

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและเคมีของวัสดุดิบ

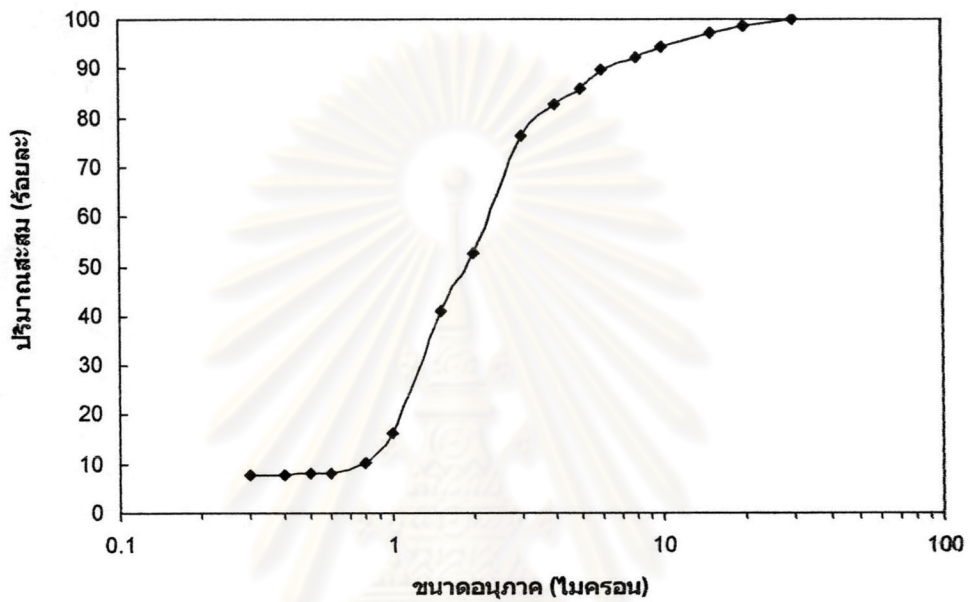
4.1.1 การกระจายขนาดของอนุภาค

ผลของการวัดการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 ซึ่งวัดด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer แสดงดังตารางที่ 4.1

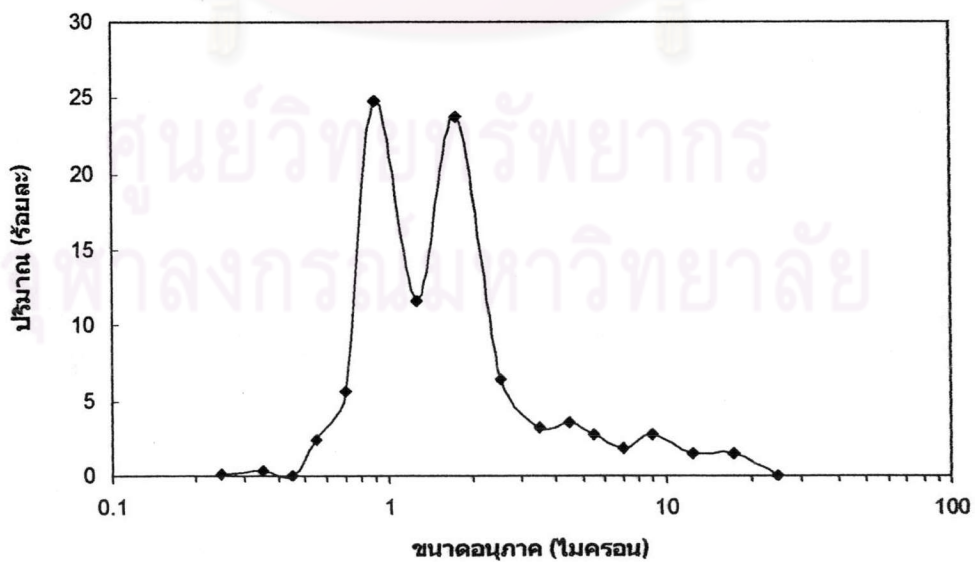
ตารางที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000

ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	ปริมาณสะสม(ร้อยละ)
<30	100
<20	98.5
<15	97.0
<10	94.2
<8	92.4
<6	89.6
<5	86.0
<4	82.8
<3	76.3
<2	52.5
<1.5	40.9
<1	16.1
<0.8	10.4
<0.6	8.0
<0.5	8.0
<0.4	7.7
<0.3	7.6

ซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 อนุภาคส่วนใหญ่จะมีขนาดประมาณ 1-2 ไมโครเมตร มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 (d_{50}) เป็น 1.89 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.1 และ 4.2



รูปที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000



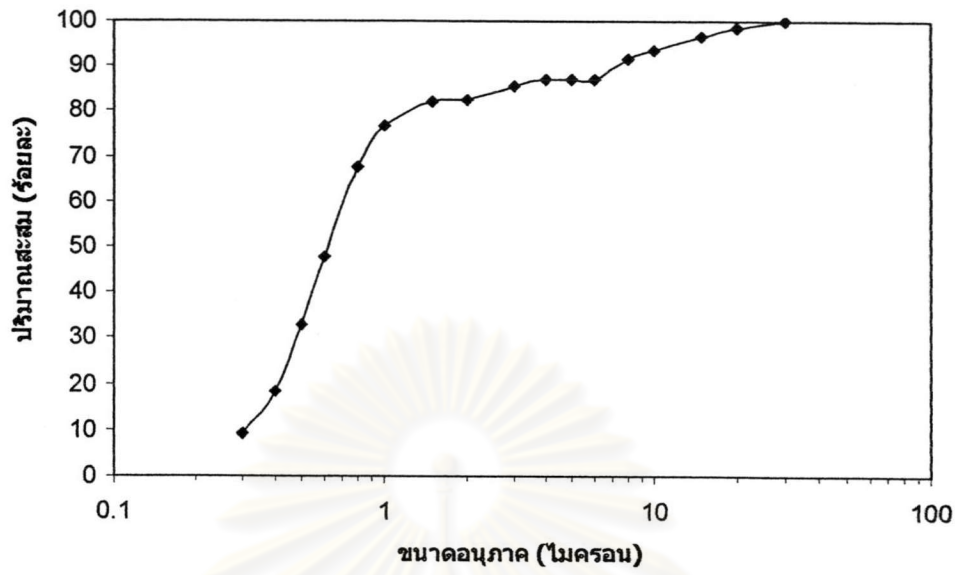
รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000

ผลของการวัดการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา ผลิตโดยบริษัท Showadenko ซึ่งวัดด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer แสดงดังตารางที่ 4.2

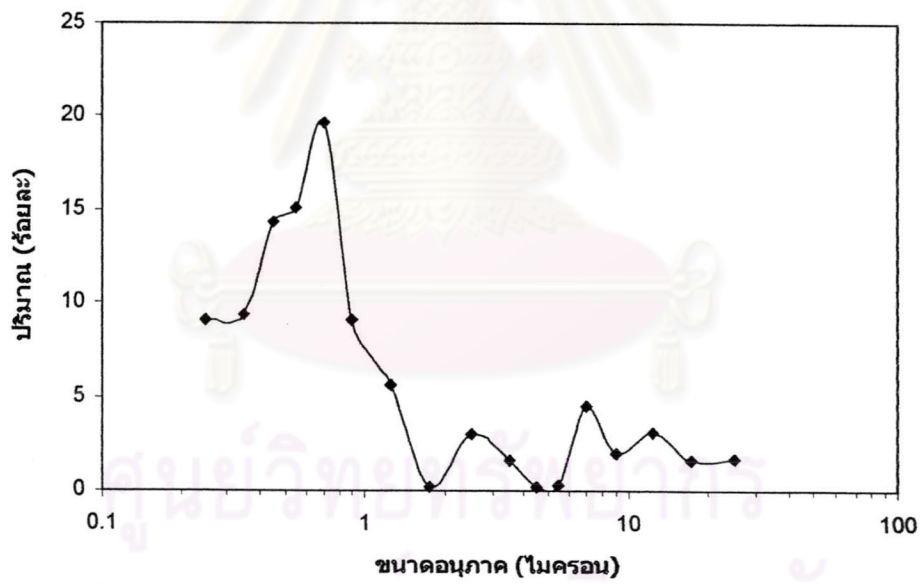
ตารางที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	ปริมาณสะสม(ร้อยละ)
<30	100
<20	98.3
<15	96.7
<10	93.6
<8	91.5
<6	87
<5	87
<4	87
<3	85.4
<2	82.4
<1.5	82.2
<1	76.6
<0.8	67.5
<0.6	47.8
<0.5	32.8
<0.4	18.4
<0.3	9.1

ผงอะลูมินา ผลิตโดยบริษัท Showadenko ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 อนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 0.6 ไมโครเมตร มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 (d_{50}) เป็น 0.62 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.3 และ 4.4



รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของอะลูมินา



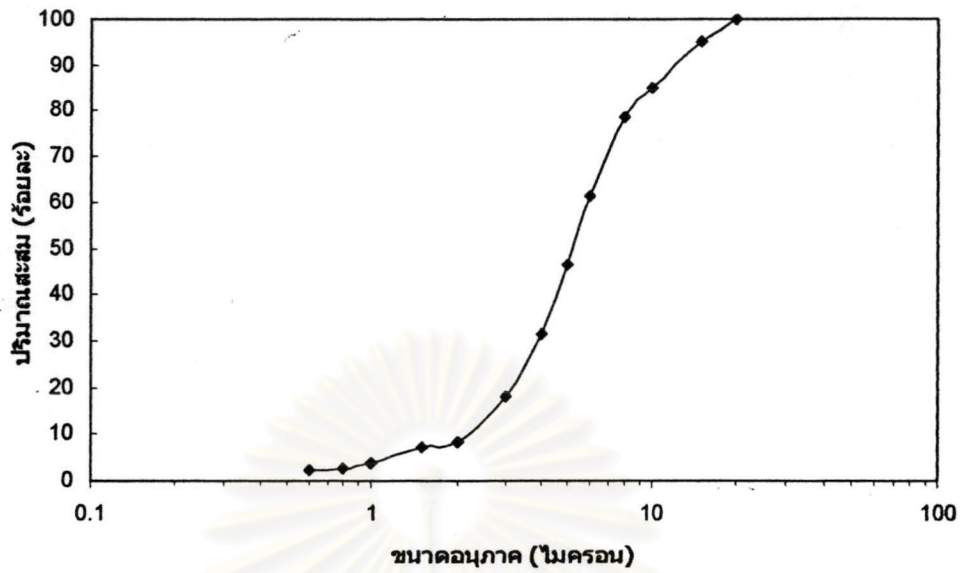
รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

