

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการวิจัย

##### 3.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและเคมีของวัตถุดิบ

วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองได้แก่ ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท Norton แสดงรายละเอียดดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ Sika Tech #8000

สิ่งเจือปน	% SiC	% Free C	% Free SiO <sub>2</sub>	% Free Si	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% CaO
Sika Tech #8000	98.5	0.6	0.7	0.15	0.05	0.01	0.01

ส่วนสารตัวเติมที่ใช้คือ ผงอะลูมิเนียม ผงคาร์บอน ผงโบรอน ผงอะลูมินา ผงอิทเทรีย ผงแคลเซียมคาร์บอเนต และผงแมกนีเซีย แสดงรายละเอียดดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดของสารตัวเติม

สาร	บริษัทผลิต	ความบริสุทธิ์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)
อลูมิเนียม (Al)	Kanto Chemical	Reagent Grade	-
คาร์บอน (C)	Johnson Matthey	99.9995%	<1
โบรอน (B)	Aldrich Chemical	99.999%	0.3
อลูมินา (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Showadenko	99.99%	0.6
อิทเทรีย (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Aldrich Chemical	99.99%	5.2
แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO <sub>3</sub> )	Fluka	99.99%	4.9
แมกนีเซีย (MgO)	Fluka	99.99%	-

### 3.1.1 การศึกษาการกระจายขนาดของอนุภาค

การกระจายตัวของอนุภาควัดโดยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer รุ่น SA-CP3 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu Corporation โดยการนำผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ต้องการจะหาการกระจายขนาดมาทำให้เกิดการกระจายตัวโดยใช้สารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตเป็นตัวช่วยในการกระจายตัว (dispersing agent) แล้วนำมาควนโดยใช้ magnetic stirrer เพื่อช่วยให้เกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ นำไปเข้าเครื่องวัดการกระจายขนาด

### 3.1.2 การศึกษาลักษณะอนุภาค

ศึกษาลักษณะและขนาดของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM-T330A ผลิตโดยบริษัท JEOL การเตรียมตัวอย่างทำโดยผสมผงของวัสดุกับเอทิลแอลกอฮอล์แล้วนำไปสั่นด้วยเครื่อง ultrasonic เพื่อให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว จากนั้นนำไปหยดลงบนแท่นรอง ทิ้งไว้ให้แห้งแล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทองเพื่อให้เกิดสภาพนำไฟฟ้า โดยใช้กระแสไฟฟ้า 6 มิลลิแอมแปร์ นาน 4 นาที เพื่อให้ได้ความหนาประมาณ 200 อังสตรอม แล้วนำมาวิเคราะห์ลักษณะอนุภาค

### 3.1.3 การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก

ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer ผลิตโดยบริษัท Shimadzu Corporation รุ่น XD-610 เตรียมตัวอย่างโดยอัดสารตัวอย่างให้แน่นบนแผ่นรองแล้วนำไปวัดโดยใช้ช่วงมุม  $2\theta$  ตั้งแต่  $20 - 80\theta$  ศึกษาโครงสร้างผลึกจากกราฟที่บันทึกได้เปรียบเทียบกับมาตรฐาน JCPDS

## 3.2 การเตรียมส่วนผสมซิลิกอนคาร์ไบด์

ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่จะนำไปขึ้นรูปชิ้นงานจะมีการเติมสารตัวเติมชนิดต่างๆ ลงไปด้วยเพื่อช่วยในการขึ้นเทอร์ โดยชนิดของสารตัวเติมจะแบ่งออกเป็น 4 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่ม อะลูมินา-อิทเทรีย (AY) กลุ่มอะลูมินา-อิทเทรีย-แคลเซียมออกไซด์ (AYC) กลุ่ม อะลูมิเนียม-โบรอน-คาร์บอน (ABC) และกลุ่ม แมกนีเซียม (M) ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ส่วนผสมของซิลิกอนคาร์ไบด์สูตรต่างๆ

