	7	2	1	1		
		45.522	6	-2	0	2		
McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B.,		48.949	2	-2	1	2		
Wong-Ng, W., Hubbard, C., Powder Diffraction, Volume		49.266	18	2	2	0		
1, Page 275(1986)		50.116	22	0	2	2		
CAS Number: 1314-23-4		50.559	13	-2	2	1		
		51.193	5	-1	2	2		
Radiation: CuKα1	Filter: Monochromator	54.104	11	0	0	3		
Lambda: 1.54050	crystal	54.680	1	2	2	1		
SS/FOM: F30=	d-sp : Diffractometer	55.270	11	1	2	2		
111(0.0073,37)	Internal standard: Ag FP	55.400	11	3	1	0		

ตารางที่ ก.4 แสดง XRD แพทเทิร์นของ t-ZrO₂

Pattern: 01-070-4430		Radiation = 1.540600		Quality : Calculatted				
((ZrO ₂) _{0.93} (Y ₂ O ₃) _{0.07}) _{0.935} Zirconium Yttrium Oxide		2th	i	h	k	l		
		30.143	999	1	0	1		
Lattice : Tetragonal S.G. : P42/nmc (137)		34.882	97	0	0	2		
		34.977	178	1	1	0		
Mol. Weight = 121.92 Volume [CD] = 67.54		43.112	11	1	0	2		
		50.230	344	1	1	2		
a = 3.62500	z = 2	50.230	344	2	0	0		
c = 5.14000		Dx = 5.995	53.570	1	2	0	1	
		l/lcor = 9.88	59.640	120	1	0	3	
			59.766	241	2	1	1	
ICSD collection code : 090888 Data collection flag : Ambient.		62.672	50	2	0	2		
Lamas, D.G., Walsoe-de-Reca, N.E., J. Mater. Sci., volume 35, page 5563(2000) Calculated from ICSD using POWN-12++		68.360	3	2	1	2		
		73.662	15	0	0	4		
		73.888	42	2	2	0		
		78.989	2	1	0	4		
Radiation: CuKα1 Lambda: 1.54060 SS/FOM: F18= 131(0.0063,22)		81.710	67	2	1	3		
		81.819	42	3	0	1		
		84.222	25	1	1	4		
		84.384	32	2	2	2		
Filter: Not specified d-sp : Calculated Spacings		84.384	32	3	1	0		
		89.568	1	3	0	2		

ตารางที่ ก.5 แสดง XRD แพทเทิร์นของอะลูมินาโครเมียมออกไซด์

Pattern: 01-073-0027		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated				
		2th	i	h	k	l		
Al _{1.98} Cr _{0.02} O ₃								
Aluminum Chromium Oxide		25.569	680	0	1	2		
Also called: Corundum, aluminium chromium oxide		35.142	999	1	0	4		
Lattice : Rhombohedral		Mol. Weight = 102.46	37.763	468	1	1	0	
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 255.03	41.671	4	0	0	6	
a = 4.76060	z = 6	Dx = 4.003	43.340	949	1	1	3	
		Dm = 4.050	46.163	15	2	0	2	
c = 12.99400			52.535	467	0	2	4	
		l/lcor = 1.03	57.485	905	1	1	6	
ICSD collection code : 020856			59.718	23	2	1	1	
Data collection flag : Ambient			61.108	34	1	2	2	
			61.291	82	0	1	8	
			66.495	345	2	1	4	
			68.183	524	3	0	0	
			70.393	11	1	2	5	
			74.282	13	2	0	8	
			76.860	148	1	0	10	
Tsirel'son, V.G., Antipin, M.Yu., Gerr, R.G., Krashennnikov,			77.218	84	1	1	9	
M.v., Ozerov, R.p., Struchkov, Yu.T., Dokl. Akad. Nauk			80.393	8	2	1	7	
SSSR, volume 271, page 1178(1983)			80.666	58	2	2	0	
Calculated from ICSD using POWN-12++ (1997)			83.188	7	0	3	6	
			84.323	45	2	2	3	
Radiation: CuKα1	Filter: Not specified		85.104	3	1	3	1	
Lambda: 1.54060	d-sp : Calculated Spacings		86.316	34	3	1	2	
SS/FOM: F25= 1000(0.0000,25)			86.477	27	1	2	8	
			88.976	63	0	2	10	

ภาคผนวก ข

มาตรฐานการทดสอบ ASTM



Designation: C 373 - 88 (Reapproved 1994)

Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products¹

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

1. Scope

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

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

2. Significance and Use

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

3. Apparatus and Materials

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

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

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

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

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

3.6 *Distilled Water*.

4. Test Specimens

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

5. Procedure

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

heating in an oven at 150°C (302°F), followed by cooling in a desiccator. Determine the dry mass, D , to the nearest 0.01 g.

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

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

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

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

6. Calculation


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

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

$$V = M - S$$

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

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

 C 373

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$B = D/V$$

7. Report

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

8. Precision and Bias

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

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

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.



Designation: C 1161 – 94 (Reapproved 1996)

Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature¹

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

1. Scope

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

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

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

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines²
E 337 Test Method for Measured Humidity with a Psychrometer (The Measurement of Wet- and Dry-Bu Temperatures)³

2.2 Military Standard:

MIL-STD-1942 (MR) Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature⁴

3. Terminology

3.1 Definitions:

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

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

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

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-28 on Advanced Ceramics and is the direct responsibility of Subcommittee C28.01 on Properties and Performance.
Current edition approved July 25, 1994. Published February 1995. Originally published as C 1161 – 90. Last previous edition C 1161 – 90.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.03.

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

4. Significance and Use

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

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

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

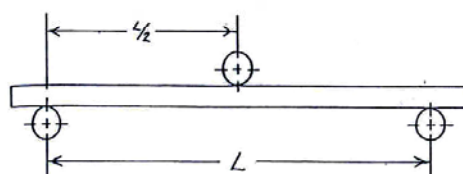
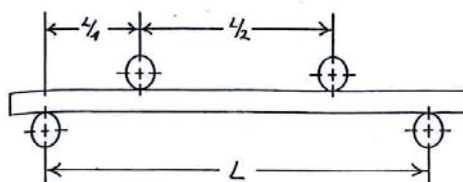
4.4 The flexural strength of a ceramic material is dependent on both its inherent resistance to fracture and the presence of defects. Analysis of a fracture surface, fractography, though beyond the scope of this test method, is highly recommended for all purposes, especially for design data as discussed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

5. Interferences

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

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

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

 C 1161


Note—Configuration:

A: $L = 20$ mm

B: $L = 40$ mm

C: $L = 80$ mm

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

introduced during the early course or intermediate machining.

6. Apparatus

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

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

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

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

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

TABLE 1 Fixture Spans

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

TABLE 2 Nominal Bearing Diameters

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

TABLE 3 Specimen Size

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

and stiffer ceramic specimens may require harder bearings.