ผลของการวัดการกระจายขนาดอนุภาคของอิทเทรียผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical ซึ่งวัดด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer แสดงดังตารางที่ 4.3

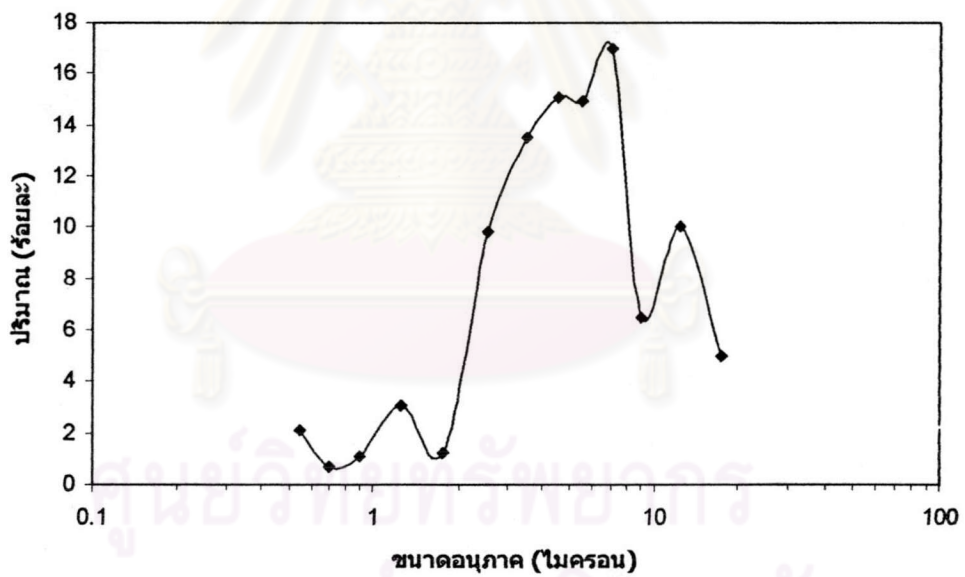
ตารางที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของอิทเทรีย

ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	ปริมาณสะสม(ร้อยละ)
<20	100
<15	95
<10	85
<8	78.5
<6	61.5
<5	46.6
<4	31.6
<3	18
<2	8.2
<1.5	7
<1	3.9

ผงอิทเทรีย ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 อนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 5 ไมโครเมตร มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 (d_{50}) เป็น 5.23 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.5 และ 4.6



รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของอิทเทรีย



รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของอิทเทรีย

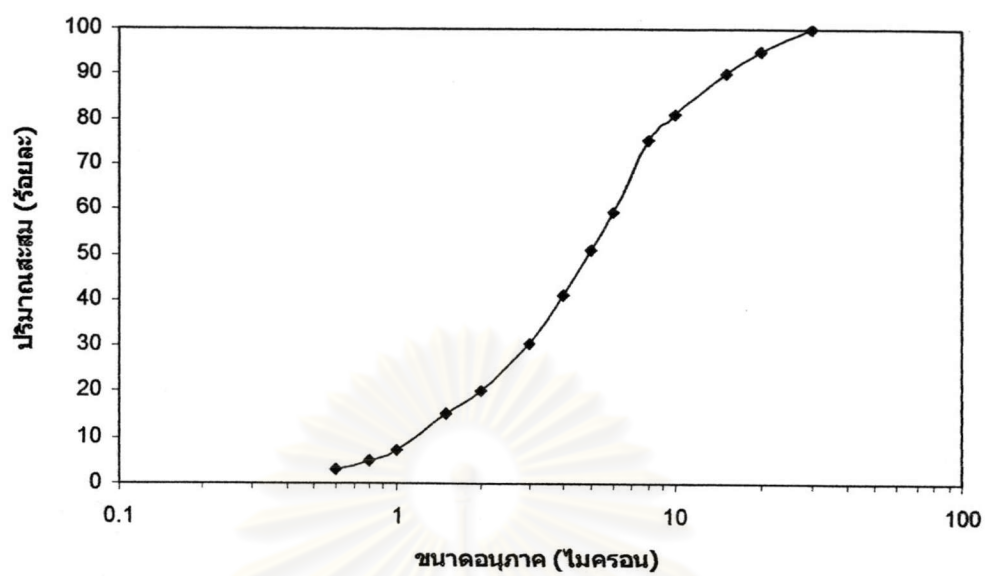
ผลของการวัดการกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมคาร์บอเนต ผลิตโดยบริษัท Fluka ซึ่งวัดด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer แสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมคาร์บอเนต

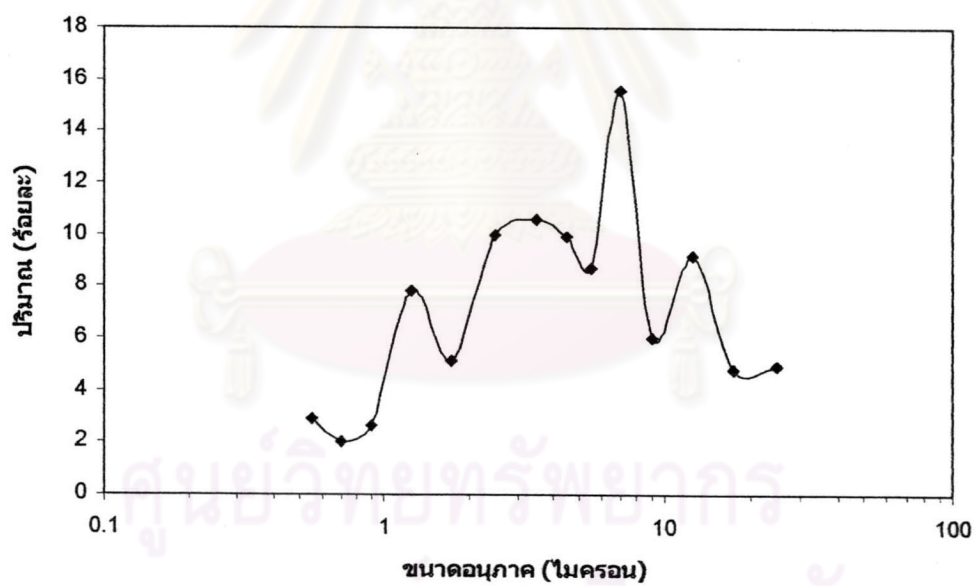
ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	ปริมาณสะสม(ร้อยละ)
<30	100
<20	95.1
<15	90.2
<10	81.1
<8	75.1
<6	59.4
<5	50.8
<4	40.9
<3	30.3
<2	20.3
<1.5	15.2
<1	7.4
<0.8	4.9
<0.6	2.9

ผงแคลเซียมคาร์บอเนต ผลิตโดยบริษัท Fluka ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 อนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 5 ไมโครเมตร มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 (d_{50}) เป็น 4.92 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.7 และ 4.8

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



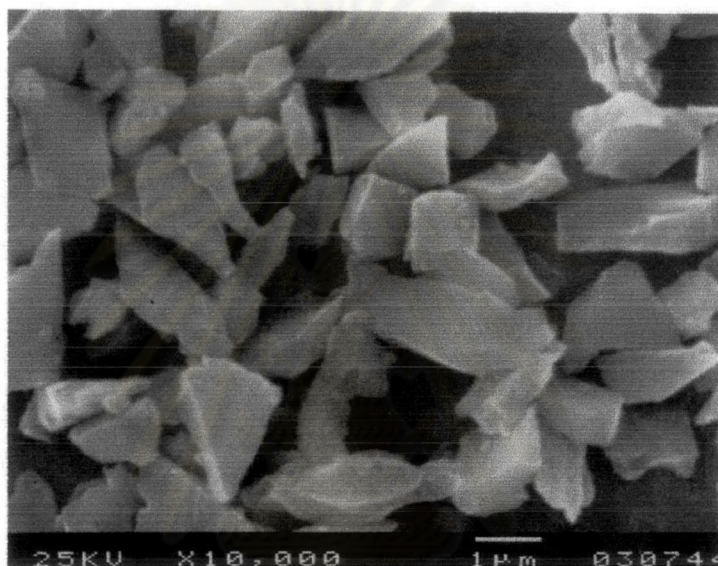
รูปที่ 4.7 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของแคลเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 4.8 การกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมคาร์บอเนต

