



บทที่ 4

รายงานผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงซิลิคอนไนไตรด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น แสดงในตารางที่ 4.1 ข้อมูลการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ข.

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะเฉพาะที่วัดได้ของผงซิลิคอนไนไตรด์

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
สิ่งเจือปน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
Al	0.30
Ca	0.30
Fe	0.23
O	0.7248
ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	3.1903
พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)	8.27 ± 0.12
เฟส	แอลฟา (α)
การกระจายขนาด (ไมโครเมตร)	
ร้อยละ 90	4.0
ร้อยละ 50	1.6
ร้อยละ 10	0.6

จากการวิเคราะห์ปริมาณสิ่งเจือปนของซิลิคอนไนไตรด์เกรดคอมเมอเชียล ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ด้วยเครื่อง Atomic Absorption พบว่า สิ่งเจือปน คือ อะลูมิเนียม เหล็ก และแคลเซียม รวมกันเท่ากับร้อยละ 0.83 โดยน้ำหนัก ค่าที่วัดได้แตกต่างจากข้อมูลผลิตภัณฑ์ของผู้ผลิต (ตารางที่ 3.3) คือ สูงกว่าร้อยละ 0.232 โดยน้ำหนัก โลหะและแคลเซียมเหล่านี้ให้ผลเชิงบวกต่อการเกิดความหนาแน่น เพราะช่วยให้เฟสของเหลวที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาของสาร

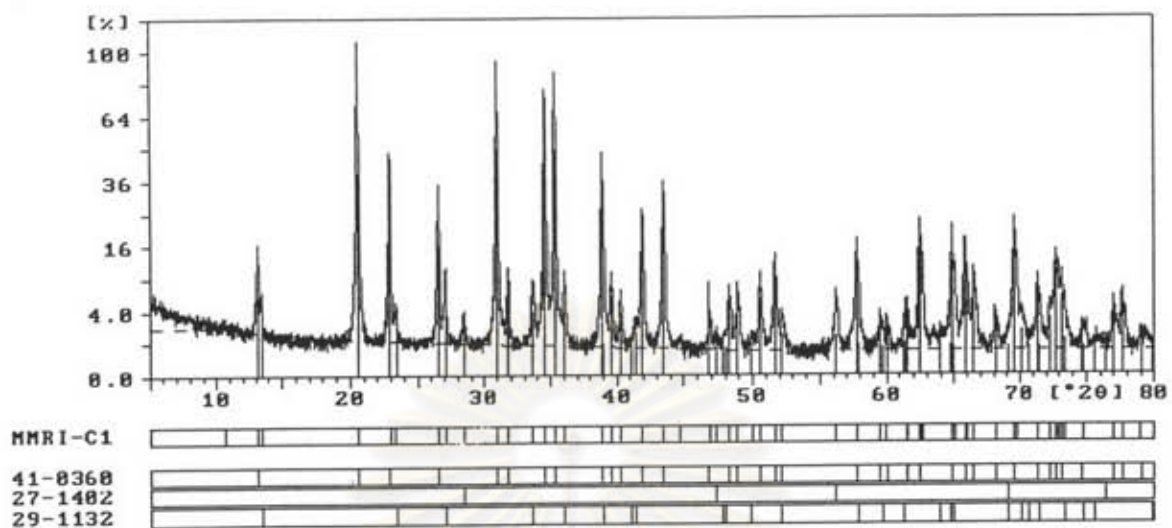
ปรับปรุงสมบัติมีความหนืดลดลง แต่มีผลเสียต่อสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์ โดยเฉพาะการใช้ งานที่อุณหภูมิสูง (Ziegler, 1987) ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะ (BET surface area) มีค่าใกล้เคียง กับรายงานผลของผู้ผลิต แต่ปริมาณออกซิเจนที่วัดได้น้อยกว่าเกือบหนึ่งเท่าตัว ซึ่งอาจจะมี สาเหตุจากการใช้วิธีวิเคราะห์ไม่เหมือนกัน ปริมาณออกซิเจนนี้มีผลต่อลักษณะเฟสของเหลวที่ เกิดขึ้นระหว่างเกิดปฏิกิริยาซินเทอริง (Samuel, 1993)

ความหนาแน่นที่วัดได้มีค่าสูงกว่าค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีเล็กน้อย คือ ความ หนาแน่นทางทฤษฎีของเฟสแอลฟา มีค่าอยู่ระหว่าง 3.168-3.188 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ความแตกต่างนี้คาดว่า เป็นเพราะสิ่งเจือปนที่พบมีปริมาณสูง จึงมีผลทำให้ความหนาแน่นของ ซิลิคอนไนไตรด์ที่วัดได้มีค่าสูงกว่า

รูปแบบพีคจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD pattern) แสดงในรูปที่ 4.1 พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.075 องศา พีคที่ มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.424 และ 34.654 องศา ตามลำดับ (pattern 41-0360) พบว่าสารตั้งต้นมีเฟสอยู่ในรูปแอลฟา-ซิลิคอนไนไตรด์ รูปทรงผลึกแบบเฮกซะ โทนอน (hexagonal) และมีซิลิคอนอิสระอยู่จำนวนหนึ่ง

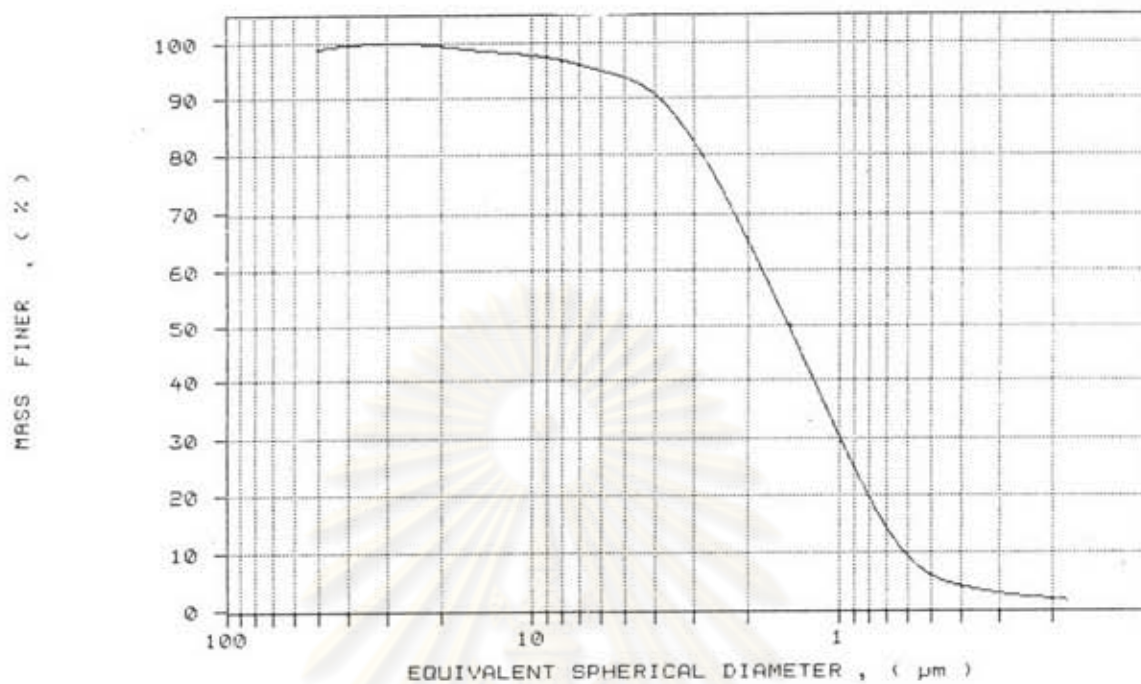
รูปแบบการกระจายขนาดของอนุภาคซิลิคอนไนไตรด์ แสดงในรูปที่ 4.2 ข้อมูลแสดง ในภาคผนวก ข. จากกราฟพบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (d_{50}) มีค่าเท่ากับ 1.6 ไมโครเมตร อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 1 ไมโครเมตร มีปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ช่วงการ กระจายขนาดมีลักษณะแคบ

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าผงซิลิคอนไนไตรด์ส่วนใหญ่มีรูปร่างแบบ irregular อนุภาคที่ตรวจพบมีขนาดโดยประมาณตั้งแต่ 0.3 ถึง 0.9 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นรูปลักษณะของ เฟสแอลฟา และมีบางอนุภาคที่มีรูปร่างแบบแท่งยาว (rod-like) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของ เฟสเบตา (Pyzik, 1994) จากการวัดขนาดเกรน พบว่า ความยาวประมาณ 1.47 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 0.39 ไมโครเมตร มีสัดส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางต่อความยาวเกรน หรือเรียกว่า สัดส่วนรูปลักษณะ (aspect ratio) เท่ากับ 3.7 ซึ่งเกรนเบตาเริ่มต้นที่มีอยู่จำนวน น้อยนี้จะทำหน้าที่เป็นเหมือน nucleating agent ให้เกรนแอลฟาเกิดการพริชพิเตดและเปลี่ยน รูปเป็นเกรนเบตาในที่สุด (Mazoru, 1992) แต่ในการศึกษาเฟสด้วย XRD ตรวจไม่พบเฟส เบตานั้น ซึ่งคาดว่า มีปริมาณน้อยกว่าร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก จึงไม่สามารถตรวจวัดได้

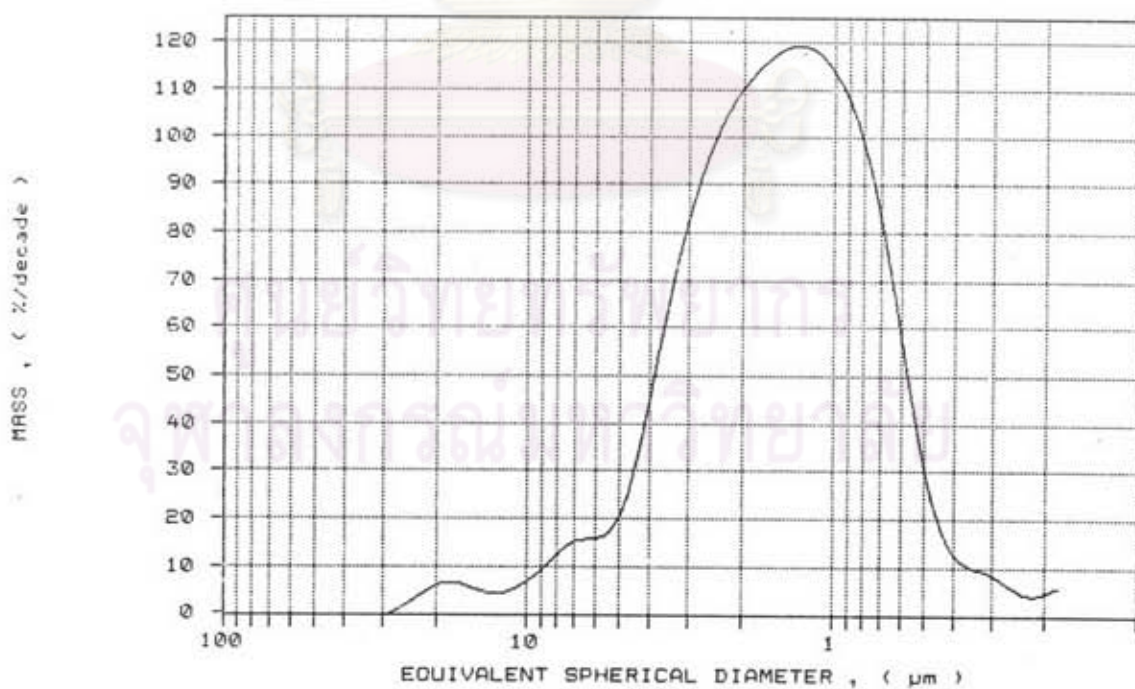


รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบพีค XRD ของผงซิลิคอนไนไตรด์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

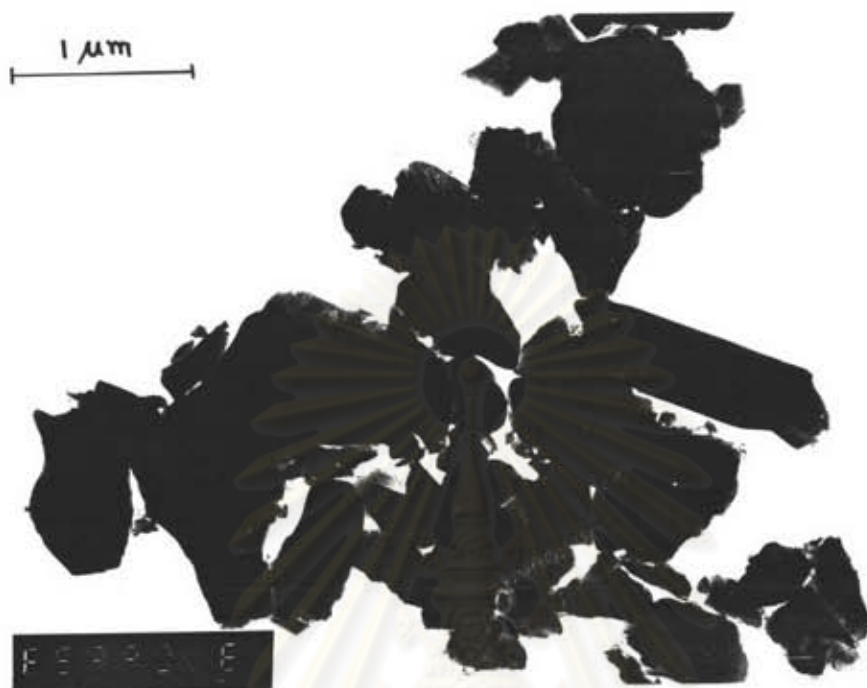


(ก) รูปแบบการกระจายขนาดแบบปริมาณสะสม

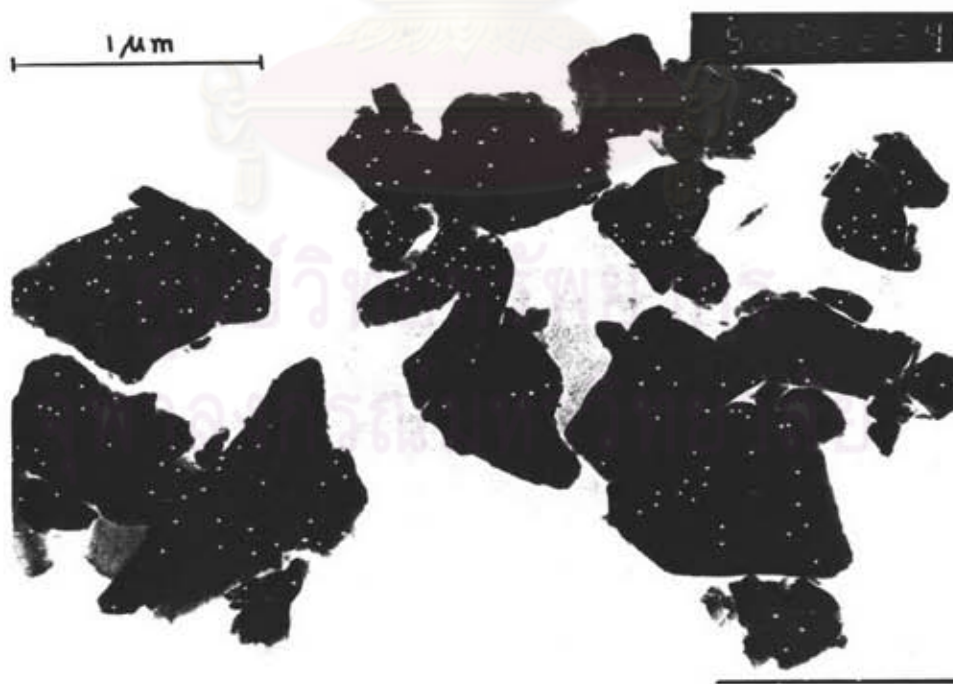


(ข) รูปแบบการกระจายขนาดตามจำนวนประชากร

รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการกระจายขนาดของผงซิลิคอนไนไตรด์



(ก) กำลังขยาย x 37,000 เท่า



(ข) กำลังขยาย x 50,000 เท่า

รูปที่ 4.3 แสดงภาพถ่ายผงซิลิคอนไนไตรต์ จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

4.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารปรับปรุงสมบัติ

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารปรับปรุงสมบัติ คือ อะลูมิเนียมออกไซด์ และ อิทเทรียมออกไซด์ แสดงในตารางที่ 4.2 และตารางที่ 4.3 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะเฉพาะที่วัดได้ของผงอะลูมิเนียมออกไซด์

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	3.2178
พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)	117.35 ± 1.42
เฟส	χ -Al ₂ O ₃ และ γ -Al ₂ O ₃
การกระจายขนาด (ไมโครเมตร)	
ร้อยละ 90	10.2
ร้อยละ 50	1.15
ร้อยละ 10	0.2