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

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

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

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

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

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

7. Specimen

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

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

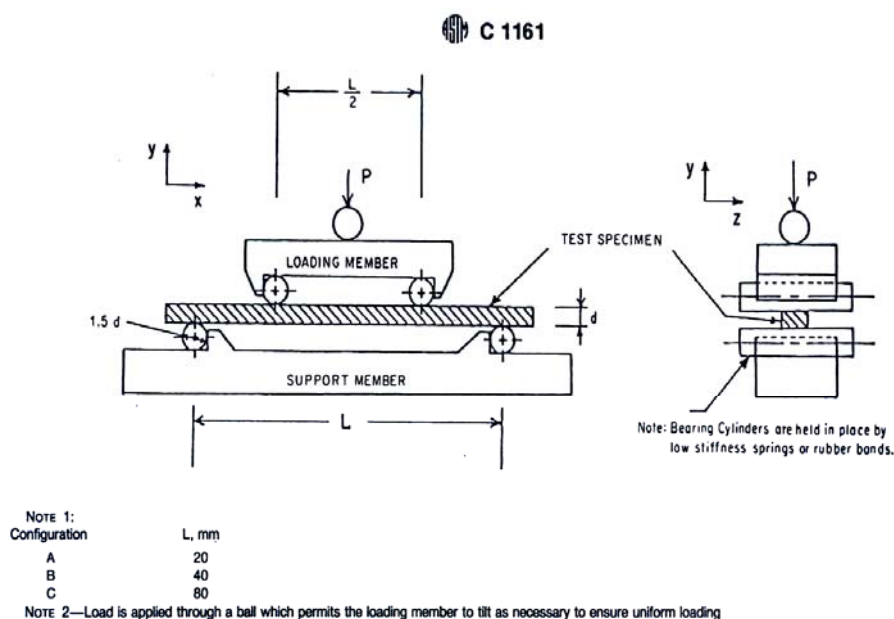


FIG. 2 Schematic of a Semiarticulated Four-Point Fixture Suitable for Flat and Parallel Specimens

the following four specimen preparation procedures:

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

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

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

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

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

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

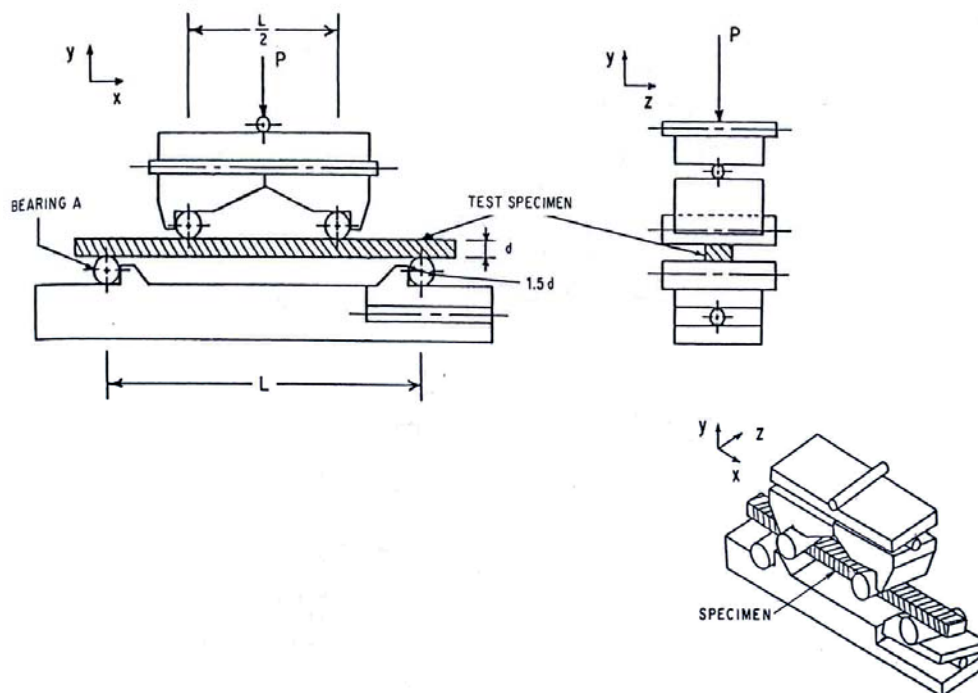
Final (and intermediate) finishing shall be performed with a diamond wheel that is between 320 and 500 grit. No less than 0.06 mm per face shall be removed during the final finishing phase, and at a rate of not more than 0.002 mm (0.0001 in.) per pass. Remove approximately equal stock from opposite faces.

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

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

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

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

 C 1161


NOTE 1:

Configuration	L, mm
A	20
B	40
C	80

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

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

8. Procedure

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

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

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

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

can be distinguished. Carefully drawn pencil marks will suffice.

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

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

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

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

where:

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

TABLE 4 Crosshead Speeds for Displacement-Controlled Testing Machine

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

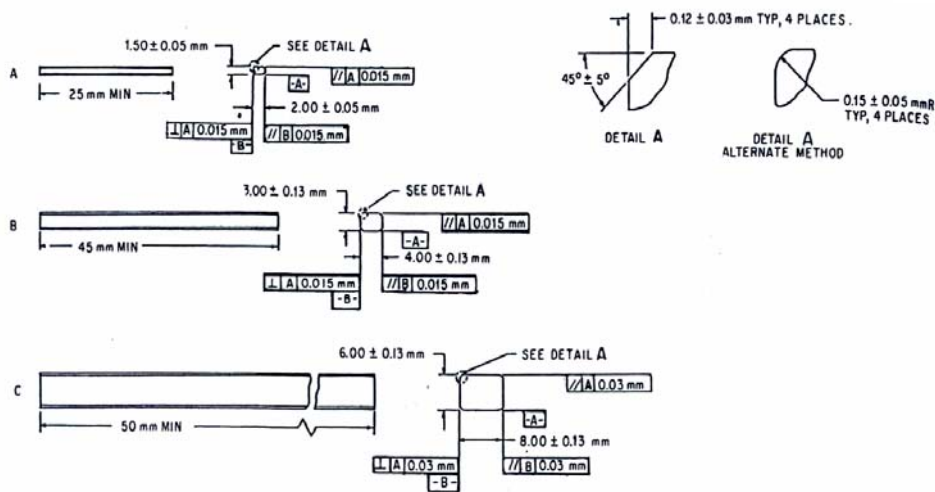
 C 1161


FIG. 4 The Standard Test Specimens

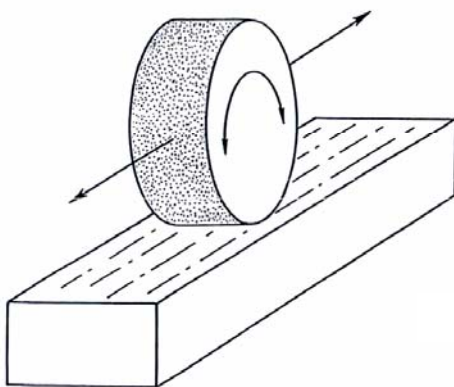


FIG. 5 Surface Grinding Parallel to the Specimen Longitudinal Axis

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

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

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

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

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

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

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

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

9. Calculation

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

$$S = \frac{3 PL}{4 bd^2}$$

where:

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

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

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

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

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

 C 1161

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

10. Report

10.1 Test reports shall include the following:

10.1.1 Test configuration and specimen size used.

10.1.2 The number of specimens (n) used.

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

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

10.1.5 Heat treatments or exposures, if any.

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

10.1.7 Strain rate or crosshead rate.

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

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

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{n} \quad (3)$$

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

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

11. Precision and Bias

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

11.2 Experimental Errors:

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

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

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

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

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

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

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

12. Keywords

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

C 1161

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

XI. ALTERNATIVE PROCEDURE

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

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

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

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

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

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

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

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

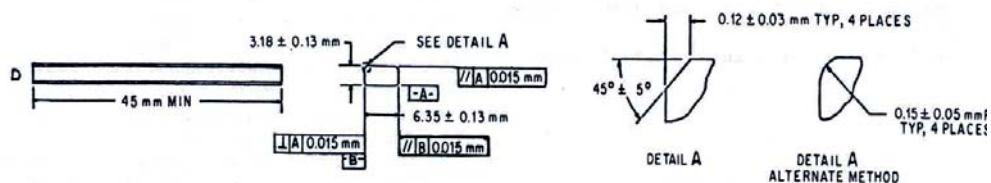


FIG. X1.1 The Alternative 'D' Test Specimen

REFERENCES

- (1) Baratta, F. I., Quinn, G. D., and Matthews, W. T., "Errors Associated With Flexure Testing of Brittle Materials," U.S. Army MTL TR 87-35, July 1987.
- (2) Quinn, G. D., Baratta, F. I., and Conway, J. A., "Commentary on U.S. Army Standard Test Method for Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature," U.S. Army AMMRC 85-21, August 1985.
- (3) Hoagland, R., Marshall, C., and Duckworth, W., "Reduction Errors in Ceramic Bend Tests," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 59, No. 5-6, May-June, 1976, pp. 189-192.
- (4) Quinn, G. D., and Baratta, F. I., "Flexure Data, Can It Be Used For Ceramics Part Design?" *Advanced Materials and Processes*, December 1985, pp. 31-35.
- (5) Quinn, G. D., "Properties Testing and Materials Evaluation," *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Vol 5, May-June 1984, pp. 298-311.
- (6) Quinn, G. D., "Fractographic Analysis and the Army Flexure Test Method," *Fractography of Glass and Ceramics*, Vol 22 of *Advances in Ceramics*, American Ceramic Society, 1988, pp. 314-334.
- (7) Quinn, G. D., "Flexure Strength of Advanced Ceramics—A Round Robin Exercise," U.S. Army MTL TR 89-62, July 1989.
- (8) Davies, D. G. S., "The Statistical Approach to Engineering in Ceramics," *Proceedings of the British Ceramic Society*, 1979, pp. 429-452.
- (9) Ritter, J. Jr., Bandyopadhyay, N., and Jakus, "Reproducibility of the Dynamic and Static Fatigue of Ceramics," *Ceramic Bulletin*, Vol 60, No. 8, 1981, pp. 798-800.
- (10) Weibull, W., "Statistical Distribution Function of Flexure Strength," *Journal of Applied Mechanics*, Vol 18, 1951, pp. 297-300.
- (11) Tennery, V., "International Energy Agency Annex II," *Ceramic Technology Newsletter*, Number 23, April-June 1989.

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

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



Designation: C 1327 - 96a

Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics¹

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

1. Scope

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

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

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines²
- E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods³
- E 380 Practice for Use of the International System of Units (SI) (the Modernized Metric System)³
- E 384 Test Method for Microhardness of Materials²
- E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method³

2.2 European Standard:

CEN ENV 843-4 Advanced Technical Ceramics, Monolithic Ceramics, Mechanical Properties at Room Temperature, Part 4: Vickers, Knoop and Rockwell Superficial Hardness⁴

2.3 Japanese Standard:

JIS R 1610 Testing Method for Vickers Hardness of High Performance Ceramics⁵

2.4 ISO Standard:

ISO 6507/2 Metallic Materials—Hardness test—Vickers test—Part 2: HV0.2 to less than HV5⁶

3. Terminology

3.1 Definition:

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

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

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

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁴ Available from European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.

⁵ Available from Japanese Standards Association, Tokyo, Japan.

⁶ Available from International Standards Organization, Geneva, Switzerland.

4. Summary of Test Method

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

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

5. Significance and Use

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

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

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

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

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

5.6 A full hardness characterization includes measure-

C 1327

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

6. Interferences

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

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

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

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

7. Apparatus

7.1 Testing Machines:

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

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

7.1.3 The calibration of the balance should be checked monthly or as needed. Indentation reference materials may also be used when needed.

7.2 Indenter:

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

7.2.2 Figure 1 shows the indenter. The depth of the indentation is $1/4$ the length of the diagonal. The indenter has an angle between opposite faces of $136^\circ 0 \text{ min}$ ($\pm 30 \text{ min}$).

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

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

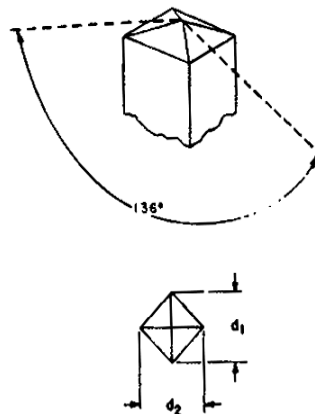


FIG. 1 Vickers Indenter

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

7.3 Measuring Microscope:

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

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

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

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

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

8. Preparation of Apparatus

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

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

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

 C 1327

and Technology⁸ can be used to verify that an apparatus produces a Vickers hardness within $\pm 5\%$ of the certified value.