4.1.2 ลักษณะอนุภาคของวัสดุดิบ

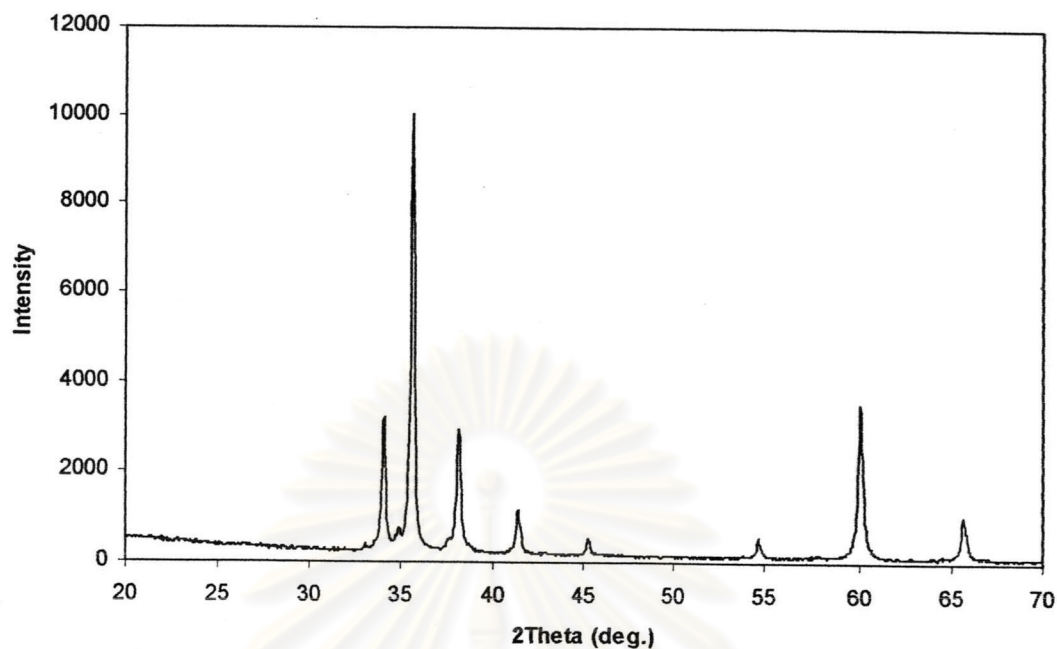
การวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคของวัสดุดิบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 มีลักษณะเป็นรูปเหลี่ยมดั่งรูปที่ 4.9 ขนาดอนุภาคที่สังเกตได้จากภาพถ่าย ส่วนใหญ่จะมีขนาดประมาณ 1-3 ไมโครเมตร ซึ่งสอดคล้องกับผลของการวัดการกระจายขนาดอนุภาคที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer



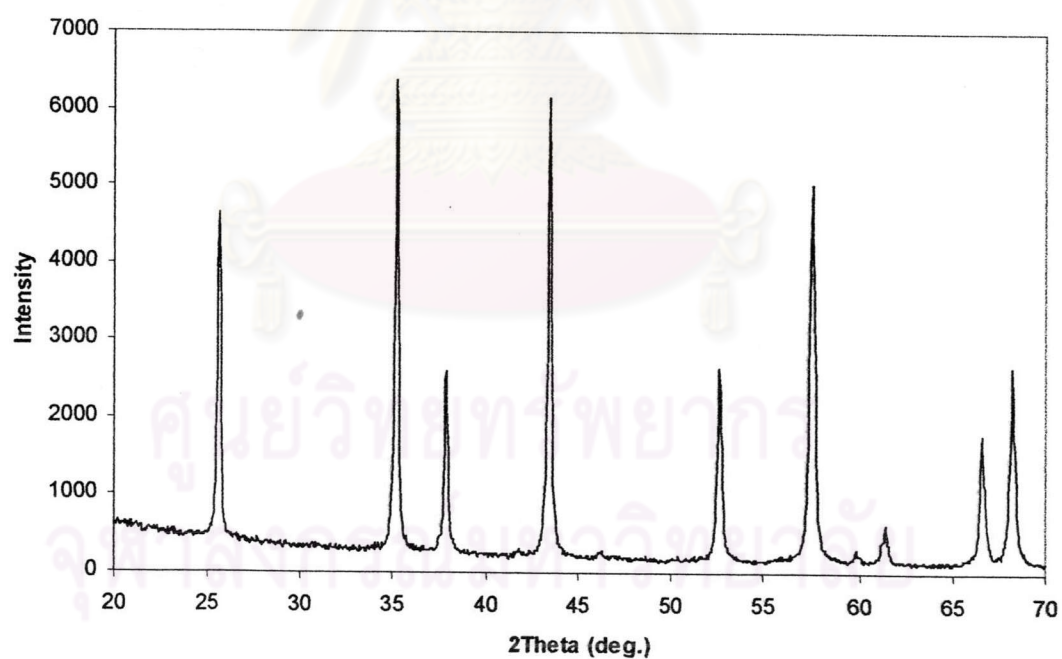
รูปที่ 4.9 ลักษณะของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 กำลังขยาย 10000 เท่า

4.1.3 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุดิบ

เมื่อนำผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 มาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ปรากฏพีคดังรูปที่ 4.10 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับคาร์ดมาตรฐาน JCPDS พบว่าตรงกับคาร์ดมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 29-1131 ซึ่งเป็นแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล



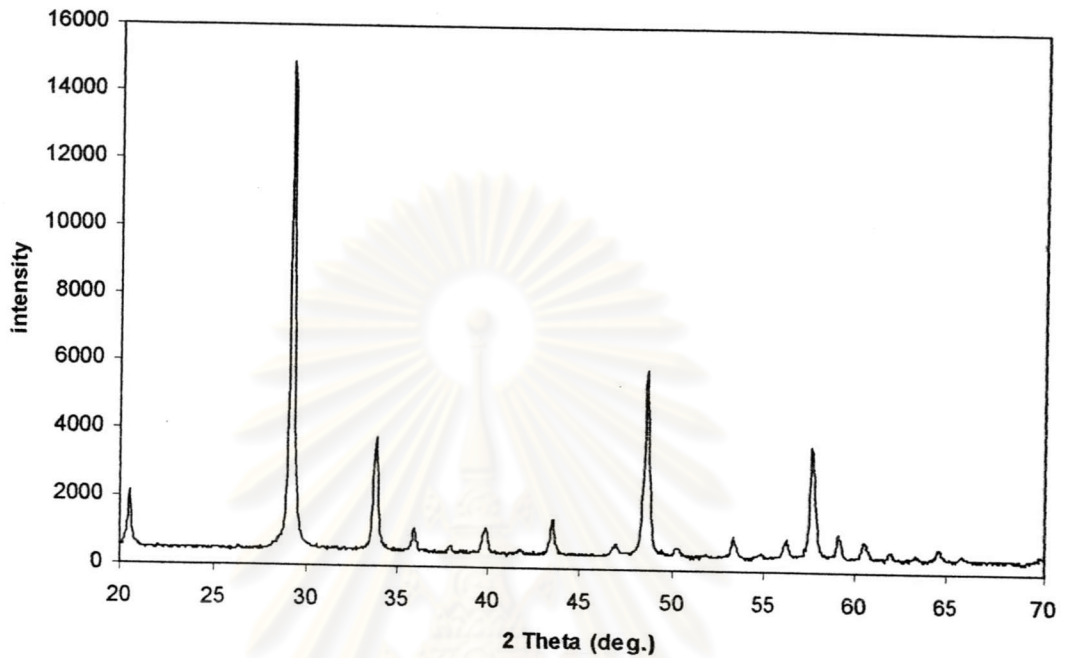
รูปที่ 4.10 ผลวิเคราะห์ XRD ของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000



รูปที่ 4.11 ผลวิเคราะห์ XRD ของผงอะลูมินา

เมื่อนำผงอะลูมินา มาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ปรากฏพีคดังรูปที่ 4.11 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS พบว่า ตรงกับการ์ด

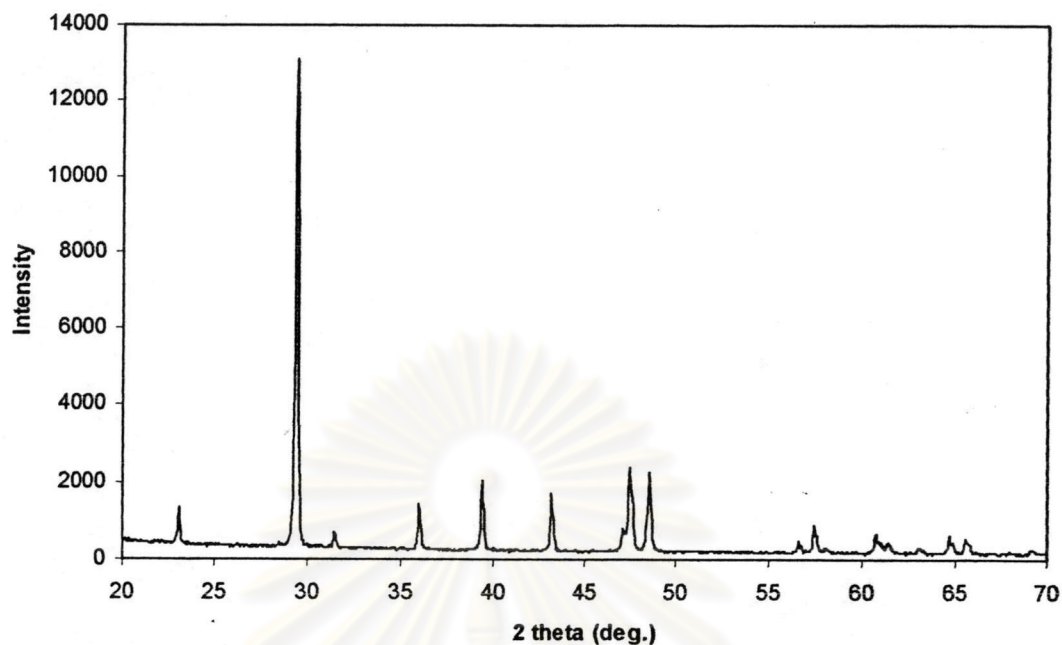
มาตรฐาน JCPDS หมายเลข 10-0173 ซึ่งเป็นอะลูมินา ชนิดอัลฟา ที่มีโครงสร้างผลึกเป็น
รวมโบฮีตอรอล