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะเฉพาะที่วัดได้ของผงอิทเทรียมออกไซด์

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	4.9276
พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)	6.19 ± 0.10
เฟส	Y ₂ O ₃
การกระจายขนาด (ไมโครเมตร)	
ร้อยละ 90	8.0
ร้อยละ 50	3.0
ร้อยละ 10	1.0

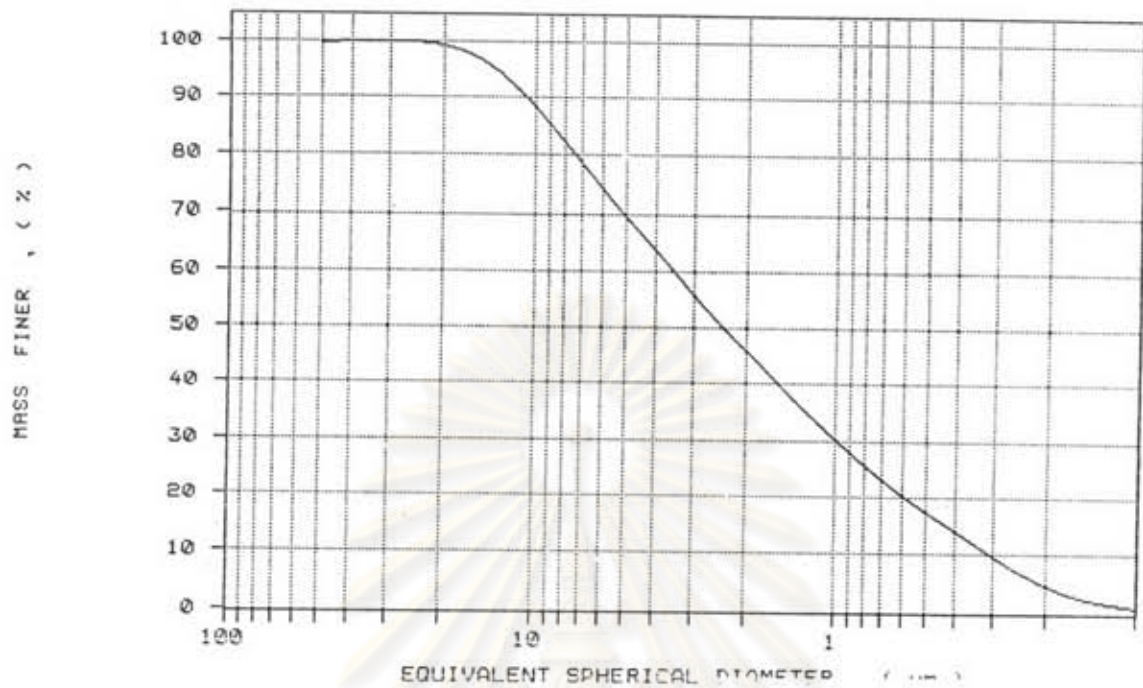
ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารปรับปรุงสมบัติ พบว่า ทั้งผงอะลูมิเนียมออกไซด์ และอิทเทรียมออกไซด์ มีการกระจายขนาดของอนุภาคกว้าง ดังแสดงในรูปที่ 4.4 และรูปแบบพีก XRD ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.5 พบว่า อะลูมิเนียมออกไซด์ มี 2 เฟส คือ แบบ χ -Al₂O₃ และ γ -Al₂O₃ ส่วนอิทเทรียมออกไซด์มีเพียงเฟสเดียว

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของผงอะลูมิเนียมออกไซด์ และอิทเทรียมออกไซด์ แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่า รูปร่างของผงอนุภาคอะลูมิเนียมออกไซด์มีลักษณะแบบ irregular ขนาดที่ตรวจพบจากภาพถ่าย มีตั้งแต่ 0.19 ถึง 0.81 ไมโครเมตร อิทเทรียมออกไซด์ มีลักษณะรูปร่างอนุภาคแบบ irregular เช่นกัน และขนาดอนุภาคที่ตรวจพบจากภาพถ่ายมีขนาดแตกต่างกันมาก โดยมีขนาดตั้งแต่ 0.53 จนถึง 1.81 ไมโครเมตร

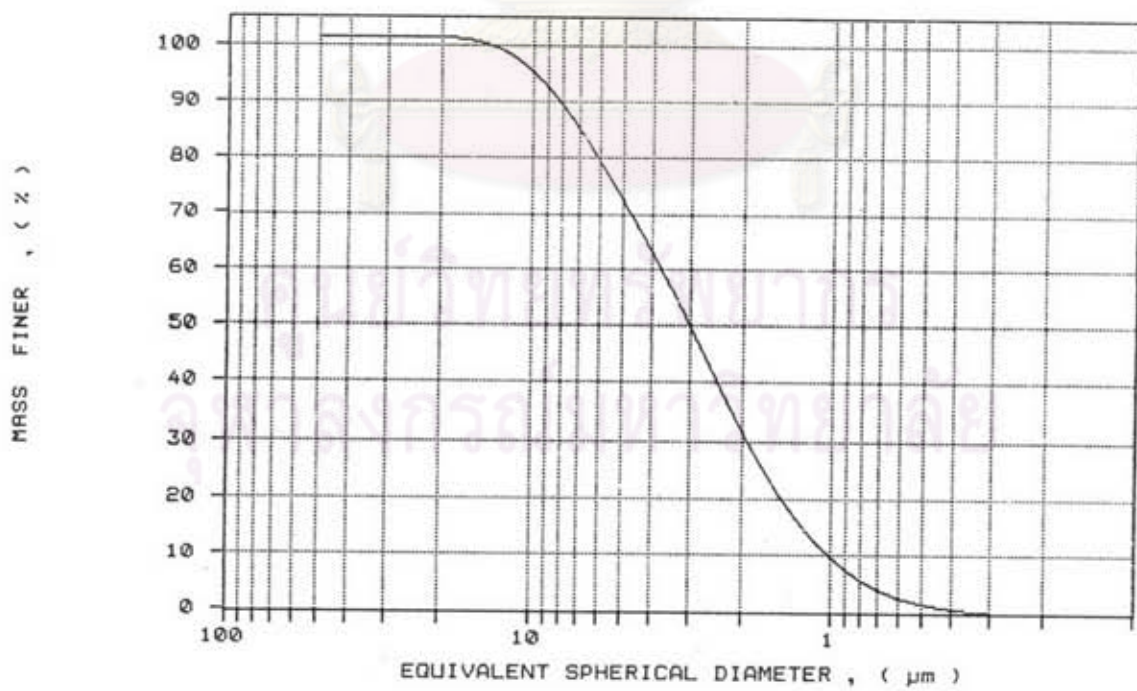
ลักษณะของอนุภาค ขนาด และ พื้นที่ผิวจำเพาะ เป็นแฟคเตอร์สำคัญที่ต้องทำการควบคุม ดังนั้นจึงมีความจำเป็นต้องทำการบดลดขนาดของอนุภาคลง เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะให้มีผลเชิงบวกต่อการซินเทอร์ด้วยการ HIP ให้มากขึ้น (Russell, 1990)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

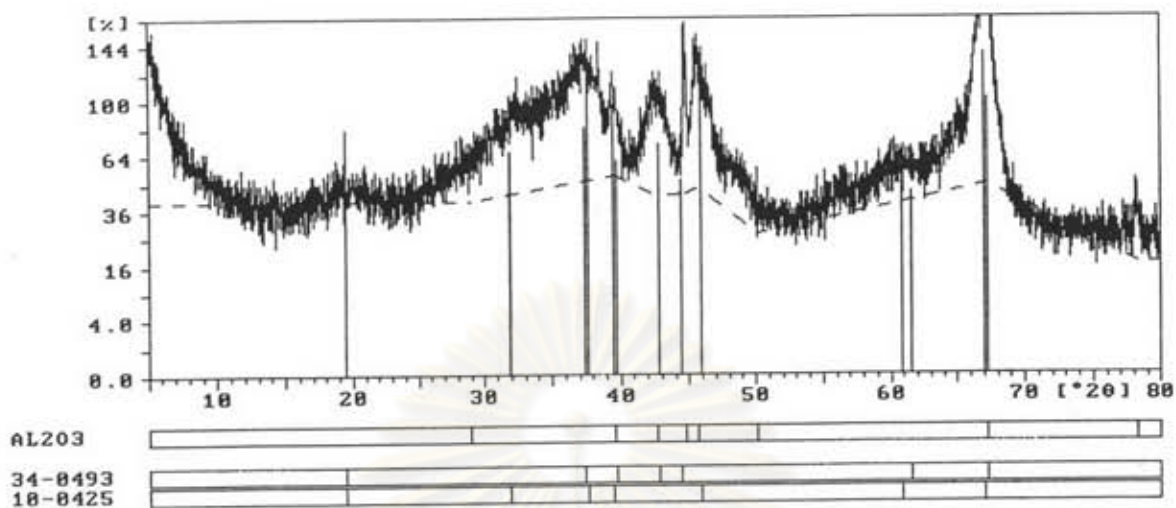


(ก) ผงอะลูมิเนียมออกไซด์

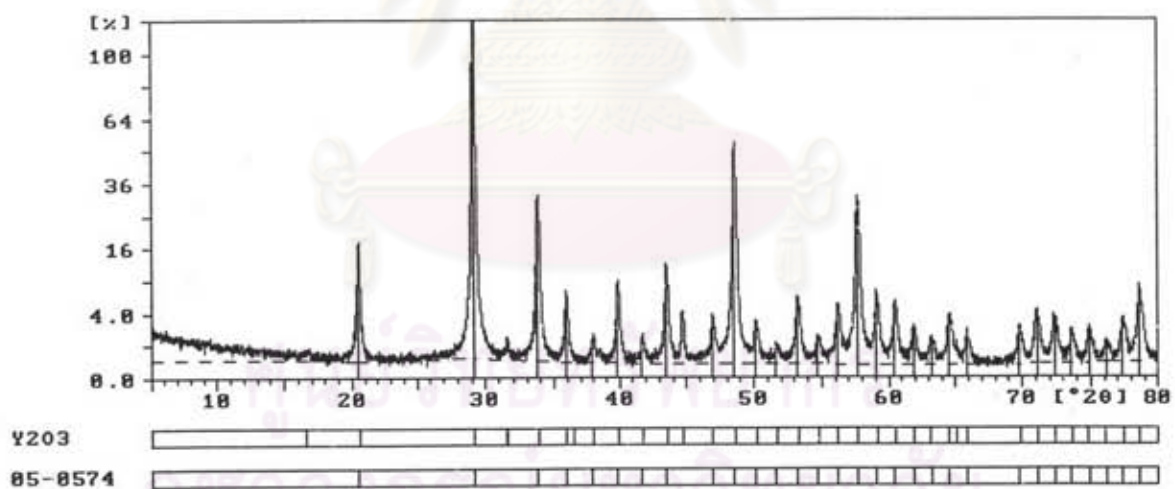


(ข) ผงอิทเทรียมออกไซด์

รูปที่ 4.4 แสดงการกระจายขนาดของสารปรับปรุงสมบัติ

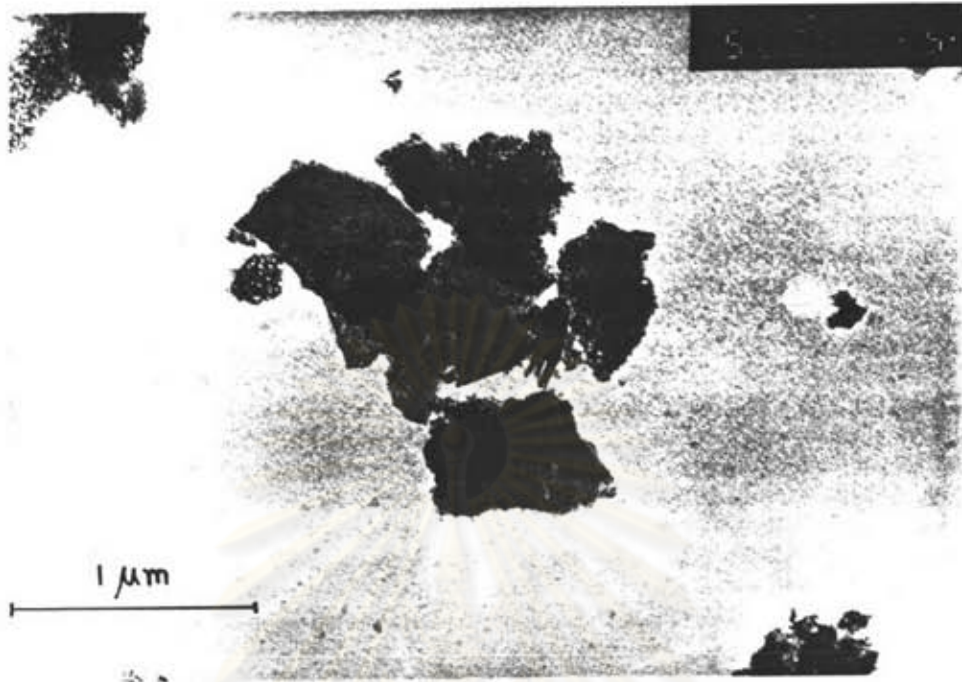


(ก) ผงอะลูมิเนียมออกไซด์



(ข) ผงอิทเทรียมออกไซด์

รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบพีค XRD ของสารปรับปรุงสมบัติ



(ก) ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ กำลังขยาย x50,000



(ข) ผงอิทเทรียมออกไซด์ กำลังขยาย x15,000

รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่ายอนุภาคของสารปรับปรุงสมบัติจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

4.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของแกรนูล

4.3.1 ลักษณะเฉพาะของแกรนูล

จากผลการตรวจวัดพื้นที่ผิวจำเพาะของแกรนูล พบว่ามีพื้นที่ผิวประมาณ 11 ถึง 12 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเพียงพอต่อการทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงขึ้นภายหลังการซินเทอร์ด้วยการ HIP (Robert, 1986) ข้อมูลผลการตรวจวัดพื้นที่ผิวจำเพาะแสดงในภาคผนวก ข. ความชื้นที่ตรวจวัดได้มีค่าเฉลี่ยจากการสุ่มวัดจำนวน 3 ครั้ง เท่ากับร้อยละ 0.7 ถึง 0.9 โดยน้ำหนัก

จากการสังเกตลักษณะรูปร่างของอนุภาคภายหลังการบดลดขนาดที่จับตัวกันเป็นแกรนูล ดังแสดงในรูปที่ 4.7 พบว่าส่วนใหญ่มีรูปร่างคล้ายอนุภาคสารตั้งต้นเดิม โดยมีขนาดส่วนใหญ่เท่ากับ 1 ไมโครเมตร มีการจับตัวเป็นกลุ่มขนาดประมาณ 2 ถึง 3 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นผลมาจากการใช้สารเพิ่มการยึดเกาะใส่ลงไปเพื่อช่วยให้ขึ้นรูปชิ้นงานได้ง่ายขึ้น เพราะอนุภาคของวัสดุประเภทเซรามิกมีความแข็งมาก ดังนั้นอนุภาคจึงเปลี่ยนรูปร่างแบบอพลาสติกเพียงอย่างเดียว ทำให้อนุภาคไม่สามารถเกาะยึดกันเป็นชิ้นงานได้ การใช้สารเพิ่มการยึดเกาะประเภทโพลีเมอร์จะช่วยให้เกิดการเปลี่ยนรูปร่างแบบพลาสติกขึ้นด้วย ทำให้การแตกหักขณะขึ้นรูปไม่เกิดขึ้น (Koizumi, 1987)



รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่ายแกรนูลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.3.2 การศึกษาสมบัติด้านความร้อนของแกรนูล