9. Test Specimens

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

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

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

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

10. Procedure

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

10.2 Specimen Leveling:

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

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

10.2.3 Leveling the specimen is facilitated if one has a leveling device.⁹

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

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

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

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

10.5 Application of Test Load:

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

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

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

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

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

10.7 Acceptability of Indentations:

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

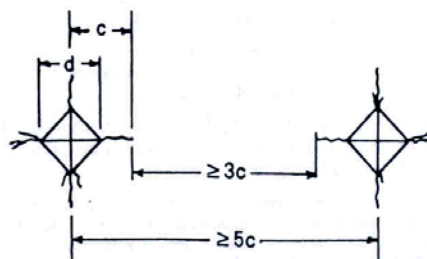
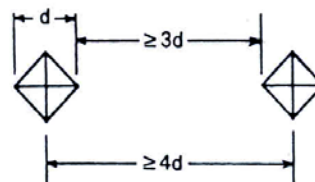


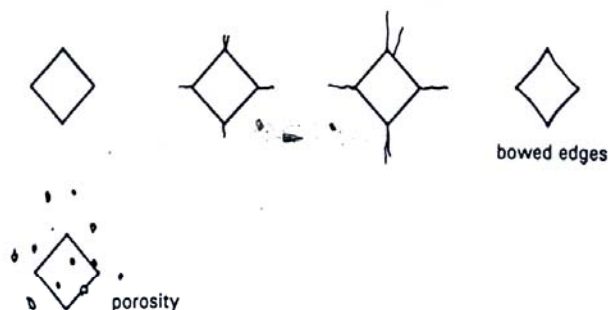
FIG. 2 Closest Permitted Spacing for Vickers Indentations

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

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

 C 1327

ACCEPTABLE INDENTATIONS



UNACCEPTABLE INDENTATIONS

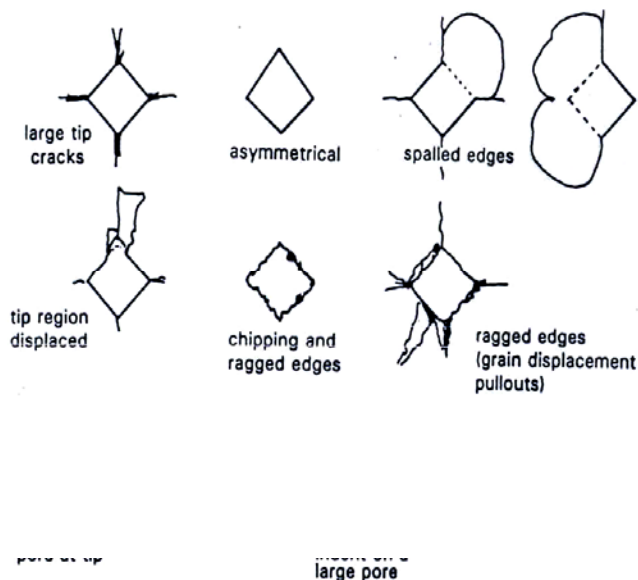


FIG. 3 Guidelines for the Acceptance of Indentations

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

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

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

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

indentations for measurement purposes.

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

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

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

 C 1327

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

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

11. Measurement of Indentation

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

12. Calculation

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

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

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

where:

P = load, N, and

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

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

12.3 The Vickers hardness number is computed as follows:

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

where:

P = load, kgf, and

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

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

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

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

where:

P = load, N, and

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

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

NOTE 16—Equations 2 and 3 compute the Vickers hardness number, which is a dimensionless number; for example, $HV = 1500$. HV formerly had been assigned units of kgf/mm². Equations 2 and 3 produce the same Vickers hardness number.

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

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

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

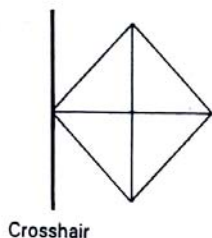
where:

HV_n = HV obtained from n th indentation and

n = number of indentations.

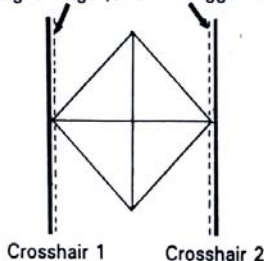
12.5 The standard deviation, S , is:

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

 C 1327


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

Light fringe (Size is exaggerated)



Setting the Zero



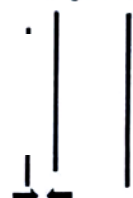
- (b) **CORRECT.** Double crosshair measurement system, whereby the indentation is intended to be measured between two crosshairs or measuring lines. Indentation tips should be on the inside edge (in the fringe) of each crosshair. The measuring system is zeroed by bringing the inside measuring line inside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

Light fringe



Crosshair, position #1 Crosshair, position #2

Setting the Zero



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

FIG. 4. Crosshair Measurement Systems

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

for example, *HV1/15* means the Vickers hardness for an applied test force of 9.81 N (1 kgf) applied for 15 s at full load.

13. Report

13.1 The report shall include the following information:

 C 1327

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

14. Precision and Bias

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

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

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

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

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

14.4.2 Diagonal length measurement errors include inaccurate calibration of the measuring device, inadequate re-

resolving power of the microscope. The higher the NA of the lens, the longer the indentation will appear. This limited resolution leads to a bias error since the microscope is not able to resolve the exact tip and thus leads to underestimates

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

Load, P (N)	Number of Laboratories	Average Diagonal Length, d (μm)	Within-Laboratory Repeatability		Between-Laboratory Reproducibility	
			Expanded Uncertainty ^c (μm)	Coefficient of Variation, %	Expanded Uncertainty ^c (μm)	Coefficient of Variation, %
9.81 ^A	10	34.52	0.56	0.58	2.94	3.05
9.81 ^B	8	34.57	0.62	0.64	2.70	2.79

^A Indentations made by organizing laboratory. Outlier results from one laboratory deleted.

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


^c Coverage factor of 2.8, corresponding to a 95 % confidence interval.

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

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

15. Keywords

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

 C 1327

REFERENCES

- (1) Small, L., *Hardness Theory and Practice (Part I: Practice)*, Service Diamond Tool Co., Ann Arbor, MI, 1960, pp. 241-243.
- (2) Mott, B. W., *Micro-Indentation Hardness Testing*, Butterworth's Scientific Publications, London, 1956.
- (3) Blau, P. J., "Methods and Applications of Microindentation Hardness Testing," *Applied Metallography*, Vander Voort, G. F., ed., Van Nostrand-Reinhold, 1986, pp. 123-138.
- (4) Clinton, D. J., and Morrell, R., "Hardness Testing of Ceramic Materials," *Material Chemistry and Physics*, Vol 17, 1987, pp. 461-473.
- (5) Brown, A. R. G., and Ineson, E., "Experimental Survey of Low-Load Hardness Testing Machines," *Journal of Iron and Steel Institute*, Vol 169, 1951, pp. 376-388.
- (6) Gahn, J., "Neurere Erkenntnisse zur Mikro-Härte," (New Results on Microhardness), *Verein Deutscher Ingenieure-Berichte (Society of German Engineers, Reports)*, Nr 160, 1972, pp. 25-41.
- (7) Naylor, M. G. S., and Page, T. F., "Microhardness, Friction and Wear of SiC and Si₃N₄ Materials as a Function of Load, Temperature and Environment," Third Annual Technical Report, October 1981, Cambridge University, England.
- (8) Thibault, N. W., and Nyquist, H. L., "The Measured Hardness of Hard Substances and Factors Affecting Its Determination," *Transactions of the American Society of Metals*, Vol 38, 1947, pp. 271-330.
- (9) Mulhearn, T. O., and Samuels, L. E., "The Errors Introduced into Diamond Pyramid Hardness Testing by Tilting the Specimen," *Journal of Iron and Steel Institute*, August 1955, pp. 354-359.
- (10) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Development of Ceramic Hardness Reference Materials," *New Horizons for Materials, Proceedings of the 8th World Congress on Ceramics*, Florence, Italy, July 1994, Vincenzini, P., ed., Techna, Faenza, 1995, pp. 617-624.
- (11) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Hardness Standard Reference Materials (SRM) for Advanced Ceramics," *Verein Deutscher Ingenieure Reports*, 1194, 1995, pp. 255-264.