กลุ่ม	ร้อยละโดยน้ำหนัก							
	SiC	Al	B	C	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO
ABC	94.4	3	0.6	2	-	-	-	-
M	90	-	-	-	10	-	-	-
AY	90	-	-	-	-	6.25	3.75	-
AYC	90	-	-	-	-	7	2	1

ซึ่งนำน้ำหนักส่วนผสมของแต่ละกลุ่มตามตารางที่ 3.3 ยกเว้นกลุ่ม AYC ซึ่งเตรียมแคลเซียมออกไซด์โดยนำแคลเซียมคาร์บอเนตร้อยละ 1.785 โดยน้ำหนัก ไปเผาแล้วจะได้แคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำส่วนผสมแต่ละกลุ่มไปบดละเอียดโดยใช้ขูดบดโพลีเอทิลีน ลูกบดซิลิกอนคาร์ไบด์ และใช้เอทิลแอลกอฮอล์ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 เป็นตัวกลาง บดนาน 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผงที่ได้ไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดโดยใช้โกร่ง

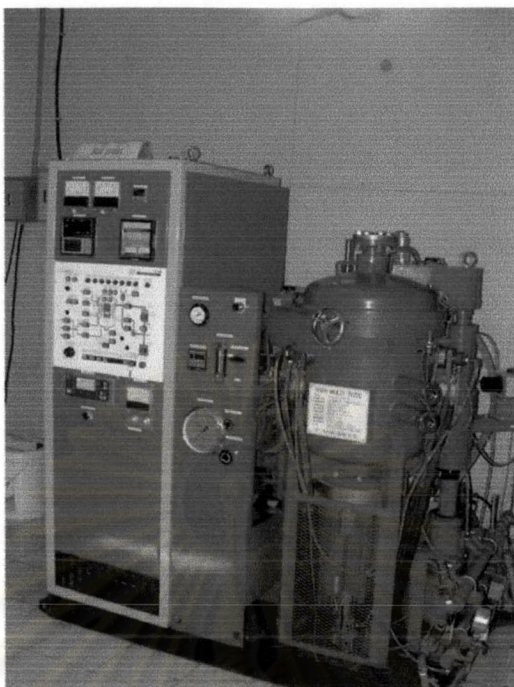
### 3.3 การขึ้นรูปชิ้นงาน

นำผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมแล้วมาขึ้นรูปชิ้นงานขนาด 3 x 5 x 1 เซนติเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกให้ความดันในทิศทางเดียว ใช้ความดัน 6 เมกะปาสคาล จากนั้นนำไปอัดโดยให้ความดันทุกทิศทางโดยเครื่อง cold isostatic press (CIP) ใช้ความดันประมาณ 200 เมกะปาสคาล

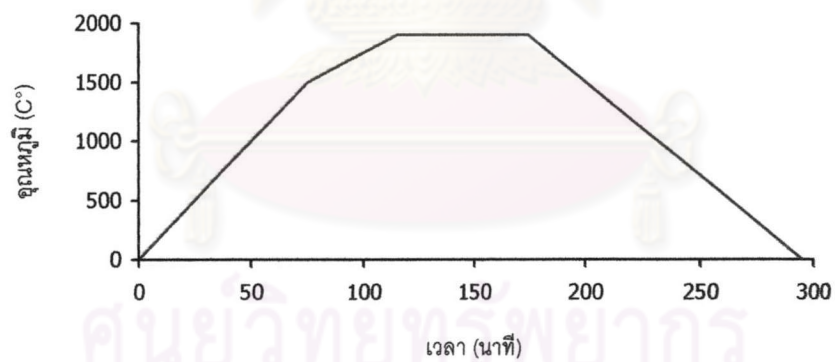
### 3.4 การซินเทอร์

นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วไปทำการซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1750 1800 1850 1900 และ 1950 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน โดยใช้เครื่อง Hot press รุ่น High-Multi 500FV PHP-R-5 FRET-25 ผลิตโดยบริษัท FUJIDEMPA KOGYO ดังรูปที่ 3.1 ช่วงอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที และจาก 1500 องศาเซลเซียสถึงอุณหภูมิสูงสุดใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วรักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดนาน 1 ชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิลง ดังแสดงในรูปที่ 3.2