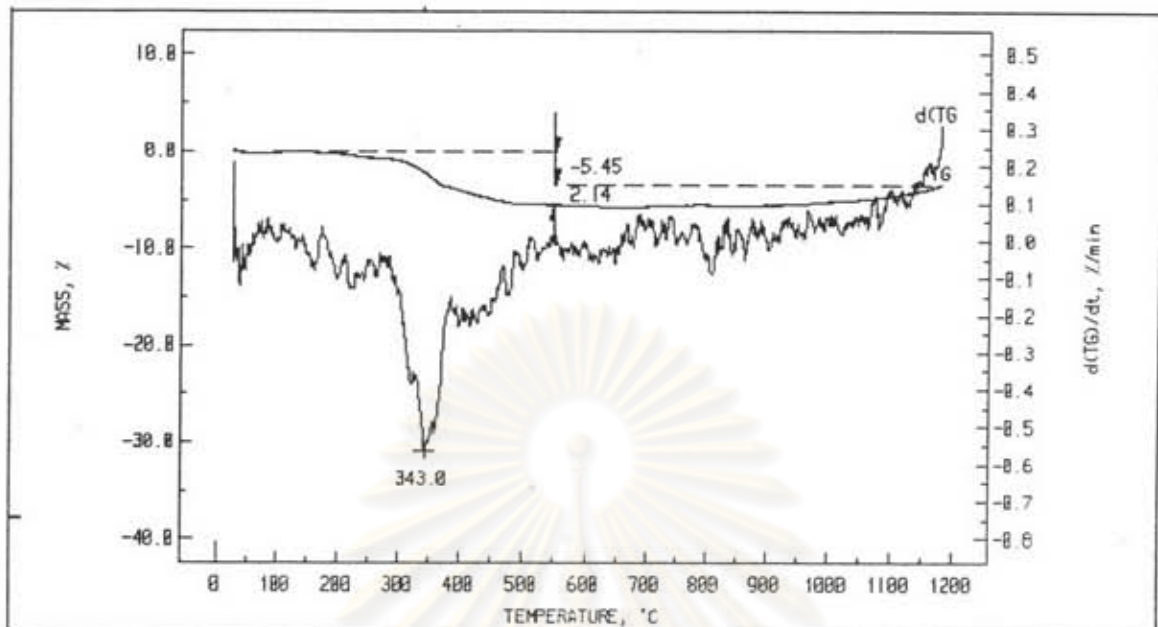
จากการพิจารณาเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน ดังแสดงในรูปที่ 4.8 จากกราฟ TGA พบว่าแกรนูลเริ่มสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ ประมาณ 80 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 480 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก อย่างมากเกิดขึ้น 2 ช่วง คือ ช่วงอุณหภูมิ 80 ถึง 343 องศาเซลเซียส ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลง น้ำหนักเท่ากับร้อยละ 5.45 และช่วงอุณหภูมิมากกว่า 343 องศาเซลเซียส จนถึง 480 องศา เซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเพิ่มขึ้นอีกร้อยละ 2.14

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิสูงถึง 110 องศาเซลเซียส เป็นปฏิกิริยาที่ เกิดขึ้นจากการระเหยของน้ำ และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิมากกว่า 200 องศา เซลเซียส จนถึง 480 องศาเซลเซียส เป็นปฏิกิริยาดีโพลีเมอร์ไรเซชันและออกซิเดชันของสาร เพิ่มการยึดเกาะ คือ โพลีเมทธิลเมตตะอะคิเลต และฟินอลิครีซิน (Reed, 1988)

จากกราฟ TGA พบว่า น้ำหนักรวมที่สูญเสียจำนวนร้อยละ 7.85 นี้อยู่ใน ช่วงปริมาณรวมของสารเพิ่มการยึดเกาะที่ใส่ลงไปและความชื้นของแกรนูล

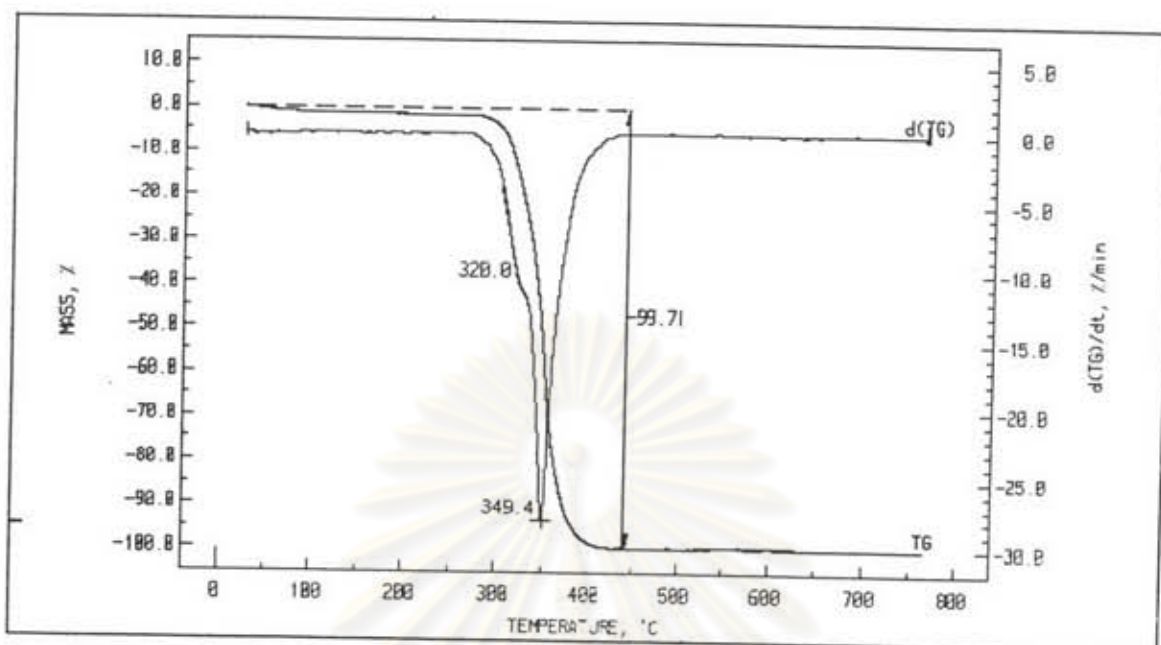
เมื่อเปรียบเทียบกราฟ TGA ของแกรนูล กับ โพลีเมทธิลเมตตะอะคิเลต และ ฟินอลิครีซิน ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่า โพลีเมทธิลเมตตะอะคิเลตจะสลายตัวเกือบทั้งหมด คือร้อยละ 99.71 ที่อุณหภูมิเท่ากับ 349.4 องศาเซลเซียส แต่ฟินอลิครีซินมีการสลายตัวเป็น 4 ช่วง คือที่อุณหภูมิเท่ากับ 232.3 , 389.9, 484.6 และ 593.2 น้ำหนักที่สูญเสียรวมเท่ากับ ร้อยละ 99.62

การวิเคราะห์ผลทางความร้อน หรือ เทอร์โมแกรมที่ได้นี้มีความสำคัญ คือ สามารถนำไปใช้พิจารณาตารางอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาไล่สารประเภทอินทรีย์และการ แคลไซน์ เพราะการให้ความร้อนในอัตราที่สูงเกินไป จะทำให้สารอินทรีย์เกิดการเผาไหม้ไม่ สมบูรณ์ เหลือเถ้าอยู่ในผลิตภัณฑ์ กลายเป็นอินคลูชันขึ้นได้ นอกจากนั้นยังอาจจะทำให้เกิดรอย แตกขึ้นในชิ้นงาน การเผาไล่สารจึงควรให้อัตราการเพิ่มความร้อนต่ำ แต่ทั้งนี้ต้องคำนึงถึงขนาด ชิ้นงานด้วย (Roosen, 1989)

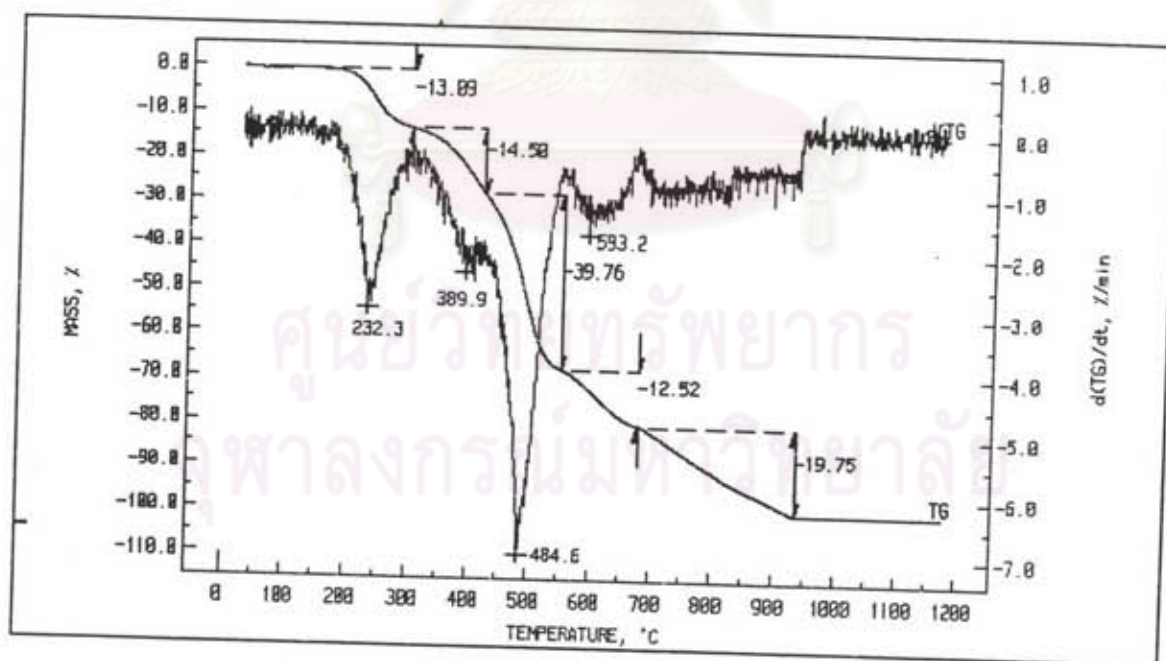


รูปที่ 4.8 แสดงเทอร์โมแกรมของแกรนูล

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



(ก) โพลีเมทิลเมตตะอะซิเลต



(ข) ฟีนอลิกรีซิน

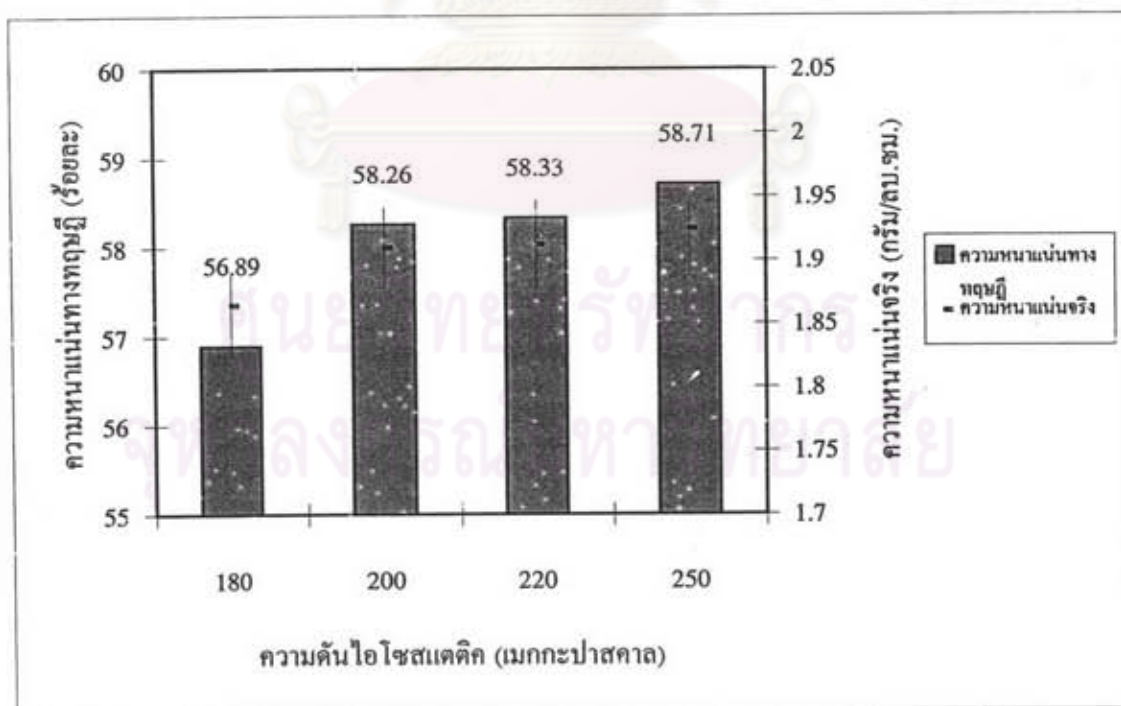
รูปที่ 4.9 แสดงเทอร์โมแกรมของสารเพิ่มการยึดเกาะ

4.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของชิ้นงานกรีน อิทธิพลของความดันไอโซสแตติก และสมบัติของชิ้นงานก่อนการ HIP

4.4.1 การศึกษาอิทธิพลของความดันไอโซสแตติกต่อค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยความดันไอโซสแตติก (Cold Isostatic Pressing, CIP) เป็นวิธีการขึ้นรูปที่ให้สมบัติด้านไอโซทรอปิก (Isotropic) และให้ความหนาแน่นสูงกว่าการกดอัดแบบทิศทางเดียว (Kamiya, 1992) ผลการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความดันที่ใช้อัดขึ้นรูปกับความหนาแน่นที่ได้ แสดงในรูปที่ 4.10 ข้อมูลแสดงในตารางที่ ก. 3 (ภาคผนวก ก.) จากกราฟพบว่า เมื่อใช้ความดันเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นจะสูงขึ้น โดยได้ค่าความหนาแน่นสูงสุดเท่ากับ ร้อยละ 58.71 ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ที่ระดับความดัน 250 เมกกะปาสคาล เวลา 3 นาที และความหนาแน่นต่ำสุด คือ ร้อยละ 56.89 ที่ความดัน 180 เมกกะปาสคาล

ดังนั้น ความดันที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อให้ได้ความหนาแน่นเริ่มต้นสูงสุด สำหรับการขึ้นเทอร์ด้วยวิธี HIP คือ 250 เมกกะปาสคาล เวลา 3 นาที



รูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ของความดันไอโซสแตติกกับความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้



4.4.2 การศึกษาสมบัติของชิ้นงานก่อนการ HIP

ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของชิ้นงาน แสดงในตารางที่ 4.4 ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและมิติภายหลังการแคลไซน์ แสดงในตารางที่ ก.4

ตารางที่ 4.4 แสดงสมบัติเฉพาะที่วัดได้ของชิ้นงาน

สมบัติ	ค่าที่วัดได้
สมบัติชิ้นงานก่อนแคลไซน์	
ความชื้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	0.7-1.0
น้ำหนักสูญเสียมจากการไล่สารเพิ่มการยึดเกาะ (ร้อยละ)	4.54
สมบัติชิ้นงานหลังแคลไซน์	
น้ำหนักสูญเสียมจากการแคลไซน์ (ร้อยละ)	1.00
การหดตัวแนวรัศมี (ร้อยละ)	0.30
การหดตัวแนวความสูง (ร้อยละ)	0.57
ปริมาณออกซิเจน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	1.570

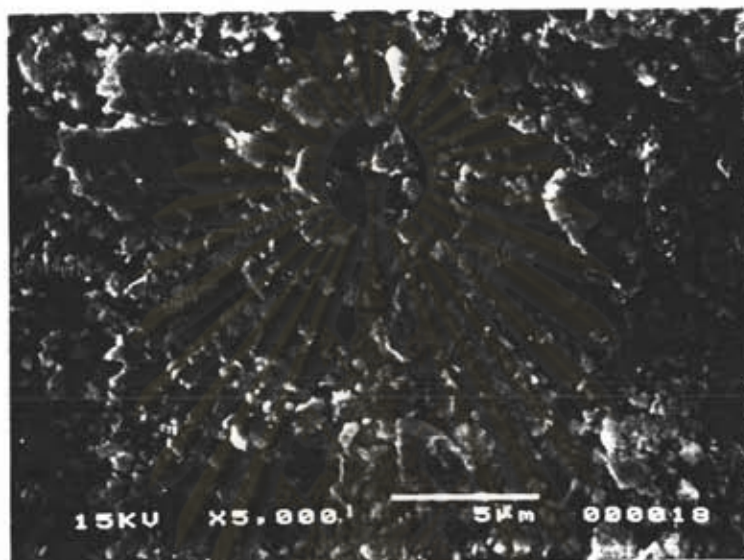
ความชื้นที่วัดได้จากการสุ่มตัวอย่างรวม 3 ครั้ง มีค่าความชื้นไม่แตกต่างจากค่าความชื้นของแกรนูล แสดงว่าชิ้นงานที่ได้ไม่มีการดูดซับน้ำจากอากาศเพิ่มขึ้น ส่วนน้ำหนักสูญเสียมรวมจากการไล่สารเพิ่มการยึดเกาะและการแคลไซน์เนชั่น เท่ากับร้อยละ 5.54 โดยน้ำหนัก

การแคลไซน์ คือ การดึงน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์ หรือก๊าซอื่น ๆ ซึ่งมีพันธะทางเคมี เช่น สารประกอบไฮเดรต หรือคาร์บอเนต ออกจากชิ้นงาน ด้วยวิธีการสลายตัวด้วยความร้อน (Terkel, 1983)