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

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

ภาคผนวก ค

มาตรฐานการทดสอบ NIJ

ตารางที่ ค.1 แสดงมาตรฐานการทดสอบ NIJ

Class	Gun name	Ammo type	Ammo weigh	Ammo velocity
I	38 SPECIAL	RN LEAD	158 GRAIN	259M/SEC(850FT/S)
	22 LRHV	LEAD	40 GRAIN	320M/SEC(1050FT/S)
II A	357 MAGNUM	JSP	158 GRAIN	384M/SEC(1250FT/S)
	9MM	FMJ	124 GRAIN	332M/SEC(1090FT/S)
II	357 MAGNUM	JSP	158 GRAIN	425M/SEC(1395FT/S)
	9MM	FMJ	124 GRAIN	358/SEC(1175FT/S)
III A	44 MAGNUM	JSP LEAD	240 GRAIN	426/SEC(1400FT/S)
	9MM	FMJ	124 GRAIN	426/SEC(1400FT/S)
III	7.62MM	FMJ	150 GRAIN	838M/SEC(2750FT/S)
IV	30-06	AP	166 GRAIN	868M/SEC(2850FT/S)
REMARK	AP : Armor Piercing FMJ : Full Metal Jacketed JSP : Jacketed Soft Point LRHV : Long Lifle High Velocity ค่า Back Face Signature มีค่าไม่เกิน 44 มิลลิเมตร ทุกระดับจะใช้ระยะในการยิงทดสอบที่ 15 เมตร			

ภาคผนวก ง

บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา



PMO31

ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย

Effect of ZrO₂ on Mechanical Properties of Al₂O₃ - Cr₂O₃ Based Composite Materials

สุรพงษ์ เพชรวัตร (Surapong Petchawat) *

ดร. สุขเกษม กังวานตระกุล (Dr. Sukasem Kangwantrakool) **

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาอิทธิพลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา - โครเมีย โดยนำผงอะลูมินามาผสมกับโครเมียปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเป็นวัตถุดิบตั้งต้น และใช้(4Y)เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 0-6 โดยน้ำหนัก เป็นสารเติมแต่งสมบัติ จากนั้นนำมาอัดขึ้นรูปและทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะและทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความหนาแน่น รูพรุน วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว ซึ่งจากการศึกษาพบว่าความแข็งแรงสูงสุดได้จากชิ้นงานที่ใช้สารเติมแต่งสมบัติเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1700 °C และค่าความเหนียวสูงสุดได้จากชิ้นงานที่ใช้สารเติมแต่งสมบัติเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1750 °C

ABSTRACT

In this work, the effect of ZrO₂ on mechanical properties of Al₂O₃- Cr₂O₃ based composite is investigated. Al₂O₃ and 3wt% of Cr₂O₃ was mixed with an addition of 0-6wt% (4Y)ZrO₂. All samples were sintered at different temperature. Density, porosity, phases and microstructure of sintered composites were characterized. Flexural strength, hardness and fracture toughness were also investigated. The results from mechanical tests showed that the highest flexural strength was obtained when 6wt% ZrO₂ was added at sintered temperature of 1700 °C. The highest fracture toughness was obtained at 6wt% ZrO₂ addition and with sintered temperature of 1750 °C

คำสำคัญ : วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย เซอร์โคเนีย

Key Words : Al₂O₃- Cr₂O₃ Based composite materials, Zirconia (ZrO₂)

* มหบัณฑิต หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

** ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



บทนำ

ในปัจจุบันสภาวะการณ์ของโลกได้เปลี่ยนแปลงไป ภัยพิบัติที่ก่อให้เกิดความเสียหายแก่มนุษย์ ที่ทุกประเทศทั่วโลกก็ล้วนแล้วแต่ให้ความสำคัญ นอกจากภัยทางธรรมชาติแล้วยังมีภัยที่ร้ายแรงที่ไม่ควรมองข้ามอีกอย่างหนึ่ง นั่นก็คือ ภัยการก่อการร้าย อันเนื่องการวิจัยและพัฒนาวัสดุก็ถือเป็นศาสตร์อย่างหนึ่งที่จะช่วยพัฒนาวัสดุหรืออุปกรณ์ที่มีศักยภาพสามารถป้องกันการทำลายล้างหรือการโจมตีจากฝ่ายตรงข้ามเพื่อความมั่นคงของประเทศได้ อุปกรณ์ป้องกันอันตรายจากกระสุน หรือ เกราะกันกระสุน ถือได้ว่าเป็นหนึ่งในหลาย ๆ อุปกรณ์ที่มีบทบาทหน้าที่สำคัญเกี่ยวกับการป้องกันการทำลาย ที่ก่อให้เกิดความเสียหายต่อสิ่งต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นบุคคล ยานพาหนะ ฐานทัพ รวมถึงสิ่งของต่างๆ เป็นต้น

เกราะกันกระสุน คือชิ้นงานที่ทำจากวัสดุที่มีความสามารถในการต่อต้าน พลังงานและแรงปะทะของกระสุนปืนไม่ให้ผ่านทะลุเกราะได้ เมื่อหัวกระสุนวิ่งกระทบจะมีการแลกเปลี่ยนพลังงานระหว่างกระสุนกับวัสดุเกราะ ถ้าวัสดุเกราะสามารถถ่ายเทพลังงานจากหัวกระสุน ทำให้กระสุนหมดพลังงานลง กระสุนก็จะไม่สามารถผ่านทะลุเป้าได้ ในปัจจุบันได้มีการนำวัสดุหลายชนิดนำมาผลิตเป็นเกราะกันกระสุน ยกตัวอย่างเช่น วัสดุประเภทโลหะ วัสดุประเภทเส้นใยพอลิเมอร์ วัสดุประเภทวัสดุสังเคราะห์ และวัสดุประเภทเซรามิก เป็นต้น

วัสดุเชิงประกอบเซรามิกในระบบ อะลูมินา-โครเมีย ($Al_2O_3-Cr_2O_3$) ถือเป็นอีกวัสดุหนึ่งที่มีการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรม โดยใช้เป็นเครื่องมือตัดแต่งวัสดุ (Cutting Tools) รวมถึงใช้เป็นแผ่นเกราะป้องกันกระสุน แต่อย่างไรก็ตามจากการศึกษาวัสดุเชิงประกอบเซรามิกในระบบ อะลูมินา-โครเมีย ($Al_2O_3-Cr_2O_3$) นั้น พบว่าการเติมโครเมีย (Cr_2O_3) ลงไปสามารถที่จะทำให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติทางกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความเหนียว แต่ก็