รูปที่ 3.1 เครื่อง Hot press รุ่น High-Multi 500FV PHP-R-5 FRET-25



รูปที่ 3.2 กราฟแสดงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการซินเทอร์

### 3.5 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติชิ้นงานที่เตรียมได้

#### 3.5.1 ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป

นำชิ้นงานที่ผ่านการซินเทอร์มาคำนวณหาร้อยละของน้ำหนักที่หายไปหลังจากการซินเทอร์โดยเปรียบเทียบกับน้ำหนักก่อนซินเทอร์ ดังสมการที่ 3.1

$$\% \text{ weight loss} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ	% weight loss	=	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป
	W1	=	น้ำหนักก่อนเผา
	W2	=	น้ำหนักหลังเผา

### 3.5.2 ร้อยละของการหดตัว

นำชิ้นงานที่ผ่านการซินเทอร์มาคำนวณหาร้อยละของการหดตัวหลังจากการซินเทอร์โดยเปรียบเทียบกับขนาดก่อนซินเทอร์ ดังสมการที่ 3.2

$$\% \text{ shrinkage} = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \times 100 \quad (3.2)$$

เมื่อ	% shrinkage	=	ร้อยละของการหดตัว
	$l_1$	=	ขนาดก่อนเผา
	$l_2$	=	ขนาดหลังเผา

### 3.5.3 ความหนาแน่น

#### 3.5.3.1 ความหนาแน่นของชิ้นงาน

นำชิ้นงานที่ได้มาหาความหนาแน่นโดยใช้วิธีการแทนที่น้ำ โดยนำชิ้นงานมาใส่หม้อสุญญากาศ จากนั้นเปิดปั๊มที่ต่ออยู่กับหม้อสุญญากาศเพื่อดูดอากาศออก จากนั้นเติมน้ำลงไปเพื่อให้ น้ำเข้าไปแทนที่อากาศในรูพรุน นำชิ้นงานไปชั่งน้ำหนักในน้ำ หลังจากนั้นชั่งน้ำที่ผิวออกแล้วนำไปชั่งน้ำหนัก นำชิ้นงานไปอบแห้งแล้วชั่งน้ำหนักอีกครั้ง นำค่าที่ได้มาคำนวณตามสมการที่ 3.3

$$\text{Bulk Density} = \frac{W_d}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \quad (3.3)$$

เมื่อ	Bulk Density =	ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)
	$W_d$	= น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (กรัม)
	$W_{sus}$	= น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อชั่งในน้ำ (กรัม)
	$W_{sat}$	= น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อซับน้ำส่วนเกินที่ผิวออกไป (กรัม)

### 3.5.3.2 ความหนาแน่นเชิงทฤษฎี (Theoretical Density)

ความหนาแน่นโดยทฤษฎีสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.4

$$\text{Theoretical Density} = \frac{W_{total}}{W_a/\rho_a + W_b/\rho_b + \dots} \quad (3.4)$$

เมื่อ	$W_{total}$	= น้ำหนักรวมทั้งหมด
	$W_a, W_b$	= น้ำหนักของสาร a และ b ตามลำดับ
	$\rho_a, \rho_b$	= ความหนาแน่นของสาร a และ b ตามลำดับ
	a, b, ...	= สารที่ใช้

โดยความหนาแน่นเชิงทฤษฎีของสารต่างๆมีค่าดังนี้

ซิลิกอนคาร์ไบด์	มีความหนาแน่น 3.21 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
อะลูมิน่า	มีความหนาแน่น 3.97 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
อิทเทรีย	มีความหนาแน่น 4.83 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
แคลเซียมออกไซด์	มีความหนาแน่น 3.35 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
แมกนีเซียมออกไซด์	มีความหนาแน่น 3.58 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

โดยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมิเนียม-โบรอน-คาร์บอน กำหนดให้มีความหนาแน่นเชิงทฤษฎี 3.21 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

### 3.5.3.3 ความหนาแน่นเชิงสัมพัทธ์ (Relative Density)

คือการเปรียบเทียบระหว่างความหนาแน่นของชิ้นงานกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎี สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.5

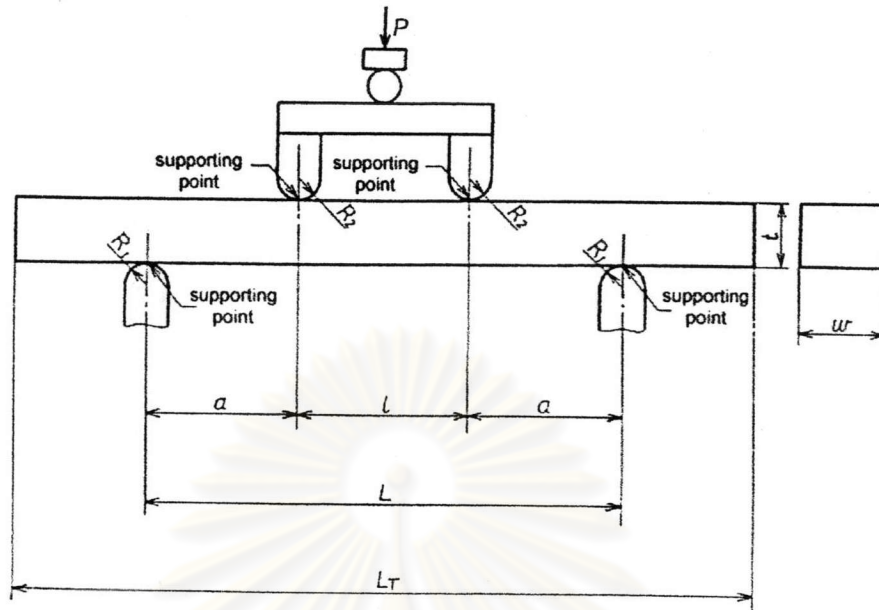
$$\text{Relative Density} = \frac{\text{Bulk Density}}{\text{Theoretical Density}} \times 100 \quad (3.5)$$

### 3.5.4 ความทนแรงดัดโค้ง (Bending Strength)

ตัดชิ้นงานที่เตรียมได้ให้มีขนาด 3 x 4 x 35 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องตัด จากนั้นนำมาขัดด้วยแผ่นเพชรเบอร์ #200 และ #400 ตามลำดับ จากนั้นนำมาขัดด้วยกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์ เบอร์ #600 #800 และ #1000 ตามลำดับ

นำชิ้นงานที่เตรียมได้มาหาความทนแรงดัดโค้งด้วยวิธี 4-point bending โดยใช้เครื่อง instron วางชิ้นงานลงบนจุดรองรับ 2 จุดที่มีระยะห่าง 30 มิลลิเมตร และมีจุดให้แรง 2 จุดอยู่ด้านบน ซึ่งมีระยะห่างกัน 10 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.3 ความเร็วในการให้น้ำหนักกด 0.5 มิลลิเมตร ต่อนาที อ่านค่าแรงกดสูงสุดที่ได้นำมาคำนวณความทนแรงดัดโค้ง ดังสมการที่ 3.6 โดยใช้ความเร็วในการกด cross head 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