การหดตัวของชิ้นงานภายหลังการแคลไซน์เกิดขึ้นเล็กน้อย ประมาณร้อยละ 0.3-0.57 ส่วนปริมาณออกซิเจนที่ตรวจพบมีค่าสูงขึ้น ปริมาณออกซิเจนที่สูงขึ้นนี้คาดว่าเป็นผลมาจากสารปรับปรุงคุณภาพประเภทออกไซด์ที่ใส่ลงไป

เมื่อศึกษาผิวแตกของชิ้นงานกรีนด้วยการตรวจพินิจ พบว่ามีความเรียบเกิดรอยขรุขระบนผิวน้อยมาก ซึ่งเมื่อสังเกตในระดับจุลภาค ดึงภาพถ่ายผิวแตกของชิ้นงานก่อนการแคลไซน์ (ชิ้นงานกรีน) และภายหลังการแคลไซน์ ที่ความดัน 250 เมกกะปาสคาล เวลา

3 นาที่ จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าเป็นการแตกแบบผ่านเม็ดแกรนูล การอัดตัวของแกรนูลมีความสม่ำเสมอไม่แน่นมาก ยังคงตรวจพบรูช่องว่าง การอัดตัวที่เกิดขึ้นนี้เป็นลักษณะการอัดตัวแบบสุ่ม (Swinkels, 1981) แผนภาพแสดงลักษณะการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของแกรนูลเมื่อได้รับแรงอัด แสดงในรูปที่ 4.12 (Reed, 1988)

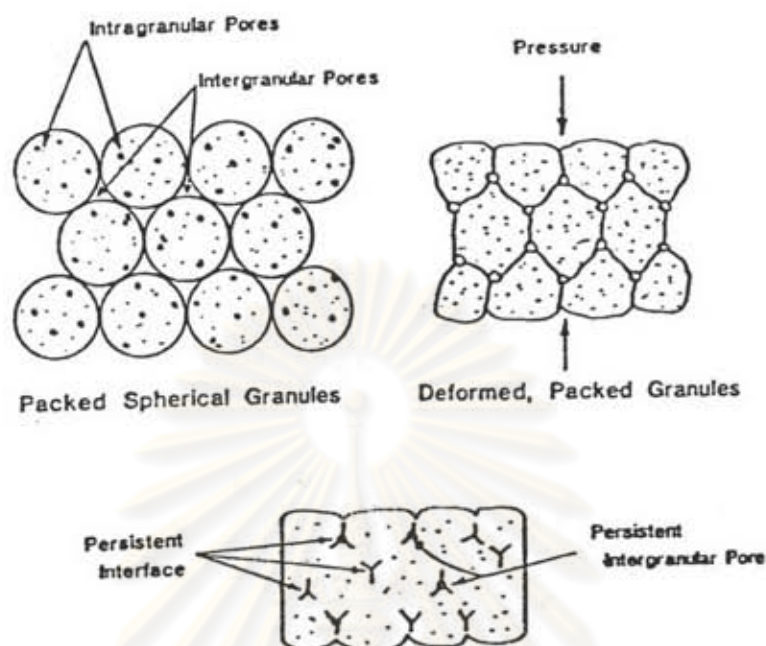


(ก) ก่อนการแคลไซน์ (ชิ้นงานกรีน)



(ข) หลังการแคลไซน์

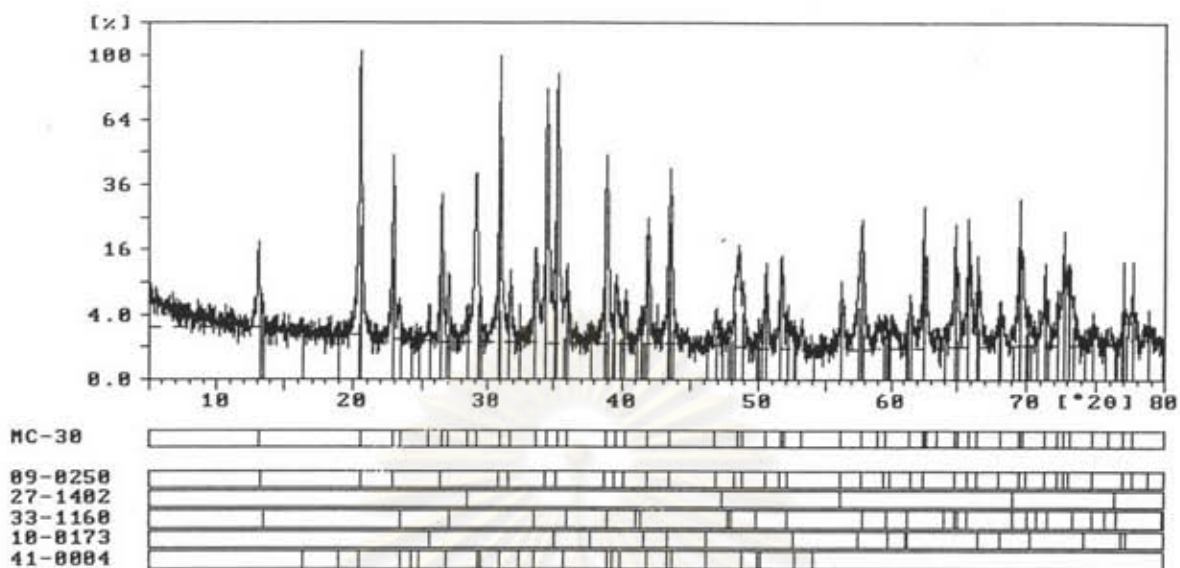
รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่ายฝิวแตกของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปภายใต้ความดัน 250 เมกกะปาสคาล



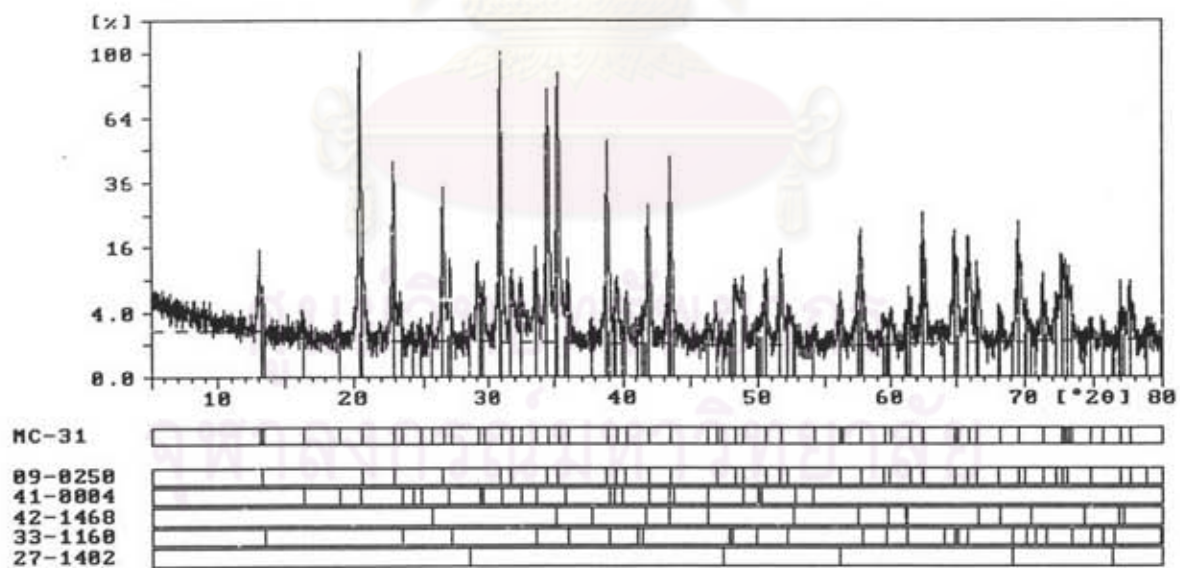
รูปที่ 4.12 แสดงลักษณะการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของแกรนูลเมื่อได้รับแรงอัด (Reed, 1988)

การศึกษาเฟสของชิ้นงานทั้งก่อนและหลังการแคลไซน์ เพื่อสังเกตความเปลี่ยนแปลงที่อาจจะเกิดขึ้นจากรูปแบบพีด XRD ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.13 ตรวจสอบว่า ก่อนการแคลไซน์ ชิ้นงานมีเฟสต่างๆ ดังนี้ α - Si_3N_4 (pattern 09-0250), Si (27-1402), β - Si_3N_4 (33-1160), Corundum Al_2O_3 (10-0173) และ Y_2SiO_5 (41-0004) และหลังการแคลไซน์มีหมายเลข pattern เปลี่ยนไปเพียงจำนวน 1 pattern คือ Corundum Al_2O_3 ซึ่ง pattern เดิม คือหมายเลข 10-0173 แต่หมายเลขใหม่ คือ 42-1468 (ฐานข้อมูลที่ใช้สืบค้นมีหลายหมายเลข)

สิ่งที่ตรวจสอบ คือ สามารถตรวจวัดเฟสเบตา-ซิลิคอนไนไตรต์ได้แล้ว และการเกิดเฟส Y_2SiO_5 แทนที่จะพบ Y_2O_3 ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่ามีความเกี่ยวข้องกับปริมาณออกซิเจนที่พบในสารตั้งต้นซิลิคอนไนไตรต์ คือ ปริมาณออกซิเจนที่ตรวจพบ (ตารางที่ 4.1) มีค่าเท่ากับร้อยละ 0.7248 โดยน้ำหนัก ซึ่งจากการศึกษาของ Samuel ในปี 1993 อธิบายว่า ถ้ามีปริมาณออกซิเจนจำนวนประมาณร้อยละ 0.75 ควรจะตรวจพบแต่เฟส Y_2SiO_5 หรือ $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ แต่ถ้าปริมาณออกซิเจนสูงมาก ก็อาจจะเกิดเฟส Si_2ON_2 ขึ้นแทน ซึ่งทำให้เกิดผลเสียต่อสมบัติเชิงกล ปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่นี้ส่วนใหญ่จะเกิดในรูปของซิลิกา (SiO_2) ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับ Y_2O_3 เกิดเป็น Y_2SiO_5 ได้ภายใต้ระบบเฟสที่แสดงในรูปที่ 4.14

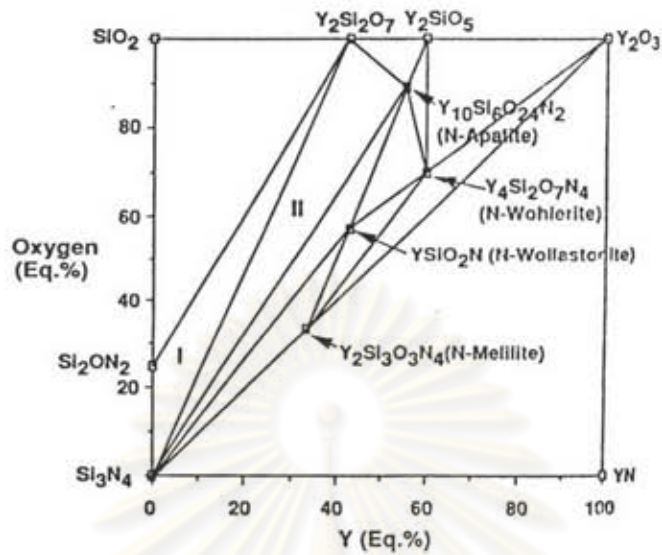


(ก) ก่อนการแคลไซน์



(ข) หลังการแคลไซน์

รูปที่ 4.13 แสดงรูปแบบพีค XRD ของชิ้นงานก่อนและหลังการแคลไซน์



รูปที่ 4.14 แสดงระบบเฟสของ SiO₂-Y₂O₃-Si₃N₄-YN (Samuel, 1993)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 การเตรียมผลิตภัณฑ์ และอิทธิพลของอุณหภูมิการ HIP ต่อสมบัติของผลิตภัณฑ์

ผลิตภัณฑ์จากการทดลอง มีรูปร่างทรงกระบอกแบน (Cylindrical pellets) สีดำ ผิวเรียบ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 14 ถึง 15 มิลลิเมตร ความสูง 11-12 มิลลิเมตร ไม่พบรอยแตกร้าวใด ๆ ที่ผิวผลิตภัณฑ์

4.5.1 ผลการศึกษาด้านความหนาแน่น และความแข็งของผลิตภัณฑ์ ภายใต้เงื่อนไขการออกแบบการทดลอง

ลักษณะสมบัติของผลิตภัณฑ์ จำนวน 8 ตัวอย่าง ที่มีค่าของตัวแปรอุณหภูมิ เวลา และความดัน ภายใต้เงื่อนไขที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 3.3.1 แสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงสมบัติด้านความหนาแน่นและความแข็งที่วัดได้ของผลิตภัณฑ์

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (เมกกะปาสคาล)	เวลา (ชั่วโมง)	ความหนาแน่น [*] (กรัม/ลบ.ซม.)	ความแข็งHV10 [†] (จิกะปาสคาล)
1750	140	1	3.2232	15.19
1750	140	2	3.2241	16.64
1750	160	1	3.2166	16.42
1750	160	2	3.2285	16.96
1850	140	1	3.2268	16.17
1850	140	2	3.2298	15.88
1850	160	1	3.2292	15.78
1850	160	2	3.2289	16.30

* หมายถึง ค่าเฉลี่ยจากการวัด จำนวน 3 ครั้ง

† หมายถึง ค่าเฉลี่ยจากการวัด จำนวน 5 ครั้ง

จากสมบัติค่าความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์ สามารถแสดงผลการวิเคราะห์เชิงสถิติได้ในตารางที่ 4.6 ข้อมูลการวิเคราะห์เชิงสถิติแสดงในตารางที่ ก.10 (ภาคผนวก ก)

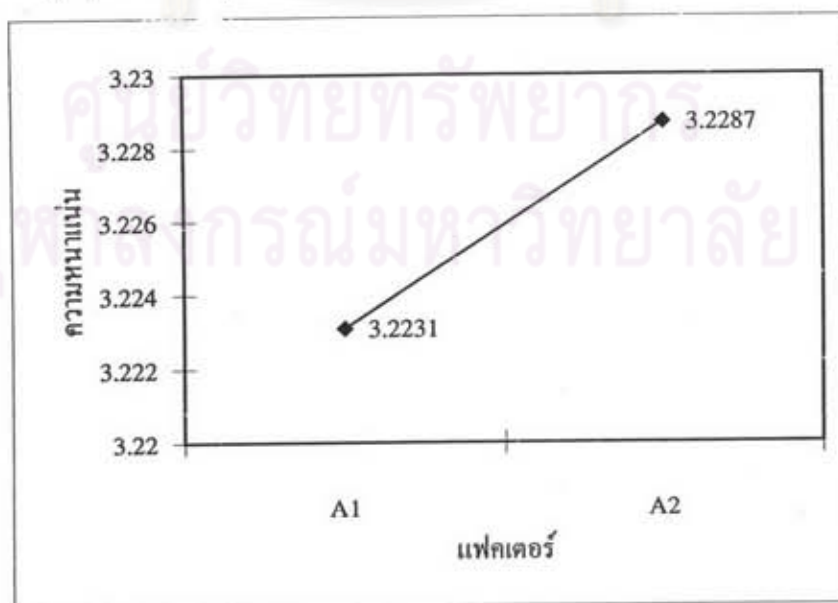
ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์กับตัวแปร

แฟกเตอร์	S	ϕ	V	Fo	Q
A	6.216×10^{-5}	1	6.216×10^{-5}	52.13	43.64
B	6.125×10^{-8}	1	6.125×10^{-8}	0.0514	0.81
C	3.003×10^{-5}	1	3.003×10^{-5}	25.18	20.64
AxC	1.275×10^{-5}	1	1.275×10^{-5}	10.69	8.29
AxBxC	2.556×10^{-5}	1	2.556×10^{-5}	21.43	17.44
e	2.385×10^{-5}	2	2.385×10^{-5}		(9.20)