PMO31-2

จะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย และพบว่า ยังมีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทำเป็น เกราะกันกระสุน ซึ่งต้องการวัสดุที่มีความเหนียวสูงสามารถรับแรงกระแทกจากกระสุนได้ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้นำ เซอร์โคเนีย (ZrO_2) มาใช้เป็นสารเติมแต่งสมบัติทางกลให้แก่วัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย โดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติด้านความเหนียว เนื่องจากเซอร์โคเนียนี้มีสมบัติด้านความเหนียวที่เด่นกว่าเซรามิกชนิดอื่นๆ

วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษาปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติและภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาเนื้อที่เหมาะสมเพื่อทำให้ได้วัสดุเชิงประกอบที่มีสมบัติเชิงกลด้านต่างๆ ได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว ที่ดี
2. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียวของวัสดุ เชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย/เซอร์โคเนีย
3. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ ได้แก่ วัฏภาค โครงสร้างจุลภาคความหนาแน่นและความพรุนตัว

วิธีการดำเนินการวิจัย

ระเบียบการวิจัย

การเตรียมวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย/เซอร์โคเนีย นำผงอะลูมินา (AM-21) ที่มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 5 ไมครอน มาบดผสมกับโครเมียปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นวัตถุดิบตั้งต้น และสารเติมแต่งสมบัติซึ่งจะใช้ (4Y) เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 0-6 โดยน้ำหนัก ดังแสดงในตารางที่ 1 ทำการบดผสมด้วย Ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้ไปบดให้แห้งและผ่านตะแกรงร่อน ทำเป็นเม็ด granule โดยผสมตัวยึดประสาน ได้แก่ แป้งมัน ในปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก นำเม็ด granule ที่ได้มาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัด Hydraulic press (Compression Machine, 40 tons) โดยใช้แม่พิมพ์อัดขนาด 10×10 cm. หนา 1 cm.



หลังจากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการเผาผนึกภายใต้บรรยากาศปกติโดยใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่ 1650, 1700, 1750°C เวลา 90 นาที ตามลำดับ แล้วนำตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึก ไปตรวจสอบด้วยวิธี X-ray diffractometer (XRD) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) วัดความหนาแน่นและความพรุนตัวด้วยการแทนที่น้ำตามวิธีอาร์คิมิดีส ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 ด้วยวิธี 3-point bending วัดความแข็งตามมาตรฐาน ASTM E384-89 แบบ Vicker's hardness และคำนวณหาความเหนียว (K_{IC}) โดยใช้เทคนิคอินเดนเทชัน ของแอนทิสและคณะ (G.R. Anstis., P.Chantikul, B.R.Lawn. and D.B. Marshall, 1981) คำนวณได้จากสมการ (1)

$$K_{IC} = 0.02 (E/H)^{1/2} P/C^{3/2} \quad (1)$$

โดย E คือ ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus) , H คือ ค่าความแข็ง , P คือ ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน และ C คือ ความยาวรอยแตก

ตารางที่ 1 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารแต่งเติม และอุณหภูมิในการเผาผนึก

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ตัวอย่าง	สารตั้งต้น (ร้อยละ: โดยน้ำหนัก)		สารแต่งเติม (ร้อยละ: โดยน้ำหนัก)
		Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	ZrO ₂
1650	A1650	100	0	0
	AC1650	97	3	0
	AC2Z1650	95	3	2
	AC4Z1650	93	3	4
	AC6Z1650	91	3	6
1700	A1700	100	0	0
	AC1700	97	3	0
	AC2Z1700	95	3	2
	AC4Z1700	93	3	4
	AC6Z1700	91	3	6
1750	A1750	100	0	0
	AC1750	97	3	0
	AC2Z1750	95	3	2
	AC4Z1750	93	3	4
	AC6Z1750	91	3	6

PMO31-3

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

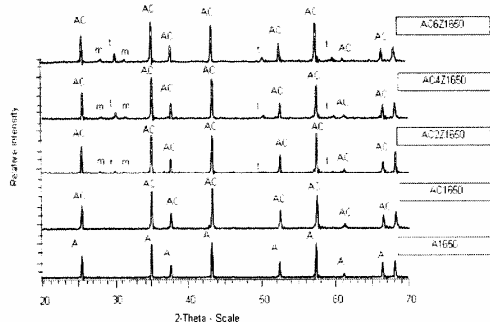
การวิเคราะห์ความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

ตารางที่ 2 แสดงค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

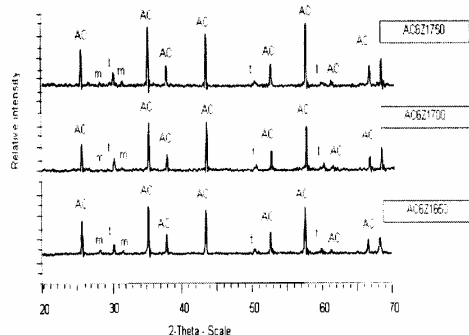
ตัวอย่าง	ความหนาแน่น (กรัม/เซนติเมตร ³)	ปริมาณรูพรุน (%)
A1650	3.20	16.01
AC1650	3.39	9.28
AC2Z1650	3.25	18.67
AC4Z1650	3.34	14.86
AC6Z1650	3.37	16.02
A1700	3.55	1.45
AC1700	3.41	8.65
AC2Z1700	3.47	8.20
AC4Z1700	3.56	2.07
AC6Z1700	3.60	1.89
A1750	3.60	0.64
AC1750	3.45	6.22
AC2Z1750	3.55	0.93
AC4Z1750	3.62	0.80
AC6Z1750	3.64	1.04

เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่น ดังตารางที่ 2 ของแต่ละตัวอย่างพบว่า โครเมียที่เติมเข้าไปส่งผลให้ความหนาแน่นของอะลูมินาตกลง เนื่องจากโครเมียนั้นมีจุดหลอมเหลวที่สูง (ประมาณ 2330°C) เพราะฉะนั้นการเติมโครเมียเข้าไปจะส่งผลให้อุณหภูมิในการเผาผนึกของอะลูมินาสูงขึ้นด้วย จึงส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ในขณะที่การเติมเซอร์โคเนียนั้นจะทำให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย มีค่าสูงขึ้นเนื่องจาก -ZrO_2 เมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจะเกิดการขยายตัวใหญ่ขึ้นส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนในวัสดุเชิงประกอบลดลง และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างจะเพิ่มขึ้นเนื่องจากมีการสุกตัวเพิ่มขึ้น

การวิเคราะห์วิฤภาค และโครงสร้างจุลภาค



รูปที่ 1 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650 °C โดย A, AC, m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวิฤภาคของ อะลูมินา, อะลูมินาโครเมียไฮดรอกไซด์, m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ



รูปที่ 2 แสดง XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย เซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A, AC, m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวิฤภาคของ อะลูมินา, อะลูมินาโครเมียไฮดรอกไซด์, m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ

จากการศึกษาวิฤภาคของแต่ละตัวอย่างหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิเดียวกันดังรูปที่ 1 พบว่าโครเมียจะทำปฏิกิริยากับอะลูมินาระหว่างการเผาก็คเกิดเป็นสารละลายของของแข็ง (Solid Solution) อะลูมินาโครเมียอย่างสมบูรณ์ และเมื่อเติมเซอร์โคเนียเข้าไป

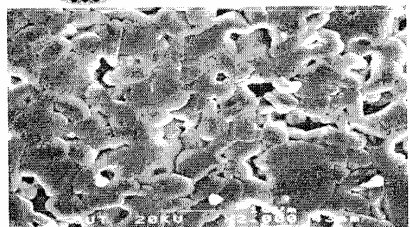
PMO31-4

ในตัวอย่างก็จะปรากฏวิฤภาคของ m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ซึ่ง วิฤภาคเหล่านี้จะมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนียที่เติมเข้าไป และจะไม่ปรากฏฟิสิกอื่น ๆ เข้ามาเจือปน และเมื่อพิจารณาตัวอย่างที่มีปริมาณของเซอร์โคเนียที่เติมเข้าไปร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก หลังผ่านการเผานี้ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันดังรูปที่ 2 พบว่าไม่ปรากฏฟิสิกอื่น ๆ เข้ามาเจือปนเช่นเดียวกัน

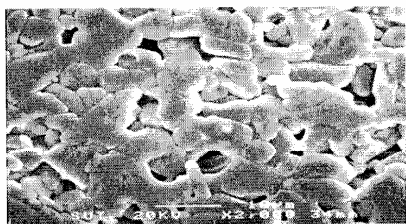
เมื่อเปรียบเทียบผลของ โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่าง พบว่าตัวอย่างที่เติมโครเมียเข้าไปจะมีขนาดของเกรนที่โตขึ้นซึ่งสาเหตุเกิดจากการที่มี Cr ions จำนวนมากที่อยู่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบเกรนของอะลูมินากับโครเมีย ซึ่ง Cr ions นั้นจะส่งผลให้เกรนมีขนาดโตขึ้นอย่างรวดเร็วและบริเวณขอบเกรนมีลักษณะแหลมไม่พอดีกันดังรูปที่ 3 (b) และเมื่อปริมาณของ เซอร์โคเนียเพิ่มมากขึ้น จะส่งผลให้เกรนมีขนาด โตขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผานี้ พบว่าขนาดของเกรนจะ โตขึ้นดังรูปที่ 4 ซึ่งจะสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นดังตารางที่ 2 ที่มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิเผานี้

การวิเคราะห์สมบัติทางกล

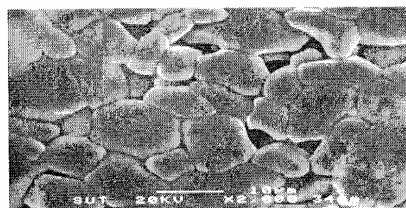
จากรูปที่ 5 เมื่อเติมโครเมียเข้าไปใน อะลูมินา พบว่าค่าความทนต่อการดัดโค้งของ อะลูมินาลดลง สาเหตุเกิดจากขนาดของเกรนที่โตขึ้นและบริเวณขอบเกรนไม่พอดีกัน ซึ่งสอดคล้องกับคำอธิบายตามรูปที่ 3 ในขณะที่การเติม เซอร์โคเนียในปริมาณมากขึ้น จะส่งผลให้ค่า ความทนต่อการดัดโค้งเพิ่มขึ้น ซึ่งสาเหตุเกิดจากเซอร์โคเนียนั้นจะช่วยลดปริมาณพรุนในวัสดุเชิงประกอบ และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าความ ทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบจะเพิ่มขึ้นและเริ่มลดลง เนื่องจากขนาดของเกรนที่โตขึ้น ซึ่งตัวอย่าง AC6Z1700 จะมีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุด มีค่าเท่ากับ 204.64 MPa



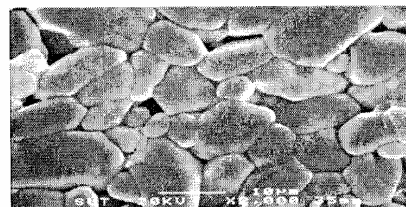
(a)



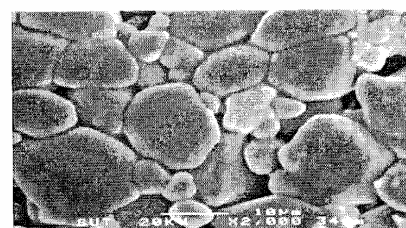
(b)



(c)



(d)



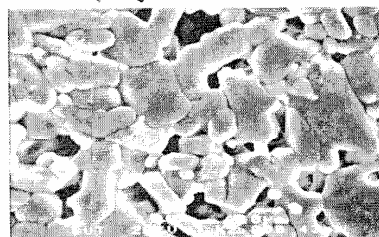
(e)

รูปที่ 3 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง(a)

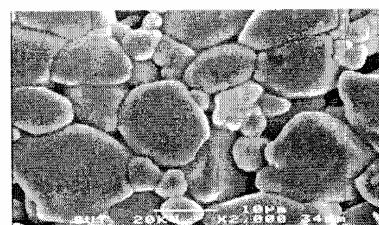
A1700,(b) AC1700,(c) AC2Z1700,(d)

PMO31-5

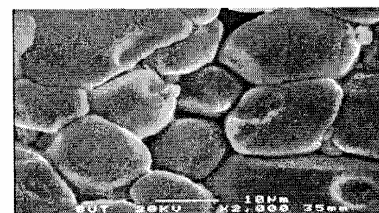
AC4Z1700และ (e) AC6Z1700 ที่ผ่านการเผา
ผืนที่อุณหภูมิ 1700°C



(a)

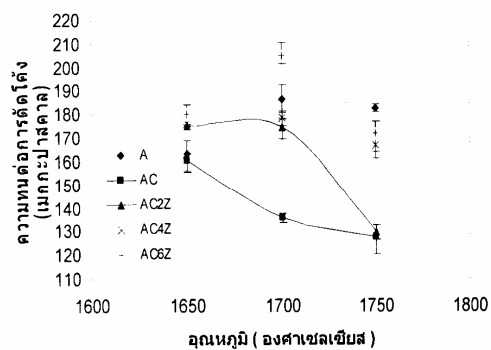


(b)



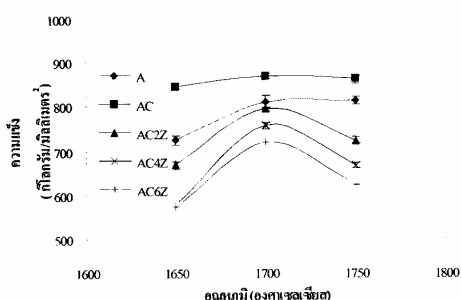
(c)