รูปที่ 4.12 ผลวิเคราะห์ XRD ของผงอิทเทรีย

เมื่อนำผงอิทเทรียมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ปรากฏ
พิกัดรูปที่ 4.12 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS พบว่า ตรงกับการ์ดมาตรฐาน
JCPDS หมายเลข 41-1105 ซึ่งเป็นอิทเทรีย ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์ XRD ของผงแคลเซียมคาร์บอเนต

เมื่อนำผงแคลเซียมคาร์บอเนตมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ปรากฏพีคดังรูปที่ 4.13 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS พบว่า ตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 05-0586 ซึ่งเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นรอมโบฮีดรอล

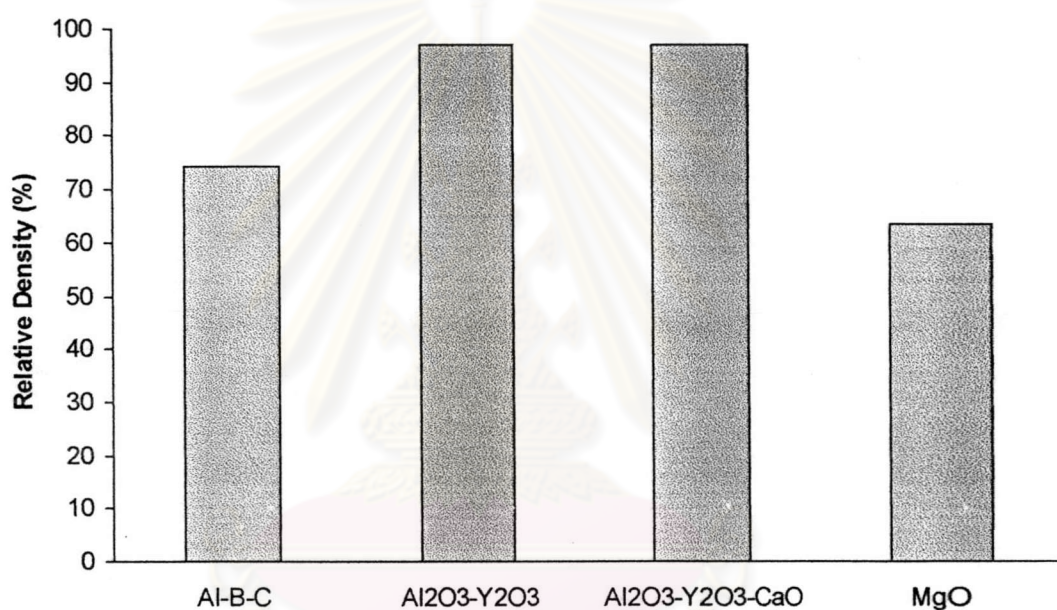
4.2 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของชิ้นงานที่เตรียมได้

4.2.1 การศึกษาชนิดของสารตัวเติม

ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมสารตัวเติมชนิดต่างๆจะถูกนำไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1900 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้มาหาค่าความหนาแน่นเพื่อเลือกชนิดของสารตัวเติมสำหรับการทดลองต่อไป ความหนาแน่นของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมสารตัวเติมชนิดต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.14

ตารางที่ 4.5 แสดงความหนาแน่นของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมสารตัวเติมชนิดต่างๆ

ชนิดของตัวเติม	ความหนาแน่น (g/cm^3)	ความหนาแน่นเชิงเปรียบเทียบ
Al-B-C	2.39	74.45%
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$	3.2	97.24%
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-CaO}$	3.18	97.03%
MgO	2.06	63.54%



รูปที่ 4.14 ความหนาแน่นเชิงเปรียบเทียบของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมสารตัวเติมชนิดต่างๆ

จากตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.14 จะเห็นว่าชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ เมื่อขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีความหนาแน่นร้อยละ 97 ของความหนาแน่นทฤษฎี ซึ่งมากกว่าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมสารตัวเติมชนิดอื่น ดังนั้นเราจึงเลือกสารตัวเติมกลุ่มอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ เพื่อศึกษาทดลองในขั้นต่อไป

4.2.2 การศึกษาอุณหภูมิการขึ้นเทออร์

นำซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และ อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ มาทำการขึ้นเทออร์ในที่อุณหภูมิ 1750 1800 1850 1900 และ 1950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติ

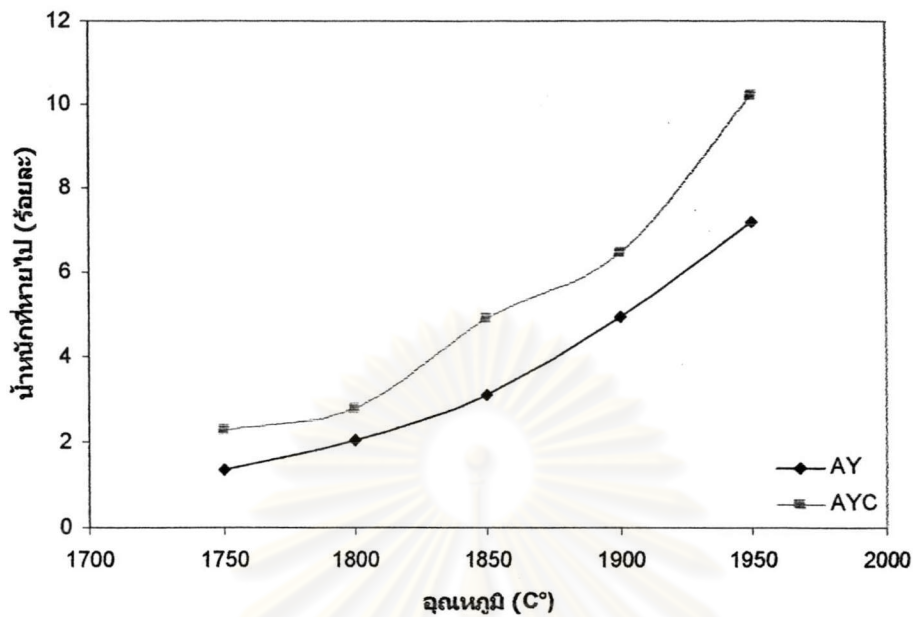
ตารางที่ 4.6 สมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย และ อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ หลังขึ้นเทออร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

สมบัติ	AY					AYC				
	1750°C	1800°C	1850°C	1900°C	1950°C	1750°C	1800°C	1850°C	1900°C	1950°C
ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป (%)	1.34	2.05	3.10	4.93	7.18	2.29	2.77	4.9	6.46	10.21
ร้อยละของการหดตัว (%)	9.42	18.69	18.96	20.70	20.28	14.31	18.14	19.16	19.95	19.57
ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	69.32	93.99	97.09	97.41	96.9	79.77	90.66	96.03	97.02	95.23
ความเค้นแรงดัดโค้ง (MPa)	-	312	395	301	280	-	274	389	409	309
ความแข็ง (HV)	-	1581	1935	1988	1758	-	1155	1799	1728	1710
Fracture Toughness (MPa m ^{1/2})	-	-	3.28	3.83	5.24	-	-	3.56	3.96	5.74

4.2.2.1 ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป

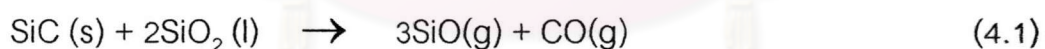
หลังจากซึ่งนำชิ้นงานตัวอย่างก่อนและหลังขึ้นเทออร์ นำชิ้นงานมาคำนวณดังสมการ 3.1 เพื่อหาร้อยละของน้ำหนักที่หายไป ค่าน้ำหนักที่หายไปที่อุณหภูมิการขึ้นเทออร์ต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.15

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

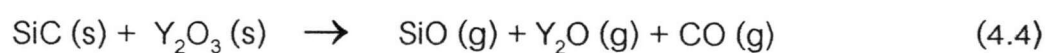
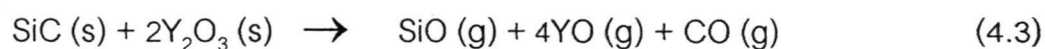
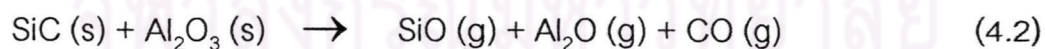


รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของน้ำหนักที่หายไปกับอุณหภูมิซินเทอร์

จากรูปที่ 4.15 จะเห็นว่าเมื่อทำการซินเทอร์ซิลิกอนคาร์ไบด์ทั้ง 2 สูตร ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น ร้อยละของน้ำหนักที่หายไปจะเกิดสูงขึ้น ซึ่งเป็นผลจากการเกิดแก๊สเฟสระหว่างการซินเทอร์ โดยอาจเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอนคาร์ไบด์กับซิลิกาซึ่งอยู่ที่ผิว หรือ ซิลิกอนคาร์ไบด์กับสารสารตัวเติม สมการที่ซิลิกอนคาร์ไบด์ทำปฏิกิริยากับซิลิกา แสดงดังสมการ 4.1 จะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1300 องศาเซลเซียส

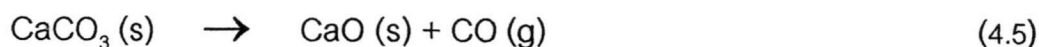


และซิลิกอนคาร์ไบด์อาจทำปฏิกิริยากับสารสารตัวเติมดังสมการ 4.2 ถึง 4.4 ซึ่งจะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1700 องศาเซลเซียส