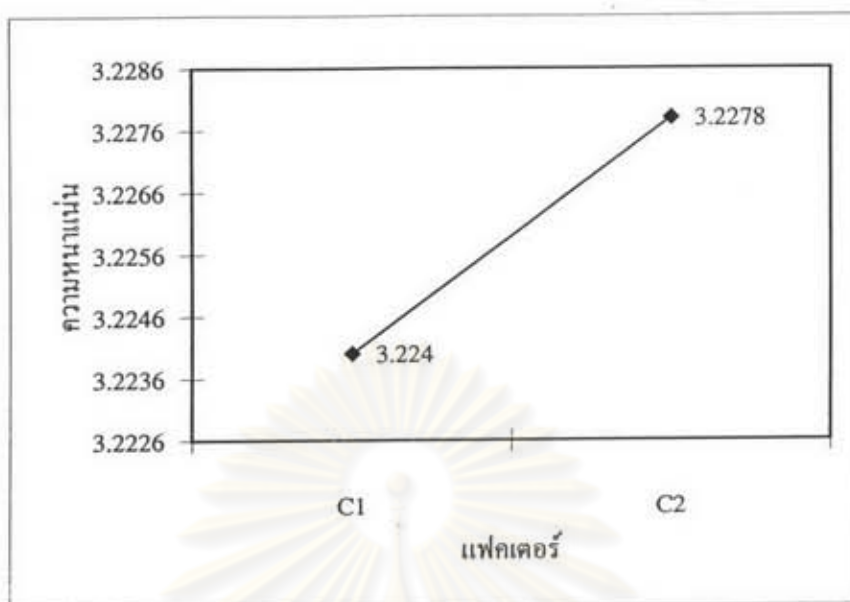
หมายเหตุ : $F(1,2,0.05)$ เท่ากับ 18.5

เมื่อเปรียบเทียบค่า F_o กับค่า F จากตารางการกระจายค่า F (Montgomery, 1991) พบว่าค่า F_o ของแฟกเตอร์ A (อุณหภูมิ) และแฟกเตอร์ C (เวลา) มีค่ามากกว่า F ดังนั้น อุณหภูมิและเวลา จึงมีผลต่อการ optimize ให้ผลิตภัณฑ์มีความหนาแน่นสูงภายใต้เงื่อนไขที่กำหนด ส่วนแฟกเตอร์ B (ความดัน) ไม่มีผลต่อค่าความหนาแน่น ซึ่งหมายความว่าสามารถใช้ความดันทดลองใดก็ได้ (140 หรือ 160 เมกกะปาสกาล)

การพิจารณาเลือกกระดับอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมที่สุด เพื่อให้ผลิตภัณฑ์มีความหนาแน่นสูงสุด แสดงในรูปที่ 4.15 และ 4.16



รูปที่ 4.15 แสดงกราฟของค่าเฉลี่ยของแฟกเตอร์ A ระหว่าง level 1 และ level 2



รูปที่ 4.16 แสดงกราฟของค่าเฉลี่ยของแฟกเตอร์ C ระหว่าง level 1 และ level 2

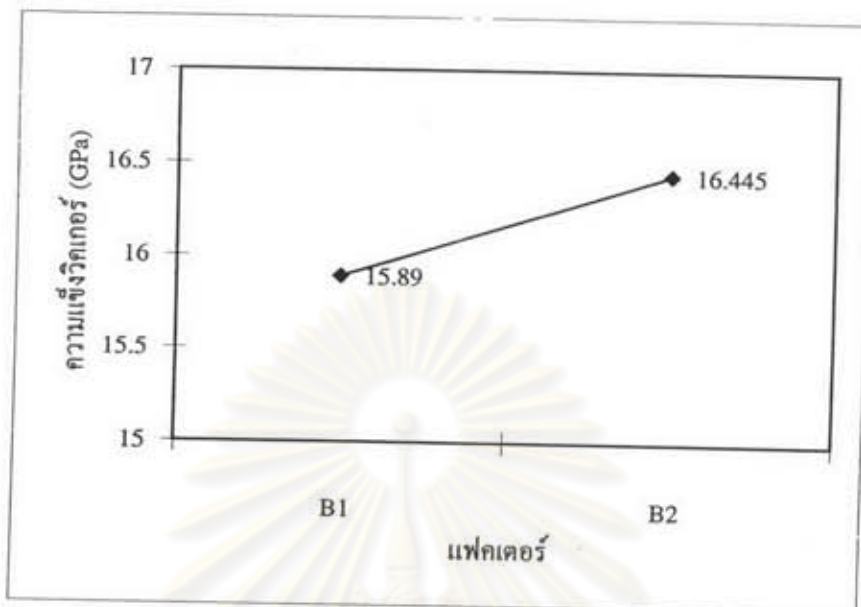
จากการพิจารณารูปที่ 4.15 และ รูปที่ 4.16 พบว่าระดับอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดต่อการทดลองให้ได้ความหนาแน่นสูงสุดคือ 1850 องศาเซลเซียส และ 2 ชั่วโมง ตามลำดับ

และเมื่อพิจารณาสมบัติด้านความแข็งของผลิตภัณฑ์ ผลการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเช่นเดิม แสดงในตารางที่ 4.7 รูปที่ 4.17 และ รูปที่ 4.18

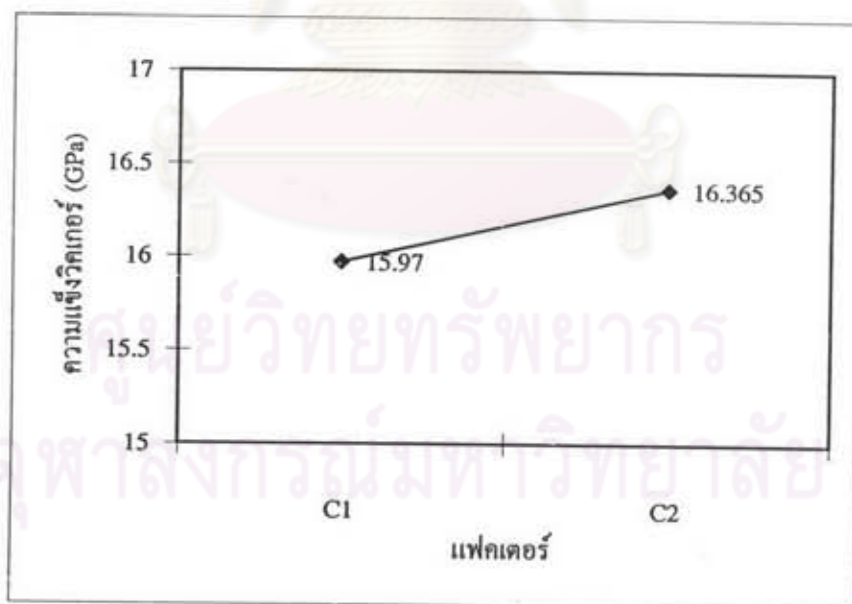
ตารางที่ 4.7 แสดงผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของค่าความแข็งสัมพันธ์กับตัวแปร

แฟกเตอร์	S	ϕ	V	Fo	Q
A	14.58	1	14.58	116.64	6.81
B	31.21	1	31.21	249.64	14.65
AxB	28.88	1	28.88	231.04	13.56
C	61.61	1	61.61	492.84	28.99
AxC	38.72	1	38.72	309.76	18.20
AxBxC	36.98	1	36.98	295.84	17.38
e	0.13	1	0.13		(0.41)

หมายเหตุ : $F(1,1,0.05)$ เท่ากับ 161.4



รูปที่ 4.17 แสดงกราฟของค่าเฉลี่ยของแฟคเตอร์ B ระหว่าง level 1 และ level 2



รูปที่ 4.18 แสดงกราฟของค่าเฉลี่ยของแฟคเตอร์ C ระหว่าง level 1 และ level 2

จากกราฟรูปที่ 4.17 และรูปที่ 4.18 ความดันที่ทำให้ได้ความแข็งแรงสูงสุด คือ 160 เมกกะปาสคาล และระยะเวลาเท่ากับ 2 ชั่วโมง ส่วนอุณหภูมิไม่มีผลต่อค่าความแข็งแรง ซึ่ง

หมายความว่าสามารถใช้อุณหภูมิทดลองใดก็ได้ (1750 หรือ 1850 องศาเซลเซียส)

เมื่อพิจารณาผลการทดลองเบื้องต้นจากสมบัติด้านความหนาแน่นและความแข็งแรงประกอบเข้าด้วยกัน การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อสมบัติของผลิตภัณฑ์ในลำดับต่อไป พบว่าควรกำหนดตัวแปรคงที่จำนวน 2 ตัวแปร คือ ความดันเท่ากับ 160 เมกกะปาสคาล และเวลาเท่ากับ 2 ชั่วโมง

4.5.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อสมบัติทางฟิสิกส์ของผลิตภัณฑ์

ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิขึ้นเทอริงต่อการหดตัว (shrinkage) และความหนาแน่น แสดงผลในรูปกราฟ ดังนี้

รูปที่ 4.19 แสดงร้อยละการหดตัวในแนวรัศมี ความสูง และแฟคเตอร์การหดตัวเชิงเส้นที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยมีความดันคงที่เท่ากับ 160 เมกกะปาสคาล และเวลาเท่ากับ 2 ชั่วโมง ข้อมูลการหดตัวแสดงในตารางที่ ก. 6 (ภาคผนวก ก)

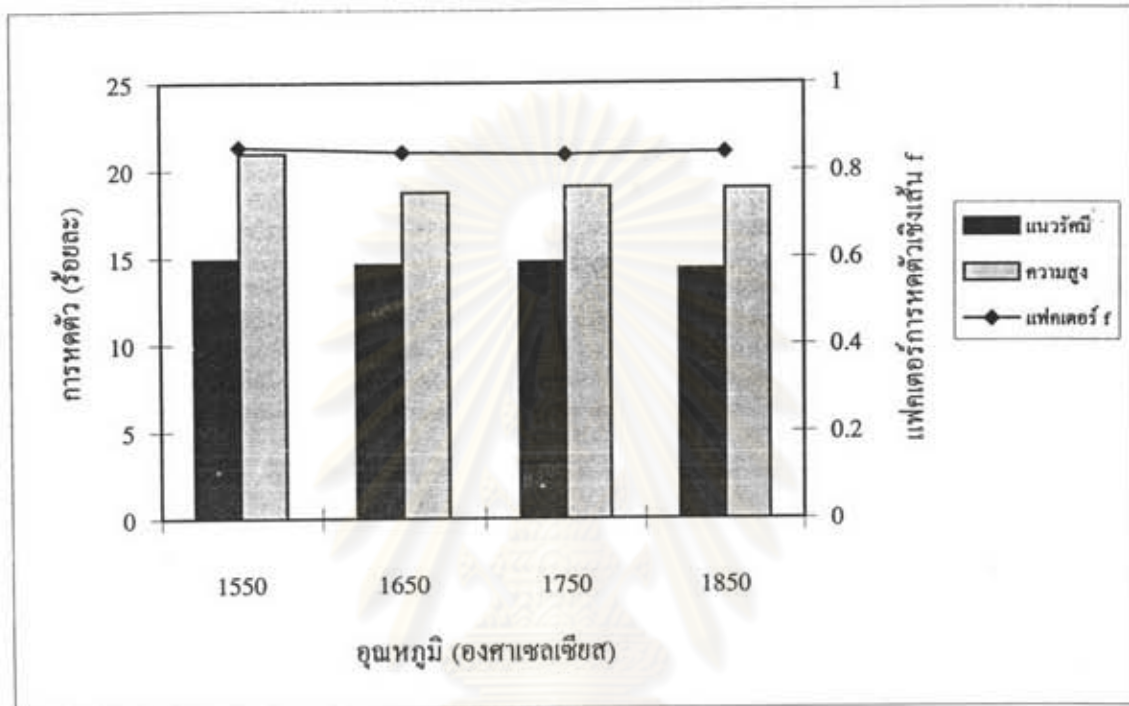
รูปที่ 4.20 แสดงการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นจากชิ้นงานกรีน เป็นความหนาแน่นจริง (true density) ของผลิตภัณฑ์ภายหลังการขึ้นเทอริงด้วยกระบวนการ HIP ที่ระดับอุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 4.21 แสดงความหนาแน่นทางทฤษฎีที่อุณหภูมิต่าง ๆ ข้อมูลความหนาแน่นของรูปที่ 4.20 และ รูปที่ 4.21 แสดงในตารางที่ ก. 7 (ภาคผนวก ก)

จากกราฟรูปที่ 4.19 พบว่าการหดตัวในแนวความสูงมากกว่าแนวรัศมี และลักษณะการหดตัวของชิ้นงานบริเวณศูนย์กลางมากกว่าบริเวณขอบโดยรอบ ความแตกต่างของระยะหดตัวนี้มีค่าประมาณ 0.2-0.3 มิลลิเมตร ลักษณะที่ตรวจพบนี้ แสดงให้เห็นว่า ความดันไอโซสแตติกที่ก่อให้เกิดแรงกระทำต่อชิ้นงานแต่ละทิศทางไม่เท่ากัน ซึ่งอาจจะมีสาเหตุจากสถานะของผงวัสดุที่อัดตัวกันอยู่มีความเปลี่ยนแปลงจากจุดหนึ่งไปยังอีกจุดหนึ่ง หรือความหนาแน่นของผนังแก้วแต่ละด้านไม่เท่ากัน ทำให้ strength ที่เกิดขึ้นเปลี่ยนไป (Koizumi, 1987)

เมื่อพิจารณาการหดตัวในเทอมของแฟคเตอร์การหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage factor) พบว่าเส้นกราฟมีลักษณะเกือบเป็นเส้นตรง ค่าที่คำนวณได้อยู่ระหว่าง 0.83

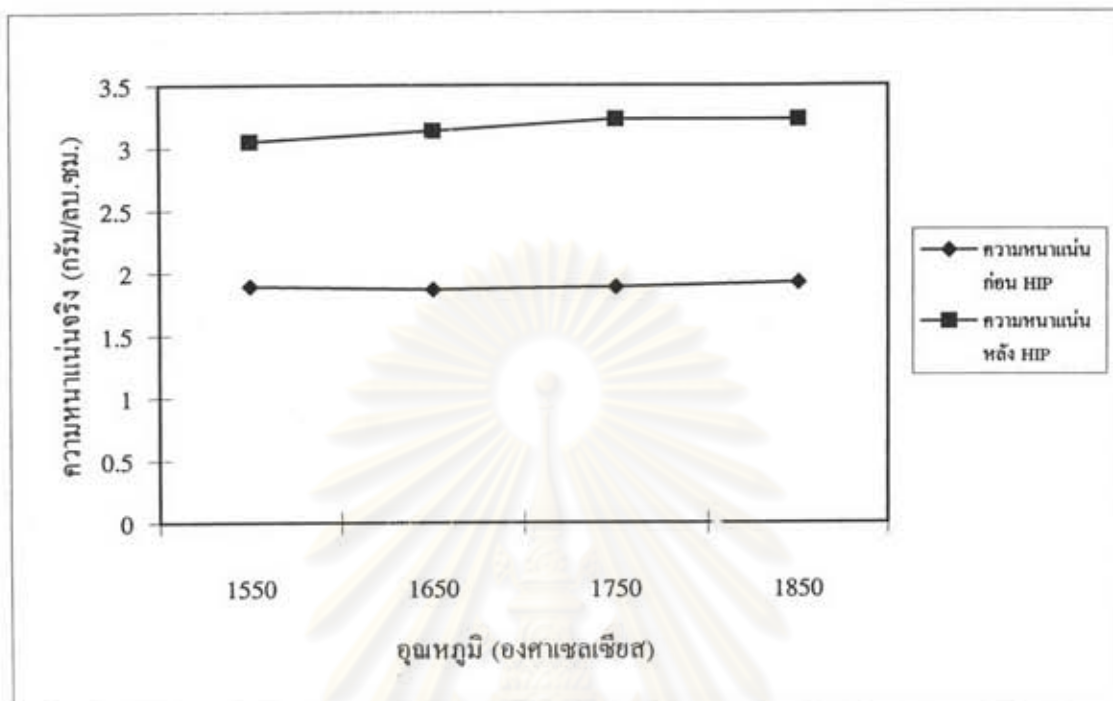
ถึง 0.84 แสดงให้เห็นว่า การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจากระดับ 1550 องศาเซลเซียส จนถึงระดับ 1850 องศาเซลเซียส ไม่มีส่วนช่วยเสริมการหดตัว



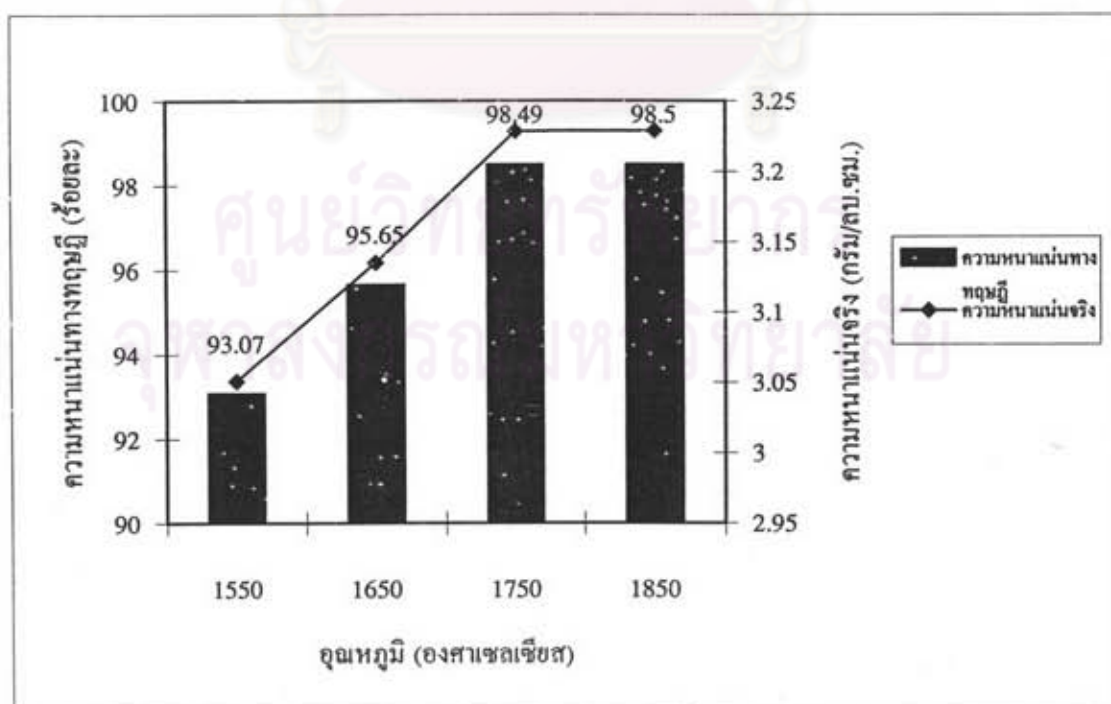
รูปที่ 4.19 แสดงร้อยละการหดตัวของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ในช่วงอุณหภูมิต่าง ๆ

การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นโดยเฉลี่ยกว่าร้อยละ 40 ภายหลังจาก HIP เสร็จสิ้น ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่า ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1550 องศาเซลเซียส จนถึง 1850 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นที่วัดได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แล้วเริ่มคงที่ สังเกตได้จากเส้นกราฟที่เพิ่มสูงขึ้นแล้วเริ่มเป็นแนวขนานซึ่งกันและกันในช่วงอุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ถึง 1850 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในช่วงดังกล่าว ไม่ช่วยทำให้เกิดความหนาแน่นได้อีกต่อไป

ความหนาแน่นทางทฤษฎีของชิ้นงานภายหลังจาก HIP ดังแสดงในรูปที่ 4.21 ทำให้สามารถสังเกตได้ชัดเจนว่า การเพิ่มขึ้นอุณหภูมิมีอิทธิพลทำให้ความหนาแน่นเพิ่มสูงขึ้นจนถึงระดับอุณหภูมิหนึ่งที่ไม่ทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นได้อีก ซึ่งในการทดลองนี้ คือที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.20 แสดงการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของชิ้นงานภายหลังการ HIP ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.21 แสดงความหนาแน่นทางทฤษฎีของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

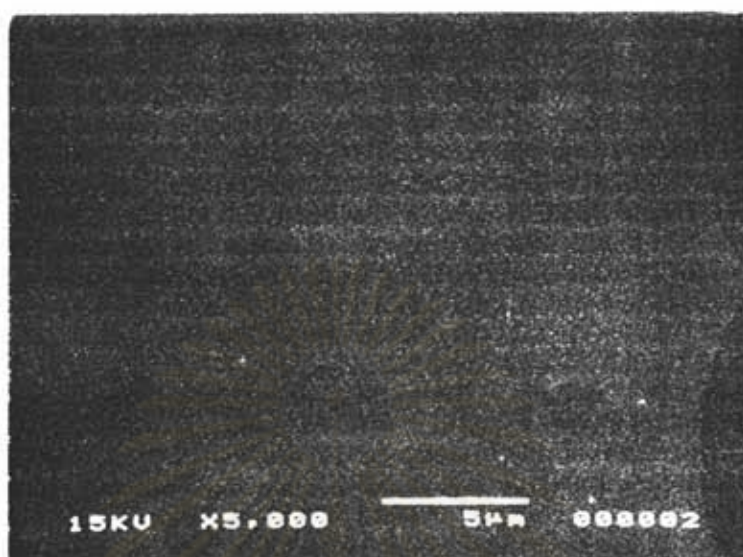
การเกิดความหนาแน่นภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ สามารถอธิบายได้จากแบบจำลองการเกิดความหนาแน่นของ Helle ซึ่งศึกษาไว้ในปี 1985 โดยได้แบ่งกลไกการเกิดความหนาแน่นไว้เป็น 2 ระยะ คือ ระยะที่ 1 ความหนาแน่นทางทฤษฎีน้อยกว่า 0.9 การเกิดความหนาแน่นเกิดจากการครากแบบพลาสติก (Plastic yielding) ซึ่งเป็นผลมาจากความดันที่ให้เข้าไป และระยะที่ 2 ที่มีความหนาแน่นทางทฤษฎีมากกว่า 0.9 ซึ่งจะมีกระบวนการแพร่ซึมเกิดขึ้น อันเนื่องมาจากอุณหภูมิมีค่าสูงมาก การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของมวลได้สูงขึ้น

ในระหว่างการให้ความร้อนช่วงระยะต้นของการขึ้นเทออร์ การเกิดความหนาแน่นส่วนใหญ่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารปรับปรุงสมบัติกับซิลิกาที่มีอยู่บนผิวของอนุภาคซิลิคอนไนไตรด์ เกิดเป็นเฟสของเหลว ซึ่งจะทำให้เกิดการการพริชปีเตดอย่างต่อเนื่องของเกรนแอลฟาเป็นเกรนเบตา จนกระทั่งการเปลี่ยนเฟสเสร็จสิ้นสมบูรณ์ ความหนาแน่นที่ได้ก็จะมีค่าสูงขึ้น (Kleebe, 1993) ลักษณะเกรนเบตาที่มีรูปร่างเป็นแท่งยาวนี้จะเกาะเชื่อมโยงซึ่งกันและกันเป็นโครงสร้างตาข่ายที่มีความแข็งแรงกว่าเกรนรูปแบบอิกวิแอกซ์ (เกรนเบตาที่มีรูปร่างแบบแท่งยาวนี้อาจจะมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางโตขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิและเวลาการขึ้นเทออร์นานขึ้น จนกระทั่งรูปร่างของเกรนเปลี่ยนเป็นแบบอิกวิแอกซ์) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคนี้จะช่วยขจัดรูช่องว่างออกไป เป็นเหตุให้ความหนาแน่นสูงขึ้น (Dong-Duk, 1990)

ความหนาแน่นของชิ้นงานที่อุณหภูมิขึ้นเทออร์เท่ากับ 1550 องศาเซลเซียส มีค่าน้อยกว่าร้อยละ 95 ซึ่งอาจจะมีสาเหตุมาจากการเปลี่ยนเฟสที่ยังไม่เสร็จสมบูรณ์ในระดับอุณหภูมินี้ เพราะโดยทั่วไป การเปลี่ยนเฟสของซิลิคอนไนไตรด์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 1600 องศาเซลเซียส โดยขึ้นกับชนิดของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นด้วย (Pyzik, 1994)

4.5.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อโครงสร้างจุลภาคและเฟส

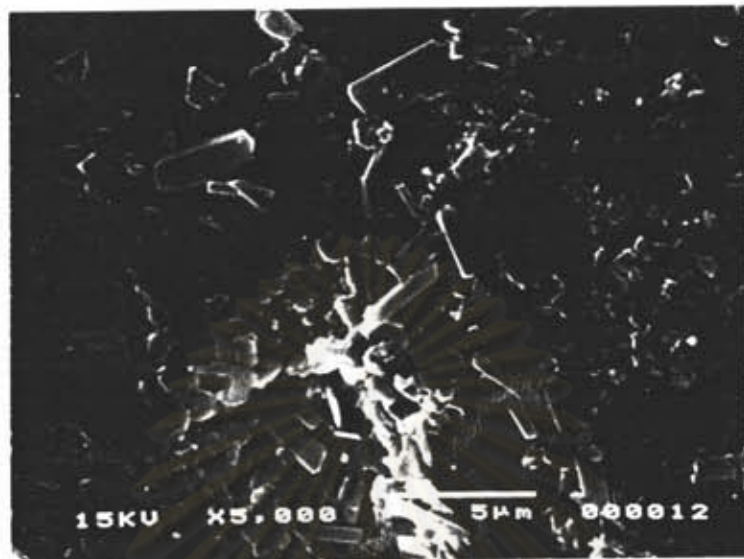
จากการศึกษาลักษณะผิวของชิ้นงานที่ผ่านการขัดเงาด้วยผงขัดก่อนทำการกัดผิวด้วยสารเคมี ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อตรวจดูรูพรุนที่ผิวตัวอย่างพบว่าไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.22



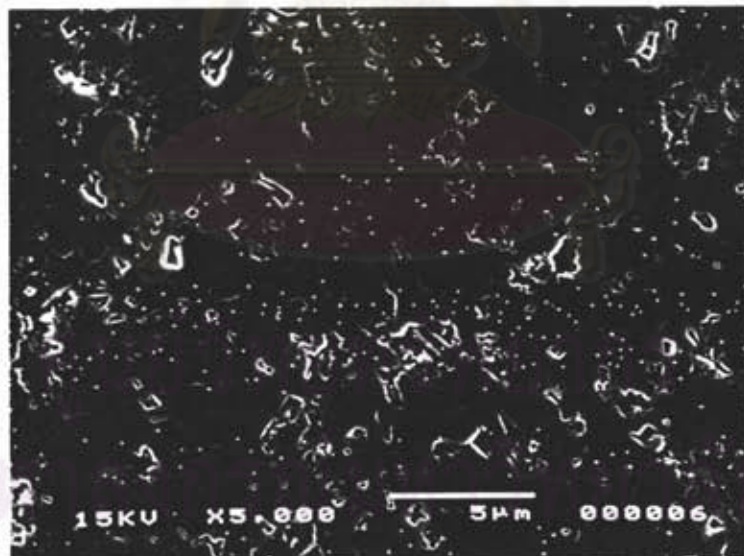
รูปที่ 4.22 แสดงภาพถ่ายลักษณะผิวก่อนกัดด้วยสารเคมีจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ความดัน 160 เมกกะปาสคาล เวลา 2 ชั่วโมง อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคที่ผ่านการกัดผิวด้วยสารเคมีแล้ว แสดงในรูปที่ 4.22 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผลิตภัณฑ์ซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการซินเทอร์ ด้วยกระบวนการ HIP ที่ระดับอุณหภูมิ 1550, 1650, 1750 และ 1850 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (ความดันคงที่เท่ากับ 160 เมกกะปาสคาล และเวลาเท่ากับ 2 ชั่วโมง)

ลักษณะทั่วไปที่ตรวจพบ คือ เกรนที่มีรูปร่างเป็นแท่งยาว (rod-like shape) เกาะพาดผ่านกันเป็นร่างแหแบบไม่มีทิศทาง รูปร่างของเกรนดังกล่าวมีความแตกต่างจากรูปร่างเกรนของผงอนุภาคซิลิคอนไนไตรด์ตั้งต้น ดังแสดงในรูปที่ 4.3 การเปลี่ยนแปลงรูปร่างของเกรน แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงจากรูปแบบแอลฟาไปเป็นรูปแบบเบตา

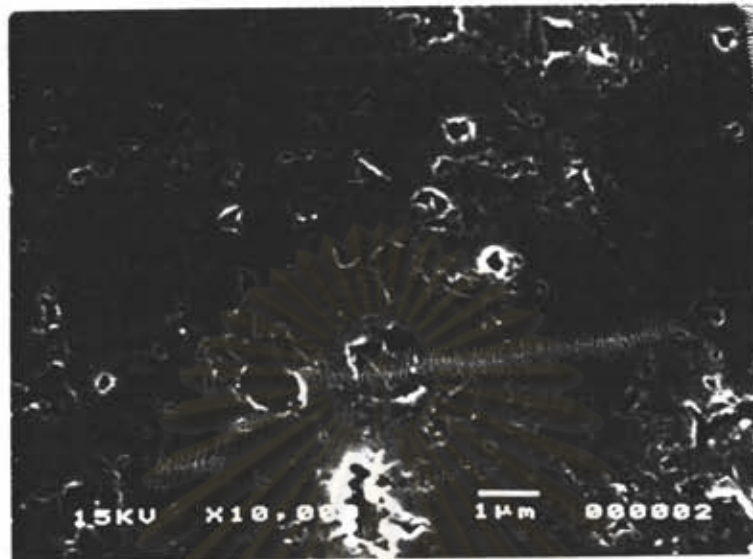


(ก) อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



(ข) อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.23 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ความดัน 160 เมกกะปาสคาล เวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



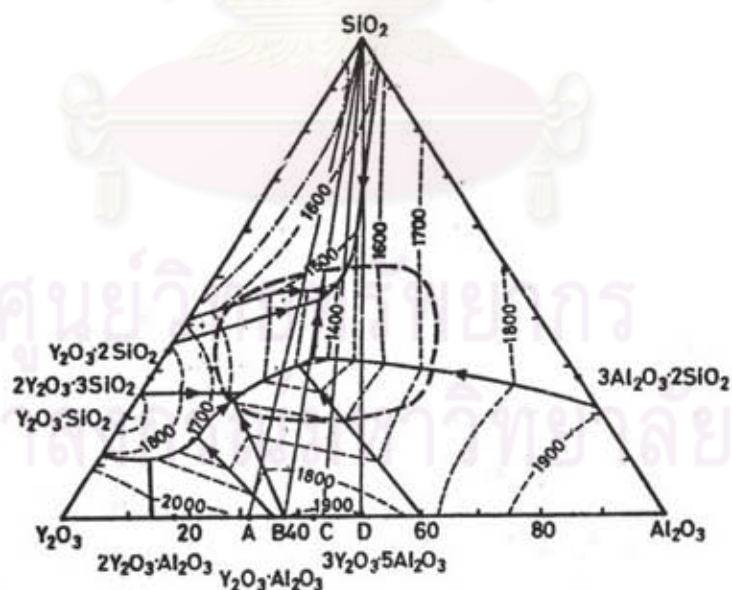
(ค) อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส



(ง) อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.23 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน
 (ต่อ) แบบส่องกราดของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ความดัน 160
 เมกกะปาสคาล เวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ เป็นสมบัติเฉพาะที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากเฟสแอลฟาไม่มีความเสถียรที่อุณหภูมิมากกว่า 1400 องศาเซลเซียส ระดับอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสนี้ไม่สามารถระบุได้ชัดเจน เนื่องจากข้อมูลทางเทอร์โมไดนามิกไม่เพียงพอที่จะระบุค่าที่แน่นอนได้ (Ziegler, 1987) แต่จากผลการวิจัยของ Meiser ในปี 1978 ชี้ว่าอุณหภูมิทรานสิชันต้องน้อยกว่า 1600 องศาเซลเซียส และจากรายงานวิจัยการขึ้นรูปซิลิคอนไนไตรด์ความบริสุทธิ์สูงโดยไม่ใช้สารปรับปรุงสมบัติ (Isao, 1989) พบว่า การเปลี่ยนรูปของเฟสแอลฟาเป็นเฟสเบตาเกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 1600 ถึง 1750 องศาเซลเซียส ซึ่งเมื่อทำการเปรียบเทียบกับผลการทดลองดังแสดงในภาพถ่าย (ก) ซึ่งใช้อุณหภูมิซินเทอร์เท่ากับ 1550 องศาเซลเซียส ตรวจพบว่ามีทั้งเกรนแอลฟาและเกรนเบตา ซึ่งเกรนเบตามีหลายขนาดตั้งแต่ความยาว 1 ไมโครเมตร จนถึงความยาว 3 ไมโครเมตร แสดงให้เห็นว่า การเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส ถึงแม้จะใช้สารปรับปรุงสมบัติ คือ อิทเทรียมออกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ใส่ลงไป สารออกไซด์นี้จะทำปฏิกิริยากับซิลิคอนไดออกไซด์ที่ตรวจพบบนผิวของซิลิคอนไนไตรด์ เกิดเป็นเฟสของเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 1350 องศาเซลเซียส ในระบบของ Al_2O_3 - Y_2O_3 - SiO_2 ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (Sano, 1993)



รูปที่ 4.24 แสดงระบบเฟสของสารปรับปรุงสมบัติที่ใส่ลงไป (Sano, 1993)

เฟสของเหลวที่เกิดขึ้นนี้ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาค และทำให้เริ่มเกิดการพรีซิพิตชัน จนกระทั่งการเปลี่ยนเฟสเสร็จสมบูรณ์ และในระหว่างการลดอุณหภูมิ

ลง การเย็นตัวอาจจะทำให้เฟสของเหลวตกผลึกตามรอยต่อระหว่างเกรน หรือ อาจจะเกิดในรูปของอะมอร์ฟัสก็ได้ ขึ้นกับอัตราการเย็นตัวและส่วนผสมของเฟสของเหลวนี้ (Kleebe, 1993)

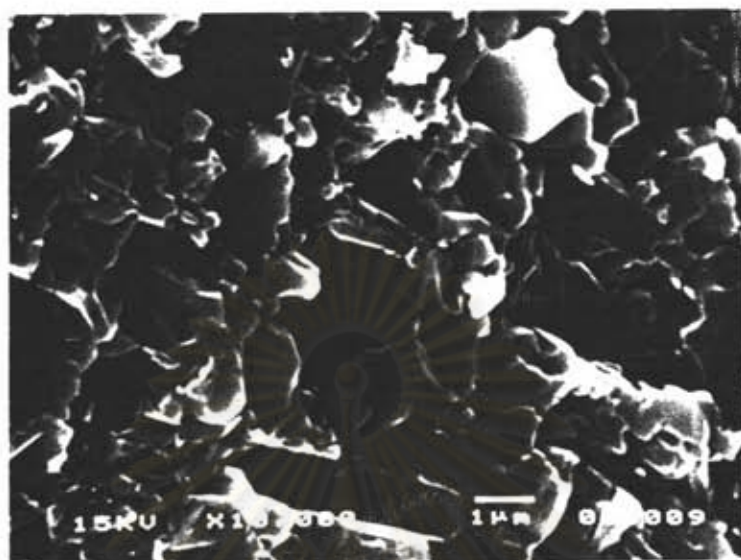
อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อลักษณะโครงสร้างจุลภาค คือ ทำให้เกรนเกิดการเติบโตขึ้น ดังจะเห็นได้จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส มีลักษณะเกรนใหญ่ขึ้น

ในการทดลองนี้ไม่สามารถวัดขนาดเกรนได้ เนื่องจาก สารเคมีที่ใช้กัดผิวอาจจะไม่มีความรุนแรงในการกัดเฟสแก้วออก หรือ อาจจะต้องใช้เทคนิคการย้อมสีเข้าช่วย จึงอาศัยการประมาณขนาดจากบริเวณที่เห็นเกรนได้ชัด ซึ่งไม่อาจใช้ตัวแทนการสุ่มวัดทางสถิติได้

การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของมวลได้สูงขึ้น เกรนเบตาจะเริ่มเติบโตทั้งในแนวเส้นผ่านศูนย์กลางและความยาว เป็นผลให้ค่า aspect ratio เพิ่มขึ้น และหลังจากที่มีค่าสูงสุดแล้ว ค่าเฉลี่ยของ aspect ratio เริ่มลดลง เพราะการเติบโตของเกรนในแนวเส้นผ่านศูนย์กลางยังคงเกิดขึ้น ถ้าไม่มีการควบคุมอุณหภูมิและเวลา อาจจะทำให้ได้เกรนที่มีรูปร่างแบบอควิแอกซ์ขึ้นได้ แต่ทั้งนี้ขึ้นกับปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนไนไตรด์กับระบบของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นด้วยว่าเป็นประเภทใด (Pyzik, 1994)

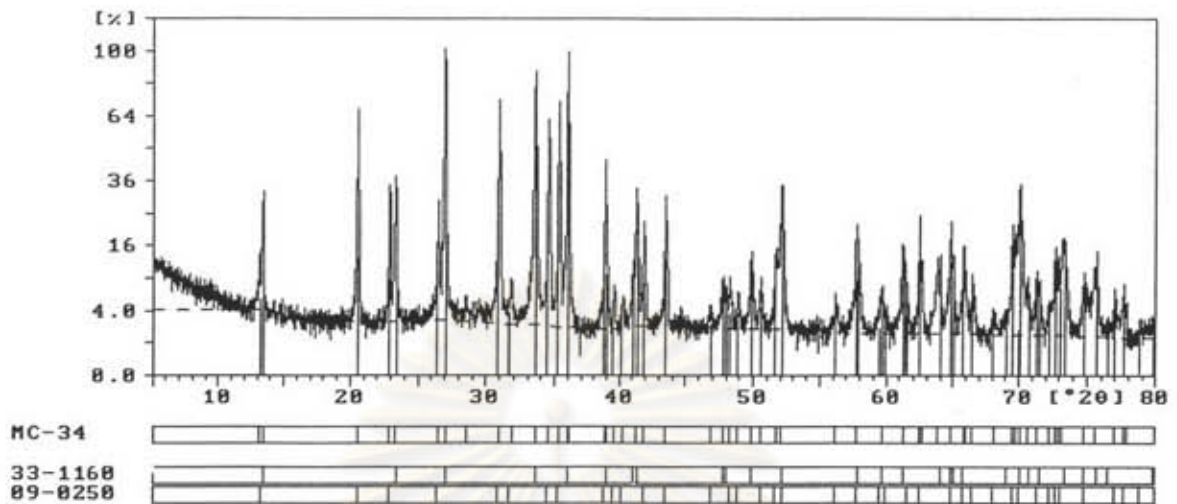
เมื่อตรวจสอบผิวแตกของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังแสดงในรูปที่ 4.25 พบว่า มีโพรงรูปแบบเฮกซะโกนอลเกิดขึ้นบนผิวแตก แสดงว่า ชิ้นงานนี้ควรมีค่า Fracture toughness สูง (Manoru, 1992) และสามารถสังเกตโครงข่ายเกรนเบตาได้ชัดเจน โครงข่ายนี้ทำให้เกิด bridging effect ซึ่งทำให้โครงสร้างที่ได้มีความแข็งแรง (Sang, 1991)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

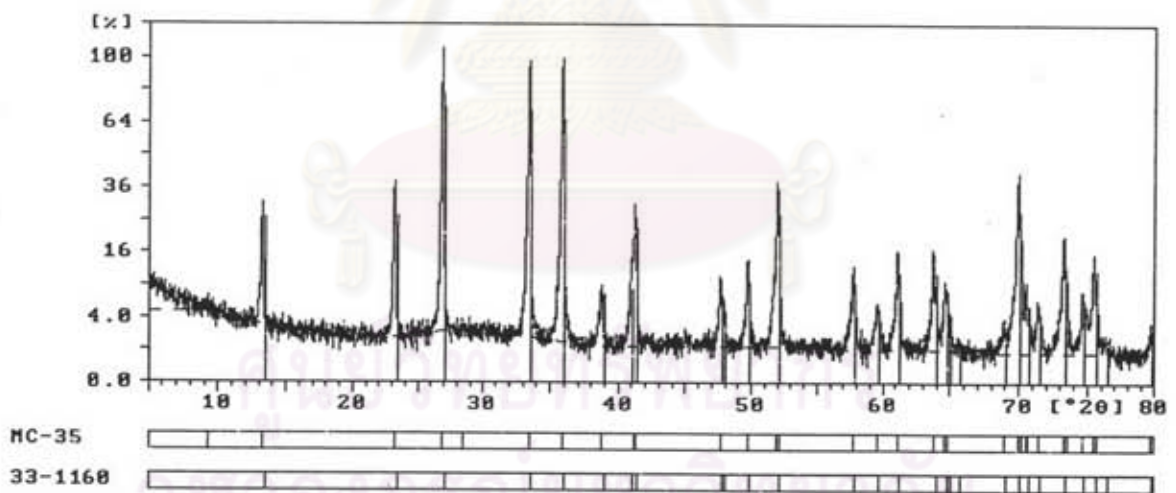


รูปที่ 4.25 แสดงภาพถ่ายผิวแตกของชิ้นงานภายหลังการ HIP

ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นในแต่ละชิ้นงาน โดยตรวจสอบจากรูปแบบพีค XRD ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.26 ซึ่งเป็นของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส ข้อมูลรูปแบบพีค XRD ของอุณหภูมิการทดลองอื่น ๆ แสดงในภาคผนวก ข. พบว่า ชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ระดับอุณหภูมิ 1650 ถึง 1850 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงเฟสจากแอลฟาเป็นเฟสเบตาโดยสมบูรณ์ เพราะตรวจพบ pattern 33-1160 เพียงอย่างเดียว โดยไม่พบเฟสของเหลวที่คาดว่าจะตกผลึกตามขอบเกรน ซึ่งความเป็นไปได้ ก็คือ ปริมาณเฟสของเหลวหรือเฟสแก้วนี้มีค่าน้อยมาก หรือ เฟสแก้วนี้อาจจะอยู่ในรูปของอะมอร์ฟัสก็ได้ ส่วนรูปแบบพีค XRD ที่อุณหภูมิการ HIP เท่ากับ 1550 องศาเซลเซียส ตรวจพบว่ามีเฟสแอลฟา (pattern 09-0250) รวมอยู่ด้วย ซึ่งหมายความว่า การเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ สอดคล้องกับค่าสมบัติของชิ้นงานที่วัดได้



(ก) 1550 องศาเซลเซียส



(ข) 1750 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.26 รูปแบบพีด XRD ของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิ
(ก) 1550 องศาเซลเซียส (ข) 1750 องศาเซลเซียส

4.5.4 ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีของผลิตภัณฑ์

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP และมีการเปลี่ยนเฟสโดยสมบูรณ์ ด้วย EDX (Energy dispersive X-ray spectroscopy) พบว่า มีปริมาณธาตุที่เป็นสิ่งมลทินคือ เหล็ก และ แคลเซียม รวมกันร้อยละ 0.60 โดยน้ำหนัก และพบธาตุองค์ประกอบของสารออกไซด์ คือ อะลูมิเนียม และ อิทเทรียม ในอัตราส่วนร้อยละ 4.06 และ 3.30 โดยน้ำหนัก ข้อมูลผลการวิเคราะห์ แสดงในตารางที่ ก. 5 และ รูปที่ ก.1 ภาคผนวก ก. ผลการวิเคราะห์นี้ไม่สามารถแสดงธาตุที่มีอะตอมมิกนัมเบอร์น้อยกว่า 14 คือ ตั้งแต่ธาตุไนโตรเจนลงไปได้ เนื่องจากมีขีดจำกัดด้านประสิทธิภาพของอุปกรณ์

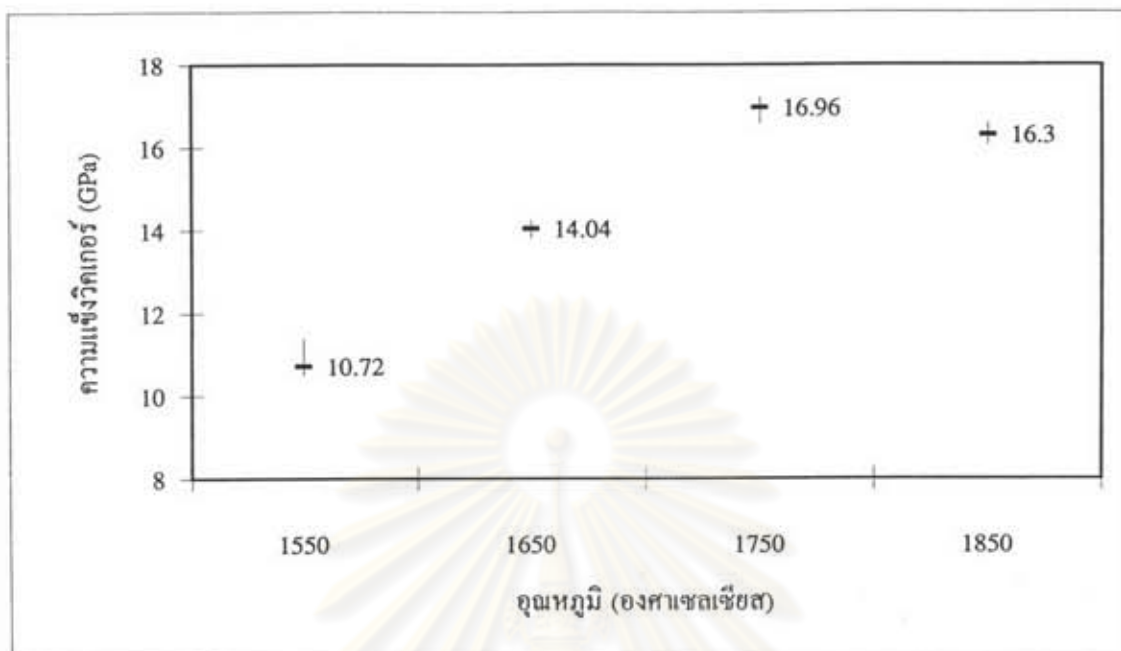
ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่ามีเฟสของเหลวหรือเฟสแก้วนี้หลงเหลืออยู่จริง แต่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ว่าเป็นผลึกรูปแบบใด หรือเป็นเฟสอะมอร์ฟัส

4.5.5 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์

4.5.5.1 ความแข็ง

ผลการทดสอบค่าความแข็งวิกเกอร์ที่อุณหภูมิห้องของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ระดับอุณหภูมิต่าง ๆ แสดงในรูปที่ 4.27 และข้อมูลผลการทดสอบค่าความแข็ง แสดงในตารางที่ ก.8 ภาคผนวก ก. พบว่า ความแข็งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจนถึง 1750 องศาเซลเซียส และมีค่าลดลงที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส

ค่าความแข็งมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างจุลภาค คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเกรน และรูปแบบของเฟสของเหลวที่หลงเหลืออยู่ตามขอบเกรนระหว่างกรีนเอ็นตัว (Ajoy, 1994) ดังนั้น การที่ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส มีค่าน้อยมาก คือ ค่าเฉลี่ยเท่ากับ 10.72 จิกะปาสคาล เป็นเพราะการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ส่วนค่าความแข็งของชิ้นงานที่ระดับอุณหภูมิ HIP เท่ากับ 1850 องศาเซลเซียส มีค่าน้อยกว่าชิ้นงานที่ HIP ที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส อาจจะเป็นผลของเฟสของเหลวที่เย็นตัวตามขอบเกรน

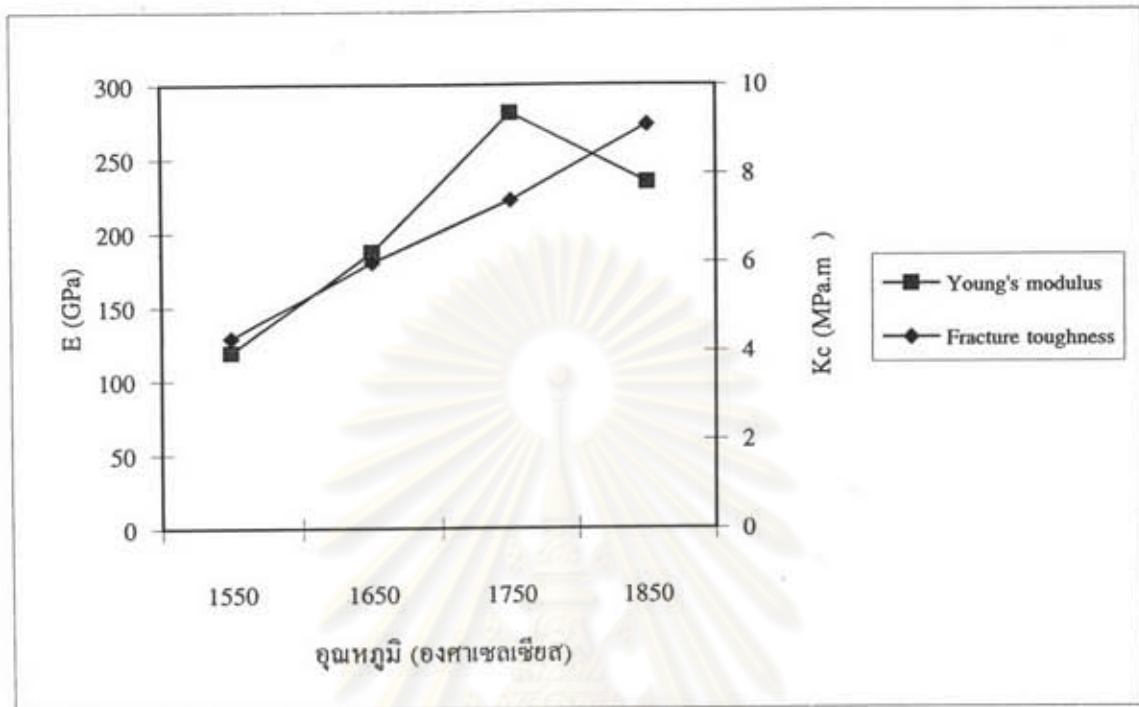


รูปที่ 4.27 แสดงค่าความแข็งของชิ้นงานที่อุณหภูมิการ HIP ระดับต่างๆ

4.5.5.2 Young's modulus (E)

จากผลการทดสอบค่า Young's modulus (E) ด้วยเทคนิคอินเดนทีเทชัน (Indentation) ซึ่งทดสอบที่อุณหภูมิห้องนี้ ผลการทดสอบจะมีค่าความผิดพลาดอยู่ในเกณฑ์ร้อยละ 10 (McColm, 1990) การวิเคราะห์ผลแสดงในรูปของกราฟ ดังรูปที่ 4.28 รายละเอียดข้อมูลผลการทดสอบและคำนวณค่า Young's modulus และ Fracture toughness แสดงในตารางที่ ก.9 ภาคผนวก ก.