รูปที่ 4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างที่เดิมเซอร์โคเนียร้อยละ6โดยน้ำหนักที่ผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน (a)AC6Z1650, (b)AC6Z1700 และ (c) AC6Z1750

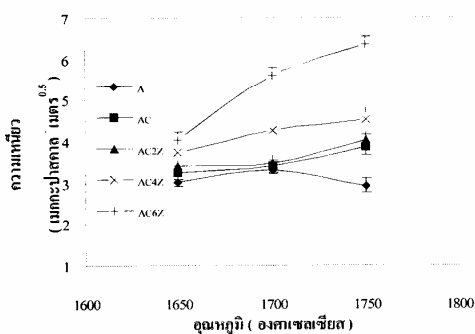




รูปที่ 5 แสดงค่าความทนต่อการคืบโค้งของวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 6 แสดงค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 7 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ

จากการวัดค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบพบว่าโครเมียมที่เติมเข้าไปจะช่วยให้ อะลูมินา มีความแข็งเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับคำอธิบายตามรูปที่ 3 ในขณะที่การเติมเซอร์โคเนียเข้าไปนั้นยิ่งส่งผลให้ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบลดลงตามปริมาณของเซอร์โคเนีย ซึ่งเป็นไปตามกฎ rule of mixture ของ (Y.Takano et al.,1998) ที่ได้อธิบายไว้ โดยค่าความแข็งของ Cr₂O₃ ประมาณ 23 GPa , ZrO₂ ประมาณ 9.4 GPa ส่วนการเติมโครเมียมเข้าไปในอะลูมินาพบว่าจะทำให้ค่าความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้นสาเหตุเกิดจากเกรนที่โตขึ้น และเมื่อเติมเซอร์โคเนียเข้าไป พบว่าค่าความเหนียวจะเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนีย

PMO31-6

ซึ่งสาเหตุเกิดจากอนุภาคของ เซอร์โคเนียจะเกิดการเปลี่ยนเฟสจาก t-ZrO₂ ไปเป็น m-ZrO₂ (stress induces phase transformation) และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบจะมีแนวโน้มสูงขึ้น โดยค่า ความเหนียวที่สูงที่สุดได้แก่ ตัวอย่าง AC6Z1750 ซึ่งจะมีค่าเท่ากับ 6.35 MPa m^{0.5}

สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึก ของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. การเติมโครเมียร์้อยละ 3 โดยน้ำหนักเข้าไปในอะลูมินามีผลให้ ความแข็ง และความเหนียวของอะลูมินาเพิ่มขึ้น โดยอุณหภูมิในการ เผาผนึกที่ 1750 °C จะมีสมบัติที่ดีที่สุด
2. การเติมสารเติมแต่งเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมียม มีผลทำให้ความแข็งแรง วัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงที่สูงที่สุดจะอยู่ที่ปริมาณเซอร์โคเนียร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1700 °C ส่วนความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น ค่าความเหนียวที่สูงที่สุดจะอยู่ที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1750 °C

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีที่ได้ให้ทุนสนับสนุนในการทำวิจัย คณาจารย์ที่ให้คำแนะนำและปรึกษา เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีที่อำนวยความสะดวกการใช้เครื่องมือในการทำวิจัยครั้งนี้



เอกสารอ้างอิง

- Doh-Hyung Rin, Young-Min Kong, and Hyoun-Ee Kim. 2000. Effect of Cr_2O_3 addition on microstructural evolution and mechanical properties of Al_2O_3 . *Journal of the European Ceramic Society* . 20: 1475-1481.
- F.F. Lange. 1983. Processing-related fracture origins: Observation in sintered and isostatically hot-pressed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ composites. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol.66 No.6: 396-398.
- G.R. Anstis., P.Chantikul, B.R.Lawn. and D.B. Marshall. 1981. A Critical evolution of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *Journal of American Ceramic Society*. 64: 533-538.
- K.Shibata, M.Yoshinaka, K.Hirota, and O.Yamaguchi. 1997. Fabrication and mechanical properties of Cr_2O_3 solid solution ceramics in the system Cr_2O_3 - Al_2O_3 . *Materials Research Bulletin*. Vol.32 No.5: 627-632.
- M.T.Hernandez, M.Gonzaiez, and A.De Pablo.2003.C-diffusion during hot press in the Al_2O_3 - Cr_2O_3 system.*Acta Materialia*.51: 217-228.
- P.G. Rao, M.Iwasa, T.Tanaka, I.Kondoh, and T.Inoue. 2003. Preparation and mechanical properties of Al_2O_3 -15wt.% ZrO_2 composites. *Scripta Materialia*.48: 437-441.
- R.Stevens. 1986. Zirconia and Zirconia Ceramics. *Magnesium Elektron*: 26-30.
- S.R.Choi, and N.P.Bansal. 2005. Mechanical behavior of zirconia/alumina composites. *Ceramics International*.31:39-46.
- Takehiko Hirata, Katsunori Akiyama, and Hirokazu Yamamoto. 2000. Sintering behavior of Cr_2O_3 - Al_2O_3 ceramic. *Journal of the European Ceramic Society* . 20: 195-199.
- W.H.Tuan, R.Z.Chen, T.C. Wang, C.H.Cheng, and P.S.Kuo. 2002. Mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ composites. *Journal of the European Ceramic Society* . 22 : 2827-2833.
- Yodhihiko Takano, Tetsuya Komeda, Masaru Yoshinaka, Ken Hirota, and Osamu Yamaguchi.1998.Fabrication,microstructure ,and mechanical properties of $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(2.5\text{Y})$ composite ceramics in the Cr_2O_3 - rich region. *Journal of the American Ceramic Society*. 81(9): 2497-500.
- Yosuke Matsumoto, Ken Hirota, and Osamu Yamaguchi. 1993. Mechanical properties of hot isostatically pressed zirconia-toughened alumina ceramics prepared from coprecipitated powders. *Journal of the American Ceramic Society*. 76(10): 2677-80.

PMO31-7

ประวัติผู้เขียน

นายสุรพงษ์ เพชรวัตร เกิดเมื่อวันที่ 10 พฤศจิกายน พ.ศ. 2526 ที่จังหวัดสิงห์บุรี เริ่มการศึกษา
ชั้นประถมศึกษาที่โรงเรียนรัตนศึกษา จังหวัดสุพรรณบุรี ชั้นมัธยมศึกษาที่โรงเรียนอศุขอุปถัมภ์
จังหวัดนครปฐม และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี (วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต) สาขาวิชา
วิศวกรรมเซรามิก จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปี พ.ศ. 2548
จากนั้นจึงได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก ณ มหาวิทยาลัย
เทคโนโลยีสุรนารีในปีการศึกษา 2549 ระหว่างศึกษาได้มีผลงานวิจัยเสนอขอบทความเข้าร่วมการ
ประชุมเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 12 เมื่อวันที่ 13 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2552
ณ มหาวิทยาลัยขอนแก่น โดยมีรายละเอียดปรากฏในภาคผนวก ง.