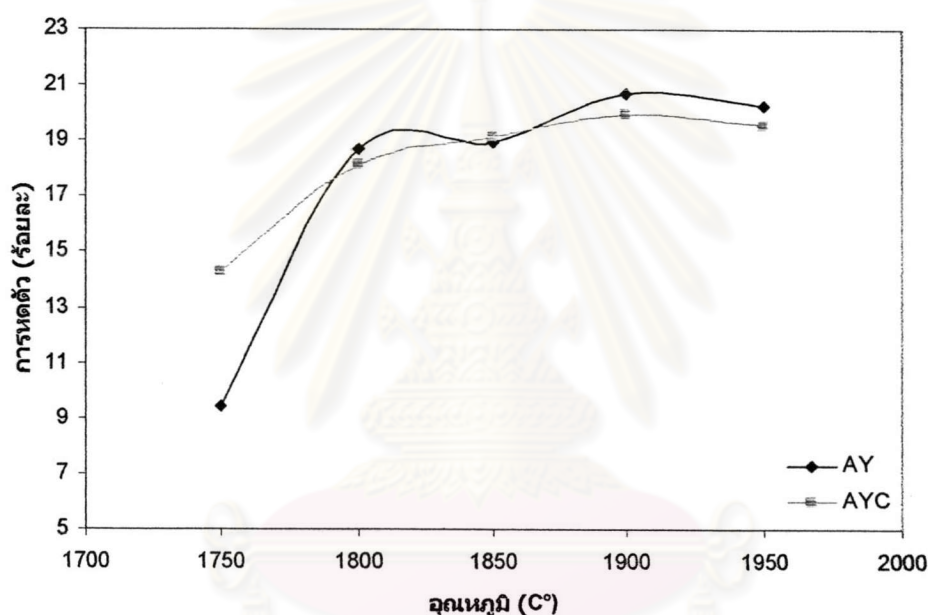
นอกจากนี้ในชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิตเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ได้ใช้แคลเซียมคาร์บอเนต เพื่อเป็นแหล่งที่ให้แคลเซียมคาร์บอเนต โดยการสลายตัวกลายเป็นแคลเซียมออกไซด์ดังสมการ

4.5 ซึ่งอาจเป็นสาเหตุทำให้สูตรที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ มีร้อยละของน้ำหนักที่หายไปมากกว่าชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย



4.2.2.2 ร้อยละของการหดตัว

หลังจากวัดขนาดก่อนและหลังซินเทอริของชิ้นงาน แล้วนำมาคำนวณตามสมการ 3.2 ร้อยละของการหดตัวแสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.16



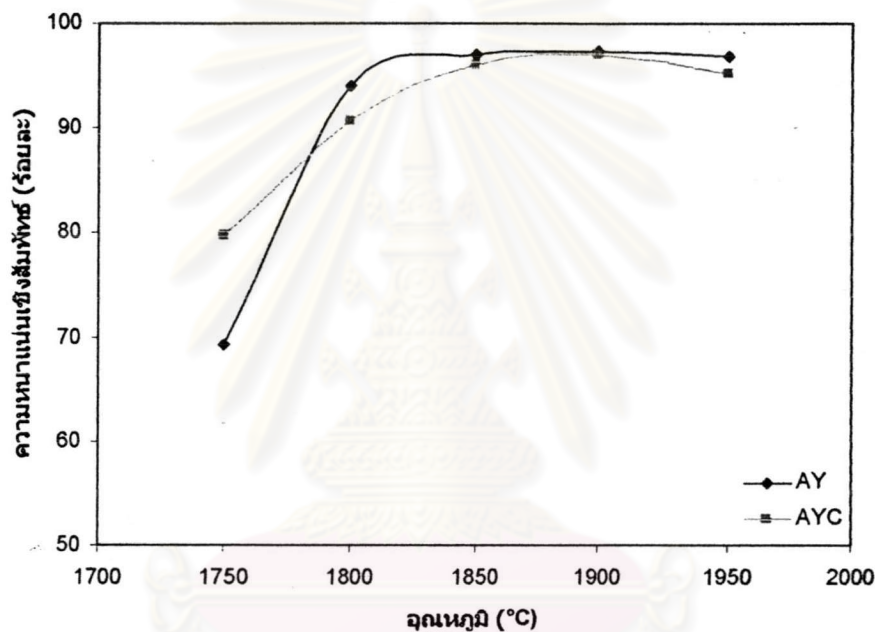
รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของการหดตัวกับอุณหภูมิซินเทอริ

จากรูปที่ 4.16 จะเห็นว่าชิ้นงานทั้งสองสูตรคือชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย และ อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ เมื่อซินเทอริที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิดการหดตัวเพิ่มมากขึ้น และจะค่อนข้างคงที่ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1900 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบค่าการหดตัวของชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ พบว่าชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะเริ่มหดตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย และที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะหดตัวสูงกว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย ประมาณร้อยละ 5 ทั้งนี้เนื่องจากสมบัติที่เป็นฟลักซ์

(Flux) ของแคลเซียมออกไซด์ที่ใช้เป็นสารสารตัวเติม และที่อุณหภูมิสูงกว่า 1800 องศาเซลเซียสขึ้นไป ค่าการหดตัวของทั้งสองสูตรจะใกล้เคียงกัน

4.2.2.3 ความหนาแน่น

นำชิ้นงานที่ผ่านการซินเทอร์มาคำนวณหาความหนาแน่นตามสมการ 3.3 แล้วนำไปเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎีซึ่งคำนวณตามสมการ 3.4 ความหนาแน่นเชิงเปรียบเทียบซึ่งคำนวณได้จากสมการ 3.5 แสดงดัง ตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.17

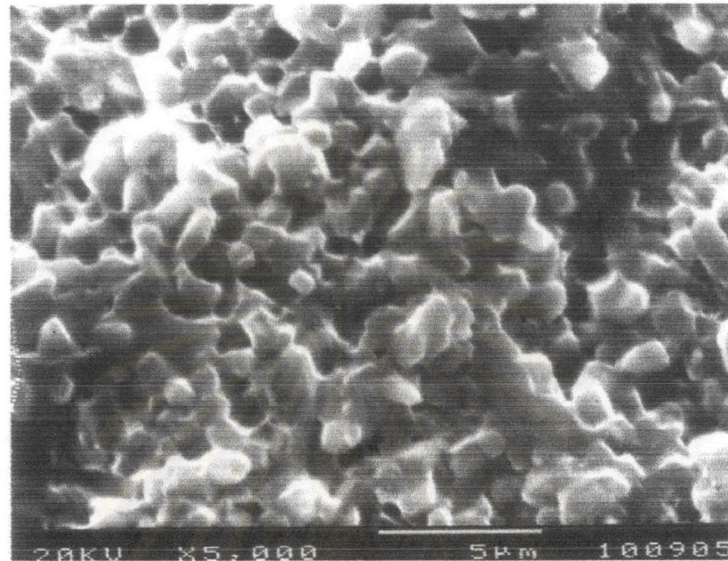


รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นเชิงสัมพัทธ์กับอุณหภูมิซินเทอร์

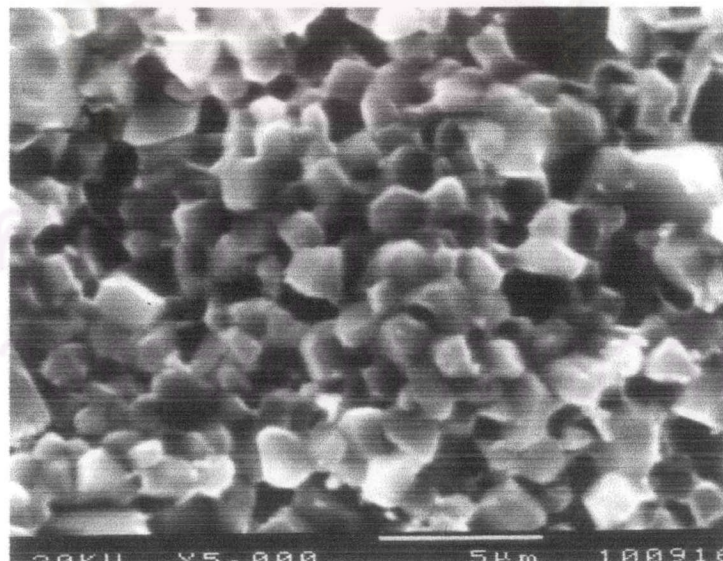
ความหนาแน่นของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ทั้งสองสูตรคือ ชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะเพิ่มขึ้นเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น แต่จะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1900 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะมีความหนาแน่นสูงกว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย แต่ช่วงเพิ่มอุณหภูมิจาก 1750 องศาเซลเซียส ถึง 1800 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย จะสูงกว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ มาก จนกระทั่งที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะมีความหนาแน่นใกล้เคียงกัน

4.2.2.4 ลักษณะโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมี

4.2.2.4.1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาค

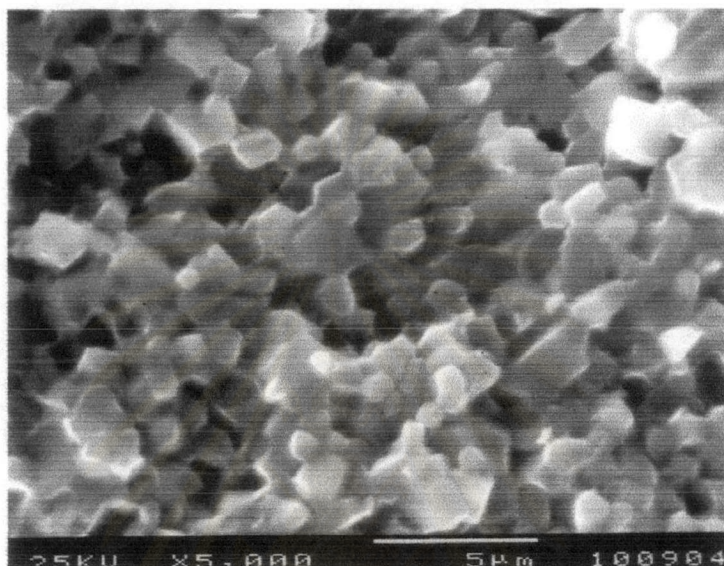


รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายจาก SEM รอยแตกชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียสกำลังขยาย 5000 เท่า