$$R_1 : 2.0 \sim 3.0 \text{ mm} \quad L : 30 \pm 0.5$$

$$R_2 : 0.5 \sim 3.0 \text{ mm} \quad l : 10 \pm 0.5$$

$$a : 10 \pm 0.5$$

รูปที่ 3.3 Four-point bending

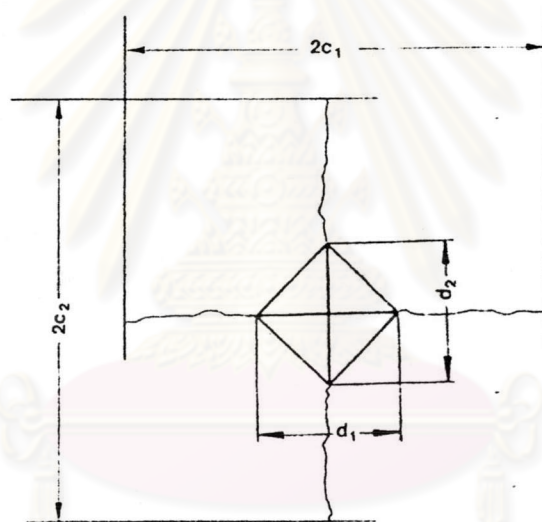
$$\sigma_{b4} = \frac{3P(L-l)}{2wt^2} \quad (3.6)$$

- เมื่อ  $\sigma_{b4}$  = ความทนแรงดัดโค้ง (เมกะปาสคาล)
- $P$  = ค่าแรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานแตก (นิวตัน)
- $L$  = ระยะห่างระหว่างจุดรองรับ (เมตร)
- $l$  = ระยะห่างระหว่างระยะจุดให้แรง (เมตร)
- $w$  = ความกว้างของชิ้นงาน (เมตร)
- $t$  = ความหนาของชิ้นงาน (เมตร)



### 3.5.5 ความแข็ง (Hardness)

ค่าความแข็งของชิ้นงานวัดโดยใช้หัวกดวิกเกอร์ส (Vickers) โดยใช้เครื่องวัดความแข็งรุ่น DVK-2 No. DV 6133 ผลิตโดยบริษัท Matsuzawa Seiki Co.Ltd. นำชิ้นงานที่แตกจากการวัดความทนแรงดัดโค้ง มาขัดด้วยผงเพชรขนาด 15 ไมครอน 6 ไมครอน 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จนผิวชิ้นงานมีลักษณะมันวาว แล้วทดสอบความแข็งโดยใช้หัวกดวิกเกอร์สที่มีลักษณะหัวกดเป็นรูปปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส มีมุมระหว่างด้านตรงข้ามเท่ากับ 136 องศา โดยใช้แรงกด 98 นิวตัน ความเร็วในการให้แรงกดมีค่า 70 ไมครอนต่อวินาที และคงแรงกดไว้นาน 15 วินาที วัดเส้นทแยงมุมของรอยกดทั้งสองด้านดังรูปที่ 3.4 แล้วคิดหาค่าเฉลี่ย นำค่าที่ได้มาคำนวณค่าความแข็งตามสมการที่ 3.7



รูปที่ 3.4 รอยกดของหัวกดวิกเกอร์ส

$$H_v = 0.1891 \times \frac{F}{d^2} \quad (3.7)$$

- เมื่อ  $H_v$  = ความแข็งแบบวิกเกอร์ส (Vickers Hardness)  
 $F$  = แรงกดที่ใช้ (นิวตัน)  
 $d$  = เส้นทแยงมุมของรอยกดหัวกดวิกเกอร์ส (มิลลิเมตร)

### 3.5.6 Fracture Toughness

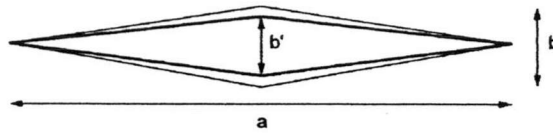
เมื่อนำชิ้นงานมากดด้วยหัวกดวิกเกอร์แล้ว นอกจากจะเกิดรอยบริเวณที่สัมผัสกับปลายแหลมของหัวกดแล้ว ยังเกิดรอยร้าวออกมาจากมุมทั้งสี่ของรอยกดด้วย เนื่องจากรอยร้าวรูปครึ่งวงกลมซึ่งตั้งฉากกันในแนวรัศมีดังรูปที่ 3.4 เมื่อรอยร้าวด้านข้างนี้ยาวขึ้นมาตัดที่ผิวของวัสดุ เราสามารถวัดความยาวของรอยร้าวและแรงที่ใช้กดได้ เพื่อคำนวณหาค่า toughness ดังสมการที่ 3.8<sup>23</sup>