จากกราฟ พบว่า ค่า Young's modulus มีแนวโน้มสูงขึ้นตามอุณหภูมิ และเริ่มมีค่าลดลงที่ระดับอุณหภูมิการ HIP เท่ากับ 1850 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจจะมีสาเหตุมาจากรูปแบบของเฟสของเหลวที่เย็นตัวตามขอบเกรนก็ได้



รูปที่ 4.28 แสดงค่า Young's modulus (E) และ Fracture toughness (Kc) ของชิ้นงานที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.5.5.3 Fracture toughness (Kc)

ผลการทดสอบค่า Fracture toughness (Kc) ที่อุณหภูมิห้อง ของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่า เมื่ออุณหภูมิการ HIP สูงขึ้น ค่า Kc มีค่าสูงขึ้นด้วย

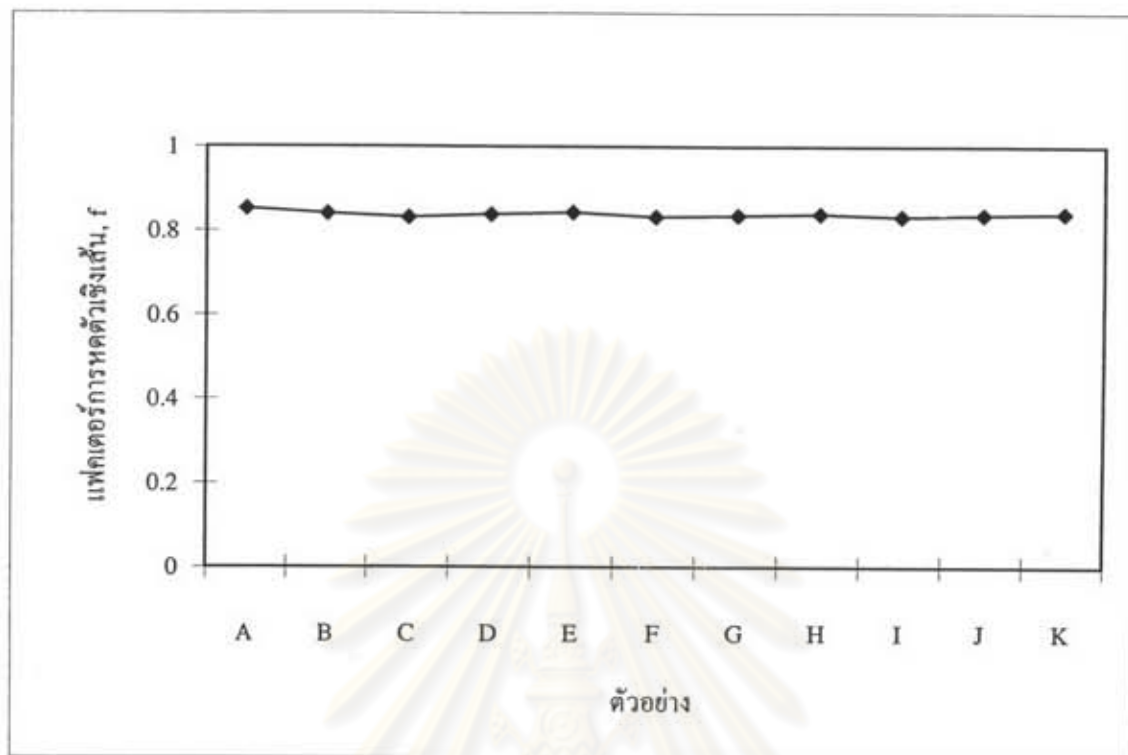
ค่า Fracture toughness มีความสัมพันธ์กับโครงสร้างจุลภาค ดังนั้น เมื่ออุณหภูมิทำให้ขนาดเกรนที่ได้เปลี่ยนแปลงไป ค่า Kc ก็เปลี่ยนแปลงไปด้วยเช่นกัน ค่า Kc นี้ขึ้นกับลักษณะรูปร่างของเกรน ซึ่งจะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นสัดส่วนตามค่าของรากที่สองของเส้นผ่านศูนย์กลางของเกรน (Pyzik, 1994) การที่ค่า Kc ของชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ที่ระดับอุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส มีค่าน้อยกว่า 6 MPa.m^{1/2} จึงมีสาเหตุจากการเปลี่ยนแปลงที่ไม่สมบูรณ์

4.6 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์

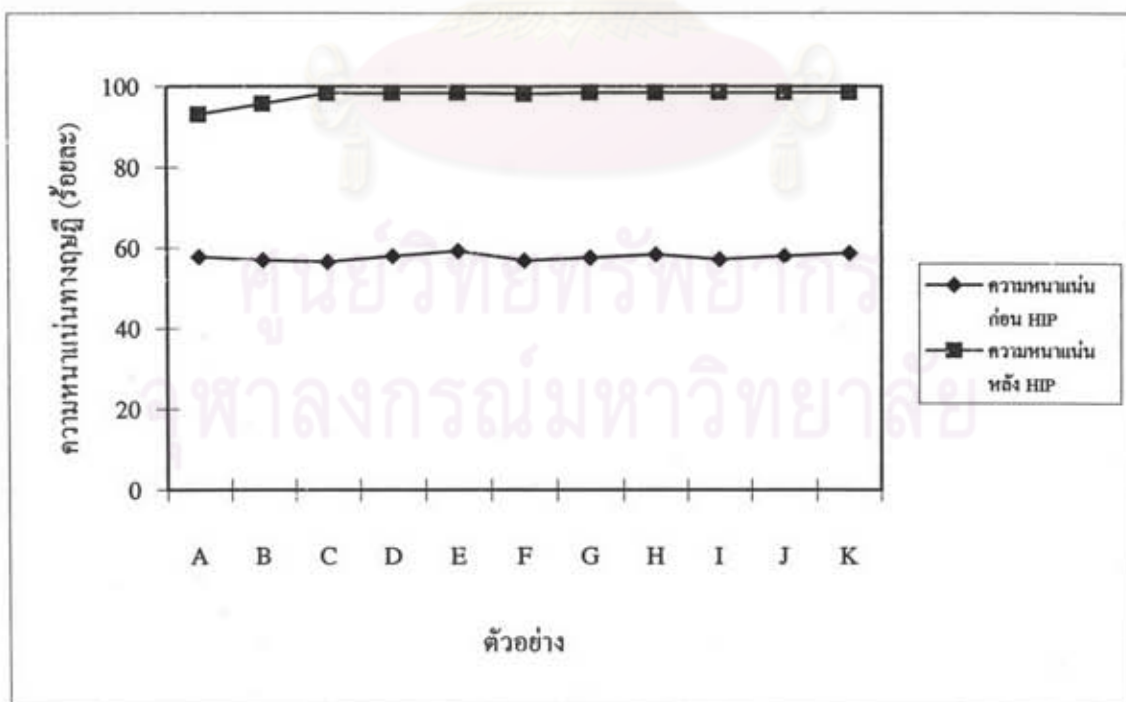
ผลการศึกษาและวิเคราะห์สมบัติโดยรวมของค่าการหดตัว ค่าความหนาแน่น และสมบัติเชิงกลคือ ค่าความแข็ง ค่า Young's modulus และ ค่า Fracture toughness ของชิ้นงานแสดงใน รูปที่ 4.29 , รูปที่ 4.30 , รูปที่ 4.31 และรูปที่ 4.32 ตามลำดับ ข้อมูลการทดสอบแสดงในตารางที่ ก. 6 , ตารางที่ ก. 7 , ตารางที่ ก.8 และตารางที่ ก.9 ในภาคผนวก ก.

ตารางที่ 4.8 แสดงความหมายของอักษรย่อที่ใช้ในการวิเคราะห์

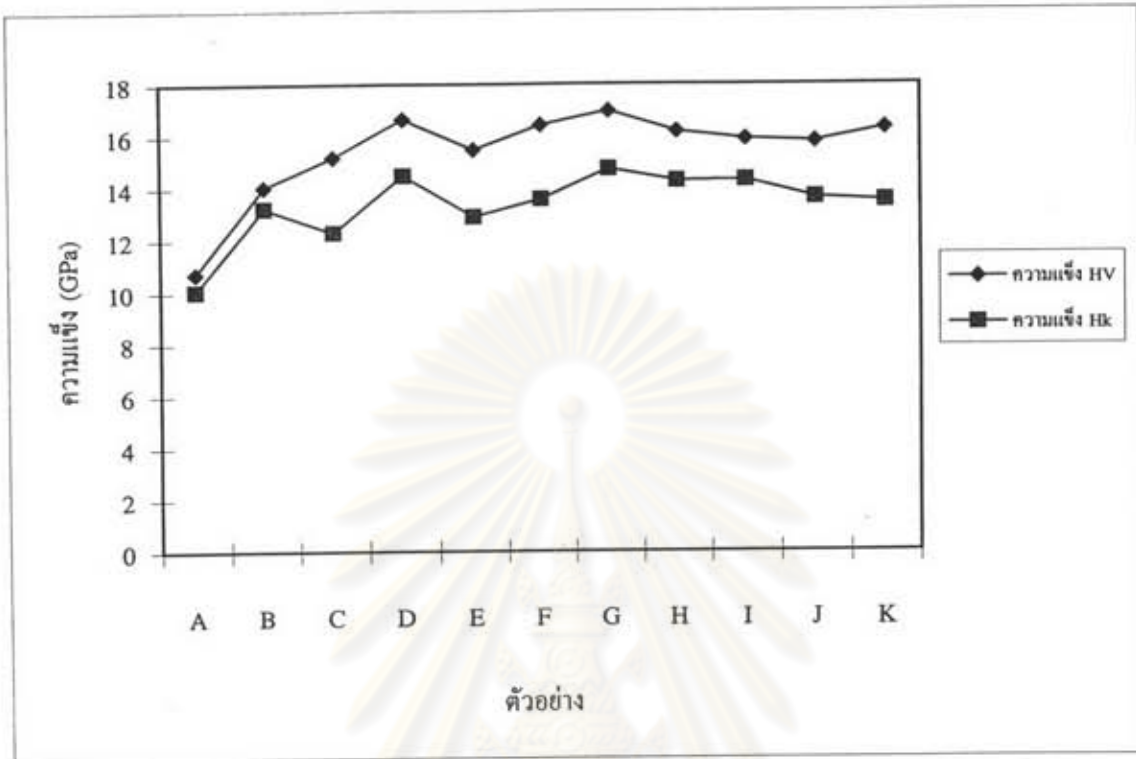
สภาวะการทดลอง			อักษรย่อ
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (เมกกะปาสคาล)	เวลา (ชั่วโมง)	
1550	160	2	A
1650	160	2	B
1750	140	1	C
1750	140	2	D
1750	160	0.5	E
1750	160	1	F
1750	160	2	G
1850	140	1	H
1850	140	2	I
1850	160	1	J
1850	160	2	K



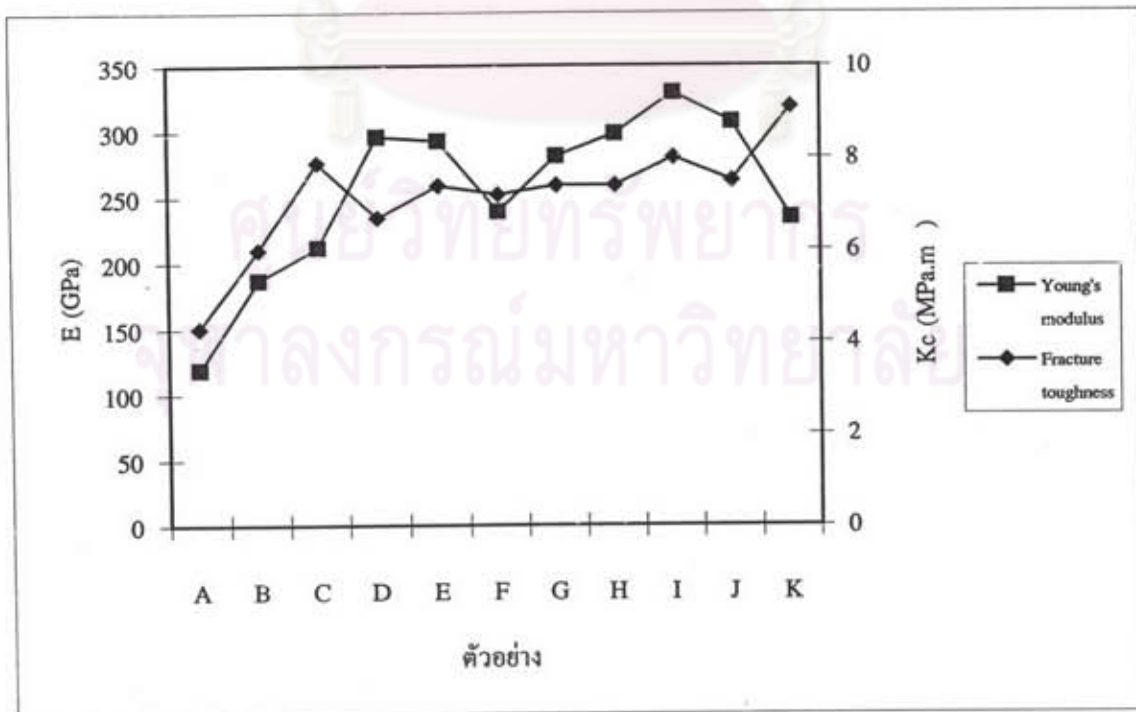
รูปที่ 4.29 แสดงแฟคเตอร์การหัดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานที่สภาวะต่าง ๆ



รูปที่ 4.30 แสดงความหนาแน่นทางทฤษฎีของชิ้นงานก่อนและหลัง HIP ที่สภาวะต่าง ๆ



รูปที่ 4.31 แสดงค่าความแข็งของชิ้นงานที่สภาวะต่าง ๆ



รูปที่ 4.32 แสดงค่า Young's modulus และ Fracture toughness ของชิ้นงานที่สภาวะต่าง ๆ

จากการพิจารณาสมบัติของชิ้นงานที่สภาวะต่าง ๆ ประกอบกัน เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่น และสมบัติเชิงกล พบว่า มีความสัมพันธ์กันอย่างใกล้ชิด

จากการพิจารณากราฟรูปที่ 4.29 จะพบว่าแฟคเตอร์การหดตัวเชิงเส้นมีค่าค่อนข้างคงที่ คือ มีค่าประมาณ 0.83 ถึง 0.84 ที่ทุกสภาวะการทดลองของระดับอุณหภูมิการ HIP เท่ากับ 1750 และ 1850 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มขึ้นของความดันหรือระยะเวลาการ HIP ภายใต้การทดลองนี้ ไม่มีผลต่อการหดตัวของชิ้นงาน

เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นดังแสดงในรูปที่ 4.30 กับภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคซึ่งแสดงไว้ในรูปที่ 4.23 รูปที่ ก.2 และ รูปที่ ก.3 ภาคผนวก ก. พบว่าการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานจำนวน 2 ชิ้น คือที่อุณหภูมิการ HIP เท่ากับ 1550 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิเท่ากับ 1750 องศาเซลเซียส เวลา 0.5 ชั่วโมง มีการเปลี่ยนแปลงเฟสไม่สมบูรณ์เหมือนกัน แต่ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานทั้งสองแตกต่างกัน โดยชิ้นงานที่ผ่านการ HIP ภายใต้ระยะเวลาเพียง 0.5 ชั่วโมง มีค่าความหนาแน่นสูงมากกว่าร้อยละ 98 แสดงให้เห็นว่า การเปลี่ยนแปลงเฟสมีส่วนช่วยให้เกิดความหนาแน่นได้ แต่ไม่มีความเกี่ยวข้องโดยตรง (Alena, 1995)

จากการศึกษา พบว่า สมบัติเชิงกลที่วัดได้ เช่น ความแข็ง และ Fracture toughness มีความสัมพันธ์กับโครงสร้างจุลภาคโดยตรง ซึ่งสามารถสังเกตได้จากรูปที่ 4.31 และ 4.32 ว่า ทั้งค่าความแข็งและ Fracture toughness มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลา ซึ่งการเพิ่มอุณหภูมิมิมีผลทำให้ขนาดเกรนเปลี่ยนแปลง เนื่องจากมีพลังงานการเคลื่อนที่ของมวลสูงขึ้นขณะเกิดการแพร่ซึม และเวลาที่ยาวนานขึ้นก็จะทำให้เกิดปฏิกิริยาสามารถดำเนินไปได้อย่างต่อเนื่อง

ดังนั้น สมบัติเชิงกล เช่น ค่าความแข็ง และ Fracture toughness จึงเป็นสมบัติที่ขึ้นอยู่กับลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่เกิดขึ้น (Ajoy, 1994)