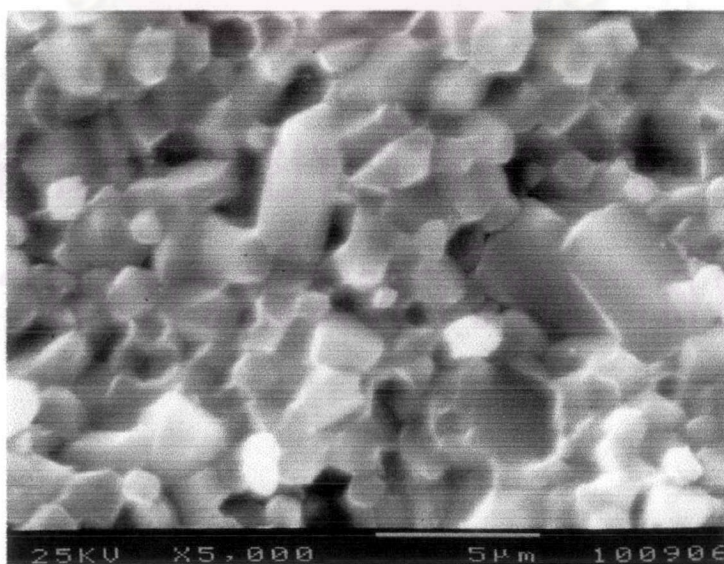


รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายจาก SEM รอยแตกของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1950 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 5000 เท่า

รูปที่ 4.18 และ 4.19 แสดงรอยแตกของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส ตามลำดับ รอยแตกจะแตกไปตามขอบเกรน (intergranular fracture) โครงสร้างจุลภาคมีลักษณะสม่ำเสมอ เกรนมีลักษณะเป็นEquiaxed grain



รูปที่ 4.20 ภาพถ่ายจาก SEM รอยแตกของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 5000 เท่า

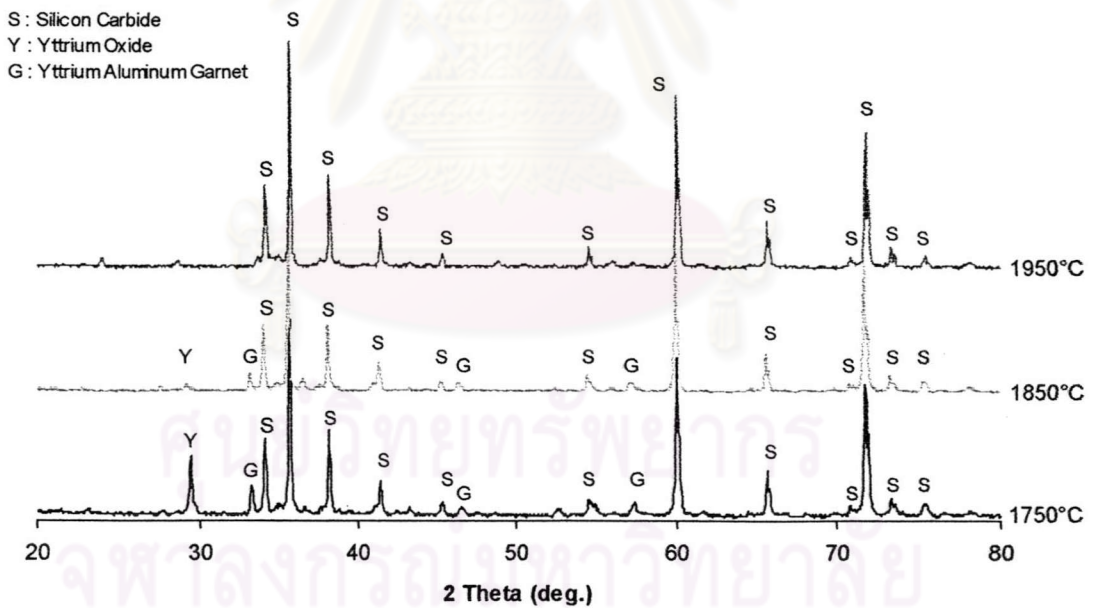


รูปที่ 4.21 ภาพถ่ายจาก SEM รอยแตกของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ ชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1950 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 5000 เท่า

รูปที่ 4.20 และ 4.21 แสดงรอยแตกของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ ชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส ตามลำดับ รอยแตกจะแตกไปตามขอบเกรน (intergranular fracture) โดยชิ้นงานที่ชิ้นเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียสโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะสม่ำเสมอ เกรนมีลักษณะเป็น Equiaxed grain ขณะที่ชิ้นงานที่ชิ้นเทอร์ที่ 1950 องศาเซลเซียส เกรนจะมีขนาดใหญ่ขึ้น และบางส่วนเกิดการโตแบบไม่เท่ากันทุกทิศทาง เกิดเกรนที่มีขนาดไม่สม่ำเสมอในเนื้อ

4.2.2.4.2. การวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer

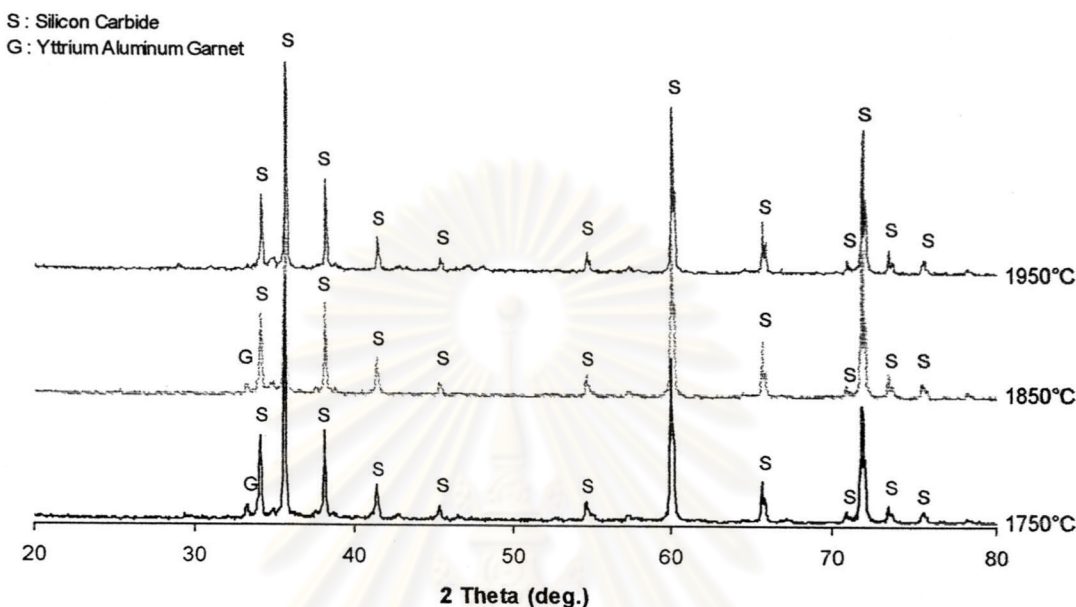
ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 4.22 และ 4.23 ตามลำดับ



รูปที่ 4.22 ผลวิเคราะห์ XRD ของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย ชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1750 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.22 จะเห็นว่าชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย เมื่อนำไปชิ้นเทอร์ที่ 1750 องศาเซลเซียส จะพบเฟสของซิลิกอนคาร์ไบด์ อิทเทรีย และ Yttrium Aluminum Garnet (YAG) แต่ไม่พบเฟสของอะลูมินา เมื่อชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เฟสของอิทเทรีย และ

YAG จะค่อยๆ ลดลง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเทอร์สูงถึง 1950 องศาเซลเซียส จะพบเพียงเฟสของซิลิกอนคาร์ไบด์



รูปที่ 4.23 ผลวิเคราะห์ XRD ของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียม ออกไซด์ ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1750 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.23 จะเห็นว่าชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียม ออกไซด์เมื่อนำไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส จะพบเฟสของซิลิกอนคาร์ไบด์และ YAG แต่ไม่พบเฟสของอะลูมินาและอิทเทรีย เมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เฟสของ YAG จะค่อยๆ ลดลง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเทอร์สูงถึง 1950 องศาเซลเซียสจะพบเพียงเฟสของซิลิกอนคาร์ไบด์

4.2.2.4.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive Spectrometer ของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ ที่ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1750 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส แสดงดังตารางที่ 4.7 และ 4.8

ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของ ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย

อุณหภูมิ	Si (wt%)	Al (wt%)	Y (wt%)
1750°C	75.78	5.24	18.36
1850°C	75.96	4.49	18.74
1950°C	78.27	3.56	17.21

จะเห็นว่าปริมาณของอะลูมิเนียมลดลงเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากอะลูมินาทำปฏิกิริยากับซิลิกอนคาร์ไบด์ดังสมการที่ 4.2 ดังนั้นปริมาณของอะลูมินาจึงลดลง ซึ่งเป็นผลทำให้เหลือเฟสของอิทเทรียที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยากับอะลูมินา และ YAG ซึ่งเป็นสารประกอบของอะลูมินากับอิทเทรีย มีปริมาณลดลงเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น^{25,26} แต่ถึงแม้ว่าจะมีการสูญเสียอะลูมินาและการวิเคราะห์เฟสด้วย XRD ของชิ้นงานที่ซินเทอร์ที่ 1950 องศาเซลเซียส จะไม่ปรากฏพีคของอะลูมินา อิทเทรีย หรือสารประกอบของสารทั้งสอง แต่จากผลวิเคราะห์ด้วย EDS พบว่ายังมีปริมาณของอะลูมิเนียมและอิทเทรียอยู่ ดังนั้นจึงคาดว่า liquid phase ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงอาจอยู่ในรูปของ Glassy เฟส ในรูปของ Si-Al-Y-O glass