$$K_{IC} = \frac{\xi (E/H)^{1/2} P}{C^{3/2}} \quad (3.8)$$

- เมื่อ
- $K_{IC}$  = Fracture Toughness ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )
  - $P$  = แรงกดที่ใช้ (นิวตัน)
  - $C$  = ความยาวครึ่งหนึ่งของรอยแตกที่เกิดขึ้น (เมตร)
  - $E/H$  = อัตราส่วนระหว่างค่ายังส์มอดุลัสกับความแข็ง
  - $\xi$  = ค่าคงที่ซึ่งได้จากการทดลอง มีค่าเท่ากับ  $0.016 \pm 0.004$ <sup>23</sup>

#### 3.5.6.1 การหาอัตราส่วนระหว่างค่ายังส์มอดุลัสต่อความแข็ง

เราสามารถหาอัตราส่วนของค่ายังส์มอดุลัสต่อความแข็งได้จากรอยกดที่เกิดจากหัวกดนูป (Knoop) ซึ่งรอยกดที่เกิดจากหัวกดนูปจะมีขนาดเล็กกว่าขนาดจริงของหัวกดนูป เนื่องจากเมื่อถอนหัวกดนูปออกดังรูปที่ 3.5 ผิวชิ้นงานเซรามิกจะเกิดการคืนตัวแบบยืดหยุ่นทำให้เส้นทแยงมุมด้านสั้นลดลงจาก  $b$  เป็น  $b'$  ในขณะที่เส้นทแยงมุมด้านยาวเกือบจะไม่เปลี่ยนแปลง ( $a \approx a'$ ) ขอบเขตของการคืนตัวแบบยืดหยุ่นจะขึ้นกับอัตราส่วนของความแข็งกับค่ายังส์มอดุลัส ( $H/E$ ) เซรามิกที่มีอัตราส่วนระหว่างความแข็งกับค่ายังส์มอดุลัสสูงจะมีการคืนตัวแบบยืดหยุ่นสูง ถ้าอัตราส่วนระหว่างความแข็งกับค่ายังส์มอดุลัสมีค่าต่ำการคืนตัวแบบยืดหยุ่นจะมีค่าต่ำ



รูปที่ 3.5 รอยกดของหัวกดรูป

จากการทดลองพบว่าความสัมพันธ์ระหว่างระยะคืนตัวกับอัตราส่วนระหว่างความแข็งกับค่ายังส์มอดุลัสเป็นดังสมการที่ 3.9<sup>24</sup>

$$b'/a' = b/a - \alpha (H/E) \quad (3.9)$$

เมื่อ  $H/E$  = อัตราส่วนระหว่างความแข็งกับค่ายังส์มอดุลัส

$b'/a'$  = อัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาว

$b/a$  = อัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมด้านสั้นของหัวกดรูปต่อเส้นทแยงมุมด้านยาวของหัวกดรูป มีค่าประมาณ 1/7.11

$\alpha$  = ค่าคงที่ซึ่งได้จากการทดลองมีค่าประมาณ 0.45<sup>21</sup>

นำอัตราส่วนระหว่างความแข็งต่อค่ายังส์มอดุลัส ( $H/E$ ) ที่หาได้ไปคำนวณหาค่า Toughness ตามสมการที่ 3.8

### 3.5.7 การวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมี

การวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีสามารถวิเคราะห์ได้โดยนำชิ้นงานที่แตกจากการวัดค่าความทนแรงดัดโค้งมาติดบนแท่งรอง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ผลิตโดยบริษัท Noran ซึ่งต่ออยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM -T330 A ผลิตโดยบริษัท JEOL