ตารางที่ 4.8 องค์ประกอบทางเคมีของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย แคลเซียมออกไซด์

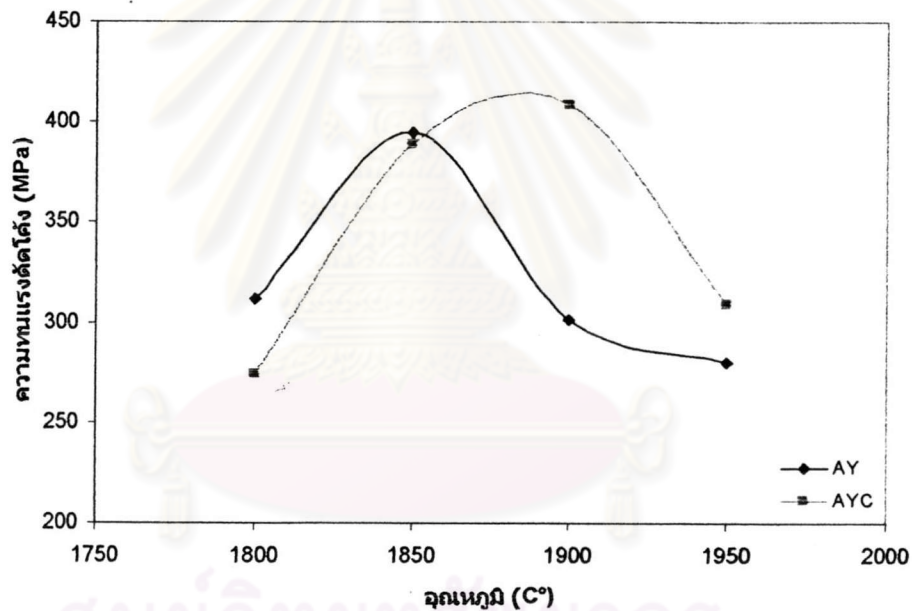
อุณหภูมิ	Si (wt%)	Al (wt%)	Y (wt%)	Ca (wt%)
1750°C	79.37	5.79	11.86	2.08
1850°C	76.40	5.43	15.80	1.00
1950°C	77.43	3.79	16.37	0.75

จะเห็นว่าปริมาณของอะลูมิเนียม และ แคลเซียมลดลงเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากอะลูมินาทำปฏิกิริยากับซิลิกอนคาร์ไบด์ดังสมการที่ 4.2 ดังนั้นปริมาณของ YAG ซึ่งเป็นสารประกอบของอะลูมินากับอิทเทรีย จึงมีปริมาณลดลงเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และแคลเซียมเป็นสารที่มีความดันไอสูง จึงเกิดการระเหยออกไปได้ง่าย แต่ถึงแม้ว่าจะมีการสูญเสียอะลูมินาและแคลเซียมออกไซด์ และการวิเคราะห์เฟสด้วย XRD ของชิ้นงานที่ซินเทอร์ที่ 1950

องศาเซลเซียส จะไม่ปรากฏพีคของอะลูมินา อิทเทรียม แคลเซียมออกไซด์ หรือสารประกอบของสารทั้งสาม แต่จากผลวิเคราะห์ด้วย EDS พบว่ายังมีปริมาณของอะลูมิเนียม อิทเทรียม และแคลเซียมอยู่ ดังนั้นจึงคาดว่า liquid phase ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง อาจอยู่ในรูปของ Si-Al-Y-Ca-O glass

4.2.2.5 ความทนแรงดัดโค้ง (Bending Strength)

ผลการทดสอบความทนแรงดัดโค้งด้วยวิธี 4-point bending แสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.18



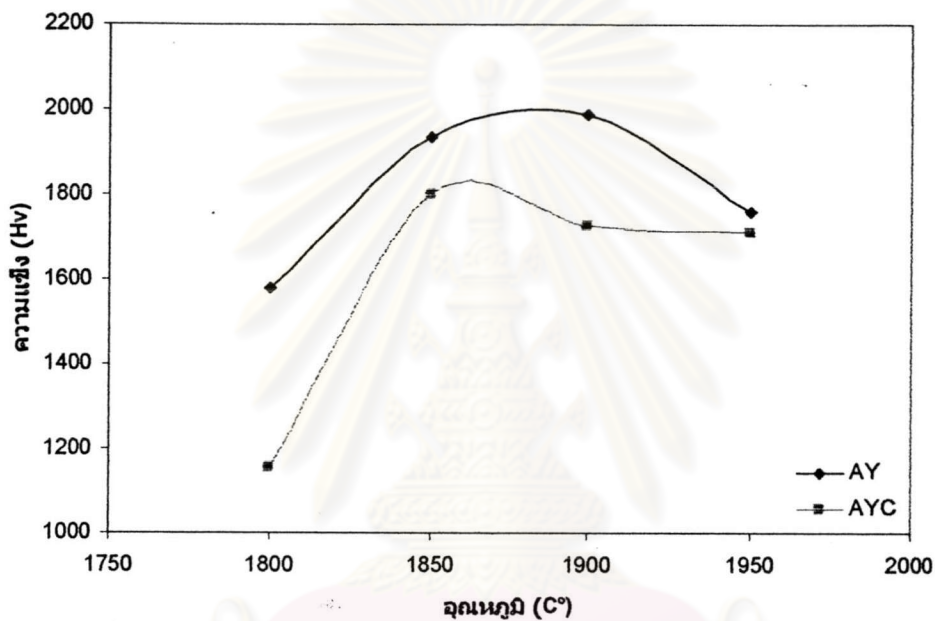
รูปที่ 4.24 ความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดัดโค้งกับอุณหภูมิซินเทอร์

จากรูปที่ 4.24 ความทนแรงดัดโค้งของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-ิทเทรียม และ อะลูมินา-ิทเทรียม-แคลเซียมออกไซด์ จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นในช่วง 1800 ถึง 1850 องศาเซลเซียส และช่วง 1800 ถึง 1900 องศาเซลเซียสตามลำดับ และมีค่าสูงสุดประมาณ 400 เมกะปาสคาล โดยชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-ิทเทรียม จะมีค่าความทนแรงดัดโค้งลดลงเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1850 องศาเซลเซียส ส่วนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม

อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะมีค่าความทนแรงดัดโค้งลดลงเมื่ออุณหภูมิสูง
กว่า 1900 องศาเซลเซียส

4.2.2.6 ความแข็ง (Vicker Hardness)

ความแข็งของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งทดสอบด้วยวิธี Vicker Hardness แสดงดัง
ตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.25

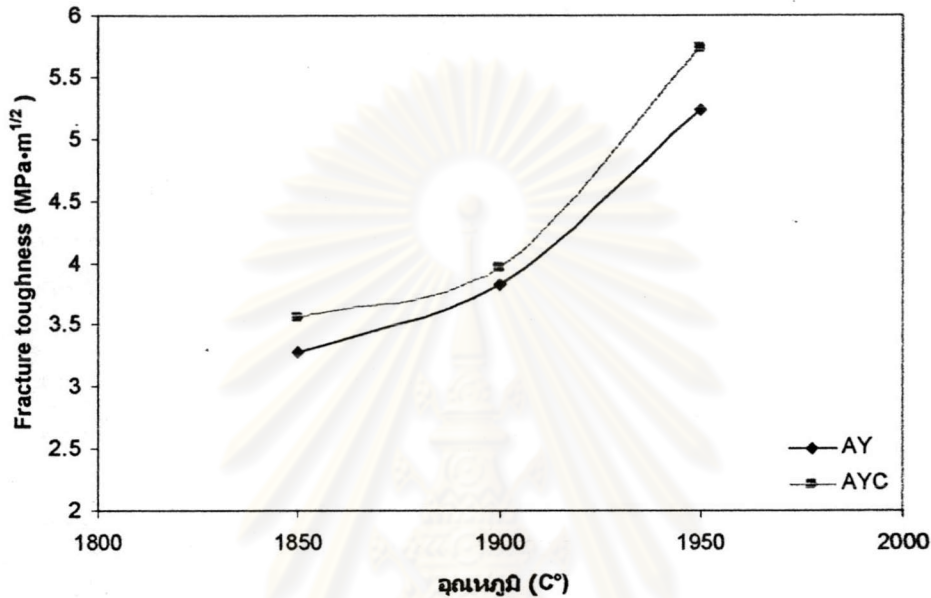


รูปที่ 4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งกับอุณหภูมิซินเทอร์

รูปที่ 4.25 ความแข็งของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และ อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์จะมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับค่าความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 1900 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งจะลดลง เมื่อเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ พบว่า ชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย จะให้ค่าความแข็งที่สูงกว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ ตลอดช่วงอุณหภูมิของการทดลองคือ 1800 ถึง 1950 องศาเซลเซียส

4.2.2.7 Fracture Toughness

Fracture toughness ของซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งทดสอบด้วยวิธี Vicker Indentation Method แสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.26



รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่าง Fracture Toughness กับอุณหภูมิซินเทอร์

จากรูปที่ 4.26 จะเห็นว่าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ เมื่อนำไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1850 องศาเซลเซียส จะมีค่า fracture toughness สูงกว่า 3 MPa·m^{1/2} และค่า fracture toughness จะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเทอร์เพิ่มขึ้น เปรียบเทียบค่า fracture toughness ของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ พบว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะมีค่า fracture toughness ที่ใกล้เคียงกัน โดยชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ จะมีค่า fracture toughness สูงกว่าชิ้นงานที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย เล็กน้อยตลอดช่วงอุณหภูมิ 1850 ถึง 1950 องศาเซลเซียส

4.3 การวิเคราะห์สมบัติของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด

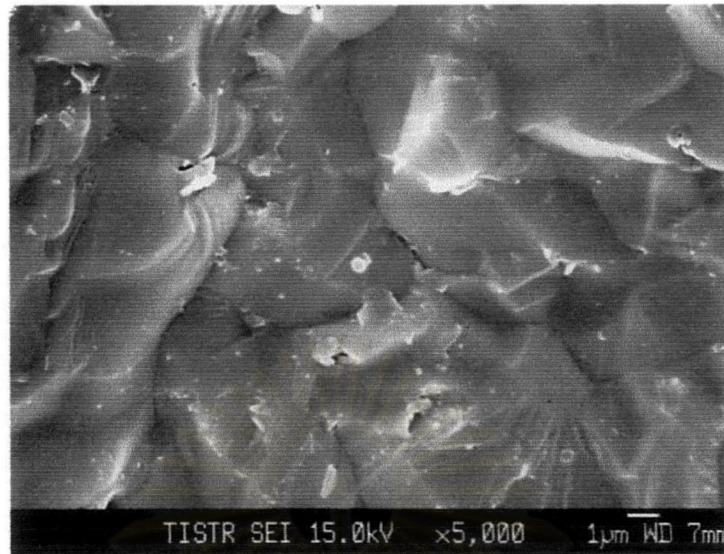
นำตัวอย่างชิ้นงานจากห้องตลาดมาทดสอบ โดยชิ้นงานที่นำมาทดสอบมี 2 ชนิด คือ เกรด A และ เกรด B นำชิ้นงานมาตัดให้มีความยาวประมาณ 2 เซนติเมตร นำไปหาความหนาแน่น จากนั้นนำชิ้นงานมาขัดด้วยแผ่นเพชรเบอร์ #200 และ #400 ตามลำดับ แล้วนำมาขัดด้วยกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์เบอร์ #600 #800 และ #1000 ตามลำดับ แล้วนำมาขัดด้วยผงเพชรขนาด 15 ไมครอน 6 ไมครอน 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จนผิวชิ้นงานมีลักษณะมันวาว แล้วนำไป ค่าความหนาแน่น ความแข็ง และ Fracture Toughness ของชิ้นงาน แสดงดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ความหนาแน่น ความแข็ง และ Fracture Toughness ของชิ้นงานจากห้องตลาด

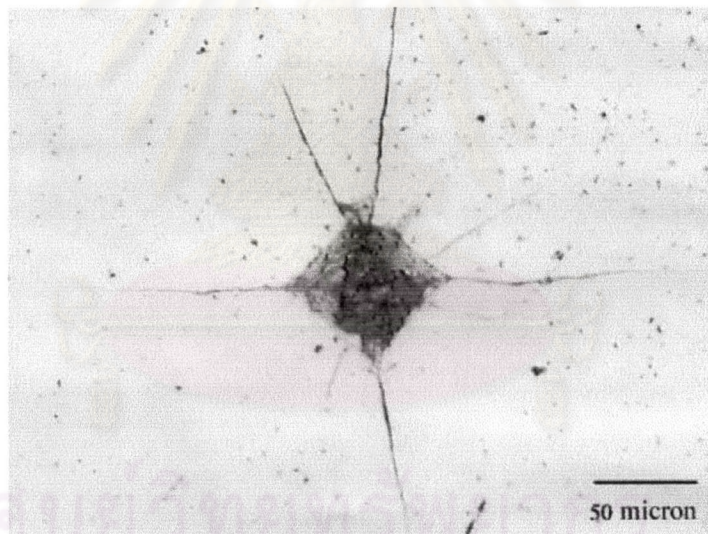
สมบัติ	Grade A	Grade B
ความหนาแน่น (g/cm ³)	3.16	3.11
ความแข็ง (HV)	2112	2001
Fracture Toughness (MPa·m ^{1/2})	3.66	3.46

จากตารางที่ 4.6 และ 4.9 จะเห็นว่า ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย ซินเทอร์ที่ 1900 องศาเซลเซียส มีความแข็งใกล้เคียงกับชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด ขณะที่ค่า Fracture Toughness ของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย และ อะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ เมื่อซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส จะมีค่าใกล้เคียงกับ ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด แต่จะมีค่าสูงกว่าเมื่อซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

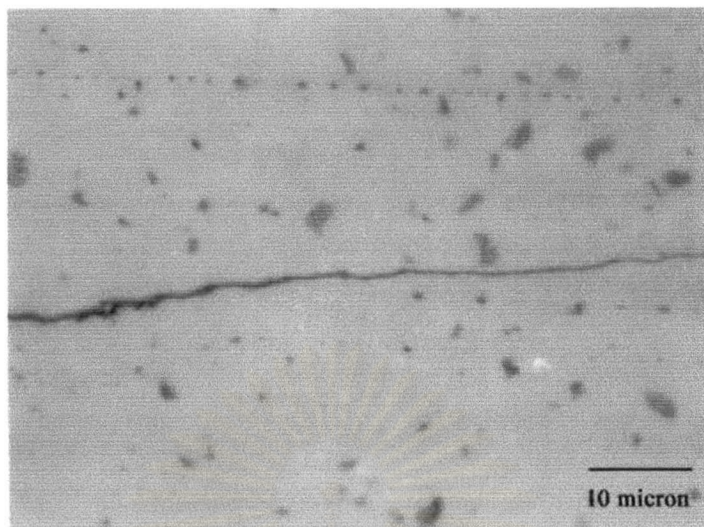
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



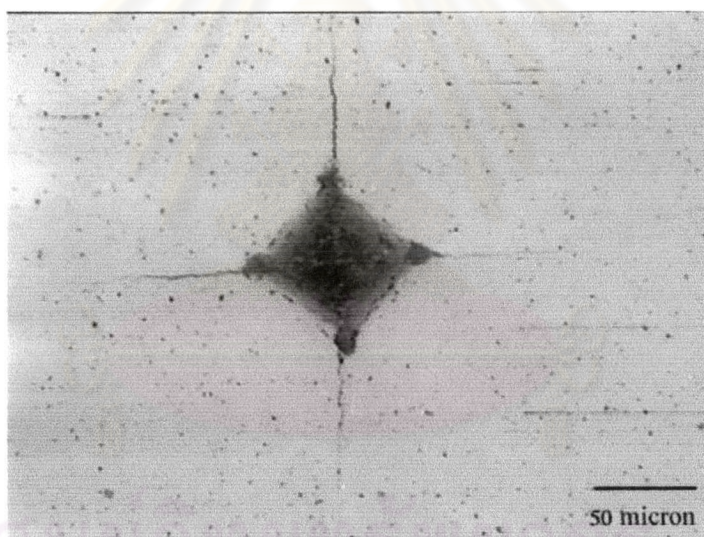
รูปที่ 4.27 ภาพถ่ายจาก SEM รอยแตกของชิ้นงานซีลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด Grade A
กำลังขยาย 5000 เท่า



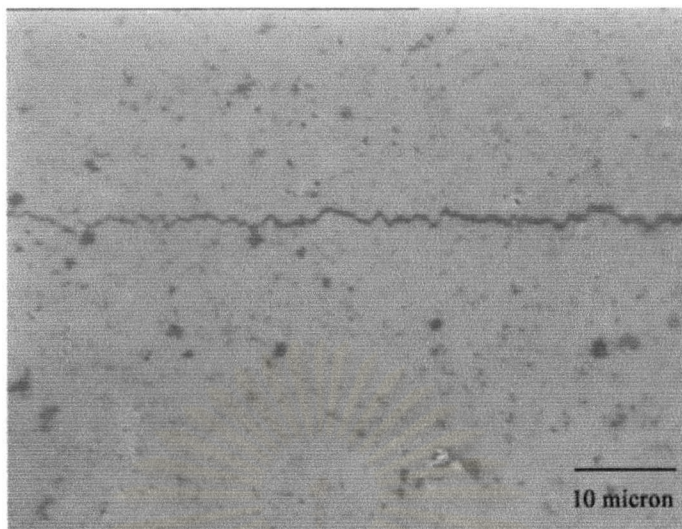
รูปที่ 4.28 รอยกุดจากหัวกดวิดเกอร์สบนชิ้นงานซีลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด Grade A
กำลังขยาย 200 เท่า



รูปที่ 4.29 รอยแตกที่เกิดจากห้วงดิวคเกอร์สบนชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากท้องตลาด Grade A กำลังขยาย 1000 เท่า



รูปที่ 4.30 รอยกดจากห้วงดิวคเกอร์สบนชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย ชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 200 เท่า



รูปที่ 4.31 รอยแตกที่เกิดจากห้วงตวิคเกอร์สบนชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 1000 เท่า

จากรูปที่ 4.27 ถึง 4.29 จะเห็นว่าลักษณะรอยแตกของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาดจะแตกแบบเรียบ เนื่องจากไม่มี glassy phase อยู่บริเวณขอบเกรน ดังนั้นรอยแตกจึงเกิดในลักษณะผ่าเกรน ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่เติม อะลูมินา-อิทเทรีย ดังรูปที่ 4.30 และ 4.31 แล้ว จะเห็นว่าลักษณะรอยแตกจะคล้ายฟันปลาไม่เป็นเส้นตรง เนื่องจากมี glassy phase อยู่บริเวณขอบเกรน ดังนั้นรอยแตกจึงแตกไปตามขอบเกรน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย