

ผลของแอลกอฮอล์ต่อออกไซด์ได้ปร่วมกับอิตเทรียและซิลิกาต่อการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์



นายยุทธนา แก้วตานุตร

สถาบันวิทยบริการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2550

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF ALKALINE EARTH OXIDES CO-DOPED WITH YTTRIA AND SILICA  
ON SINTERING OF SILICON NITRIDE CERAMICS



Mr.Yutthana Kaewtabut

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology  
Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2007

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ผลของแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์ได้ปร่วมกับอิตเทรียและ  
ซิลิกาต่อการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์

โดย

นายยุทธนา แก้วตาบุตร

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก


อาจารย์ที่ปรึกษา

อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์

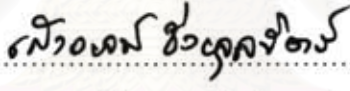
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ดร.สิริพรรณ นิลโพธิ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต


  
..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ นารหนองบัว)

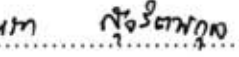
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

  
..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร)

  
..... อาจารย์ที่ปรึกษา  
(อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

  
..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม  
(ดร.สิริพรรณ นิลโพธิ์)

  
..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธน์ว์ เจียมศิริเลิศ)

  
..... กรรมการ  
(อาจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล)

ยุทธนา แก้วตาบุตร : ผลของแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ได้ป่วนร่วมกับอิตเทรียและซิลิกาต่อการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์. (EFFECTS OF ALKALINE EARTH OXIDES CO-DOPED WITH YTTRIA AND SILICA ON SINTERING OF SILICON NITRIDE CERAMICS) อ.ที่ปรึกษา : อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร.สิริพรรณ นิลโพธิ์, 86 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ให้ได้สมบัติที่เหมาะสม โดยเลือกใช้ตัวเติม อิตเทรีย ซิลิกา ร่วมกับออกไซด์ของกลุ่มแอลคาไลน์เอิร์ท ได้แก่ แมกนีเซียม แคลเซียม สทรอนเทียม และแบเรียม โดยเลือกใช้แอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ร้อยละ 9.53 โดยโมล อิตเทรียร้อยละ 2.84 โดยโมล และซิลิการ้อยละ 6.39 โดยโมล บดผสมร่วมกับผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ร้อยละ 81.24 โดยโมล ขึ้นรูปโดยการอัด แล้วผ่านการเผาผนึกแบบชั้นเดียวที่ 3 อุณหภูมิ ได้แก่ 1650 1750 และ 1850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 1 และ 10 บรรยากาศ โดยใช้และไม่ใช้ผงฝังกลบ เพื่อให้ได้ความหนาแน่นสูง และเผาแบบสองชั้นโดยทำการเผาเช่นเดียวกับแบบชั้นเดียวที่อุณหภูมิ 1650 หรือ 1750 องศาเซลเซียส แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 1950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนความดัน 10 บรรยากาศ เพื่อเป็นการกำจัดเฟสเนื้อแก้ว เมื่อทดสอบสมบัติต่างๆ ของชิ้นงาน พบว่าการเติมแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์และอุณหภูมิการเผาที่แตกต่างกันจะให้สมบัติที่ต่างกัน โดยพบว่าในการเผาแบบสองชั้น แมกนีเซียมมีค่าการนำความร้อนที่ใกล้เคียงกับแคลเซียม คือประมาณ 80-85 วัตต์ต่อเมตรเคลวิน โดยชิ้นงานที่เติมแคลเซียมมีความหนาแน่นสูงถึงร้อยละ 98 ของค่าทางทฤษฎี มีค่าการนำความร้อน 85 วัตต์ต่อเมตรเคลวิน และค่าความแข็งแรง 834 เมกะปาสคาล ขณะที่สทรอนเทียมและแบเรียมมีค่าการนำความร้อนและความแข็งแรงที่ต่ำกว่า

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์..... ลายมือชื่อนิสิต.....ยุทธนา แก้วตาบุตร.....  
สาขาวิชา.....เทคโนโลยีเซรามิก..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....  
ปีการศึกษา.....2550..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....



## 4672379423 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: ALKALINE EARTH OXIDE / SILICON NITRIDE / SINTERING / HEAT TREATMENT / THERMAL CONDUCTIVITY

YUTTHANA KAEWTABUT : EFFECTS OF ALKALINE EARTH OXIDES CO-DOPED WITH YTTRIA AND SILICA ON SINTERING OF SILICON NITRIDE CERAMICS. THESIS ADVISOR: THANAKORN WASANAPIARNPONG, Ph.D., THESIS COADVISOR : SIRIPAN NILPAIRACH, Ph.D., 86 pp.

The main objective of this study is to investigate the sintering behaviors of silicon nitride ceramic added with alkaline earth oxide (i.e. magnesia, calcia, strontia, and baria) co-doped with yttria and silica. The alpha silicon nitride powder was used by a composition of 81.24 mol% with 9.53 mol% of alkaline earth oxide, 2.84 mol% of yttria, and 6.39 mol% of silica and mixed by ball milling. The mixed powders were pressed. The single-step sintering was conducted by sintered at 1650°C, 1750°C and 1850°C for 2 h under 1 or 10 atm of nitrogen gas with/without packing powder to get high density. The two-step sintering was then applied by sintered samples at 1650°C or 1750°C, and the temperature was then raised up to 1950°C for 8 h under 10 atm to remove some glassy phases. The sintered samples added with alkaline earth oxides at difference temperature showed difference properties between each other. The adding of magnesia and calcia have the same thermal conductivity as about 80-85 W/m·K after two-step sintering. The resulting materials show high relative density as 98%, thermal conductivity of 85 W/m·K, and mechanical strength of 834 MPa when added with calcia. On the other hands, the samples added with strontia and baria show lower mechanical strength and thermal conductivity.

Department.....Materials Science.....Student's Signature.....*Yutthana Kaewtabut*.....  
 Field of study.....Ceramic Technology.....Advisor's Signature.....*[Signature]*.....  
 Academic year .....2007.....Co-advisor's Signature.....*Siripan Nilpairach*.....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้จะสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีโดยได้รับการอนุเคราะห์ ช่วยเหลือ ทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย ทั้งจากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ จึงอยากจะขอขอบคุณบุคคลต่างๆ ดังต่อไปนี้

อ.ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ดร.สิริพรรณ นิลไพรัช อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ผศ.ดร.ศิริธน์วี เจียมศิริเลิศ อ.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา อ.ดร.นิตานาถ ไตรผล และ

อ.ดร.พรนภา สุจริตรวกุล ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คุณสุปราณี เหล่าอุบล สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

คุณกนกวรรณ แสงเกียรติยศ คุณจุมพฏ วานิชสัมพันธ์ และคุณอดิศักดิ์ ถิ่นพลอย  
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์  
มหาวิทยาลัย

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พี่ๆ น้องๆ สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์  
มหาวิทยาลัย

สุดท้าย กราบขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่อบรมสั่งสอน เลี้ยงดู มาตลอดด้วยความรัก จนประสบความสำเร็จ

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ .....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย .....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ .....	2
บทที่ 2 ปรัชญาวิธีนวัตกรรมการสอน .....	3
2.1 วัสดุเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ .....	3
2.1.1 สมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์ .....	3
2.1.2 การใช้ประโยชน์ของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ .....	4
2.1.3 รูปแบบโครงสร้างโมเลกุลของซิลิคอนไนไตรด์.....	7
2.2 การสังเคราะห์ผงซิลิคอนไนไตรด์ .....	11
2.2.1 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากผงซิลิคอน .....	11
2.2.2 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากผงซิลิกา.....	11
2.2.3 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากซิลิคอนไอไมด์ .....	11
2.3 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ .....	11
2.3.1 การเกิดพันธะปฏิกิริยา .....	11
2.3.2 การเกิดพันธะปฏิกิริยาร่วมกับการเผาผนึก.....	12
2.3.3 การเผาผนึก .....	12
2.3.4 การให้แรงดันแก่สถานะเผาผนึก.....	12
2.3.5 การให้แรงอัดขณะร้อน .....	12
2.3.6 การเผาผนึกร่วมกับการให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง .....	12
2.3.7 การให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง.....	13

2.4 กลไกที่เกิดขึ้นในกระบวนการเผาผลาญซัลโฟนาไมด์ไทรด.....	14
2.4.1 ตัวเติมในการเผาผลาญ.....	15
2.4.2 บรรยากาศในการเผาผลาญ.....	15
2.4.3 การใช้ผงฝึกลบ.....	16
2.4.4 ตัวเติมในกลุ่มแอลคาลีนเอิร์ทออกไซด์ร่วมกับอิตเทรียและซัลฟา.....	16
2.5 การนำความร้อนของวัสดุ.....	17
2.5.1 ค่าการนำความร้อนทางทฤษฎี.....	17
2.5.2 การนำความร้อนของแผ่นรองวงจรถาวร.....	18
2.5.3 การนำความร้อนของเซรามิกซัลโฟนาไมด์ไทรด.....	19
2.6 ผลงานวิจัยอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง.....	20
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	31
3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	31
3.2 การเตรียมตัวอย่าง.....	32
3.2.1 การเตรียมผงส่วนผสมวัสดุ.....	32
3.2.2 การเผาแบบชั้นเดียว.....	32
3.2.3 การเผาแบบสองชั้น.....	36
3.2.4 การขึ้นรูปแบบเทป.....	39
3.3 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง.....	41
3.3.1 การกระจายขนาดอนุภาคส่วนผสมวัสดุ.....	41
3.3.2 ตรวจสอบพฤติกรรมหดตัวขณะทำการเผา.....	41
3.3.3 ความหนาแน่น.....	42
3.3.4 น้ำหนักที่หายไปขณะเผา.....	43
3.3.5 องค์ประกอบเฟส.....	43
3.3.6 ปริมาณออกซิเจน.....	44
3.3.7 ความแข็งแรง.....	45
3.3.8 โครงสร้างจุลภาค.....	46
3.3.9 ค่าการนำความร้อน.....	46
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ข้อมูล.....	49
4.1 การเผาแบบชั้นเดียว.....	49
4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค.....	49
4.1.2 พฤติกรรมหดตัวขณะทำการเผา.....	50

4.1.3	น้ำหนักที่หายไปขณะเผาผนึก.....	54
4.1.4	ปริมาณออกซิเจน.....	55
4.1.5	ความหนาแน่นของวัตถุดิบ.....	56
4.1.6	ลักษณะโครงสร้างผลึก.....	56
4.1.7	ความแข็งแรง.....	59
4.1.8	ลักษณะโครงสร้างจุลภาค.....	60
4.1.9	ค่าการนำความร้อน.....	64
4.2	การเผาแบบสองชั้น.....	65
4.2.1	น้ำหนักที่หายไปขณะเผาผนึก.....	65
4.2.2	ปริมาณออกซิเจน.....	67
4.2.3	ความหนาแน่นของวัตถุดิบ.....	68
4.2.4	ลักษณะโครงสร้างผลึก.....	69
4.2.5	ความแข็งแรง.....	71
4.2.6	ลักษณะโครงสร้างจุลภาค.....	71
4.2.7	ค่าการนำความร้อน.....	74
4.3	ลักษณะของแผ่นเทปที่เตรียมได้.....	74
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	76
5.1	การเผาแบบชั้นเดียว.....	76
5.2	การเผาแบบสองชั้น.....	76
5.3	การขึ้นรูปแบบเทป.....	77
5.4	สรุปผลการทดลอง.....	77
5.5	ข้อเสนอแนะ.....	78
รายการอ้างอิง.....		79
ภาคผนวก.....		83
ภาคผนวก ก. แผนภาพเฟสที่สำคัญ.....		84
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....		86



## สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์.....	3
ตารางที่ 2.2 การใช้ประโยชน์ของซิลิคอนไนไตรด์ประเภทต่างๆ.....	5
ตารางที่ 2.3 วิธีการเตรียมเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์และผลที่ได้.....	13
ตารางที่ 2.4 อุณหภูมิการเกิดเฟสของเหลวของแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์ร่วมกับอิตเทรีย ซิลิกา และซิลิคอนไนไตรด์ .....	16
ตารางที่ 2.5 สมบัติต่างๆ ของวัสดุทำแผ่นรองวงจรมีที่พบในปัจจุบัน.....	18
ตารางที่ 2.6 งานวิจัยที่ศึกษาปรับปรุงการนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์.....	22
ตารางที่ 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง .....	31
ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมในแต่ละสูตรการทดลอง .....	32
ตารางที่ 3.3 ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของสารต่างๆ .....	43
ตารางที่ 3.4 ค่าความจุความร้อนของสารต่างๆ .....	47
ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคของส่วนผสมวัตถุดิบสูตรต่างๆ .....	50
ตารางที่ 4.2 การหดตัวขณะทำการเผาของชิ้นงานดิบที่อุณหภูมิ 1500°C.....	50
ตารางที่ 4.3 น้ำหนักที่หายไปหลังเผา ความหนาแน่น ค่าการนำความร้อน ปริมาณออกซิเจน และ ความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผาแบบชั้นเดียว .....	52
ตารางที่ 4.4 น้ำหนักที่หายไปหลังเผา ความหนาแน่น ค่าการนำความร้อน ปริมาณออกซิเจน และ ความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผาแบบสองชั้น .....	66

## สารบัญภาพ

รูปภาพ	หน้า
รูปที่ 2.1 ชั้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ทำมาจากซิลิคอนไนไตรด์.....	6
รูปที่ 2.2 การเชื่อมกันแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมซิลิคอน (Si) กับอะตอมไนโตรเจน (N) .....	7
รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของซิลิคอนไนไตรด์ .....	7
รูปที่ 2.4 (ก.) ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ AB (ข.) โครงสร้าง AB แบบ 3 มิติที่พบใน $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ....	8
รูปที่ 2.5 (ก.) ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ ABCD (ข.) โครงสร้าง ABCD แบบ 3 มิติที่พบใน $\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	9
รูปที่ 2.6 การเกิดผลึกของซิลิคอนไนไตรด์ทั้ง 2 ระบบคือ เฮกซะโกนอล และคิวบิก .....	10
รูปที่ 2.7 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างขณะเผาผนึกโดยมีเฟสของเหลวร่วม .....	10
รูปที่ 2.8 การเปลี่ยนแปลงแต่ละขั้นของการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรด์ .....	15
รูปที่ 2.9 การถ่ายเทความร้อนของวัสดุ .....	17
รูปที่ 2.10 การพัฒนาวัสดุเซรามิกให้มีค่าการนำความร้อนที่สูงขึ้นในช่วงที่ผ่านมา .....	19
รูปที่ 2.11 การนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์ที่อุณหภูมิต่างๆ .....	19
รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมขึ้นทดสอบแบบเผาขึ้นเดียว .....	33
รูปที่ 3.2 ลักษณะการวางขึ้นทดสอบ ในผอบโบราณไนไตรด์ และผอบคาร์บอนสำหรับการเผาผนึกแบบขึ้นเดียว .....	34
รูปที่ 3.3 เตาเผาอุณหภูมิสูงควบคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000, Fujidempa, Japan) .....	35
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงอุณหภูมิ เวลา และความดัน ของการเผาผนึกแบบขึ้นเดียวที่อุณหภูมิ 1650°C .....	35
รูปที่ 3.5 แผนผังการเตรียมขึ้นทดสอบแบบเผาสองขั้น .....	37
รูปที่ 3.6 ลักษณะการวางขึ้นทดสอบโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ ในผอบโบราณไนไตรด์ และผอบคาร์บอนสำหรับการเผาผนึกแบบสองขั้น .....	38
รูปที่ 3.7 กราฟแสดงอุณหภูมิ เวลา และความดัน ของการเผาผนึกแบบสองขั้นที่อุณหภูมิ 1650°C และ 1950°C.....	39
รูปที่ 3.8 แผนผังการเตรียมขึ้นทดสอบแบบเทป .....	40
รูปที่ 3.9 เครื่อง Particle Size Analyzer (Hydro 2000, Malvern) .....	41
รูปที่ 3.10 เครื่อง Dilatometer (402C, Netzsch) .....	41
รูปที่ 3.11 เครื่อง X-ray diffractometer (D8-Advance, Bruker) .....	44
รูปที่ 3.12 เครื่อง Nitrogen/Oxygen Determinator (Leco, TC-436) .....	44
รูปที่ 3.13 เครื่อง Mechanical Strength Tester (5800, Instron).....	45

รูปที่ 3.14 เครื่อง Scanning electron microscope (XL 30CP, Philips) .....	46
รูปที่ 3.15 เครื่อง Laser Flash Thermal Analyzer (ULVAC, TC-7000).....	48
รูปที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของส่วนผสมวัสดุทึบสูตรต่างๆ .....	49
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงค่าการหดตัวขณะทำการเผาผนึก .....	51
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงน้ำหนักที่หายไประหว่างเผาของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว .....	54
รูปที่ 4.4 ปริมาณออกซิเจนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว .....	55
รูปที่ 4.5 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว.....	56
รูปที่ 4.6 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYMg ซึ่งผ่านการเผาแบบชั้นเดียวที่อุณหภูมิ ต่างๆ.....	57
รูปที่ 4.7 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYCa ซึ่งผ่านการเผาแบบชั้นเดียวที่อุณหภูมิ ต่างๆ.....	57
รูปที่ 4.8 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYSr ซึ่งผ่านการเผาแบบชั้นเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ .....	58
รูปที่ 4.9 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYBa ซึ่งผ่านการเผาแบบชั้นเดียวที่อุณหภูมิ ต่างๆ.....	58
รูปที่ 4.10 ความแข็งแรงของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว .....	59
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYMg ที่เผาแบบชั้นเดียว .....	60
รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYCa ที่เผาแบบชั้นเดียว.....	61
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYSr ที่เผาแบบชั้นเดียว.....	62
รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYBa ที่เผาแบบชั้นเดียว.....	63
รูปที่ 4.15 การนำความร้อนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว.....	64
รูปที่ 4.16 กราฟแสดงน้ำหนักที่หายไประหว่างเผาของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น.....	65
รูปที่ 4.17 ปริมาณออกซิเจนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น.....	67
รูปที่ 4.18 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น .....	68
รูปที่ 4.19 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYMg ซึ่งผ่านการเผาแบบสองชั้นที่อุณหภูมิ ต่างๆ.....	69
รูปที่ 4.20 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYCa ซึ่งผ่านการเผาแบบสองชั้นที่อุณหภูมิ ต่างๆ.....	69
รูปที่ 4.21 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYSr ซึ่งผ่านการเผาแบบสองชั้นที่อุณหภูมิต่างๆ .....	70

รูปที่ 4.22 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYBa ซึ่งผ่านการเผาแบบสองขั้นที่อุณหภูมิ  
 ต่างๆ..... 70

รูปที่ 4.23 ความแข็งแรงของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองขั้น..... 71

รูปที่ 4.24 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYMg ที่เผาแบบสองขั้น..... 72

รูปที่ 4.25 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYCa ที่เผาแบบสองขั้น ..... 72

รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYSr ที่เผาแบบสองขั้น ..... 73

รูปที่ 4.27 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYBa ที่เผาแบบสองขั้น ..... 73

รูปที่ 4.28 การนำความร้อนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองขั้น..... 74

รูปที่ 4.29 ลักษณะของเทปที่เตรียมได้ ..... 75

รูปที่ 4.30 ลักษณะของชิ้นงานเทปที่เตรียมได้ ..... 75



สถาบันวิทยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันเทคโนโลยีได้ก้าวหน้าไปอย่างรวดเร็ว มีการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ ให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น อีกทั้งมีการพัฒนารูปแบบให้ทันสมัย สะดวกสบายต่อการใช้งาน โดยเฉพาะอย่างยิ่งขนาดของอุปกรณ์ที่ได้พัฒนาให้เล็กลง ขณะเดียวกันประสิทธิภาพต้องสูงขึ้น ดังจะเห็นได้จากเครื่องคอมพิวเตอร์ในอดีต จาก Mainframe ขนาดใหญ่ ลดขนาดลงเป็นคอมพิวเตอร์ส่วนบุคคล เป็น Notebook และมาเป็น Pocket PC ดังในปัจจุบัน

ในเครื่องคอมพิวเตอร์เหล่านี้จะมีอุปกรณ์ประกอบกันเป็นจำนวนมาก และจำเป็นต้องมีการพัฒนาปรับปรุงอยู่ตลอดเวลา ไม่ว่าจะเป็น CPU, หน่วยความจำ ฮาร์ดดิสก์ Main Board ฯลฯ ซึ่งอุปกรณ์ที่มีความสำคัญชนิดหนึ่งคือ วงจรรวม ทำหน้าที่เป็นตัวรวบรวมวงจรที่ซับซ้อนเข้ามาไว้ด้วยกัน ภายในมีอุปกรณ์จำนวนมากเรียงอยู่บนแผ่นรองวงจร (Substrate) ซึ่งขณะที่วงจรทำงาน จะเกิดความร้อนในบริเวณนี้เป็นจำนวนมาก แผ่นรองวงจรจึงต้องมีการระบายความร้อนที่ดี จากการพัฒนาที่ผ่านมา มีการปรับปรุงสมบัติของแผ่นรองวงจรร่วมกันอย่างกว้างขวางโดยมีคุณลักษณะที่สำคัญคือค่าการนำความร้อนสูง ( $>80 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ ) ค่าความแข็งแรงสูง ( $>300 \text{ MPa}$ ) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ำ<sup>(1, 2)</sup> ซึ่งวัสดุที่ได้รับความสนใจได้แก่ อะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) แบริลเลียมออกไซด์ ( $\text{BeO}$ ) อะลูมินัมไนไตรด์ ( $\text{AlN}$ ) ซิลิคอนคาร์ไบด์ ( $\text{SiC}$ ) และซิลิคอนไนไตรด์ ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) และได้มีการพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุต่างๆ มาโดยตลอด

แผ่นรองวงจรเซรามิกอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีความแข็งแรงสูง ประมาณ  $300 \text{ MPa}$  แม้จะมีค่าการนำความร้อนที่ไม่สูงมากนักเพียง  $25\text{-}35 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  แต่ก็มีราคาไม่แพง วัสดุอีกชนิดหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจและมีการพัฒนา คือ อะลูมินัมไนไตรด์ ( $\text{AlN}$ ) แม้จะมีค่าความแข็งแรงไม่สูงไปกว่าอะลูมินาคือ มีความแข็งแรงประมาณ  $300 \text{ MPa}$  แต่มีค่าการนำความร้อนที่สูงถึง  $100\text{-}150 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  แต่ก็มีราคาอยู่ในระดับที่สูง ในกรณีของแบริลเลียมออกไซด์ ( $\text{BeO}$ ) แม้จะมีค่าการนำความร้อนที่สูง แต่ไม่เป็นที่นิยมเนื่องจากเป็นวัสดุที่มีพิษ ในขณะที่วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ซึ่งมีค่าความแข็งแรงสูง ประมาณ  $1000 \text{ MPa}$  และมีค่าการนำความร้อน  $30\text{-}100 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  (ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดตัวเติมและกระบวนการผลิต ซึ่งสามารถพัฒนาให้สูงขึ้นได้) แต่เนื่องจากในการเผาผนึกจะต้องใช้อุณหภูมิสูงถึง  $1800\text{-}2000^\circ\text{C}$  และใช้ตัวเติมที่มีราคาแพง เช่น ออกไซด์ของธาตุหายาก จึงยังไม่เป็นที่นิยมนัก จึงเป็นที่มาของงานวิจัยนี้ ที่ต้องการพัฒนาเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ให้มีต้นทุนที่ต่ำลงและมีค่าการนำความร้อนที่ค่อนข้างสูงด้วยตัวเติมในกลุ่มอิตเทรียและซิลิการ่วมกับแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์



## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาผลของการใช้แอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์แต่ละชนิดเป็นตัวเติม ร่วมกับอิทธิพลและ ซิลิกา ต่อพฤติกรรมการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์
2. ศึกษาผลต่อสมบัติด้านความแข็งแรงเชิงกล โครงสร้างจุลภาค และค่าการนำความร้อนของเซรามิกที่เตรียมได้
3. ศึกษาการขึ้นรูปซิลิคอนไนไตรด์แบบเทปจากตัวเติมแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ที่เหมาะสม

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาถึงตัวเติมที่ใช้ในการเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ โดยการอัดขึ้นรูปแบบเม็ด และแท่งทดสอบ เพื่อหาตัวเติมที่เหมาะสม และสมบัติของวัสดุที่เตรียมได้
2. ศึกษาการขึ้นรูปเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ โดยวิธีการขึ้นรูปแบบเทป ด้วยตัวเติมที่เหมาะสมจากการศึกษาขั้นต้น และทดสอบสมบัติของชิ้นงานที่เตรียมได้

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ตัวเติมที่เหมาะสมในการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ ซึ่งช่วยปรับปรุงความสามารถการเผาผนึกให้ได้ความหนาแน่นสูง โดยใช้อุณหภูมิต่ำและกระบวนการผลิตไม่ซับซ้อน
2. ได้วัสดุเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ที่มีค่าความแข็งแรงเชิงกลสูง และค่าการนำความร้อนสูง
3. สามารถผลิตเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ที่เป็นแผ่นเพื่อให้เหมาะสมกับงานด้านแผ่นรองวงจรรเซรามิกต่อไป

## บทที่ 2 ปรีทัศน์วรรณกรรม

### 2.1 วัสดุเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์

#### 2.1.1 สมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์

ซิลิคอนไนไตรด์เป็นสารประกอบที่มีพันธะระหว่างอะตอมเป็นพันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรง จึงไม่มีจุดหลอมตัวแต่จะสลายตัวให้ซิลิคอนและไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูงถึง  $1875^{\circ}\text{C}$  นอกจากนี้ยังมีความแข็งแรงสูง ทนต่อการขีดสี มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ ทนต่อสารเคมี ฯลฯ จึงทำให้ซิลิคอนไนไตรด์เป็นที่นิยมในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง ซึ่งสมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1<sup>(3, 4)</sup>

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์

สมบัติทางผลึก	
น้ำหนักโมเลกุล (MW.)	140.28
ระยะห่างระหว่างอะตอม (nm)	
$\alpha$ -phase	a = 0.7604 c = 0.2907
$\beta$ -phase	a = 0.7765 c = 0.5622
c-phase	a = 0.7741
ความหนาแน่นทางทฤษฎี ( $\text{g/cm}^3$ )	
$\alpha$ -phase	3.200
$\beta$ -phase	3.174
c-phase	3.75-3.93
โครงสร้างผลึก (structure)	เฮกซะโกนอล
อุณหภูมิการสลายตัว ( $^{\circ}\text{C}$ )	1875

สมบัติทางกายภาพ	
ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	3.27
ความแข็งแรง (MPa)	400-950
ยังส์มอดุลัส (GPa)	300-330
อัตราส่วนปริมาตรของ	0.24
Microhardness (Vickers, MPa)	1600-2200
Fracture Toughness (MPa•m <sup>1/2</sup> )	3.4-8.2
อุณหภูมิการใช้งานสูงสุด (°C)	1000
สมบัติทางเทอร์โมไดนามิกและความร้อน	
การนำความร้อน (W/m•K)	30-100
การแพร่กระจายความร้อน (RT) (cm <sup>2</sup> /sec)	0.4-1.0
สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (10 <sup>-6</sup> /K)	2.9-3.6
ความจุความร้อน (Cp, J/mol•K)	0.709
สมบัติทางไฟฟ้า	
สภาพต้านทานไฟฟ้า (Ω•cm)	>1x10 <sup>13</sup>

### 2.1.2 การใช้ประโยชน์ของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์

จากสมบัติต่างๆ ที่โดดเด่นมากมายดังที่ได้กล่าวมา ซิลิคอนไนไตรด์จึงได้รับความสนใจนำมาใช้ประโยชน์ต่างๆ และได้นำไปประยุกต์ใช้งานหลายด้าน เช่น ตลับลูกปืน หัวฟัน ส่วนประกอบของปั๊มที่มีความทนทานสูง ชิ้นส่วนเครื่องยนต์ หัวแบบสำหรับขึ้นรูปโลหะแบบเย็น อุปกรณ์ตัด ชัด เจาะ และอุปกรณ์อื่นๆ อีกมากมาย ดังแสดงในตารางที่ 2.2<sup>(5, 6)</sup> และรูปที่ 2.1<sup>(6)</sup>

ตารางที่ 2.2 การใช้ประโยชน์ของซิลิคอนไนไตรด์ประเภทต่างๆ

ประโยชน์	การใช้งาน
ส่วนป้องกันการสึกกร่อน และกัดกร่อน	ลูกปืน, ปิดผนึกเครื่องจักร, หัวฟัน ส่วนประกอบเครื่องบิน
ส่วนประกอบการหล่อโลหะ	แบบหล่ออะลูมิเนียม, ตัวگردாய รอก และแบบ
เครื่องมือ	อุปกรณ์การตัด
ส่วนที่เป็นฉนวนความร้อน	กระเบื้องฉนวนความร้อน แผ่นป้องกันความร้อน, ฉนวนพลาสมา
ชิ้นส่วนเครื่องยนต์	หัวเทียน, ลูกสูบ, ระบบขับเคลื่อนเทอร์โบ หัวฉีดน้ำมัน, บอลเช็กระดับน้ำมัน ห้ามล้อแบบกด, วาล์วท่อแก๊สไอเสีย

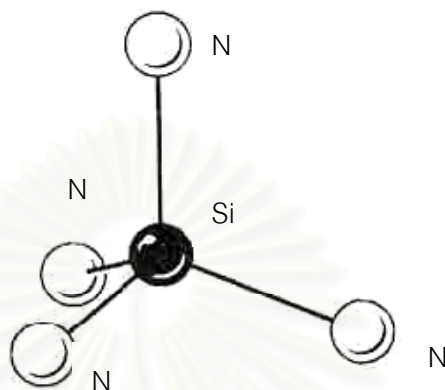


รูปที่ 2.1 ชิ้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ทำมาจากซิลิคอนไนไตรด์



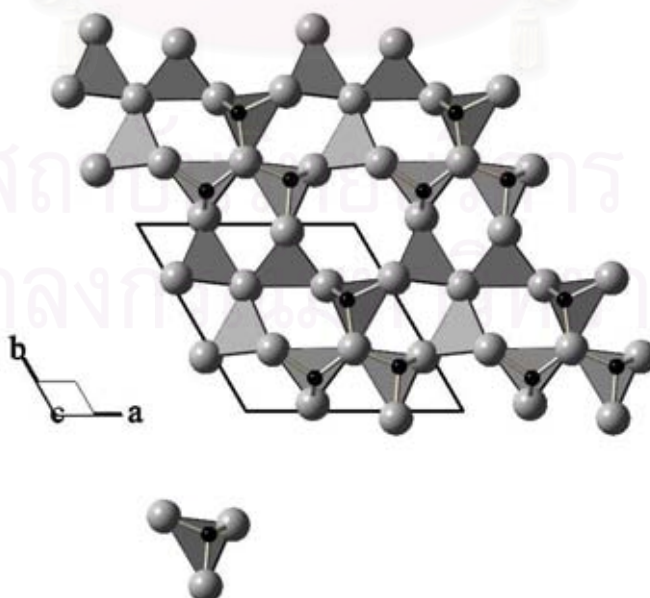
### 2.1.3 รูปแบบโครงสร้างโมเลกุลของซิลิคอนไนไตรด์

โครงสร้างผลึกของซิลิคอนไนไตรด์ประกอบด้วยโครงสร้างระดับย่อยของเตตระฮีดรอลที่มีอะตอมของซิลิคอนอยู่ตรงกลางและอะตอมของไนโตรเจนมาเชื่อมต่อกันทั้ง 4 มุม<sup>(7)</sup> ดังรูปที่ 2.2 แล้วแผ่ขยายออกไปในแนวนอน โดยไนโตรเจนก็จะจับกับซิลิคอนในหน่วยถัดไป

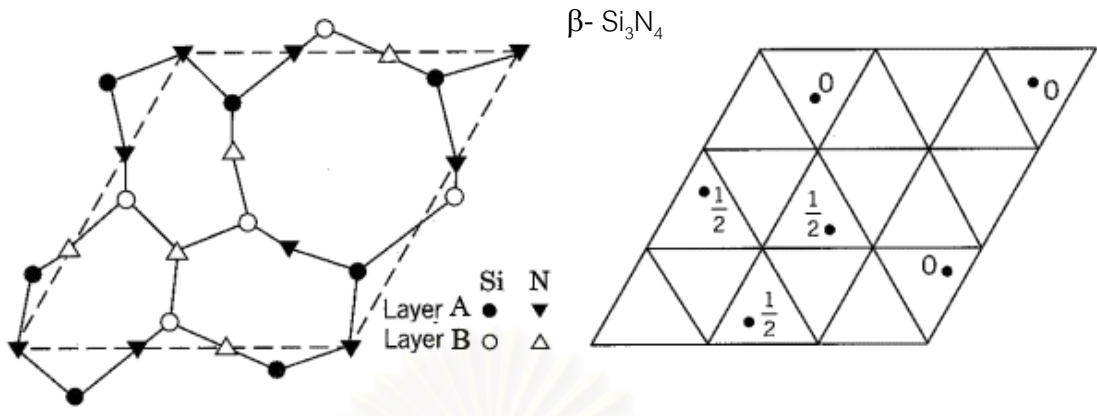


รูปที่ 2.2 การเชื่อมกันแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมซิลิคอน (Si) กับอะตอมไนโตรเจน (N)

เมื่อชั้นของหน่วยเหล่านี้เรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ โดยการวางเหลี่ยมลำดับทิศทางกันในแต่ละชั้น ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างที่ต่างกันดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งสามารถแบ่งการจัดเรียงเป็น 2 ประเภทหลัก คือ ประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ AB เรียกว่า บีตาซิลิคอนไนไตรด์ ( $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ) ดังรูปที่ 2.4 โดยจะเห็นเป็นช่องโพรงหกเหลี่ยม และประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ ABCD เรียกว่า แอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ ( $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ )<sup>(4, 6, 7)</sup> ดังรูปที่ 2.5



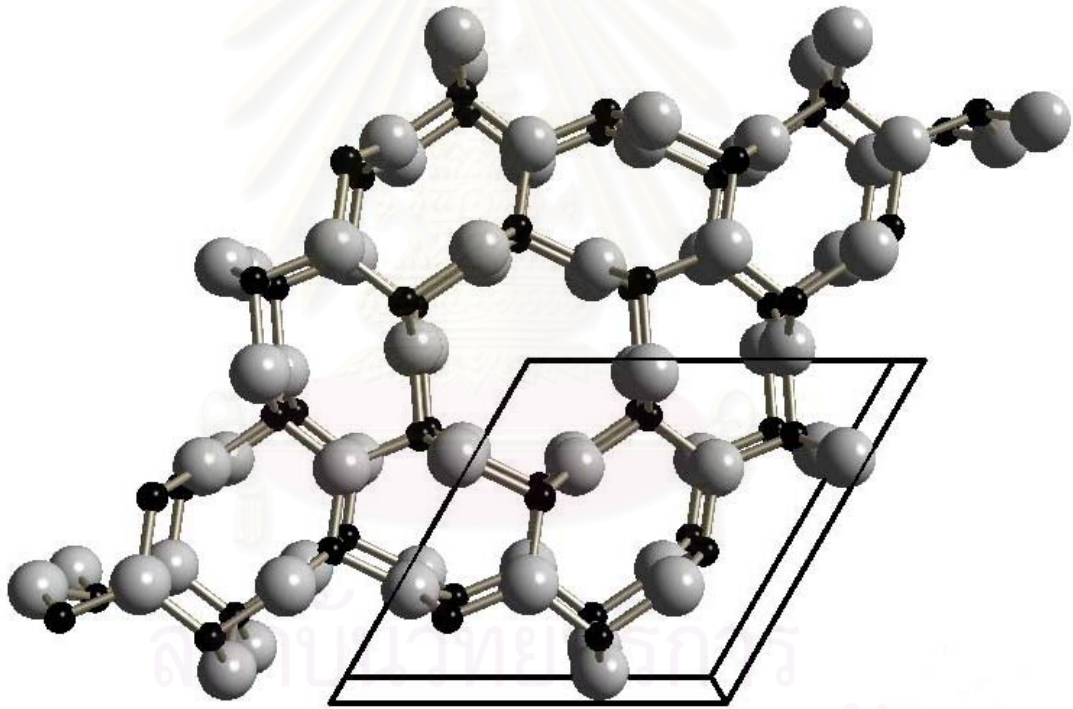
รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของซิลิคอนไนไตรด์



AB layer which is repeated in the ABAB stacking sequence of  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$

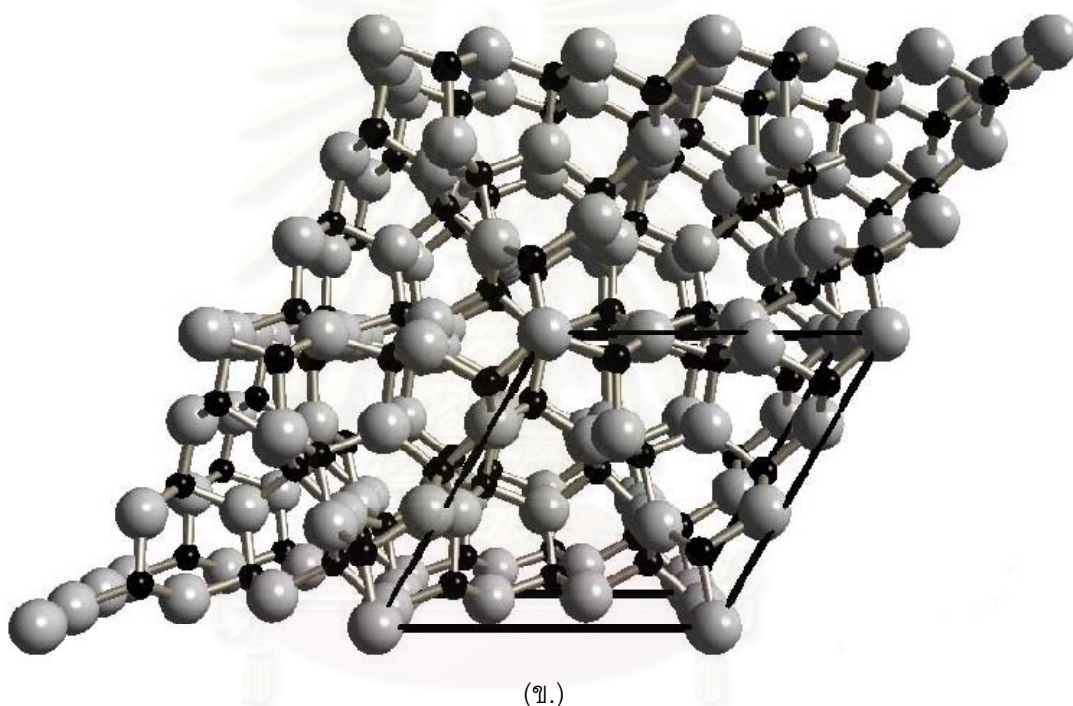
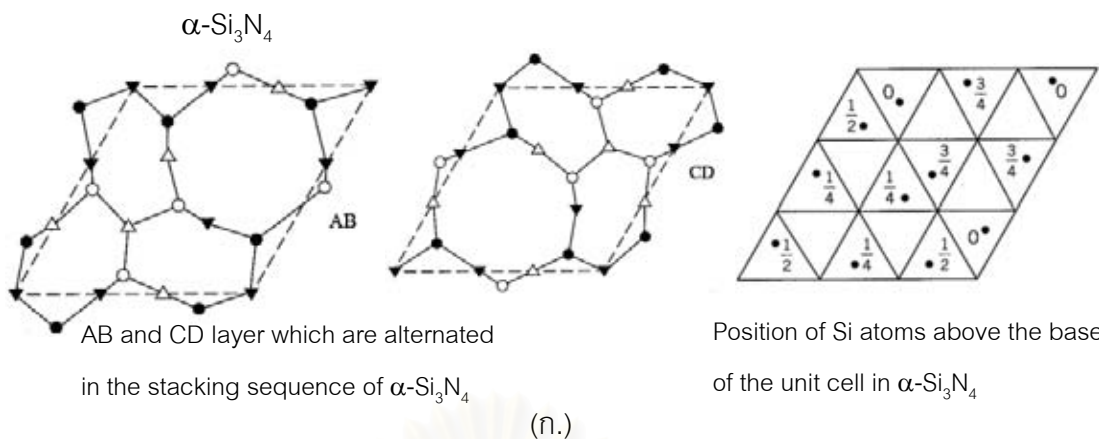
Position of Si atoms above the base of the unit cell in  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$

(ก.)



(ข.)

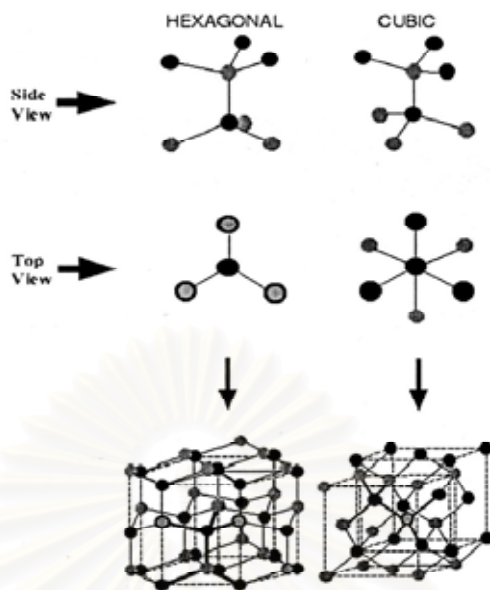
รูปที่ 2.4 (ก.) ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ AB (ข.) โครงสร้าง AB แบบ 3 มิติที่พบใน  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$



รูปที่ 2.5 (ก.) ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ ABCD

(ข.) โครงสร้าง ABCD แบบ 3 มิติที่พบใน  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$

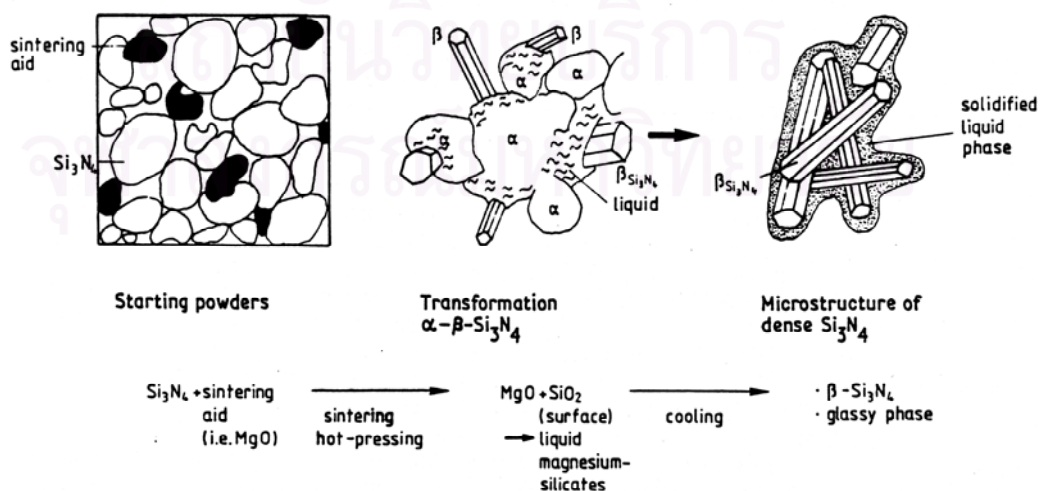
นอกจากนี้ยังพบว่าการเกิดโครงสร้างผลึกอีกแบบหนึ่งคือ คิวบิกซิลิคอนไนไตรด์ ( $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ )<sup>(6)</sup> ซึ่งต่างไปจากแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ และบีตาซิลิคอนไนไตรด์ เนื่องจากทั้งสองแบบจะให้รูปผลึกในระบบเฮกซะโกนอล ในขณะที่คิวบิกซิลิคอนไนไตรด์จะอยู่ในระบบคิวบิกดังรูปที่ 2.6 โดยที่ระยะห่างระหว่างอะตอมในแกน a มีค่าใกล้เคียงกัน แต่ระยะห่างของแกน c ในแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์มีค่าประมาณ 2 เท่าของบีตาซิลิคอนไนไตรด์ดังแสดงในตารางที่ 2.1<sup>(3,4)</sup>



รูปที่ 2.6 การเกิดผลึกของซิลิคอนไนไตรด์ทั้ง 2 ระบบคือ เฮกซะโกนอล และคิวบิก

### 2.1.3.1 การเปลี่ยนแปลงรูปผลึกจากแอลฟาเป็นบีตาซิลิคอนไนไตรด์

จากโครงสร้างของซิลิคอนไนไตรด์ที่มีรูปผลึกเป็นเฮกซะโกนอลมี 2 แบบ คือ แอลฟาและบีตาซิลิคอนไนไตรด์ ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนรูปที่อุณหภูมิช่วง 1300-1500°C โดยแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ เป็นผลึกที่เสถียรที่อุณหภูมิต่ำ<sup>(9)</sup> และบีตาซิลิคอนไนไตรด์เป็นผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิสูงแต่ก็มีความเสถียรสูงที่อุณหภูมิต่ำ โดยที่การเปลี่ยนรูปผลึกจะเกิดไปในทิศทางเดียวคือ เปลี่ยนจากแอลฟาไปเป็นบีตาเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แต่เมื่อลดอุณหภูมิลงก็ยังคงรูปบีตาไว้เช่นเดิม ไม่กลับคืนสภาพมาเป็นแอลฟา และมักพบปรากฏการณ์เปลี่ยนเฟสดังกล่าวได้โดยทั่วไป ในการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรด์ที่ใช้ผงชนิดแอลฟาเป็นวัตถุดิบตั้งต้น ดังแสดงในรูปที่ 2.7<sup>(3)</sup>



รูปที่ 2.7 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างขณะเผาผนึกโดยมีเฟสของเหลวร่วม



## 2.2 การสังเคราะห์ผงซิลิคอนไนไตรด์

ผงซิลิคอนไนไตรด์ที่มีการใช้งานในระดับอุตสาหกรรมทั่วไปจะต้องมีการควบคุมคุณภาพหลายๆ อย่าง เช่นสิ่งเจือปน ขนาดของอนุภาค ความสม่ำเสมอ รูปทรงของอนุภาค การเกาะกลุ่มของอนุภาค และอัตราส่วนของเฟสแอลฟาต่อบีตา เป็นต้น ทั้งนี้กระบวนการผลิตมีอยู่ 3 วิธี คือ<sup>(3)</sup>

### 2.2.1 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากผงซิลิคอน

การสังเคราะห์ผงซิลิคอนไนไตรด์โดยกระบวนการ Nitridation คือ การให้โลหะซิลิคอนทำปฏิกิริยากับแก๊สไนโตรเจน ซึ่งเป็นวิธีการที่ค้นพบมาตั้งแต่ปี 1960 โดยกระบวนการนี้มีสิ่งเจือปน เช่น เหล็กซึ่งจะพบในผงซิลิคอนที่มีคุณภาพต่ำ

### 2.2.2 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากผงซิลิกา

โดยกระบวนการ Carbothermal Reduction Nitridation คือ การเผาซิลิกาด้วยถ่านคาร์บอนในบรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งวิธีนี้จะให้ได้ผงซิลิคอนไนไตรด์ที่ราคาถูก และมีเฟสของบีตาซิลิคอนไนไตรด์อยู่มาก อุตสาหกรรมส่วนใหญ่มักใช้วิธีนี้

### 2.2.3 การเตรียมผงซิลิคอนไนไตรด์จากซิลิคอนไอไมด์

โดยการเผาไอระเหยของซิลิคอนไดเอไมด์ในบรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 1400-1500°C จะเกิดการแตกตัว และได้เป็นผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ขนาดเล็กกว่าหนึ่งไมครอน ซึ่งเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในการเผาผนึก จึงเป็นวิธีการที่เป็นที่นิยม

## 2.3 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์

ในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีพันธะโควาเลนต์เป็นหลัก และไม่มีจุดหลอมเหลวแต่จะสลายตัวให้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูงกว่า 1800°C นอกจากนี้ยังทำปฏิกิริยากับออกซิเจนได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000°C จึงจำเป็นต้องเผาในบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูง ซึ่งมีวิธีการเผาหลายๆ วิธีด้วยกัน ขึ้นอยู่กับรายละเอียดของวิธีการที่ใช้ในการเผาผนึกหรือกระบวนการทางความร้อน โดยแบ่งออกเป็น 7 วิธี และให้ผลที่แตกต่างกัน<sup>(3, 4)</sup> ดังแสดงในตารางที่ 2.3

### 2.3.1 การเกิดพันธะปฏิกิริยา

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการเกิดพันธะปฏิกิริยา (Reaction-Bonded Silicon Nitride: RBSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรด์จากโลหะซิลิคอน จากนั้นจึงผ่าน



กระบวนการ Nitridation เพื่อให้ได้วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ วิธีนี้จะสามารถผลิตชิ้นงานที่ไม่มีการหดตัว แต่ความแข็งแรงต่ำ เนื่องจากมีรูพรุนสูง และความหนาแน่นต่ำ

### 2.3.2 การเกิดพันธะปฏิกิริยาร่วมกับการเผาผนึก

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการเกิดพันธะปฏิกิริยาร่วมกับการเผาผนึก (Sintered Reaction-Bonded Silicon Nitride: SRBSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรด์ โดยการเตรียมจากโลหะซิลิคอนผสมกับตัวเติม จากนั้นจึงผ่านกระบวนการ Nitridation แล้วจึงนำไปทำการเผาผนึกเพื่อให้ได้วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ วิธีนี้ชิ้นงานมีการหดตัวค่อนข้างน้อย วัสดุดิบราคาถูกแต่การ Nitridation จะมีค่าใช้จ่ายสูง

### 2.3.3 การเผาผนึก

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการเผาผนึก (Sintered Silicon Nitride: SSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรด์โดยการเตรียมจากผงซิลิคอนไนไตรด์ผสมกับตัวเติม จากนั้นจึงผ่านกระบวนการเผาผนึก เพื่อให้ได้วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ วิธีการเผาผนึกมีค่าใช้จ่ายไม่สูงนักแต่มีการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาค่อนข้างสูง

### 2.3.4 การให้แรงดันแก๊สขณะเผาผนึก

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการเพิ่มความดันแก๊สในโตรเจนขณะเผาผนึก (Gas Pressure Sintered Silicon Nitride: GPSSN) เพื่อลดการสลายตัวของซิลิคอนไนไตรด์ และใช้เฟสของเหลวเพื่อช่วยในการเผาผนึก

### 2.3.5 การให้แรงอัดขณะร้อน

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการให้แรงอัดขณะร้อน (Hot Pressed Silicon Nitride: HPSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรด์โดยการเตรียมจากผงซิลิคอนไนไตรด์ผสมกับตัวเติม จากนั้นจึงผ่านกระบวนการอัดขณะที่ให้ความร้อนไปด้วย เพื่อให้ได้วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ที่มีความหนาแน่นสูง

### 2.3.6 การเผาผนึกร่วมกับการให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์โดยการเผาผนึกร่วมกับการให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatically Pressed Sintered Silicon Nitride: HIPSSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรด์โดยการเตรียมจากผงซิลิคอนไนไตรด์ผสมกับตัวเติม จากนั้นจึงผ่านกระบวนการเผาผนึก และอัดด้วยความร้อนทุกทิศทาง เพื่อให้ได้วัสดุซิลิคอนไนไตรด์ วิธีนี้มีการหดตัวมาก ใช้ตัวเติมน้อย แต่การเผาผนึกมีค่าใช้จ่ายสูง

### 2.3.7 การให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง

การเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิโคนไนไตรด์โดยการให้แรงดันความร้อนทุกทิศทาง (Hot Isostatically Pressed Silicon Nitride: HIPSN) คือ กระบวนการเตรียมซิลิโคนไนไตรด์โดยการเตรียมจาก ผงซิลิโคนไนไตรด์ผสมกับตัวเติม จากนั้นจึงผ่านกระบวนการอัดด้วยความร้อนทุกทิศทาง เพื่อให้ได้วัสดุซิลิโคนไนไตรด์ วิธีนี้ต้องใช้แคปซูลในการขึ้นรูปซึ่งมีราคาแพง

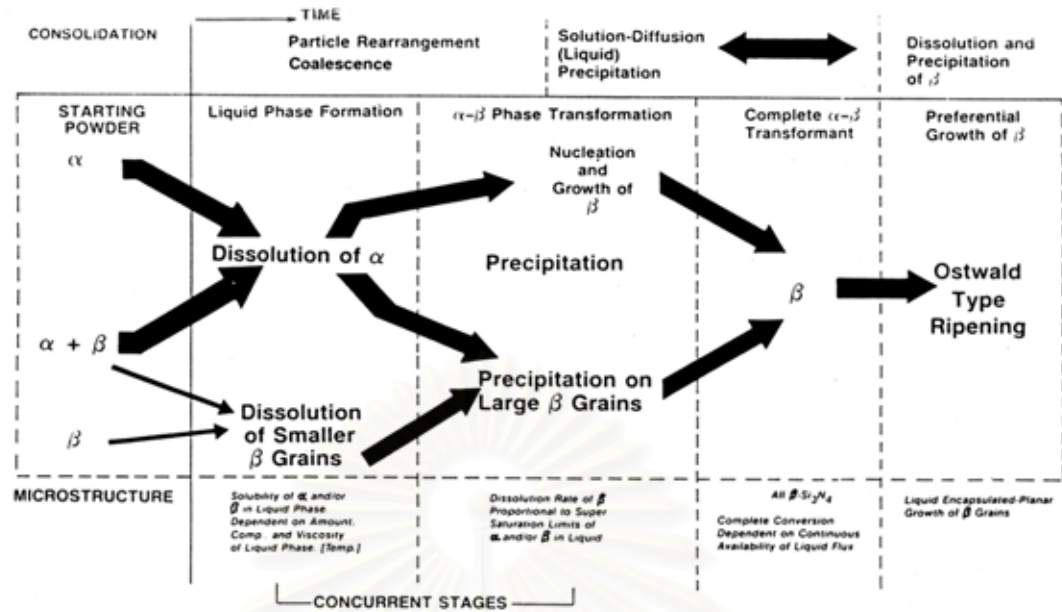
ตารางที่ 2.3 วิธีการเตรียมเซรามิกซิลิโคนไนไตรด์และผลที่ได้

วิธีเตรียม	สารตั้งต้น	กระบวนการ	ความหนาแน่นสัมพัทธ์	ข้อดี	ข้อเสีย
Reaction bonded silicon nitride (RBSN)	metallic Si	1250-1450°C	70-88%	ไม่มีการหดตัว (ขนาดใกล้เคียงของจริง)	ความแข็งแรงต่ำ (150-350 MPa)
Sintered RBSN (SRBSN)	Si+additives	nitridation as for RBSN, sintering as for GPSSN	95-99%	การหดตัวต่ำ, วัสดุดีบราคาถูก	กระบวนการ nitridation ราคาแพง
Sintered silicon nitride (SSN)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + additives	1700-1800°C	95-99%	การเผาผนึก ราคาต่ำ, มีความแตกต่างของขนาด	ความแข็งแรงต่ำกว่า GPSSN
Gas pressure sintered silicon nitride (GPSSN)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + additives	1750-2000°C nitrogen gas pressure up to 10 MPa	98-100%	มีความแตกต่างของขนาด, ใช้ตัวเติมน้อย	
Hot-pressed silicon nitride (HPSN)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + additives	1500-1800°C uniaxial pressure in a graphite die	100%	ความหนาแน่นสูง, มีประสิทธิภาพสูง	สำหรับรูปร่างง่าย ๆ ,ผลิตได้น้อย

วิธีเตรียม	สารตั้งต้น	กระบวนการ	ความหนาแน่นสัมพัทธ์	ข้อดี	ข้อเสีย
Sinter HIP silicon nitride (Sinter-HIPSN)	$\text{Si}_3\text{N}_4$ + additives	1750-2000°C gas pressure up to 200 MPa	100%	มีความแตกต่างของขนาด, ใช้ตัวเติมน้อย, มีประสิทธิภาพสูง	การเผาผนึกมีราคาสูง
HIPed silicon nitride (HIP-SN)	$\text{Si}_3\text{N}_4$ + additives	1750-2000°C gas pressure up to 200 MPa	>99%	ไม่ต้องใช้ตัวเติม	แคปซูลมีราคาแพง

#### 2.4 กลไกที่เกิดขึ้นในกระบวนการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรด์

การเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวร่วม (Liquid phase sintering) ของผงซิลิคอนไนไตรด์สามารถเตรียมได้จากทั้งชนิดแอลฟาและบีตาซิลิคอนไนไตรด์ หรือรวมกันทั้งสองชนิดซึ่งสามารถแบ่งได้เป็นขั้นตอน โดยเริ่มจากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึงจุดยูเทกติกแล้วจะเริ่มเกิดการหลอมละลายของตัวเติม อนุภาคผงทั้งแอลฟาและบีตาซิลิคอนไนไตรด์ โดยเฉพาะผงที่มีขนาดเล็กจะเริ่มเกิดการละลายลงในเฟสที่หลอมเหลว และเกิดการตกผลึกกลับมาเป็นบีตาซิลิคอนไนไตรด์อีกครั้ง จากนั้นจึงเกิดการโตขึ้นของขนาดเกรน จนกระทั่งเกิดการเปลี่ยนเฟสจนสมบูรณ์ ซึ่งจะได้โครงสร้างบีตาซิลิคอนไนไตรด์เป็นแบบแท่งเข็มอยู่อัดกันอย่างหนาแน่น<sup>(8)</sup> ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 การเปลี่ยนแปลงแต่ละขั้นของการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรด์

#### 2.4.1 ตัวเติมในการเผาผนึก

ในกระบวนการเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์จะมีการใส่ตัวเติมเพื่อเป็นตัวช่วยในการลดจุดยูเทกติก ทำให้เกิดเฟสของเหลวได้ที่อุณหภูมิต่ำลง อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจึงลดต่ำลงด้วย โดยตัวเติมที่นิยมใช้กันได้แก่ แมกนีเซียม (MgO) ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) อะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และยิตเทรีย ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นจะช่วยในการเผาผนึกโดยที่จะช่วยให้ได้ความหนาแน่นที่สูง<sup>(10)</sup>

#### 2.4.2 บรรยากาศในการเผาผนึก

ในกระบวนการเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์จำเป็นต้องใช้การเผาแบบรีดักชัน เนื่องจากหากมีแก๊สออกซิเจนจะเกิดการสลายตัวของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  เป็น  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{N}_2$  ดังนั้นในการเผาผนึกจึงเผาในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน นอกจากนี้ความดันแก๊สก็ส่งผลต่อการเผาผนึกด้วยเช่นกัน โดยที่ เมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกสูงขึ้นก็จำเป็นต้องใช้ความดันแก๊สในการเผาผนึกสูงขึ้นด้วย เพื่อป้องกันการสลายตัวของซิลิคอนไนไตรด์

### 2.4.3 การใช้ผงฝังกลบ

ในกระบวนการเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์จะมีการสลายตัวของแก๊ส SiO เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีที่อุณหภูมิสูงระหว่าง  $\text{Si}_3\text{N}_4$  กับตัวเติมออกไซด์และ  $\text{SiO}_2$  ซึ่งหากเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกให้สูงขึ้น การสลายตัวของแก๊ส SiO ก็จะมีเพิ่มสูงขึ้น ทำให้ชิ้นงานเกิดการสลายตัวไปจำนวนมาก เพื่อเป็นการป้องกันจึงได้มีการใช้ผงฝังกลบเพื่อลดการสลายตัวดังกล่าว โดยจะใช้เป็นผง  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ผสมกับผง BN ซึ่งผง  $\text{Si}_3\text{N}_4$  จะสลายตัวให้แก๊ส SiO แทน และผง BN ซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่สูงจะช่วยป้องกันการจับตัวกันของผง  $\text{Si}_3\text{N}_4$  <sup>(11)</sup>

### 2.4.4 ตัวเติมในกลุ่มแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์ร่วมกับอิตเทรียมและซิลิกา

เมื่อทำการเผาผนึกจนถึงอุณหภูมิหนึ่งจะเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นของเหลวขึ้น ซึ่งเฟสของเหลวนี้จะเป็นตัวช่วยในกระบวนการเผาผนึกแบบมีเฟสของเหลวร่วม จากข้อมูลจุดหลอมเหลวของออกไซด์กลุ่มแอลคาไลน์เอิร์ตที่ลดลงเมื่อมวลโมเลกุลเพิ่มขึ้นจาก แมกนีเซียม แคลเซียม สตรอนเทียม และ แบเรียม ตามลำดับ รวมทั้งแนวโน้มของอุณหภูมิการเกิดเฟสของเหลวที่ลดลง เมื่อแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์เหล่านี้อยู่ร่วมกับอิตเทรียมหรือซิลิกา ดังแสดงในตารางที่ 2.4 แม้จะยังขาดข้อมูลในส่วนที่ประกอบด้วยแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์ อิตเทรียม ซิลิกา และซิลิคอนไนไตรด์แต่ก็คาดการณ์ได้ว่าจะมีแนวโน้มเช่นเดียวกัน จึงเชื่อได้ว่าอุณหภูมิการเกิดเฟสของเหลวจะลดต่ำลงและน่าจะมีส่วนช่วยในการเผาผนึกได้ดีขึ้น

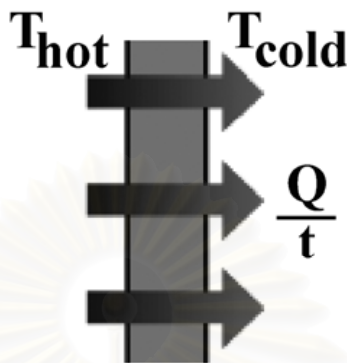
ตารางที่ 2.4 อุณหภูมิการเกิดเฟสของเหลวของแอลคาไลน์เอิร์ตออกไซด์ร่วมกับอิตเทรียม ซิลิกา และซิลิคอนไนไตรด์

Oxide	จุดหลอมเหลว (°C)		
	MO	MO-SiO <sub>2</sub>	MO-SiO <sub>2</sub> -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
MgO	2827 <sup>(12)</sup>	1543 <sup>(13)</sup>	1510 <sup>(14)</sup>
CaO	2554 <sup>(15)</sup>	1460 <sup>(16)</sup>	1435 <sup>(13)</sup>
SrO	2410 <sup>(17)</sup>	1358 <sup>(18)</sup>	-
BaO	1930 <sup>(19)</sup>	1374 <sup>(20)</sup>	-
MgO-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2110 <sup>(21)</sup>	1399 <sup>(22)</sup>	-
CaO-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2152 <sup>(23)</sup>	-	-
SrO-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2070 <sup>(24)</sup>	-	-
BaO-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1760 <sup>(25)</sup>	-	-



## 2.5 การนำความร้อนของวัสดุ

ค่าการนำความร้อนเป็นสมบัติเฉพาะของแต่ละวัสดุซึ่งบอกถึงความสามารถในการให้ความร้อนไหลผ่านได้



รูปที่ 2.9 การถ่ายเทความร้อนของวัสดุ

$$k = \frac{Q}{t} \times \frac{L}{A \times \Delta T}$$

$k$  = ค่าการนำความร้อนของวัสดุ ( $\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ )

$Q$  = ความร้อนที่ไหลผ่าน (J)

$t$  = เวลา (s)

$L$  = ความหนาของชิ้นงานหรือระยะทางที่ความร้อนไหลผ่าน (m)

$A$  = พื้นที่หน้าตัด ( $\text{m}^2$ )

$\Delta T$  = ความต่างของอุณหภูมิ (K)

### 2.5.1 ค่าการนำความร้อนทางทฤษฎี

ค่าการนำความร้อนทางทฤษฎี<sup>(10)</sup> ( $K_{\text{intrinsic}}$ ) ของวัสดุของแข็งที่ไม่ใช่โลหะสามารถหาได้จากสมการ

$$K_{\text{intrinsic}} = BM(\delta\theta_D)^3 / (T\gamma^2)$$

$B$  = ค่าคงที่

$M$  = ค่าเฉลี่ยมวลอะตอมในผลึก

$\delta^3$  = ค่าเฉลี่ยปริมาตรของหนึ่งอะตอมในผลึก

$\theta_D$  = อุณหภูมิเดบาย (Debye)

$T$  = อุณหภูมิสัมบูรณ์

$\gamma$  = ค่าคงที่ของกัลป์เซียน (Grüneisen's constant)

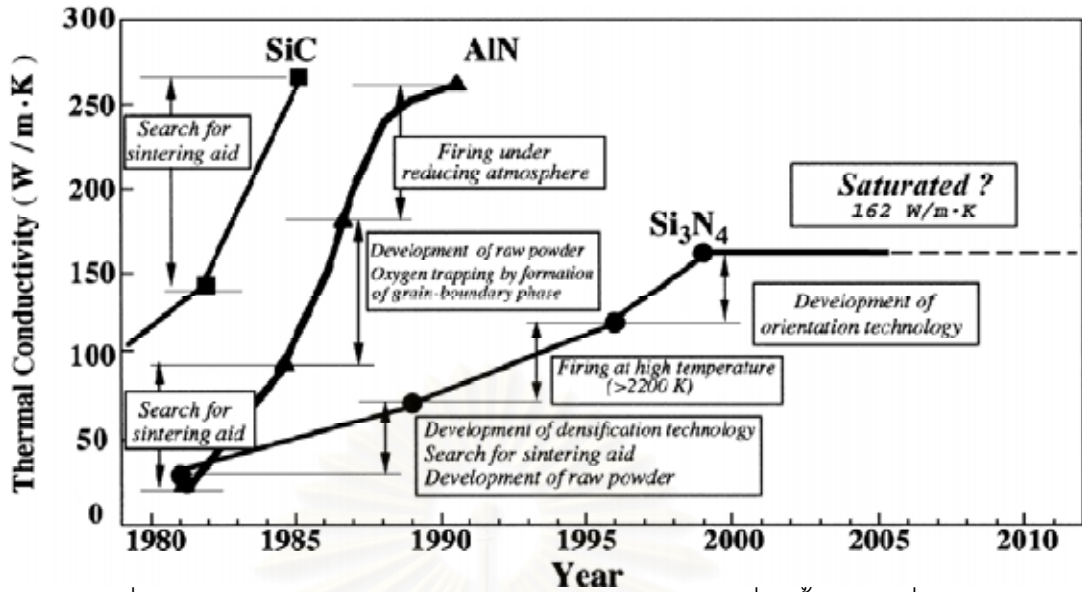
จากการศึกษาพบว่าค่าการนำความร้อนของวัสดุของแข็งที่ไม่ใช่โลหะ โดยปราศจากสารเจือปนพบว่า เพชร BN SiC BeO BP AlN และ Si มีค่าการนำความร้อนที่สูงและลดลงตามลำดับที่อุณหภูมิห้อง<sup>(10)</sup>

## 2.5.2 การนำความร้อนของแผ่นรองวงจร

ในการศึกษาค่าการนำความร้อนพบว่าในวัสดุต่างๆ มีค่าการนำความร้อนที่ต่างกัน และสมบัติต่างๆ ก็ต่างกันด้วยดังตารางที่ 2.5<sup>(10, 26, 27)</sup> ซึ่งสมบัติของแผ่นรองวงจรที่ดีคือ มีค่าการนำความร้อนสูง ค่าความแข็งแรงสูง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ำ ซึ่งวัสดุที่ได้รับความสนใจได้แก่ อะลูมินา แบริลเลียมออกไซด์ อะลูมินัมไนไตรด์ ซิลิคอนคาร์ไบด์ และซิลิคอนไนไตรด์ แต่ด้วยอะลูมินาซึ่งมีค่าการนำความร้อนที่ค่อนข้างต่ำและแบริลเลียมออกไซด์ซึ่งเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมจึงไม่เป็นที่นิยม ส่วนวัสดุที่เหลือก็ได้มีการพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุต่างๆ มาโดยตลอดตั้งแต่นั้นปี ค.ศ. 1980 ดังรูปที่ 2.10<sup>(4)</sup>

ตารางที่ 2.5 สมบัติต่างๆ ของวัสดุทำแผ่นรองวงจรที่พบในปัจจุบัน

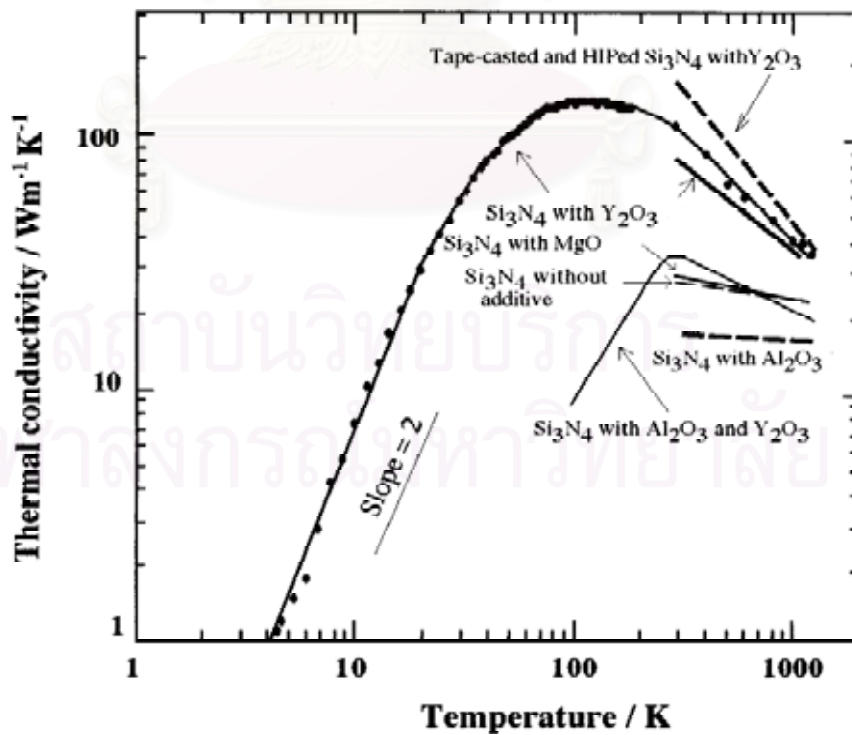
Properties		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BeO	AlN	SiC	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Density	(g/cm <sup>3</sup> )	3.98	3.01	3.26	3.20	3.20
Strength	(MPa)	300	105	300	800	1000
Hardness	(GPa)	28	15	25	35	33
Toxicity		No	Yes	No	No	No
Coefficient of Thermal Expansion	(ppm/C)	7.0	7.2	4.2	4.0	3.3
Dielectric Loss Tangent	( MHz)	2×10 <sup>-4</sup>	4×10 <sup>-4</sup>	5×10 <sup>-4</sup>	-	-
Dielectric Constant	( MHz)	9.8	6.7	8.6	-	-
Electrical Resistivity	(Ω·cm)	1X10 <sup>14</sup>	1X10 <sup>17</sup>	1X10 <sup>9</sup>	1X1 <sup>-1</sup>	1X10 <sup>12</sup>
K <sub>intrinsic</sub>	(W/m·K)	40	370	319	490	450
Thermal conductivity	(W/m·K)	25-35	240	150-280	150	30-100



รูปที่ 2.10 การพัฒนาวัสดุเซรามิกให้ม้ค่าการนำความร้อนที่สูงขึ้นในช่วงที่ผ่านมา

### 2.5.3 การนำความร้อนของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์

จากตารางที่ 2.5 จะพบว่าค่าการนำความร้อนทางทฤษฎีของซิลิคอนไนไตรด์มีค่าสูงถึง 450 W/m·K แต่โดยทั่วไปค่าการนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์มีค่าเพียง 30-100 W/m·K ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ดังเช่นรูปที่ 2.11<sup>(28)</sup> มีทั้ง อุณหภูมิ กระบวนการ ตัวเติม และอื่นๆ ที่จะได้ศึกษาต่อไป



รูปที่ 2.11 การนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

## 2.6 ผลงานวิจัยอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง

การศึกษาค่าการนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์ มีการศึกษาอย่างกว้างขวาง แตกต่างกันไปในกระบวนการ เช่น SSN RBSN HIPSN HPSN เป็นต้น หรือตัวเติม เช่น  $\text{Al}_2\text{O}_3$   $\text{SiO}_2$   $\text{MgO}$   $\text{Y}_2\text{O}_3$  เป็นต้น รวมทั้งอุณหภูมิและเวลาการเผาผนึก โดยมีค่าการนำความร้อนอยู่ที่ประมาณ 17-155  $\text{W/m}\cdot\text{K}$  ดังแสดงในตารางที่ 2.6

จากการศึกษากระบวนการขึ้นรูปแบบ ที่ง่ายไม่ยุ่งยาก สะดวกในการขึ้นรูป ไม่ต้องใช้แรงดันในการเผาผนึกได้แก่กระบวนการ SSN ซึ่งมีผู้ที่ได้ศึกษาไว้น่าสนใจดังนี้

Yuanbo Lin และคณะ<sup>(29, 30)</sup> ปี ค.ศ.2002 ได้ทำการศึกษาค่าการนำความร้อนของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ โดยใช้ตัวเติมอิตเทรียร้อยละ 5 โดยมวล และแมกนีเซียร้อยละ 2-4 โดยมวล นำไปเผาผนึกที่  $1850^\circ\text{C}$  และ  $1900^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน และใช้ผงฝังกลบเป็น 70% $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ 30%BN พบว่าสูตรที่เติมอิตเทรียร้อยละ 5 โดยมวล และแมกนีเซียร้อยละ 3 โดยมวล ซึ่งเผาผนึกที่  $1900^\circ\text{C}$  ให้ค่าการนำความร้อนสูงที่สุดที่ 79  $\text{W/m}\cdot\text{K}$

B. Matovic และคณะ<sup>(31)</sup> ปี ค.ศ.2004 ได้ทำการศึกษาค่าการนำความร้อนของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ โดยใช้ตัวเติม  $\text{LiYO}_2$  ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยมวล นำไปเผาผนึกที่  $1550-1650^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน พบว่าสูตรที่เติม  $\text{LiYO}_2$  ร้อยละ 5 โดยมวล ซึ่งเผาผนึกที่  $1650^\circ\text{C}$  ให้ค่าการนำความร้อนสูงที่สุดที่ 39  $\text{W/m}\cdot\text{K}$

ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ และคณะ<sup>(2, 32)</sup> ปี ค.ศ.2005 ได้ทำการศึกษาค่าการนำความร้อนของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ โดยใช้ตัวเติมอิตเทรีย ร้อยละ 5 และ 8 โดยมวล ผสมกับซิลิกา ร้อยละ 3 5 และ 7 โดยมวล และใช้ตัวเติมอิตเทรีย ร้อยละ 5 โดยมวล ผสมกับอะลูมินา ร้อยละ 1-3 โดยมวล นำไปเผาผนึกที่  $1850^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน และใช้ผงฝังกลบเป็น 50% $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ 50%BN แล้วจึงนำไปเผาอีกชั้นที่  $1750-1950^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 8 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจนโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ พบว่าสูตรที่เติมอิตเทรีย ร้อยละ 5 ผสมกับซิลิกา ร้อยละ 3 ซึ่งเผาผนึกที่  $1850^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและเผาอีกชั้นที่  $1950^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 8 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน จะให้ค่าการนำความร้อนสูงที่สุดที่ 84  $\text{W/m}\cdot\text{K}$  และในปีเดียวกันนี้ยังได้ศึกษาโดยใช้ส่วนผสม  $\text{Si}_3\text{N}_4:\text{Y}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2 = 92:5:3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4:\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3 = 92:5:3$  และ  $\text{Si}_3\text{N}_4:\text{SiO}_2:\text{MgO}:\text{Y}_2\text{O}_3 = 93:3:3:1$  นำไปเผาผนึกที่  $1850^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน และใช้ผงฝังกลบเป็น 50% $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ 50%BN แล้วจึงนำไปเผาอีกชั้นที่  $1750-1950^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 8 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจนโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ พบว่าสูตรที่เติม  $\text{Si}_3\text{N}_4:\text{SiO}_2:\text{MgO}:\text{Y}_2\text{O}_3 = 93:3:3:1$  ซึ่งเผาผนึกที่  $1850^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและเผาอีก

ชั้นที่ 1950°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน จะให้ค่าการนำความร้อน สูงที่สุดที่ 89 W/m·K

นอกจากนี้ ธนากร วาสนาเพชรพงศ์ และคณะ<sup>(11)</sup> ปี ค.ศ.2006 ได้ทำการศึกษาการเผาผนึก เซรามิกซิลิคอนไนไตรต์ โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ ซึ่งใช้ตัวเติมซิลิกา ร้อยละ 3 โดยมวล แมกนีเซียม ร้อยละ 3 โดยมวล และอิตเทรียม ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยมวล นำไปเผาผนึกที่ 1600-1750°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในความดัน 0.1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน และไม่ใช้ผงฝังกลบ พบว่าสูตรที่เติมซิลิกา ร้อยละ 3 โดยมวล แมกนีเซียม ร้อยละ 3 โดยมวล และอิตเทรียม ร้อยละ 5 โดยมวล ซึ่งเผาผนึกที่ 1650°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในความดัน 1 MPa ของแก๊สไนโตรเจน จะให้ค่าความหนาแน่นสูงถึงร้อยละ 99 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี และให้ค่าการนำความร้อนที่ 34 W/m·K



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ตารางที่ 2.6 งานวิจัยที่ศึกษาปรับปรุงการนำความร้อนของซิลิคอนไนไตรด์

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝัง กลบ
1981	Tsukuma <sup>(33)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	-	1900°C, 1 h, 3 GPa	-	30	-
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4 wt% MgO	1900°C, 1 h, 3 GPa	-	29	-
1983	Hayashi <sup>(10)</sup>	RBSN	Si		1477°C, 1 h, 0.1 MPa, N <sub>2</sub>	-	17	-
1989	Watari <sup>(33)</sup>	HIPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	6 mol% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1750°C, 1 h, 60 MPa	-	18	-
		HIPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 mol% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1750°C, 1 h, 60 MPa	-	27	-
		HIPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	6 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1750°C, 1 h, 60 MPa	-	72	-
1992	Li <sup>(10)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 1 h, 100 MPa, N <sub>2</sub>	-	80	-
1996	Hirosaki <sup>(34)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0.5 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 mol% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000°C, 100 MPa, N <sub>2</sub>	-	78	-
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +4 mol% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000°C, 4 h, 100 MPa, N <sub>2</sub>	-	40	-
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0.5 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 mol% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000°C, 4 h, 100 MPa, N <sub>2</sub>	-	120	-

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝังกลบ
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +4 mol% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000°C, 4 h, 100 MPa, N <sub>2</sub>	-	90	-
1996	Hirano <sup>(10)</sup>	HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> seed	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1800°C, 2 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	-	// 75, $\perp$ 40	-
		+Annealing	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> seed	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	+1850°C, 66 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	-	// 120, $\perp$ 60	-
1999	Watari <sup>(35)</sup>	HIPSSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> + $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> seed	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2500°C, 2 h, 200 MPa, N <sub>2</sub>	-	// 155, $\perp$ 52	-
1999	Hirosaki <sup>(36)</sup>	SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1.2 wt% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.1 wt% MgO	2000°C, 4 h, 10 MPa, N <sub>2</sub>	-	77	-

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ฝังฝัง กลบ
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1.2 wt% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.1 wt% seed MgO	2000°C, 4 h, 10 MPa, N <sub>2</sub>	-	106	-
1999	Watarai <sup>(37)</sup>	HPSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3.5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1800°C, 4 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	3.236	// 78, $\perp$ 93	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /BN/SiO <sub>2</sub>
		+HIP	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3.5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2400°C, 2 h, 200 MPa, N <sub>2</sub>	3.214	// 80, $\perp$ 102	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /BN/SiO <sub>2</sub>
1999	Akimune <sup>(38)</sup>	HIPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0.5 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 mol% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> seed	2200°C, 200 MPa, N <sub>2</sub>	-	// 162, $\perp$ 85	-
2000	Kitayama <sup>(39)</sup>	HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +2 mol% SiO <sub>2</sub>	1800°C, 2 h, 40 MPa, N <sub>2</sub>	3.211	// 50, $\perp$ 59	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	2 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 mol% SiO <sub>2</sub>	1800°C, 2 h, 40 MPa, N <sub>2</sub>	3.240	// 56, $\perp$ 69	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	2.5 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 mol% SiO <sub>2</sub>	1800°C, 2 h, 40 MPa, N <sub>2</sub>	3.290	// 79, $\perp$ 100	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝัง กลบ
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1800°C, 2 h, 40 MPa, N <sub>2</sub>	3.327	// 76, $\perp$ 100	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
2001	Kitayama <sup>(40)</sup>	HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.351	// 28, $\perp$ 32	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.327	// 51, $\perp$ 65	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.396	// 64, $\perp$ 82	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.379	// 72, $\perp$ 98	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.421	// 79, $\perp$ 101	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.420	// 82, $\perp$ 107	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝังกลบ
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.252	// 83, $\perp$ 105	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.247	// 83, $\perp$ 106	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.462	// 86, $\perp$ 115	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.442	// 89, $\perp$ 115	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.231	// 85, $\perp$ 101	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		HPSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1 mol% Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 16 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.198	// 90, $\perp$ 106	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
2002	Lin <sup>(29)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	2 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.210	55	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN



ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝังกลบ
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.230	46	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.200	39	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	2 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.200	75	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.210	79	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.210	74	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
2003	Xu <sup>(30)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1850°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	-	46	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 wt.% MgO+5 wt.% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1900°C, 4 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	-	79	70%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 30%BN

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝัง กลบ
2003	Yokota <sup>(41)</sup>	SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 wt% HfO <sub>2</sub>	1900°C, 4 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	3.310	87	-
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 wt% HfO <sub>2</sub>	1900°C, 8 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	3.330	88	-
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 wt% HfO <sub>2</sub>	1900°C, 20 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	3.320	109	-
		SSN	$\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 wt% HfO <sub>2</sub>	1900°C, 48 h, 0.9 MPa, N <sub>2</sub>	3.290	120	-
2004	Matovic <sup>(31)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% LiYO <sub>2</sub>	1650°C, 8 h, 0.1 MPa, N <sub>2</sub>	2.850	39	-
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	10 wt% LiYO <sub>2</sub>	1650°C, 8 h, 0.1 MPa, N <sub>2</sub>	3.120	29	-
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	15 wt% LiYO <sub>2</sub>	1650°C, 8 h, 0.1 MPa, N <sub>2</sub>	3.210	30	-
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	20 wt% LiYO <sub>2</sub>	1650°C, 8 h, 0.1 MPa, N <sub>2</sub>	3.200	27	-
2005	Wasanapiarn pong <sup>(2)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 wt% SiO <sub>2</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.270	84	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ผงฝังกลบ
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5 wt% SiO <sub>2</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.180	83	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +7 wt% SiO <sub>2</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.270	83	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	8 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 wt% SiO <sub>2</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.280	75	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1 wt% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.200	56	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +2 wt% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.220	43	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 wt% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.230	35	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
2006	Zhu <sup>(42)</sup>	SRBSN	Si	2 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5 mol% MgSiN <sub>2</sub>	1900°C, 12 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.160	121	-

ปี	ผู้วิจัย	กระบวนการ	วัตถุดิบ	ตัวเติม	อุณหภูมิ, เวลา, ความดัน, บรรยากาศ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ค่าการนำความร้อน (W/m·K)	การใช้ฝังฝัง กลบ
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	2 mol% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5 mol% MgSiN <sub>2</sub>	1900°C, 12 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.220	111	-
2006	Wasanapiarn pong <sup>(32)</sup>	SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 wt% SiO <sub>2</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.270	84	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +3 wt% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.230	35	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN
		SSN	$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3 wt% SiO <sub>2</sub> +3 wt% MgO +1 wt% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1950°C, 8 h, 1 MPa, N <sub>2</sub>	3.160	89	50%Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> / 50%BN

### บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบหลักที่ใช้ในการทดลอง คือ ผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ ส่วนตัวเติมที่ใช้มี 2 ชนิด ได้แก่ ตัวเติมหลัก คือ ผงซิลิกา และอิตเทรีย ส่วนตัวเติมผ่นแปร ได้แก่ แมกนีเซียม แคลเซียม (จากแคลเซียมคาร์บอเนต) สทรอนเทียม (จากสทรอนเทียมคาร์บอเนต) และแบเรียม (จากแบเรียมคาร์บอเนต) รายละเอียดดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	รหัสอ้างอิง	ลักษณะเฉพาะ
<b>วัตถุดิบ</b>			
แอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ ( $\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )	Ube Material Industries (Japan)	E-10	$\alpha$ >95%
ซิลิกา (SiO <sub>2</sub> )	Nippon Shokubai (Japan)	KE-P30	0.27–0.35 $\mu$ m
อิตเทรีย (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Shin-Etsu Chemical (Japan)	RU-P	
แมกนีเซียม (MgO)	Ube Material Industries (Japan)	500A	
แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO <sub>3</sub> )	Ajax. Finechem (Australia)		
สทรอนเทียมคาร์บอเนต (SrCO <sub>3</sub> )	Cernic International (Thailand)		
แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO <sub>3</sub> )	J.T. Baker (USA)		
<b>ตัวกลาง</b>			
เอทานอล (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	Merck (Germany)		> 99.9%
<b>สารช่วยยึดเกาะ</b>			
พอลิไวนิลบิวทิลแอลกอฮอล์ (PVB)	Wako Pure Chemical (Japan)		
<b>สารช่วยการไหล</b>			
พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG)	Wako Pure Chemical (Japan)		MW 950-1050



## 3.2 การเตรียมตัวอย่าง

### 3.2.1 การเตรียมผงส่วนผสมวัตถุดิบ

การเตรียมส่วนวัตถุดิบนั้นเลือกใช้สูตรที่ประกอบด้วย ผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรต์ 89 กรัม ซิลิกา 3 กรัม อิตเทรีย 5 กรัม และ แมกนีเซีย 3 กรัมเป็นหลัก (จากการทดลองของธนากร วาสนา เพียรพงศ์ และคณะ<sup>(11)</sup> พบว่าให้ค่าความหนาแน่นสูง เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ และไม่ต้องใช้ผงฝังกลบ) เมื่อจะเปลี่ยนแมกนีเซีย เป็นแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ชนิดอื่นๆ นั้น จึงให้จำนวนโมลของ แอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์เท่ากัน จึงได้ส่วนผสมแต่ละสูตรดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมในแต่ละสูตรการทดลอง

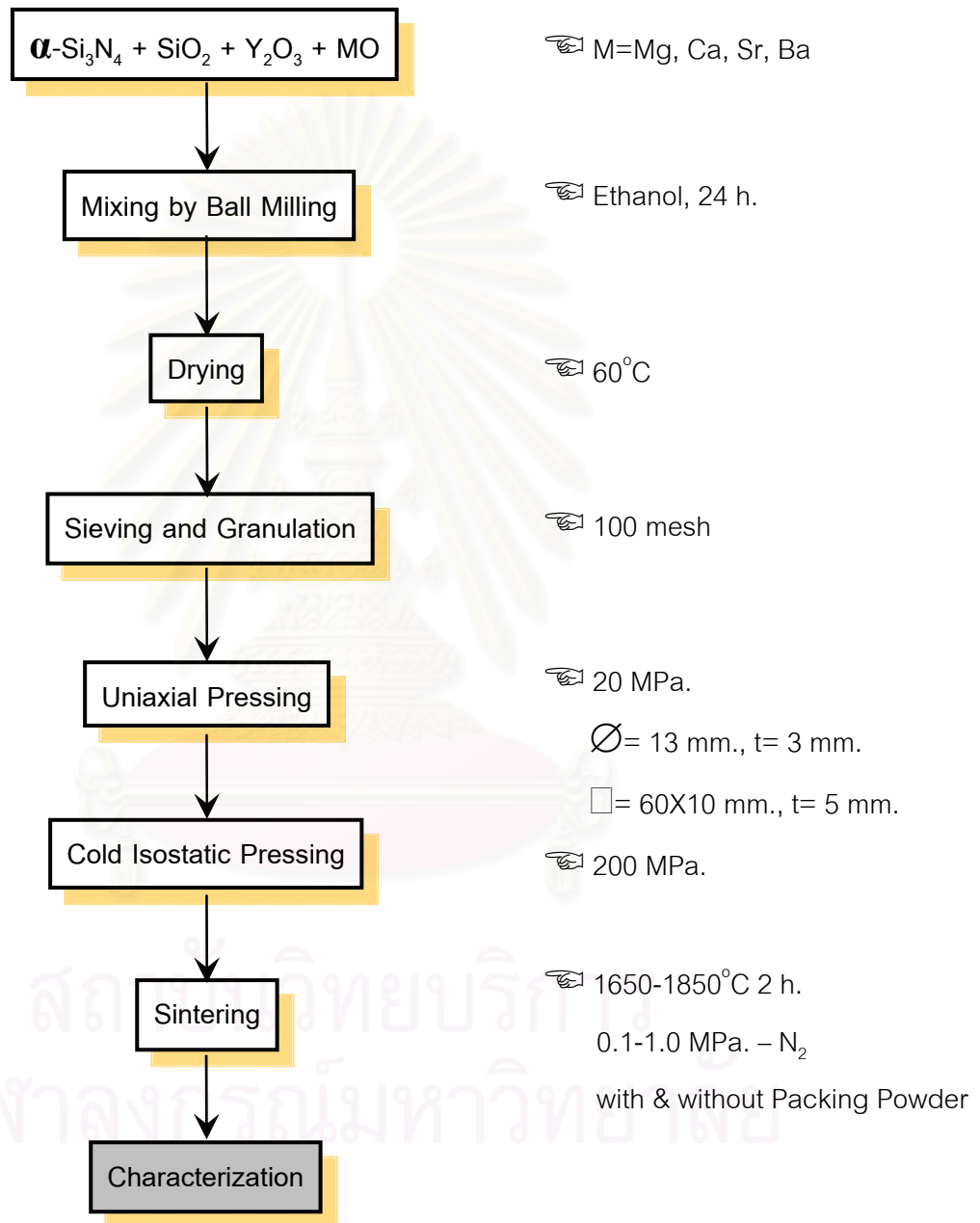
สูตร	$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (mol%)	$\text{SiO}_2$ (mol%)	$\text{Y}_2\text{O}_3$ (mol%)	MgO (mol%)	CaO ( $\text{CaCO}_3$ ) (mol%)	SrO ( $\text{SrCO}_3$ ) (mol%)	BaO ( $\text{BaCO}_3$ ) (mol%)
SYMg	89 g. (81.24)	3 g. (6.39)	5 g. (2.84)	3 g. (9.53)	-	-	-
SYCa	89 g. (81.24)	3 g. (6.39)	5 g. (2.84)	-	4.17 g. (9.53)	-	-
SYSr	89 g. (81.24)	3 g. (6.39)	5 g. (2.84)	-	-	7.71 g. (9.53)	-
SYBa	89 g. (81.24)	3 g. (6.39)	5 g. (2.84)	-	-	-	11.41 g. (9.53)

### 3.2.2 การเผาแบบขั้นเดียว

#### 3.2.2.1 การเตรียมชิ้นงาน

กระบวนการเตรียมซิลิคอนไนไตรต์ทำได้โดยการชั่งผสมผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรต์ กับตัวเติมต่างๆ ดังตารางที่ 3.2 จำนวน 50 กรัม แล้วนำไปบดผสมนาน 24 ชั่วโมง ในขวดบดพอลิเอทิลีน ขนาด 250 มิลลิลิตร กับลูกบดซิลิคอนไนไตรต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร จำนวน 240 กรัม โดยใช้เอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 เป็นตัวกลาง จำนวน 120 มิลลิลิตร นำส่วนผสมหลังบดไปแยกลูกบดออกแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60°C นำส่วนที่ได้บดให้ละเอียดแล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาด 150 ไมครอน จึงได้ผงซิลิคอนไนไตรต์ จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูป แบบแรกอัดเป็นเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร อีกแบบนำไปอัดแท่งสี่เหลี่ยมความกว้างประมาณ 10

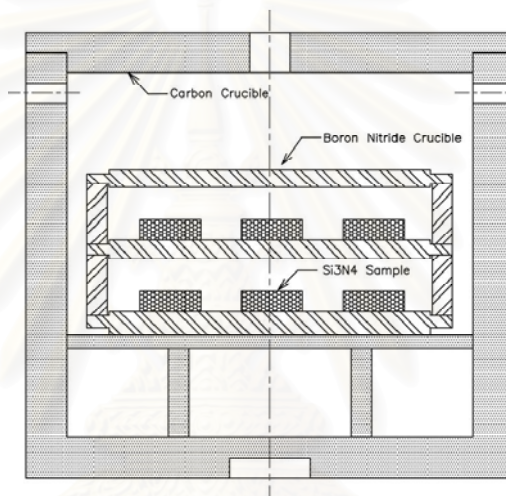
มิลลิเมตร ยาวประมาณ 60 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกที่ให้ความดันในทิศทางเดียว 20 เมกะปาสคาล จากนั้นนำไปอัดด้วยแรงดันทุกทิศทางแบบเย็น (CIP) โดยใช้ความดัน 200 เมกะปาสคาล ด้วยเครื่อง Kobelco-KCIP แซ่ทิ้งไว้ 5 นาที จึงได้ชิ้นงานดิบ (Green body) ดังแสดงในรูปที่ 3.1



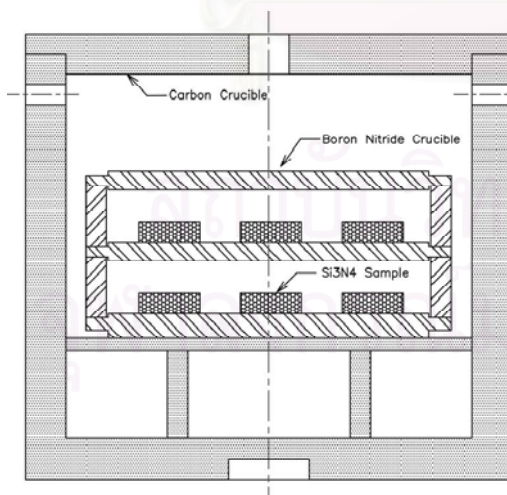
รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมชิ้นทดสอบแบบเผาชั้นเดียว

### 3.2.2.2 การเผาผืนิก

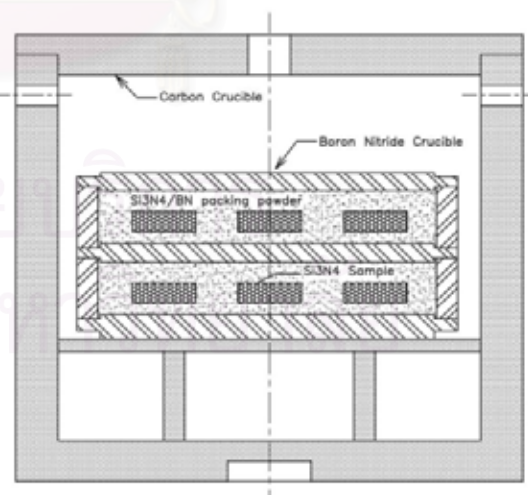
ทำการเผาที่ 3 อุณหภูมิคือ (ก.) 1650°C ความดัน 1 บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน (ข.) 1750°C ความดัน 10 บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน และ (ค.) 1850°C ความดัน 10 บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน โดยใช้ผงฝังกลบร่วมด้วย (50%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/50%BN) โดยวางเผาในผอบโบรอนไนไตรด์ และผอบคาร์บอนอีกชั้นหนึ่ง ในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจนดังในรูปที่ 3.2 โดยใช้เตาควบคุมบรรยากาศรุ่น Hi-Multi 5000 ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 15°C ต่อนาที รักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดนาน 2 ชั่วโมง แล้วจึงลดอุณหภูมิลง นำชิ้นงานไปตรวจสอบสมบัติที่ได้เพื่อพิจารณาเงื่อนไขที่เหมาะสม



ก. 1650°C 0.1MPa N<sub>2</sub>



ข. 1750°C 1.0MPa N<sub>2</sub>

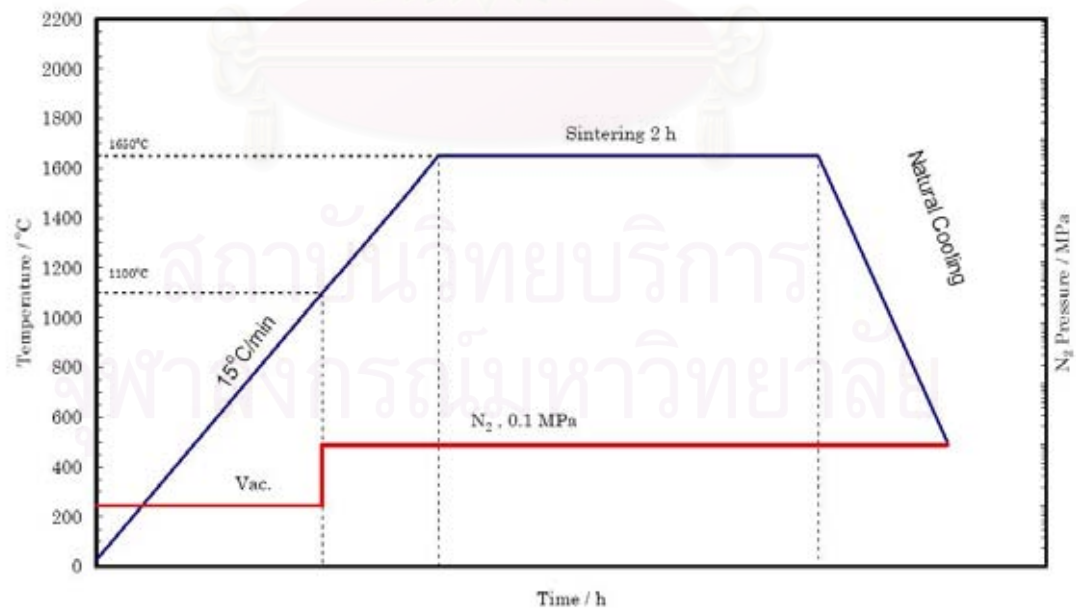


ค. 1850°C 1.0MPa N<sub>2</sub>

รูปที่ 3.2 ลักษณะการวางขึ้นทดสอบ ในผอบโบรอนไนไตรด์ และผอบคาร์บอนสำหรับการเผาผืนิกแบบชั้นเดียว



รูปที่ 3.3 เตาเผาอุณหภูมิสูงควบคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000, Fujidempa, Japan)



รูปที่ 3.4 กราฟแสดงอุณหภูมิ เวลา และความดัน ของการเผาขึ้นแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิ 1650°C

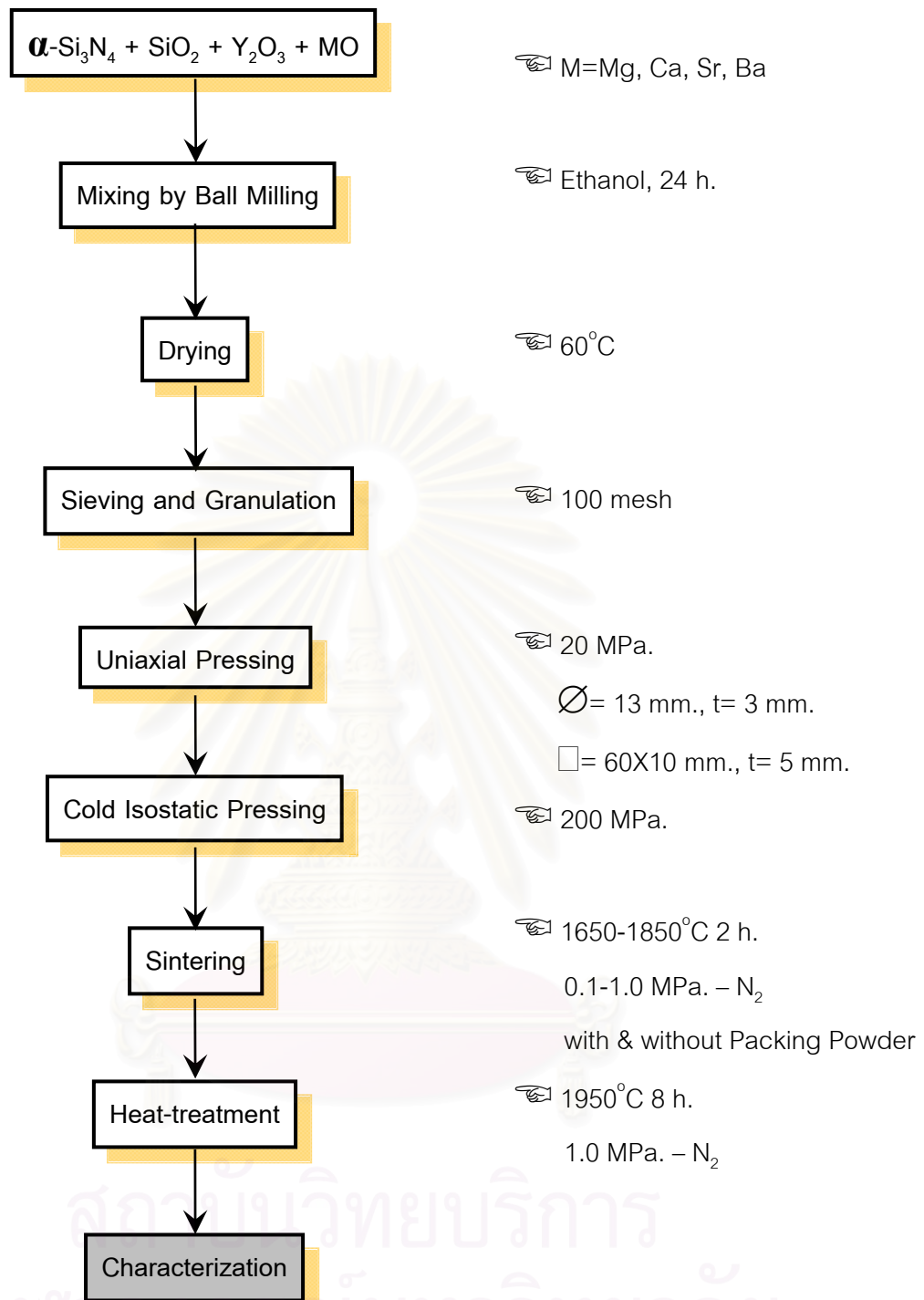
### 3.2.3 การเผาแบบสองชั้น

#### 3.2.3.1 การเตรียมชิ้นงาน

เมื่อได้ผงซิลิคอนไนไตรด์ตามสูตรแล้วนำไปอัดขึ้นรูป แบบแรกอัดเป็นเม็ด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร อีกแบบนำไปอัดแท่งสี่เหลี่ยมความกว้างประมาณ 10 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 60 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกที่ให้ความดันในทิศทางเดียว 20 เมกะปาสคาล จากนั้นนำไปอัดด้วยแรงดันทุกทิศทางแบบเย็น (CIP) โดยใช้ความดัน 200 เมกะปาสคาล ด้วยเครื่อง Kobelco-KCIP แซ่ทิ้งไว้ 5 นาที จึงได้ชิ้นงานดิบ (Green body) ดังแสดงในรูปที่ 3.1



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

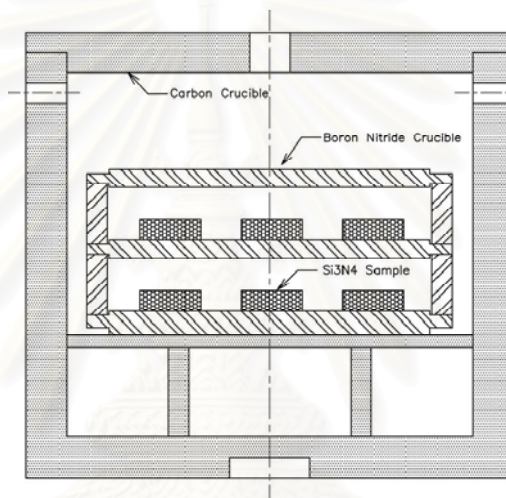


รูปที่ 3.5 แผนผังการเตรียมชิ้นทดสอบแบบเผาสองขั้น

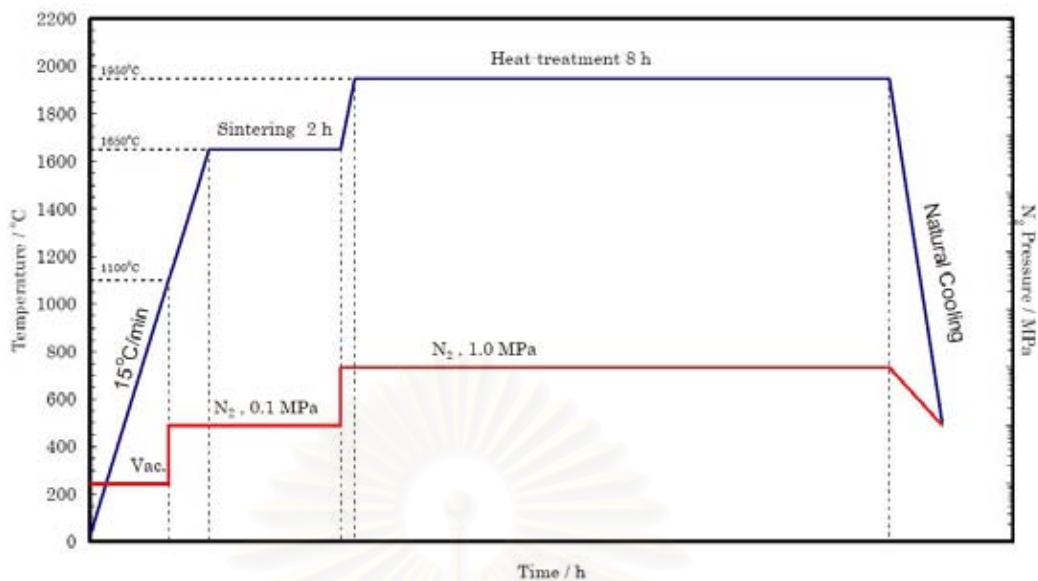


### 3.2.3.2 การเผาผนึก

ทำการเผาที่ 2 อุณหภูมิคือ (1) 1650°C ความดัน 1 บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน (2) 1750°C ความดัน 10 บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน โดยวางเผาในผอบโบรอนไนไตรด์ และผอบคาร์บอนอีกชั้นหนึ่ง ในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจนดังรูปที่ 3.6 โดยใช้เตาควบคุมบรรยากาศ รุ่น Hi-Multi 5000 ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 15°C ต่อนาที รักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดนาน 2 ชั่วโมง แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิขึ้น โดยเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1950°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 15°C ต่อนาที ความดัน 10 บรรยากาศ โดยรักษาอุณหภูมิไว้ 8 ชั่วโมง จึงลดอุณหภูมิลงเพื่อนำชิ้นงานไปวิเคราะห์ ซึ่งกราฟการเผาแสดงดังรูปที่ 3.7



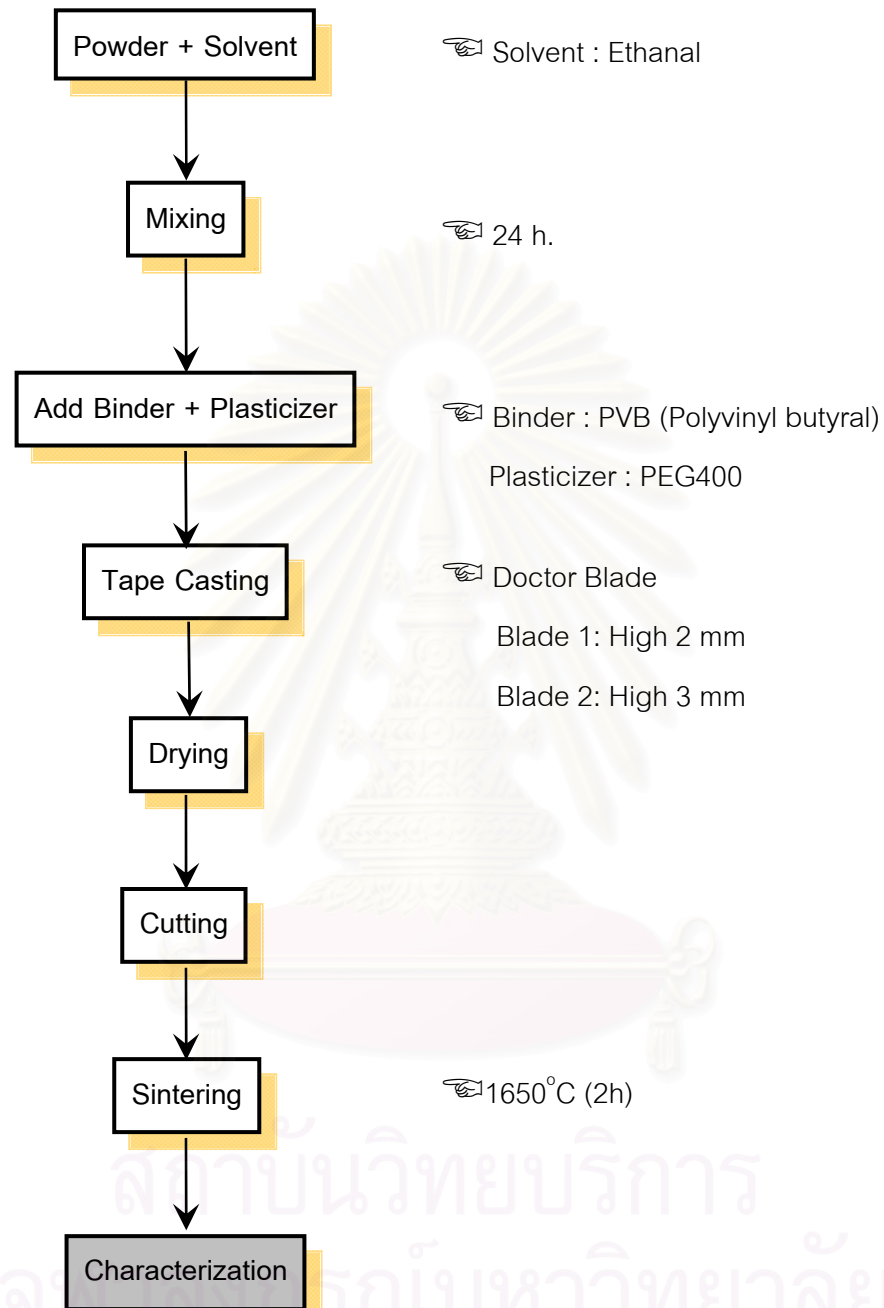
รูปที่ 3.6 ลักษณะการวางชิ้นทดสอบโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ ในผอบโบรอนไนไตรด์ และผอบคาร์บอน สำหรับการเผาผนึกแบบสองชั้น



รูปที่ 3.7 กราฟแสดงอุณหภูมิ เวลา และความดัน ของการเผาผนึกแบบสองชั้นที่อุณหภูมิ 1650°C และ 1950°C

### 3.2.4 การขึ้นรูปแบบเทป

เตรียมโดยผสมผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ กับตัวเติมที่เหมาะสมคือ อิตเทรีย ซิลิกา และ แมกนีเซียหรือแคลเซียม ปริมาณ 30 กรัม นำไปบดผสมนาน 24 ชั่วโมง ในขวดบดพอลิเอทิลีน โดยใช้ ลูกบดซิลิคอนไนไตรด์ และเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ปริมาณ 65 มิลลิลิตร เป็นตัวกลาง จากนั้นจึงเติมสารช่วยยึดเกาะ (PVB) ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักผงแห้ง และสารช่วยการไหลตัว (PEG) ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักผงแห้ง แล้วบดผสมต่ออีก 30 นาที จึงกรองเอาลูกบดออก แล้วนำไป ทำแผ่นเทปด้วยเครื่องดกเตอร์เบลด โดยการตั้งความสูงของใบมีดไว้ที่ 2 และ 3 มิลลิเมตร และ ความเร็วในการเคลื่อนที่ของแผ่นรองเทปที่ 0.20 เมตรต่อนาที ตั้งทิ้งไว้ให้แห้งในอากาศเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จึงได้แผ่นเทป นำไปตัดขึ้นรูปตามต้องการ จากนั้นนำไปเผาผนึกและตรวจสอบสมบัติที่ได้ ขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 แผนผังการเตรียมชิ้นทดสอบแบบเทป

### 3.3 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง

#### 3.3.1 การกระจายขนาดอนุภาคส่วนผสมวัสดุดิบ

การวัดการกระจายขนาดอนุภาค เตรียมตัวอย่างในการวัดโดยเริ่มจากการนำสารมาทำให้เกิดการกระจายตัวโดยการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ประมาณ 3 นาทีจนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในน้ำกลั่น จากนั้นใช้หลอดหยดดูดสารมาวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง Particle Size Analyzer (Malvern, Hydro 2000)



รูปที่ 3.9 เครื่อง Particle Size Analyzer (Hydro 2000, Malvern)

#### 3.3.2 ตรวจสอบพฤติกรรมของการหดตัวขณะทำการเผาผนึก

การวัดค่าการหดตัว เตรียมตัวอย่างโดยอัดขึ้นรูปผงซิลิคอนไนไตรด์สูตรต่างๆ ในแบบรูปทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ด้วยแรงดัน 20 เมกะปาสคาล จึงได้แท่งขึ้นงานตามต้องการ จากนั้นนำไปวัดการหดตัวโดยใช้เครื่อง Dilatometer (Netzsch, 402C) ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 1500°C โดยที่อัตราเพิ่มของอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที ในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน (50 มิลลิลิตรต่อนาที)



รูปที่ 3.10 เครื่อง Dilatometer (402C, Netzsch)

### 3.3.3 ความหนาแน่น

การหาค่าความหนาแน่นทำได้โดยการนำชิ้นงานมาผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 240 600 1200 และ 2500 ตามลำดับ แล้วขัดด้วยผงเพชรขนาด 1 ไมครอน นำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105°C จากนั้นชั่งน้ำหนักแห้งแล้วนำไปใส่หม้อสุญญากาศ ดูดอากาศออกประมาณ 30 นาที จึงเติมน้ำให้ท่วมชิ้นงาน แล้วทิ้งไว้อีก 15 นาที จึงนำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนักในน้ำ และใช้ผ้าเปียกซับน้ำที่ผิวชิ้นงานออกแล้ว นำไปชั่งอีกครั้งหนึ่ง จากนั้นคำนวณค่าความหนาแน่นค่าความหนาแน่นหาได้โดยวิธีการแทนที่ในน้ำ (ASTM C830-00) จากสมการ

$$\text{Bulk Density} = \frac{W_d}{W_{sat} - W_{sus}} \cdot D_{water}$$

โดยที่ Bulk Density = ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

$W_d$  = น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (กรัม)

$W_{sat}$  = น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัวด้วยน้ำ (กรัม)

$W_{sus}$  = น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อชั่งในน้ำ (กรัม)

$D_{water}$  = ความหนาแน่นของน้ำ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

#### 3.3.3.1 ความหนาแน่นทางทฤษฎี (Theoretical Density, TD)

การหาค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$TD = \frac{W_{total}}{W_a/\rho_a + W_b/\rho_b + W_c/\rho_c + \dots}$$

เมื่อ  $W_{total}$  = น้ำหนักรวมทั้งหมด

$W_a, W_b, W_c$  = น้ำหนักของสาร a, b และ c ตามลำดับ

$\rho_a, \rho_b, \rho_c$  = ความหนาแน่นของสาร a, b และ c ตามลำดับ

$a, b, c, \dots$  = สารที่ใช้

โดยความหนาแน่นทางทฤษฎีของสารต่างๆ มีค่าดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของสารต่างๆ

ชนิดของสาร	ค่าความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )
ซิลิคอนไนไตรด์	3.20
ซิลิกา	2.20
อิตเทรีย	5.03
แมกนีเซียม	3.56
แคลเซียม	3.34
สทอรอนเทียม	5.10
แบเรียม	5.72

### 3.3.3.2 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative Density)

ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ คือการเปรียบเทียบระหว่างความหนาแน่นของชิ้นงานกับความหนาแน่นทางทฤษฎี สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\text{Relative Density} = \frac{\text{Bulk Density}}{\text{Theoretical Density}} \times 100$$

### 3.3.4 น้ำหนักที่หายไปขณะเผาผลาญ

นำชิ้นงานตัวอย่าง (pellet) ที่เตรียมได้ มาคำนวณหา น้ำหนักที่หายไป โดยชั่งน้ำหนัก ของชิ้นงานก่อนและหลังเผา แล้วนำมาคำนวณดังสมการ

$$\% \text{ weight loss} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

เมื่อ % weight loss = น้ำหนักที่หายไป

$W_1$  = น้ำหนักของชิ้นงานก่อนเผา

$W_2$  = น้ำหนักของชิ้นงานหลังเผา

### 3.3.5 องค์ประกอบเฟส

การหาองค์ประกอบเฟสทำได้โดย การนำชิ้นงานไปขัดผิวให้เรียบก่อนนำไปติดกับแผ่นรอง โดยให้ผิวด้านที่ขัดอยู่ในระนาบเดียวกับขอบของแผ่นรอง เมื่อเตรียมตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว นำไปวิเคราะห์โดยใช้ช่วงมุม  $2\theta$  ตั้งแต่ 10 ถึง 80 องศา ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (Bruker, D8-Advance) ด้วยแหล่งกำเนิด  $\text{Cu}_{k\alpha}$  นำกราฟ XRD ที่บันทึกได้เทียบกับมาตรฐาน JCPDS





รูปที่ 3.11 เครื่อง X-ray diffractometer (D8-Advance, Bruker)

### 3.3.6 ปริมาณออกซิเจน

การวัดค่าปริมาณออกซิเจนในชิ้นงานตัวอย่างทำโดย บดชิ้นตัวอย่างที่ทดสอบให้เป็นผง ซึ่งนำหนักจากนั้นผสมผงตัวอย่างกับผงคาร์บอนแล้วเผา เพื่อวัดปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกมา แล้วหาปริมาณออกซิเจนเทียบกับน้ำหนักที่ชั่งได้ โดยใช้เครื่อง Nitrogen/Oxygen Determinator (TC-436, Leco)



รูปที่ 3.12 เครื่อง Nitrogen/Oxygen Determinator (Leco, TC-436)

### 3.3.7 ความแข็งแรง

การทดสอบความแข็งแรงของชิ้นงานด้วยวิธี 3-point bending ทำโดยอัดชิ้นรูปชิ้นงานที่ใช้ทดสอบให้มีขนาดความยาวประมาณ 40 มิลลิเมตร หนา 4 มิลลิเมตร และกว้าง 8 มิลลิเมตร จากนั้นขีดผิวโดยขีดชิ้นงานด้วยกระดาษซิลิคอนคาร์ไบด์เบอร์ 240 600 1200 และ 2500 ตามลำดับ แล้วขีดด้วยผงเพชรขนาด 1 ไมครอน ลบเหลี่ยมลงมา 0.2 มิลลิเมตร โดยทำมุม 45 องศาที่ระนาบของด้านบน นำไปทดสอบความแข็งแรงโดยฐานที่ใช้รองรับตัวอย่าง (span) ยาว 30 มิลลิเมตร และมีจุดให้แรง 1 จุดอยู่ที่กึ่งกลางด้านบน กำหนดอัตราเร็วของหัวกดเท่ากับ 0.2 มิลลิเมตรต่อนาที ด้วยเครื่อง Mechanical Strength Tester (5800, Instron) นำค่าแรงสูงสุดที่ได้มาคำนวณหาความแข็งแรงของชิ้นงานตัวอย่างจากสมการ

$$\sigma = \frac{3 \times W \times L}{2 \times b \times d^2}$$

โดยที่  $\sigma$  = ความแข็งแรง (เมกะปาสคาล)

$W$  = ค่าแรงสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานหัก (นิวตัน)

$L$  = ระยะห่างของฐานรองรับด้านล่าง (มิลลิเมตร)

$b$  = ความกว้างของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)

$d$  = ความหนาของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)



รูปที่ 3.13 เครื่อง Mechanical Strength Tester (5800, Instron)

### 3.3.8 โครงสร้างจุลภาค

การศึกษาลักษณะ ขนาด รูปร่าง และการกระจายตัวของอนุภาค ตลอดจนขนาดของรูพรุน และรอยแตก ทำโดยเตรียมตัวอย่างสำหรับตรวจลักษณะพื้นผิว โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความแข็งแรงของชิ้นงานมาทาบให้แตก โดยให้ได้ชิ้นงานหนาประมาณ 3 มิลลิเมตร นำตัวอย่างมาติดกับแท่งรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่ แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า แล้วจึงนำมาตรวจดูลักษณะพื้นผิว และการกระจายของรูพรุน และลักษณะผิวที่แตก ซึ่งเกิดหลังจากการทดสอบความแข็งแรง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (XL 30CP, Philips)



รูปที่ 3.14 เครื่อง Scanning electron microscope (XL 30CP, Philips)

### 3.3.9 ค่าการนำความร้อน

การวัดค่าการนำความร้อนของชิ้นตัวอย่าง ทำได้โดยวัดชิ้นงานด้วยกระดาศซิลิคอนคาร์ไบด์เบอร์ 240 600 1200 และ 2500 ตามลำดับ แล้ววัดด้วยผงเพชรขนาด 1 ไมครอน จากนั้นนำไปหาค่าการกระจายความร้อน (thermal diffusivity) ด้วยเครื่อง Laser Flash Thermal Constants Analyzer (ULVAC, TC-7000) เมื่อได้แล้วจึงคำนวณค่าการนำความร้อนจากสมการ

$$k = \rho \times C_p \times \alpha$$

เมื่อ  $k$  = ค่าการนำความร้อน (W/m•K)

$\rho$  = ค่าความหนาแน่น (g/cm<sup>3</sup>)

$C_p$  = ค่าความจุความร้อนจำเพาะ (J/g•K)

$\alpha$  = ค่าการกระจายความร้อน (cm<sup>2</sup>/sec)

### 3.3.9.1 ค่าความจุความร้อนจำเพาะ (Specific Heat)

ค่าความจุความร้อนจำเพาะคือ ค่าพลังงานจำนวนหนึ่งที่ทำให้วัสดุหนึ่งหน่วยอุณหภูมิสูงขึ้นหนึ่งองศา ซึ่งคำนวณได้จากสมการ

$$C_p = \frac{Q}{m\Delta T}$$

เมื่อ  $C_p$  = ค่าความจุความร้อนจำเพาะ (J/g·K)

$Q$  = พลังงานที่วัสดุได้รับ (J)

$m$  = มวล (g)

$\Delta T$  = อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง (K)

การหาค่าความจุความร้อนของวัสดุผสมซิลิคอนไนไตรด์กับตัวเติมใช้การคำนวณจากสมการ

$$C_p = \frac{W_a \cdot C_{p_a} + W_b \cdot C_{p_b} + W_c \cdot C_{p_c} + \dots}{W_{total}}$$

เมื่อ  $W_{total}$  = น้ำหนักรวมทั้งหมด

$W_a, W_b, W_c$  = น้ำหนักของสาร a, b และ c ตามลำดับ

$C_{p_a}, C_{p_b}, C_{p_c}$  = ความหนาแน่นของสาร a, b และ c ตามลำดับ

$a, b, c, \dots$  = สารที่ใช้

โดยความจุความร้อนของสารต่างๆ มีค่าดังตารางที่ 3.4  
ตารางที่ 3.4 ค่าความจุความร้อนของสารต่างๆ

ชนิดของสาร	ค่าความจุความร้อน (J/g·K)
ซิลิคอนไนไตรด์	0.709
ซิลิกา	0.703
อิตเทรีย	0.454
แมกนีเซีย	0.921
แคลเซีย	0.751
สทอรอนเทีย	0.438
แบเรีย	0.308



รูปที่ 3.15 เครื่อง Laser Flash Thermal Analyzer (ULVAC, TC-7000)



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

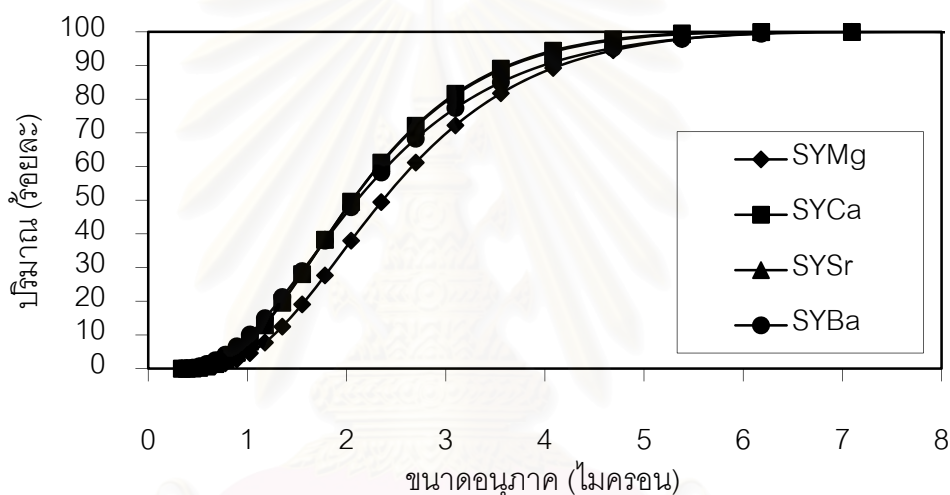
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิเคราะห์ข้อมูล

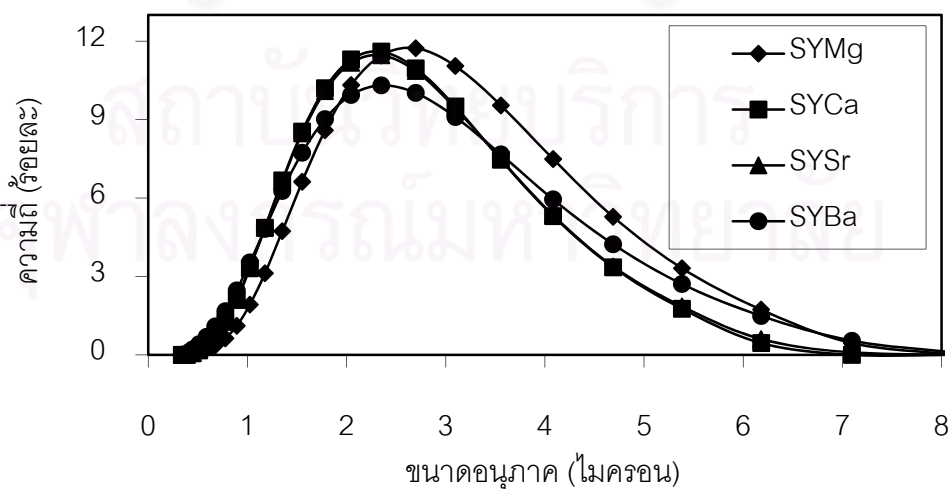
#### 4.1 การเผาแบบขั้นเดียว

##### 4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค

เมื่อนำส่วนผสมที่ทำการบดผสมนาน 24 ชั่วโมง มาทำการวัดค่าการกระจายขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง Particle Size Analyzer พบว่าค่าขนาดของอนุภาคส่วนผสมมีการกระจายตัวอยู่ในช่วง 1-5 ไมครอน โดยที่ค่าเฉลี่ยของสูตร SYMg SYCa SYSr และ SYBa มีค่าเป็น 2.5  $\mu\text{m}$  2.2  $\mu\text{m}$  2.2  $\mu\text{m}$  และ 2.3  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.1



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของส่วนผสมวัตถุดิบสูตรต่างๆ



ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคของส่วนผสมวัสดุอิฐดินเผาต่างๆ

สูตร	d(0.1) ( $\mu\text{m}$ )	d(0.5) ( $\mu\text{m}$ )	d(0.9) ( $\mu\text{m}$ )
SYMg	1.4	2.5	4.4
SYCa	1.2	2.2	3.9
SYSr	1.2	2.2	3.9
SYBa	1.1	2.3	4.3

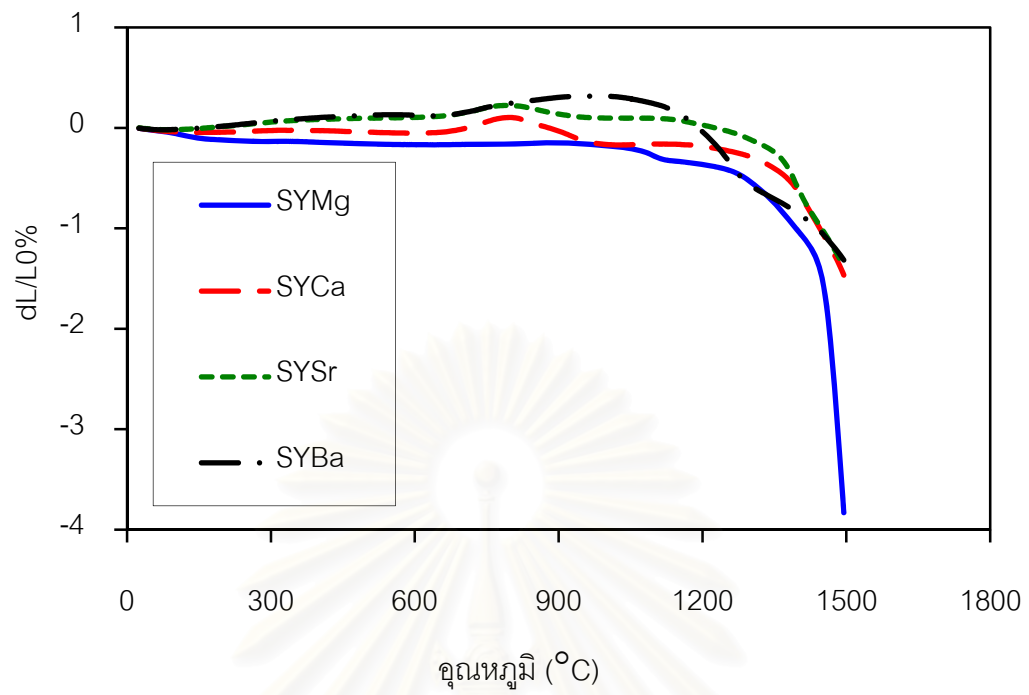
#### 4.1.2 พฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานเผาเหนียว

จากการตรวจสอบพฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานดินเผาด้วยเครื่อง Dilatometer โดยใช้ อัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  และอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่  $50\text{ ml}/\text{min}$  พบว่า ในสูตร SYMg มีการหดตัวมากที่สุด ต่างจาก SYCa SYSr และ SYBa ซึ่งสามสูตรหลังนี้มีค่าการหดตัวอยู่ในระดับใกล้เคียงกันดังแสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งที่อุณหภูมิประมาณ  $1400^{\circ}\text{C}$  จะมีการหดตัวอย่างมากของ SYMg ซึ่งเป็นผลจากการเกิดเฟสของเหลวของตัวเดิม ซึ่งจากตารางที่ 2.4 พบว่า จุดยูเทกติกของ  $\text{MgO}-\text{Y}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  อยู่ที่  $1399^{\circ}\text{C}$  ซึ่งน่าจะเป็นช่วงที่ทำให้เกิดการหดตัว

ตารางที่ 4.2 การหดตัวของชิ้นงานเผาเหนียวของชิ้นงานดินเผาที่อุณหภูมิ  $1500^{\circ}\text{C}$

สูตร	SYMg	SYCa	SYSr	SYBa
%การหดตัว	3.83	1.47	1.32	1.38

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงค่าการหดตัวขณะทำการเผาไหม้

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.3 น้ำหนักที่หายไปหลังเผา ความหนาแน่น ค่าการนำความร้อน ปริมาณออกซิเจน และความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผาแบบชั้นเดียว

อุณหภูมิ (°C)	สูตร	น้ำหนักที่ หายไป (%)	ความ หนาแน่น ของชิ้นงาน (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น ทางทฤษฎี (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (g/cm <sup>3</sup> )	ความจุ ความร้อน จำเพาะ (J/g·K)	การ กระจาย ความร้อน (cm <sup>2</sup> /sec)	การนำ ความร้อน (W/m·K)	ปริมาณ ออกซิเจน (%)	ความ แข็งแรง (MPa)
S1650	SYMg	4.81	3.09	3.24	95.34	0.702	0.129	28.0	16.0	626
	SYCa	1.40	2.37	3.20	73.87	0.698	0.154	25.4	7.6	356
	SYSr	1.03	2.46	3.29	74.59	0.675	0.071	11.8	6.7	223
	SYBa	1.75	2.21	3.38	65.52	0.650	0.062	8.9	5.5	110
S1750	SYMg	3.27	3.19	3.22	98.89	0.702	0.151	33.6	16.5	451
	SYCa	1.41	2.42	3.20	75.51	0.698	0.166	28.0	6.6	385
	SYSr	1.29	2.61	3.29	79.47	0.677	0.091	16.1	6.1	280
	SYBa	1.71	2.23	3.36	66.54	0.654	0.075	10.9	5.4	256

อุณหภูมิ (°C)	สูตร	น้ำหนักที่ หายไป (%)	ความ หนาแน่น ของชิ้นงาน (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น ทางทฤษฎี (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (g/cm <sup>3</sup> )	ความจุ ความร้อน จำเพาะ (J/g·K)	การ กระจาย ความร้อน (cm <sup>2</sup> /sec)	การนำ ความร้อน (W/m·K)	ปริมาณ ออกซิเจน (%)	ความ แข็งแรง (MPa)
S1850	SYMg	4.93	3.22	3.24	99.40	0.702	0.223	50.3	18.8	549
	SYCa	1.24	2.74	3.20	85.44	0.698	0.253	48.2	9.6	405
	SYSr	1.29	2.61	3.30	79.35	0.675	0.217	38.3	7.2	325
	SYBa	0.38	2.44	3.36	72.52	0.651	0.210	33.4	5.7	327

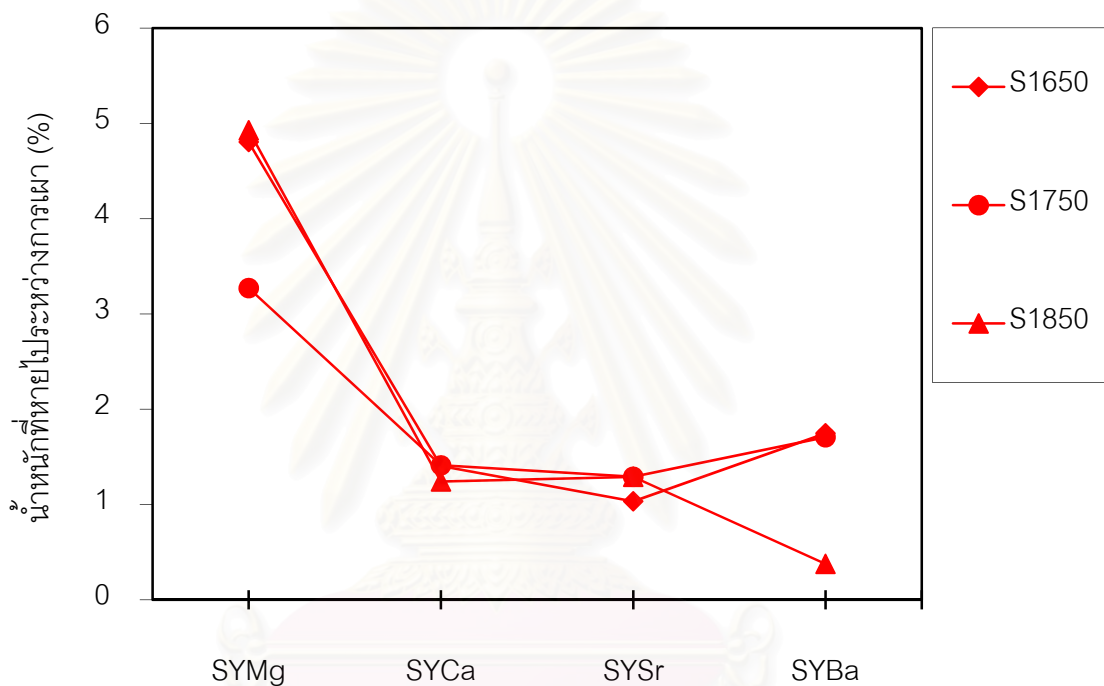
S1650 = เผาแบบชั้นเดียวที่ 1650°C 0.1MPa.-N<sub>2</sub> 2 ชั่วโมง โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ

S1750 = เผาแบบชั้นเดียวที่ 1750°C 1.0MPa.-N<sub>2</sub> 2 ชั่วโมง โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ

S1850 = เผาแบบชั้นเดียวที่ 1850°C 1.0MPa.-N<sub>2</sub> 2 ชั่วโมง โดยใช้ผงฝังกลบ

#### 4.1.3 น้ำหนักที่หายไปขณะเผาผืนึก

การหายไปของน้ำหนักระหว่างเผาซึ่งคำนวณได้ โดยการชั่งน้ำหนักก่อน และหลังเผาผืนึก และหักล้างกับปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ที่เป็นองค์ประกอบของตัวเดิมกลุ่มคาร์บอนเนต พบว่าในการเผาผืนึก สูตร SYMg จะมีการหายไปของน้ำหนักสูงที่สุด ส่วนสูตร SYCa และ SYSr จะมีน้ำหนักที่หายไปใกล้เคียงกัน ขณะที่ SYBa น้ำหนักที่หายไปมากกว่าเล็กน้อย ซึ่งสอดคล้องกับการทดสอบด้วยเครื่อง Dilatometer ก่อนหน้านี

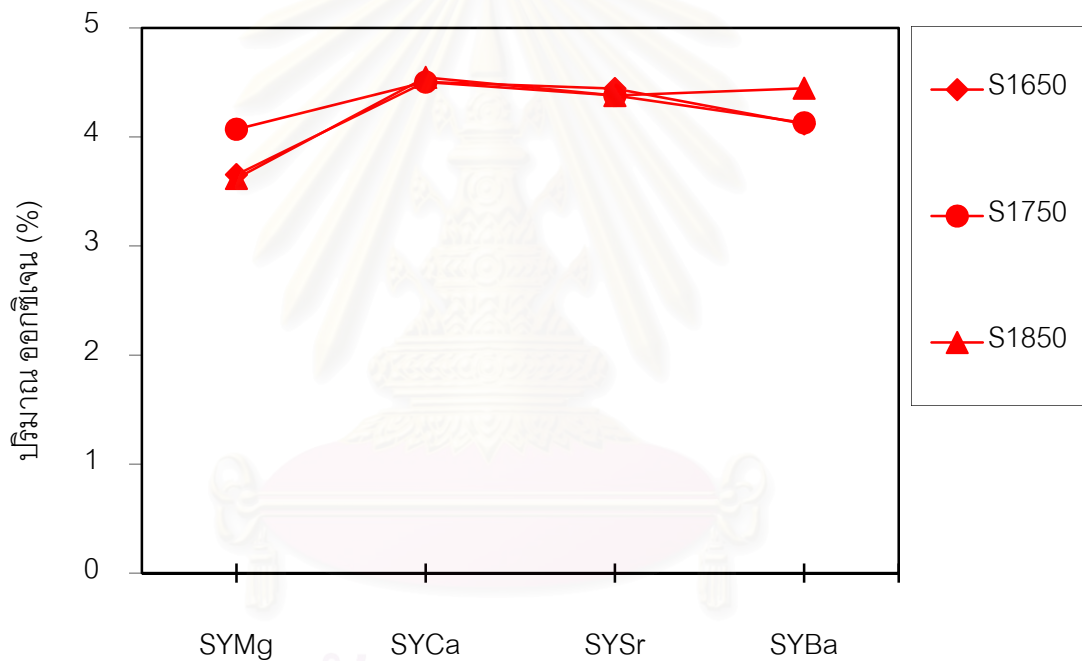


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงน้ำหนักที่หายไประหว่างเผาของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบขั้นเดียว

#### 4.1.4 ปริมาณออกซิเจน

จากการวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนในชิ้นงานพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกจะมีปริมาณออกซิเจนสูงกว่าชิ้นงานที่นำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน โดยมีปริมาณออกซิเจนมากที่สุดในสูตร SYCa SYSr SYBa และ SYMg ตามลำดับ และเมื่อนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน ปริมาณออกซิเจนก็ลดลงตามลำดับ เช่นกัน

จากผลที่ได้จะเห็นว่าสูตร SYMg ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึก จะมีปริมาณออกซิเจนน้อยที่สุด แต่ก็มีค่าน้ำหนักที่หายไปหลังการเผาผนึกสูงที่สุดเช่นกัน เป็นไปได้ตามสมการที่ 4.1 และสมการที่ 4.2 ที่มีการสลายตัวของแก๊ส SiO และ MgO ซึ่งปริมาณออกซิเจนนี้จะบอกถึงปริมาณของเฟสของเนื้อแก้วที่เหลือในชิ้นงาน ในกรณีนี้สูตร SYMg ก็เหลือเฟสของเนื้อแก้วน้อยที่สุด



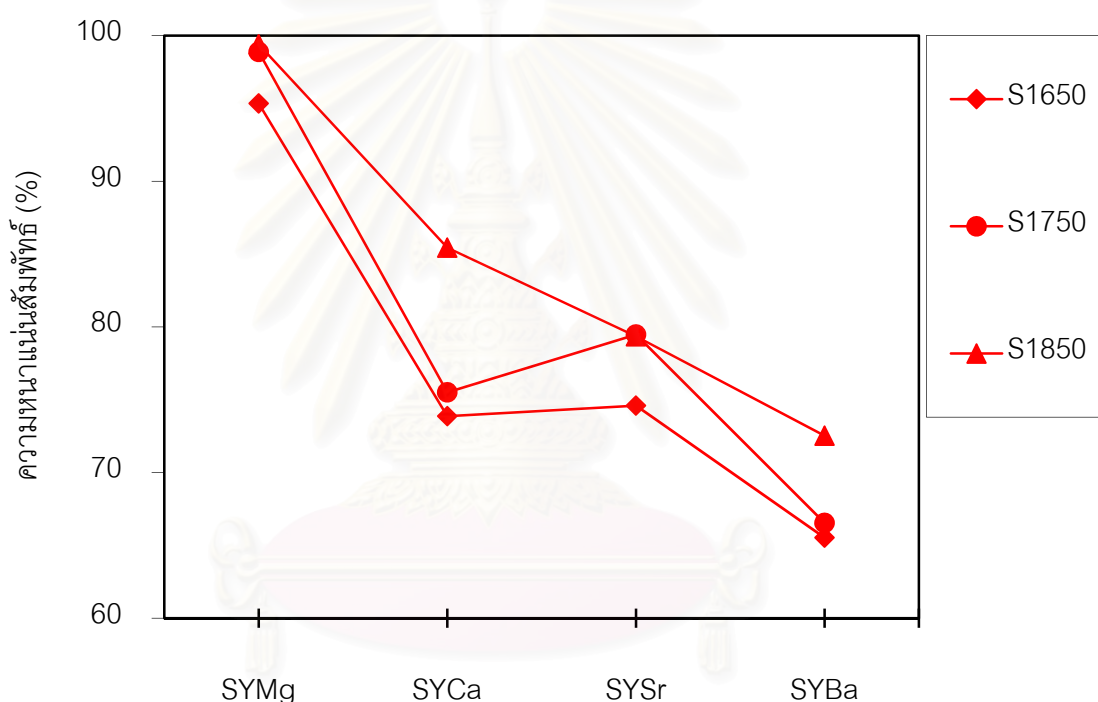
รูปที่ 4.4 ปริมาณออกซิเจนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบขั้นเดียว

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



#### 4.1.5 ความหนาแน่นของวัตุดิบ

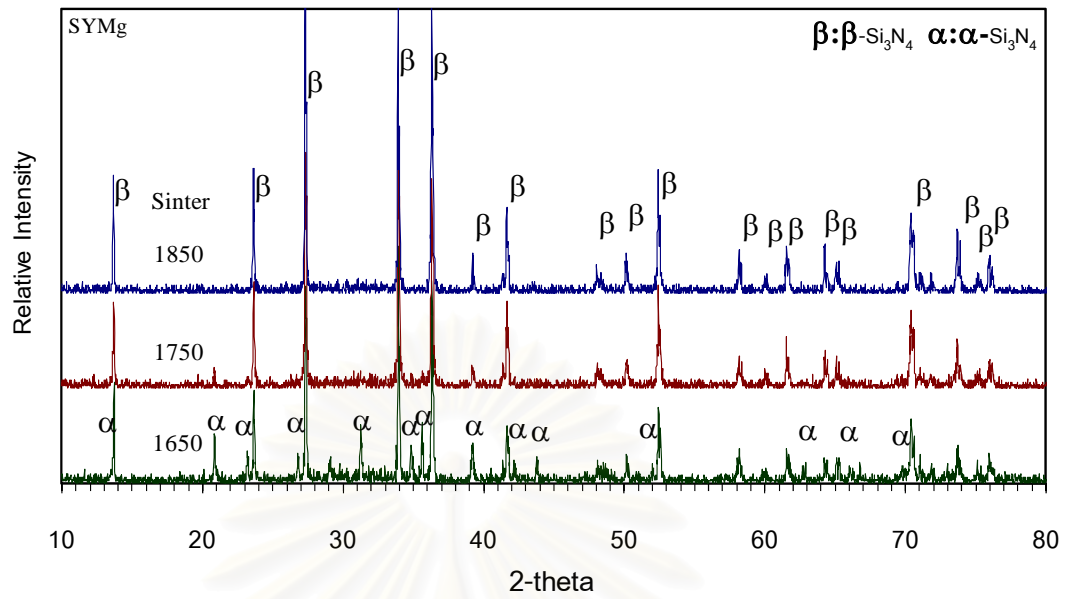
การทดสอบค่าความหนาแน่นพบว่า ในการเผาผนึกสูตร SYMg จะให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานในระดับใกล้เคียงกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ในขณะที่สูตร SYCa และ SYSr จะให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานของการเผาผนึก 75-85% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งต่างจากสูตร SYBa เพราะเมื่อเผาผนึกจะมีค่าความหนาแน่นของชิ้นงานต่ำกว่าตัวอื่นๆ ที่กล่าวมา ดังแสดงในตารางที่ 4.3 ซึ่งจากผลที่ได้ไปในทิศทางเดียวกับพฤติกรรมระหว่างเผาที่พบว่าสูตร SYMg มีการหดตัวมากกว่า ค่าความหนาแน่นจึงเพิ่มขึ้นเนื่องจากการเกิดเฟสของเหลวเป็นตัวร่วมในการเผาผนึก และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้น



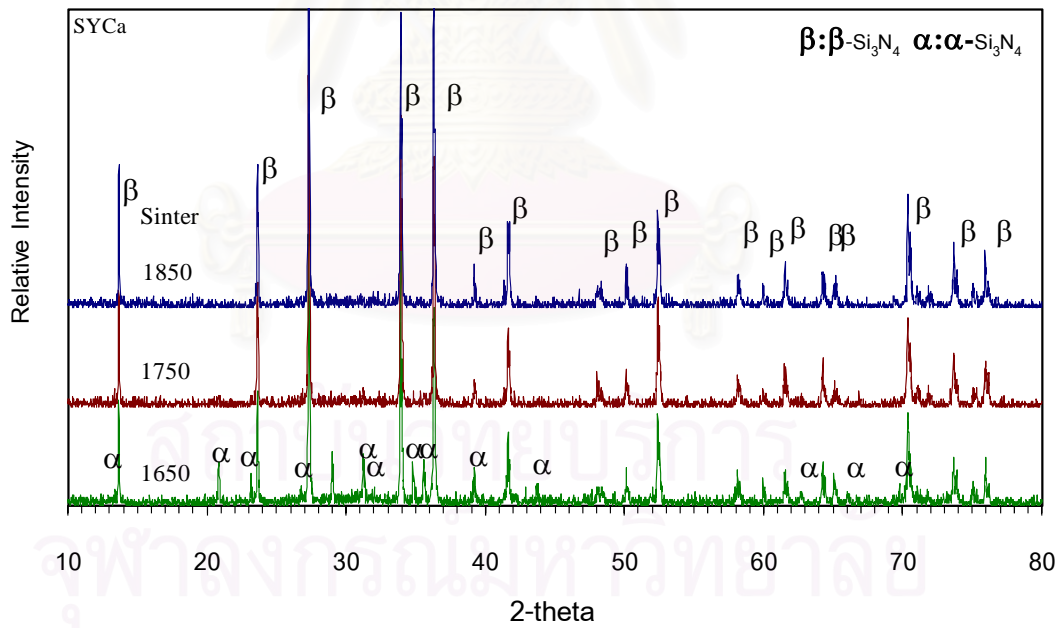
รูปที่ 4.5 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว

#### 4.1.6 ลักษณะโครงสร้างผลึก

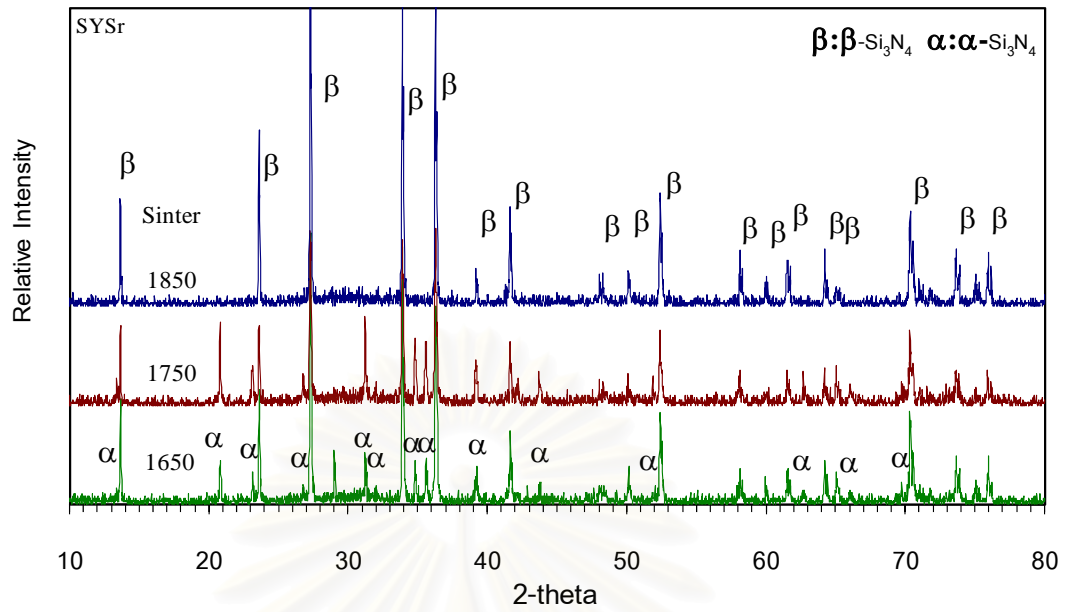
จากองค์ประกอบเฟสที่ได้ในสูตร SYMg และ SYCa พบว่าการเผาผนึกที่ 1650°C จะยังมีเฟสของแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์เหลืออยู่ และจะหมดไปเมื่อเผาผนึกที่ 1750°C ส่วนสูตร SYSr และ SYBa จะยังมีเฟสของแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์เหลืออยู่ที่ 1650°C และ 1750°C



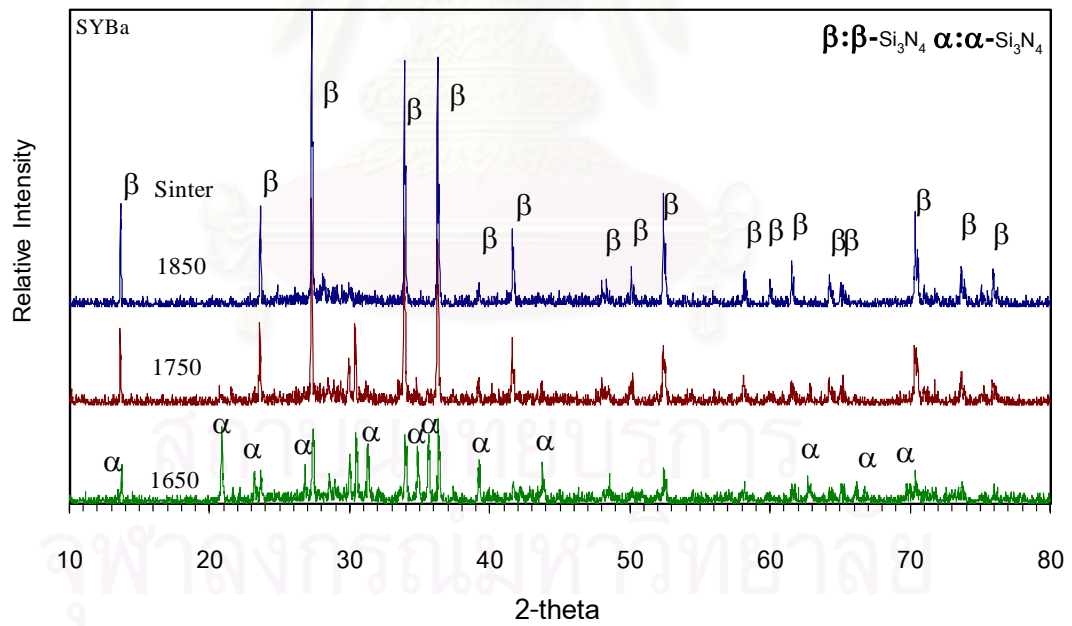
รูปที่ 4.6 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYMg ซึ่งผ่านการเผาแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.7 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYCa ซึ่งผ่านการเผาแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ



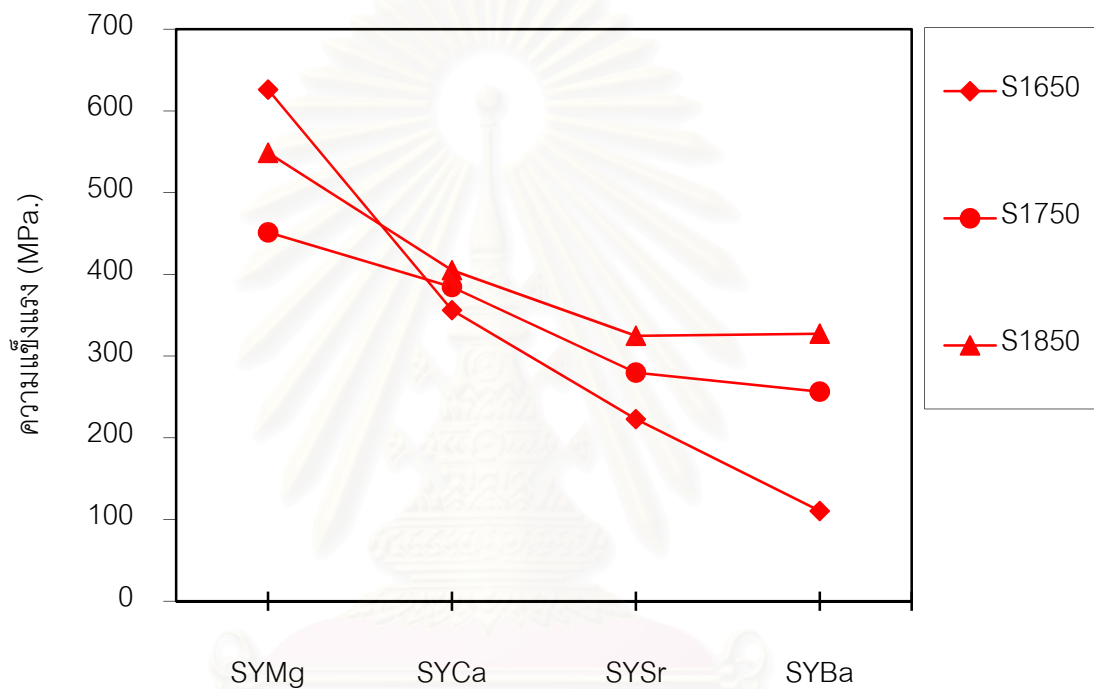
รูปที่ 4.8 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYSr ซึ่งผ่านการเผาแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.9 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYBa ซึ่งผ่านการเผาแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ

#### 4.1.7 ความแข็งแรง

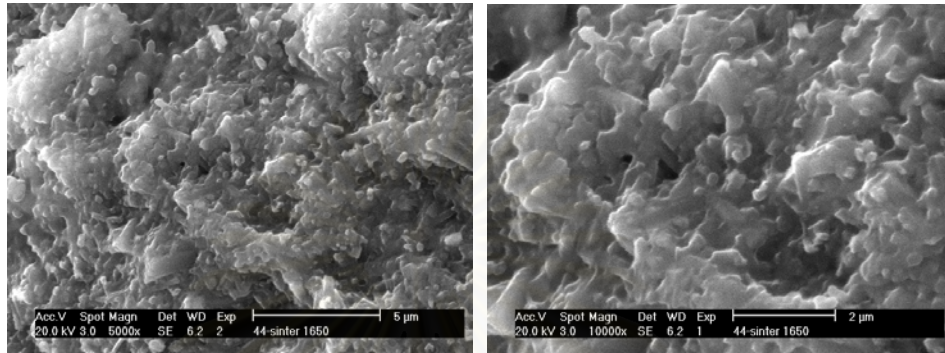
จากการทดสอบความแข็งแรงชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกจะมีความแข็งแรงสูงในสูตร SYMg และลดลงเป็น SYCa SYSr SYBa ตามลำดับ ซึ่งจากการที่สูตร SYMg มีค่าความแข็งแรงสูงที่การเผาผนึกที่ 1650°C เนื่องจากชิ้นงานยังมีความพรุนตัวอยู่เล็กน้อยโดยสังเกตจากภาพโครงสร้างจุลภาค และค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ได้ซึ่งรูพรุนนี้จะช่วยในการหยุดการโตของรอยแตกของชิ้นงานทำให้ต้องใช้แรงมากขึ้นในการหักชิ้นงาน



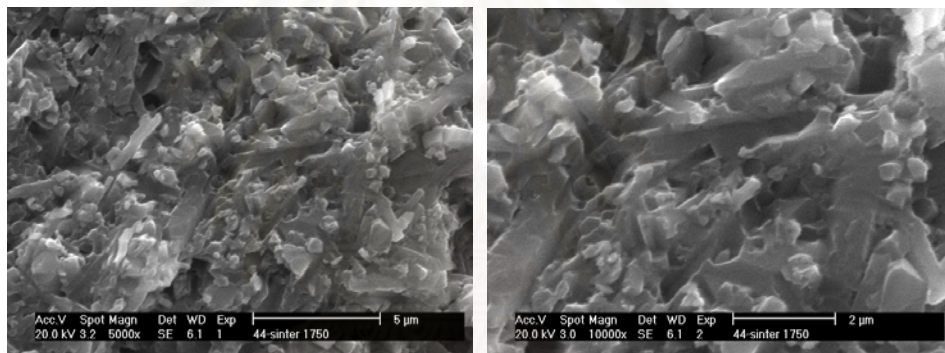
รูปที่ 4.10 ความแข็งแรงของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชั้นเดียว

#### 4.1.8 ลักษณะโครงสร้างจุลภาค

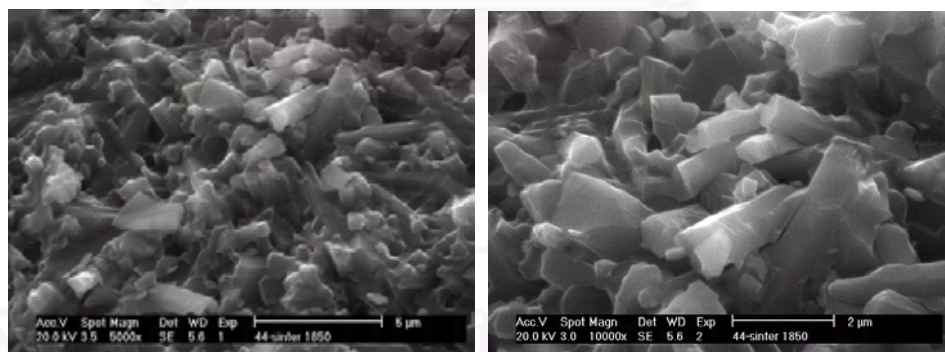
จากภาพโครงสร้างจุลภาคที่ได้พบว่าการเผาฉีกสูตร SYMg จะให้โครงสร้างที่หนาแน่นมากที่สุดซึ่งเป็นไปตามค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ได้ และสูตร SYBa ก็จะให้โครงสร้างที่หนาแน่นน้อยที่สุดเช่นกัน



1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



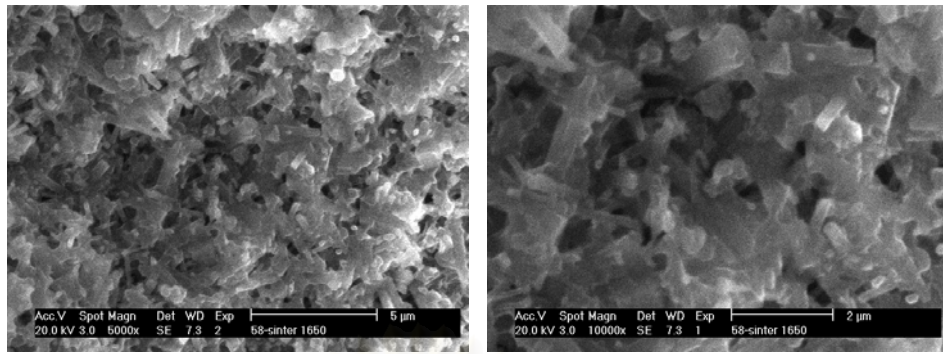
1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



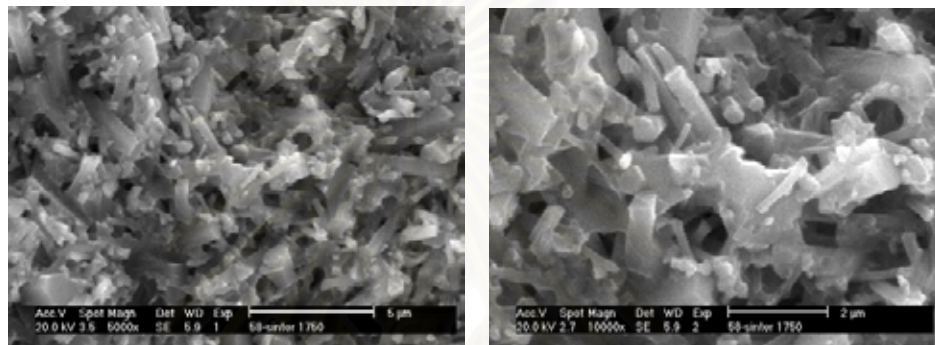
1850°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยใช้ผงฝังกลบ

รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYMg ที่เผาแบบชั้นเดียว  
(ซ้าย : กำลังขยาย 5000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 10000 เท่า)

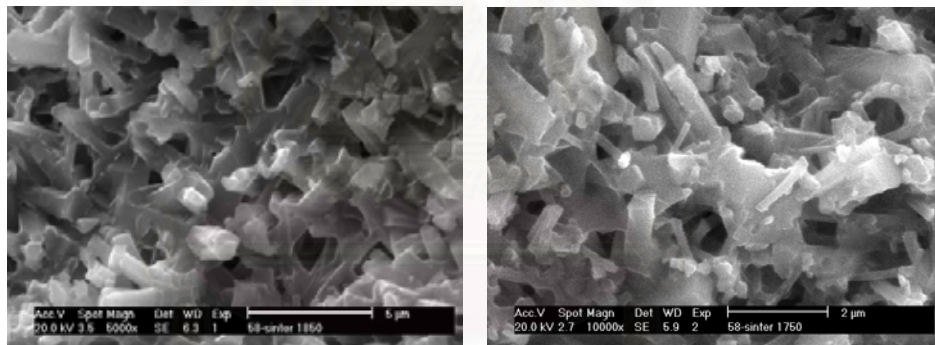




1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกอบ



1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกอบ



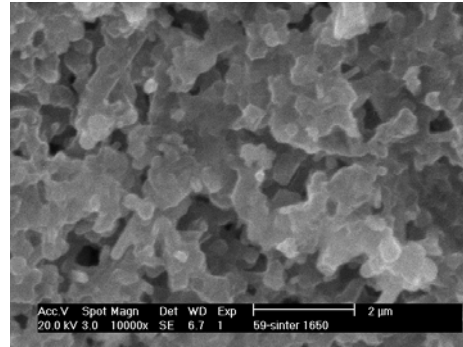
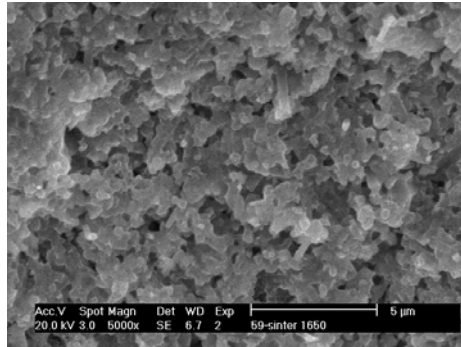
1850°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยใช้ผงฝังกอบ

รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYCa ที่เผาแบบชั้นเดียว

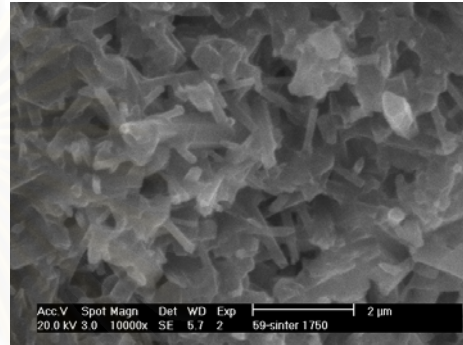
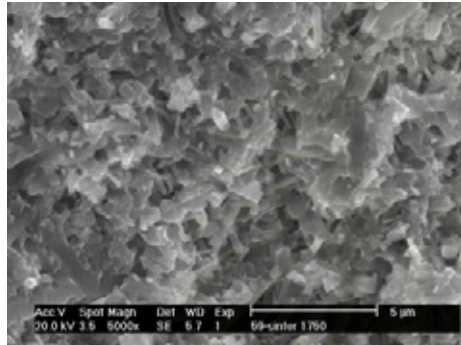
(ซ้าย : กำลังขยาย 5000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 10000 เท่า)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

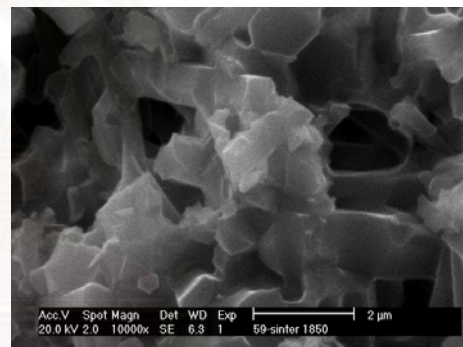
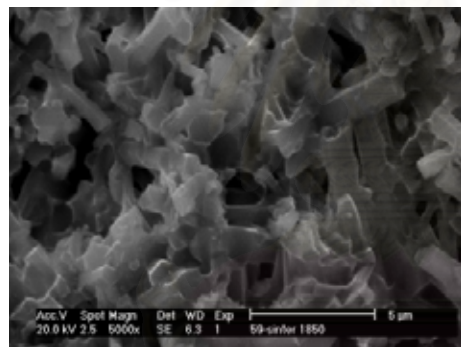




1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



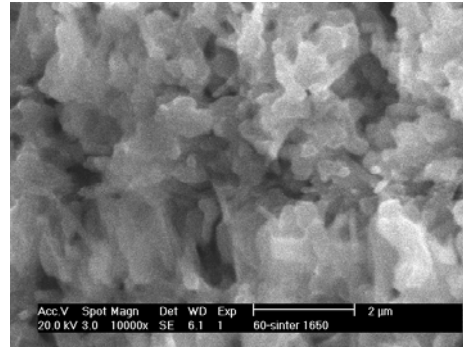
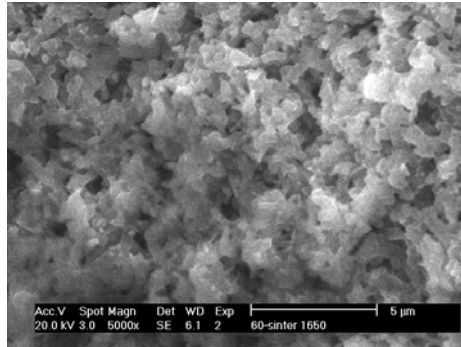
1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



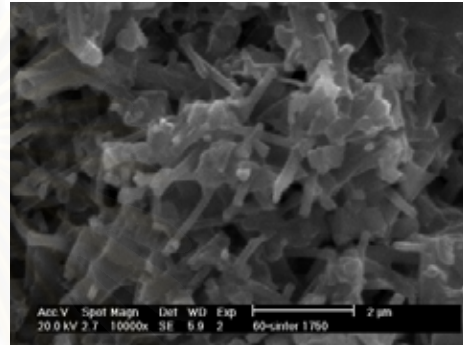
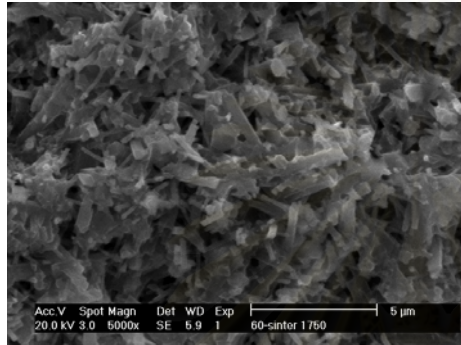
1850°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยใช้ผงฝังกลบ

รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYSr ที่เผาแบบชั้นเดียว  
(ซ้าย : กำลังขยาย 5000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 10000 เท่า)

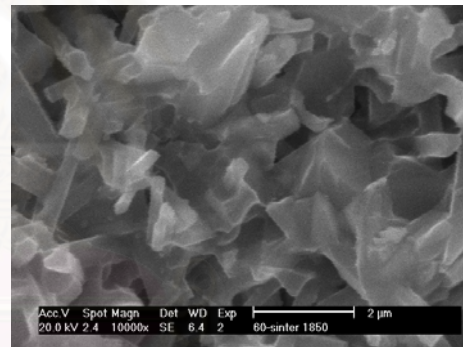
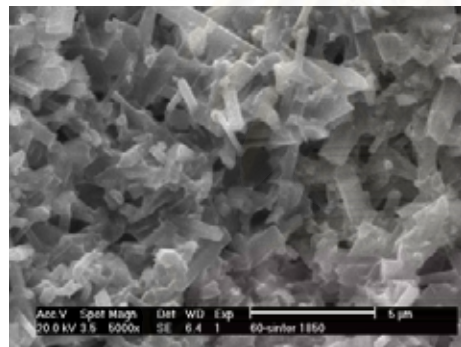
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



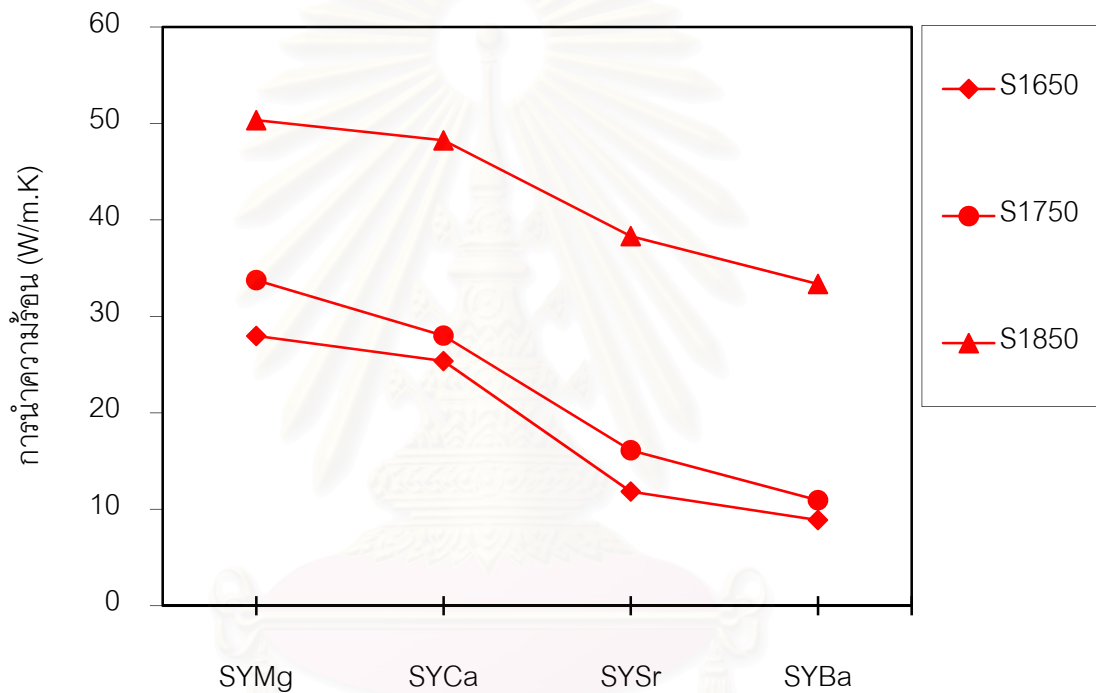
1850°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> โดยใช้ผงฝังกลบ

รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYBa ที่เผาแบบชั้นเดียว  
(ซ้าย : กำลังขยาย 5000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 10000 เท่า)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

#### 4.1.9 ค่าการนำความร้อน

จากการทดสอบค่าการนำความร้อนของชิ้นงานพบว่าเมื่อผ่านการเผาผืนึก ค่าการนำความร้อนลดลงจากสูตร SYMg SYCa SYSr และ SYBa ตามลำดับ และเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาผืนึก ซึ่งจากค่าความหนาแน่น และภาพโครงสร้างอนุภาคจะพบว่าการโตของเกรนและความพรุนตัวมีผลต่อค่าการนำความร้อน เนื่องจากเกรนที่เล็กและช่องว่างระหว่างเกรน ลดความสามารถในการส่งผ่านความร้อนลง



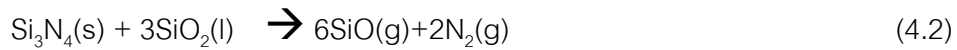
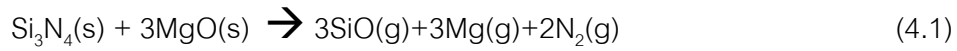
รูปที่ 4.15 การนำความร้อนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบชิ้นเดียว

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

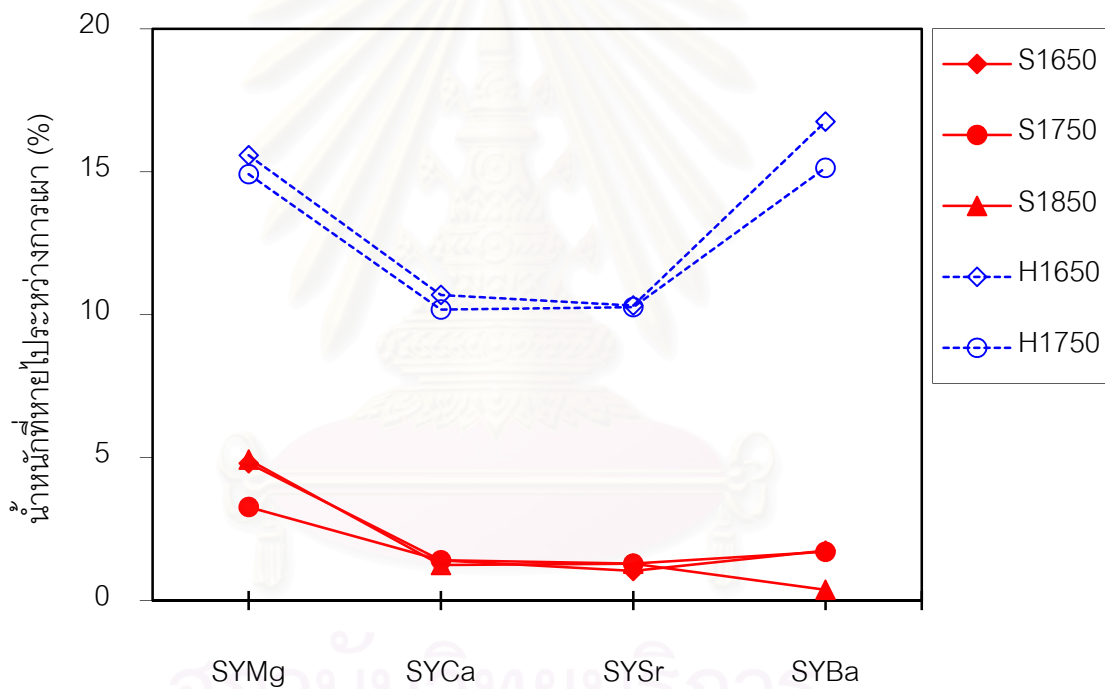
## 4.2 การเผาแบบสองชั้น

### 4.2.1 น้ำหนักที่หายไปขณะเผาฉนวน

เมื่อนำไปผ่านการเผาแบบสองชั้นพบว่าในสูตร SYMg SYCa และ SYSr จะมีการหายไปของน้ำหนักเพิ่มขึ้นเท่าๆ กัน ซึ่งมวลที่หายไปนี้เกิดจากปฏิกิริยาดังสมการ



ขณะที่สูตร SYBa มีการหายไปของน้ำหนักมากกว่า 3 สูตรก่อนหน้านี้นี้ ซึ่งนอกจากสมการทั้ง 2 ข้างต้นแล้วยังมีการสลายตัวของซิลิคอนไนไตรด์อีกด้วย จึงทำให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ได้มีค่าต่ำกว่าสูตรอื่นๆ



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงน้ำหนักที่หายไประหว่างเผาของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น

ตารางที่ 4.4 น้ำหนักที่หายไปหลังเผา ความหนาแน่น ค่าการนำความร้อน ปริมาณออกซิเจน และความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผาแบบสองชั้น

อุณหภูมิ (°C)	สูตร	น้ำหนักที่ หายไป (%)	ความ หนาแน่น ของชิ้นงาน (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น ทางทฤษฎี (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (g/cm <sup>3</sup> )	ความจุ ความร้อน จำเพาะ (J/g·K)	การ กระจาย ความร้อน (cm <sup>2</sup> /sec)	การนำ ความร้อน (W/m·K)	ปริมาณ ออกซิเจน (%)	ความ แข็งแรง (MPa)
H1650	SYMg	15.58	3.18	3.27	97.12	0.698	0.364	80.8	8.8	483
	SYCa	10.69	3.23	3.29	98.04	0.697	0.368	82.7	11.5	834
	SYSr	10.32	3.28	3.39	96.71	0.672	0.330	72.8	12.5	709
	SYBa	16.76	2.78	3.58	77.63	0.640	0.217	38.6	3.2	439
H1750	SYMg	14.92	3.21	3.27	98.19	0.698	0.358	80.4	11.5	294
	SYCa	10.18	3.23	3.29	98.34	0.697	0.377	84.9	10.4	428
	SYSr	10.27	3.29	3.39	96.94	0.672	0.333	73.6	12.6	737
	SYBa	15.14	2.91	3.56	81.75	0.642	0.218	40.6	5.1	283

H1650 = เผาแบบสองชั้นที่ 1650°C 0.1MPa.-N<sub>2</sub> 2 ชั่วโมง และ 1950°C 1.0MPa.-N<sub>2</sub> 8 ชั่วโมงโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ

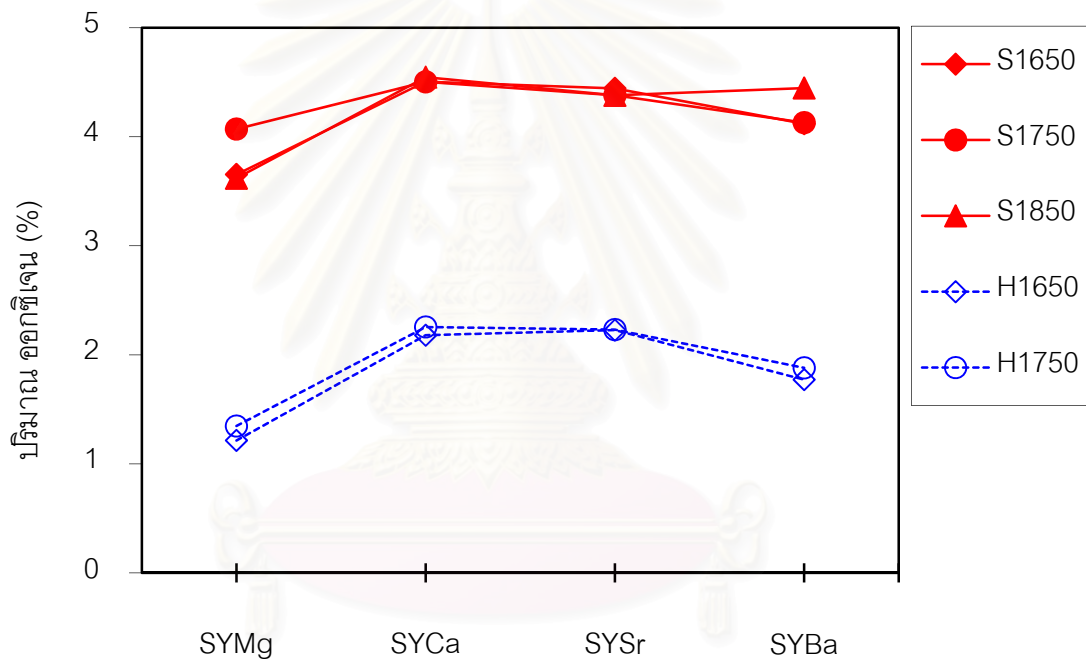
H1750 = เผาแบบสองชั้นที่ 1750°C 1.0MPa.-N<sub>2</sub> 2 ชั่วโมง และ 1950°C 1.0MPa.-N<sub>2</sub> 8 ชั่วโมงโดยไม่ใช้ผงฝังกลบ



#### 4.2.2 ปริมาณออกซิเจน

เมื่อวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนในชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบสองชั้นจะพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนังจะมีปริมาณออกซิเจนสูงกว่าชิ้นงานที่นำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน โดยมีปริมาณออกซิเจนมากที่สุดในสูตร SYCa SYSr SYBa และ SYMg ตามลำดับเช่นเดียวกับชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบชั้นเดียว

จากผลที่ได้จะเห็นว่าสูตร SYMg ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนัง จะมีปริมาณออกซิเจนน้อยที่สุด แต่ก็มีค่าน้ำหนักที่หายไปหลังการเผาผนังสูงที่สุดเช่นกัน เป็นไปได้ตามสมการที่ 4.1 และสมการที่ 4.2 ที่มีการสลายตัวของแก๊ส SiO และ MgO

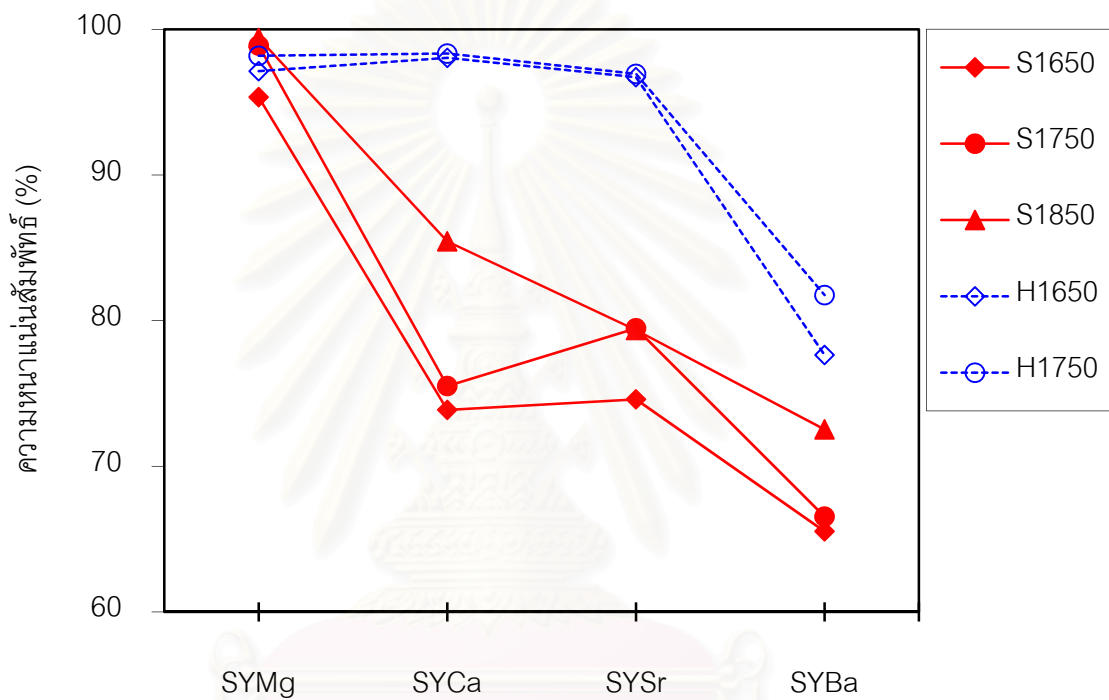


รูปที่ 4.17 ปริมาณออกซิเจนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น



#### 4.2.3 ความหนาแน่นของวัตุดิบ

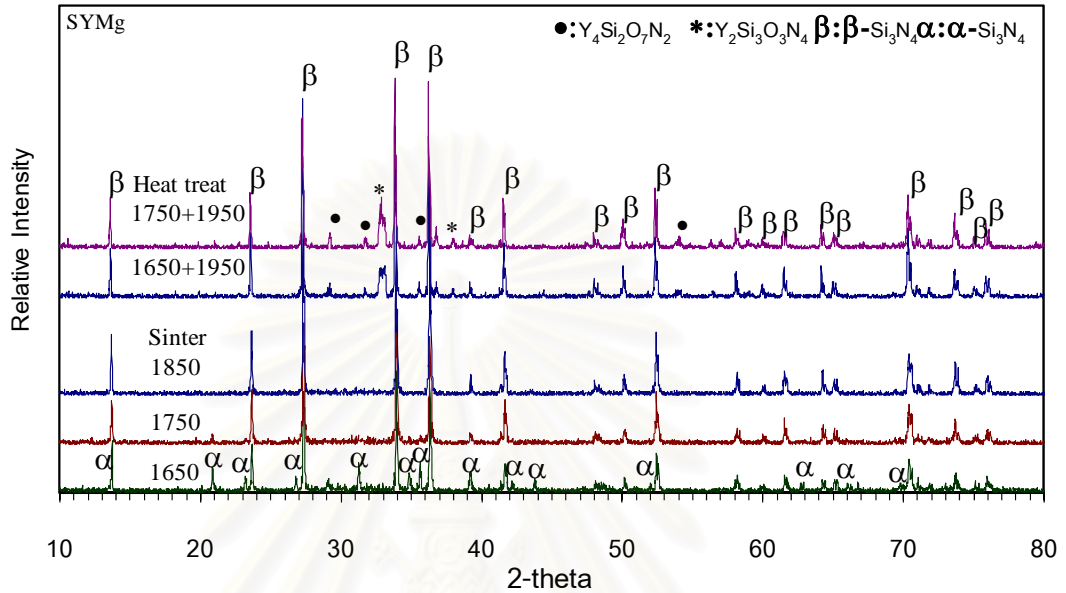
การทดสอบค่าความหนาแน่นพบว่า ในการเผาผนึกแบบสองชั้นของสูตร SYMg SYCa และ SYSr จะให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในระดับใกล้เคียงกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งต่างจากสูตร SYBa เพราะเมื่อเผาผนึกจะมีค่าความหนาแน่นของชิ้นงานต่ำกว่าตัวอื่นๆ ที่กล่าวมา ซึ่งจะได้ค่าความหนาแน่นประมาณ 80% ของความหนาแน่นทางทฤษฎีเท่านั้น ดังแสดงในตารางที่ 4.4



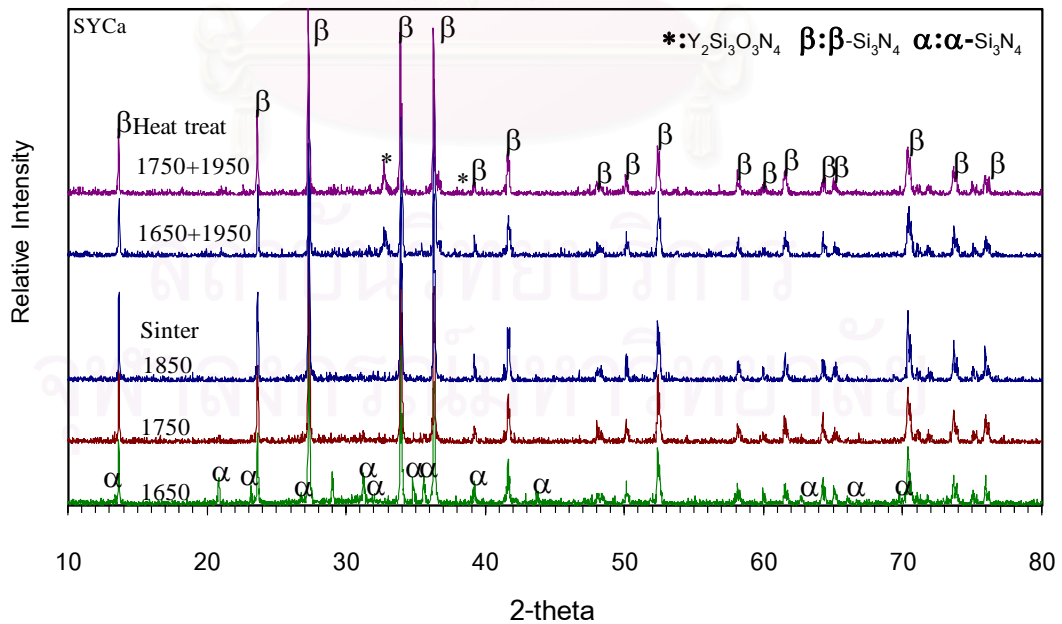
รูปที่ 4.18 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น

#### 4.2.4 ลักษณะโครงสร้างผลึก

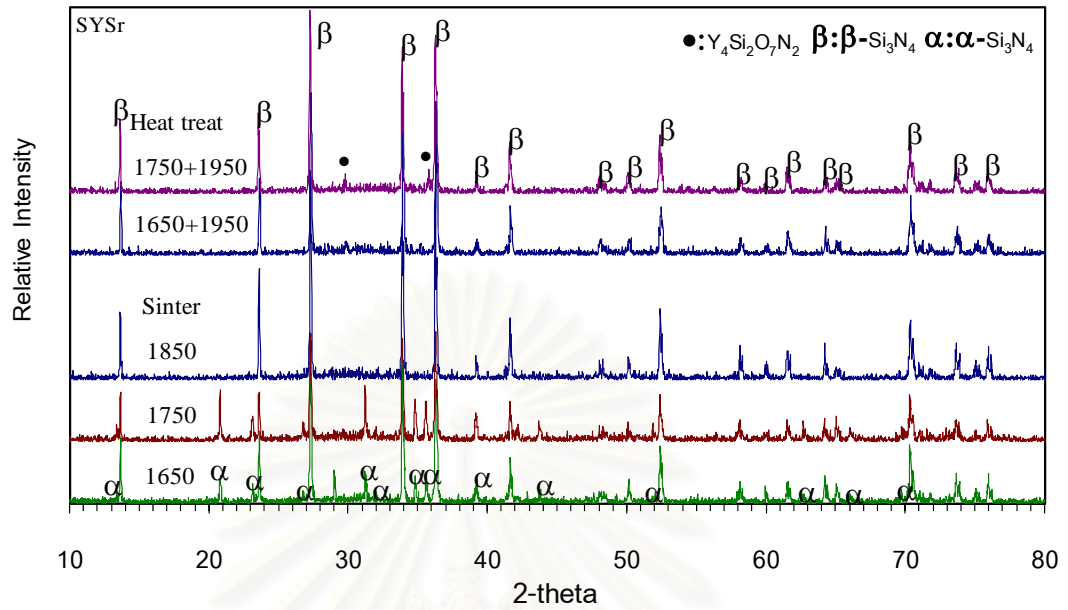
จากองค์ประกอบเฟสที่ได้ในสูตร SYMg SYCa SYSr และ SYBa พบว่าเมื่อนำไปผ่านการเผาแบบสองขั้นจะได้เฟสของบีตาซิลิคอนไนไตรด์เป็นเฟสหลัก



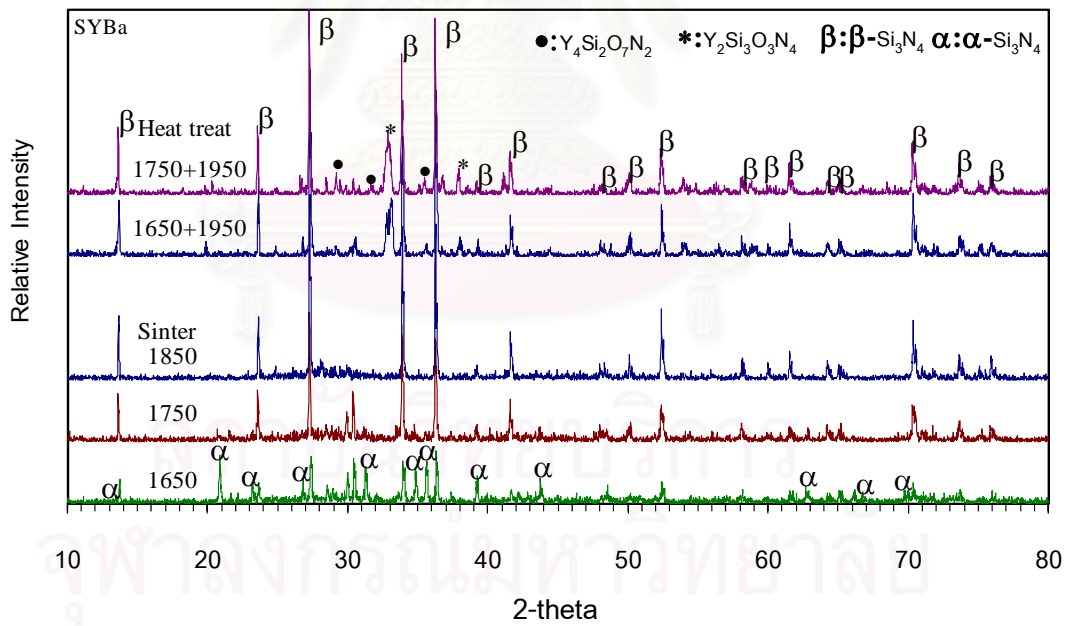
รูปที่ 4.19 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYMg ซึ่งผ่านการเผาแบบสองขั้นที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.20 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYCa ซึ่งผ่านการเผาแบบสองขั้นที่อุณหภูมิต่างๆ



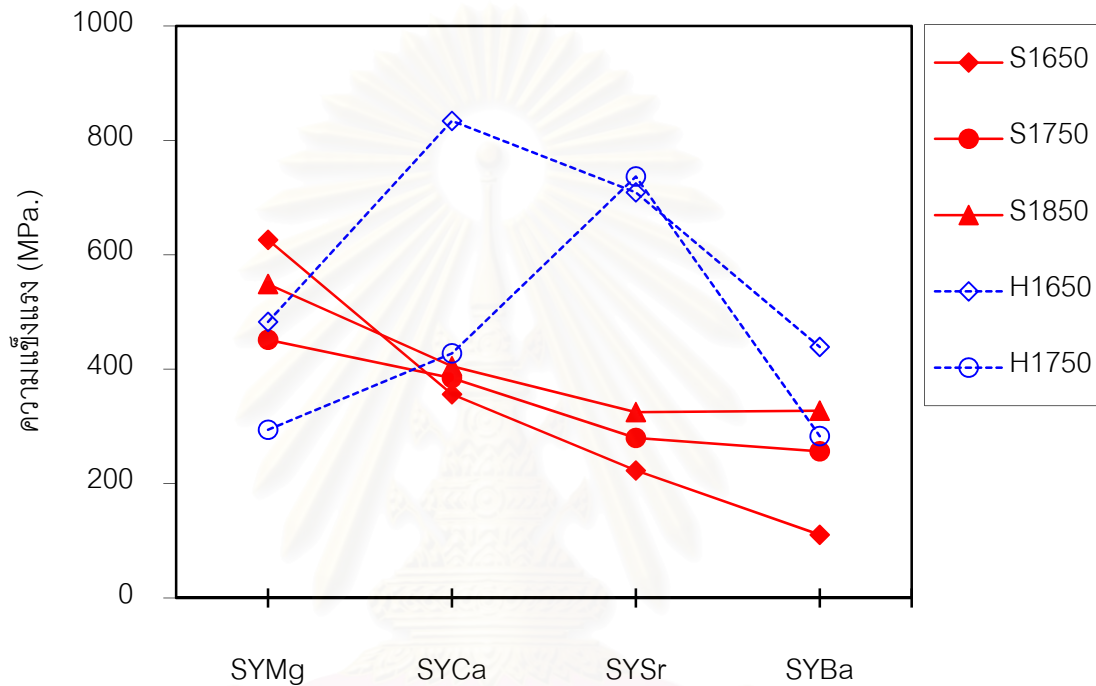
รูปที่ 4.21 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYSr ซึ่งผ่านการเผาแบบสองขั้นที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.22 ลักษณะองค์ประกอบเฟสของตัวอย่าง SYBa ซึ่งผ่านการเผาแบบสองขั้นที่อุณหภูมิต่างๆ

#### 4.2.5 ความแข็งแรง

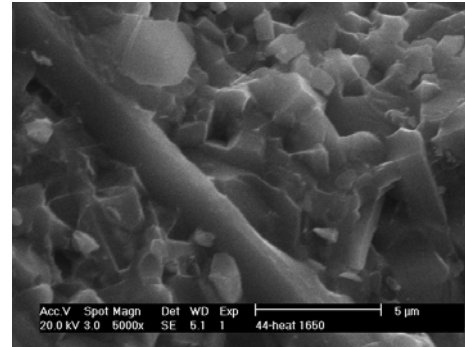
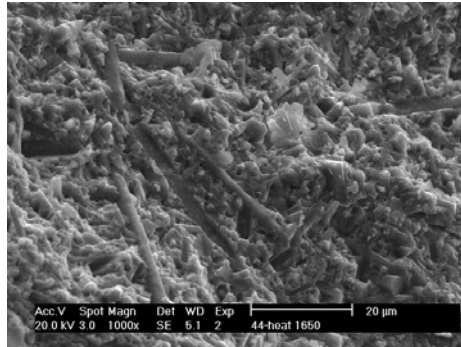
จากการทดสอบความแข็งแรงชิ้นงาน เมื่อนำไปผ่านการเผาแบบสองชั้น ความแข็งแรงของสูตร SYMg จะลดลง ส่วนสูตร SYCa ที่ผ่านการเผาผนึกที่ 1650°C จะมีค่าสูงขึ้นมาก แต่แบบที่ผ่านการเผาผนึกที่ 1750°C จะมีค่าใกล้เคียงเดิมที่ก่อนนำมาผ่านการเผาชั้นที่สอง สูตร SYSr จะมีค่าสูงขึ้นกว่าก่อนผ่านการเผาชั้นที่สอง ส่วนสูตร SYBa จะสูงขึ้นเพียงเล็กน้อย



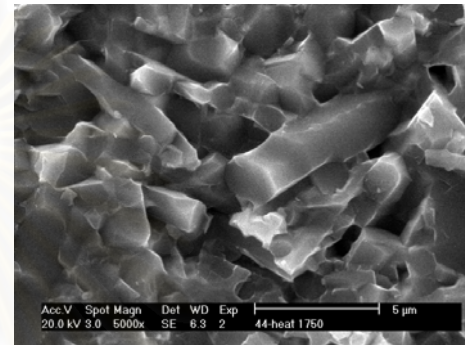
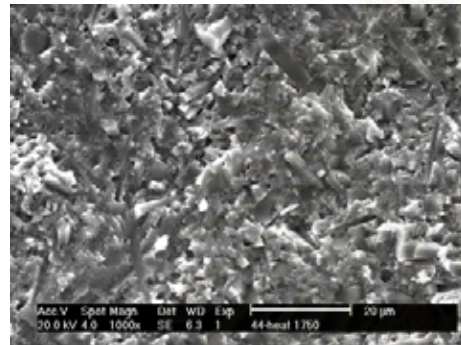
รูปที่ 4.23 ความแข็งแรงของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น

#### 4.2.6 ลักษณะโครงสร้างจุลภาค

จากภาพโครงสร้างจุลภาคที่ได้พบว่าในการเผาผนึกสูตร SYMg จะให้โครงสร้างที่หนาแน่นมากที่สุดซึ่งเป็นไปตามค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ได้ และสูตร SYBa ก็จะทำให้โครงสร้างที่หนาแน่นน้อยที่สุดเช่นกัน ขณะที่โครงสร้างของชิ้นงานที่ผ่านการเผาแบบสองชั้นจะมีการโตของเกรนเกิดขึ้นทำให้โครงสร้างที่ได้มีความหนาแน่นสูง ยกเว้นสูตร SYBa ที่ยังมีความพรุนตัวอยู่



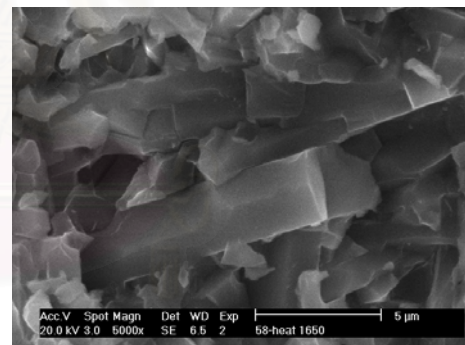
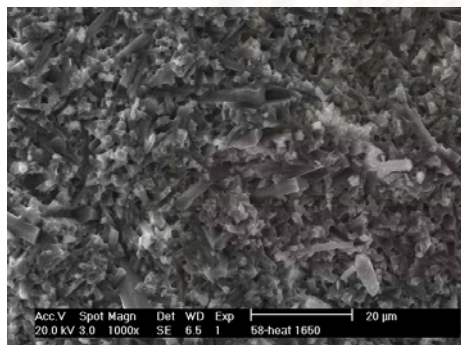
แผ่นฉีกที่ 1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> และแผ่นชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>



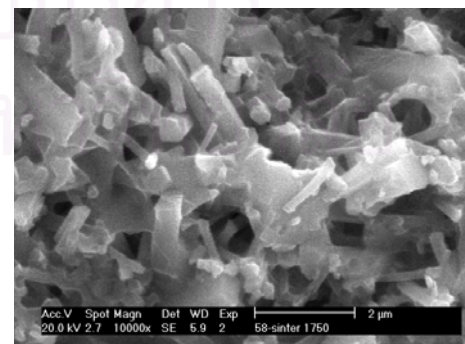
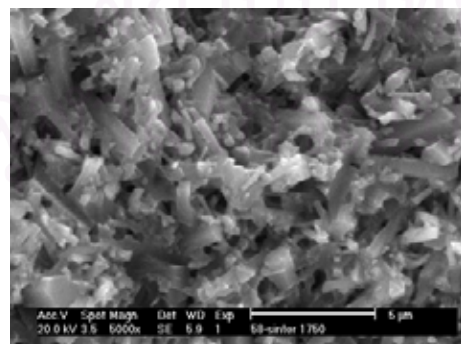
แผ่นฉีกที่ 1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> และแผ่นชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>

รูปที่ 4.24 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYMg ที่เผาแบบสองชั้น

(ซ้าย : กำลังขยาย 1000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 5000 เท่า)



แผ่นฉีกที่ 1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> และแผ่นชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>

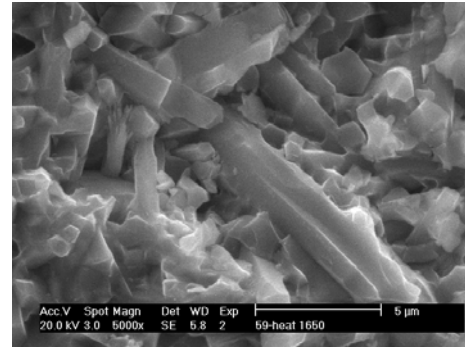
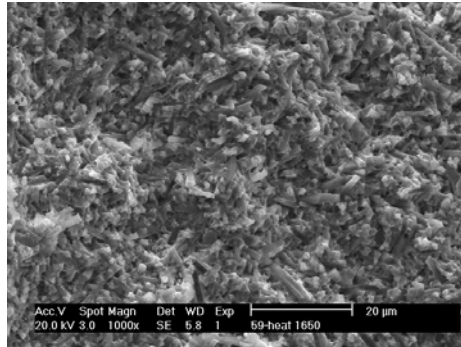


แผ่นฉีกที่ 1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> และแผ่นชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>

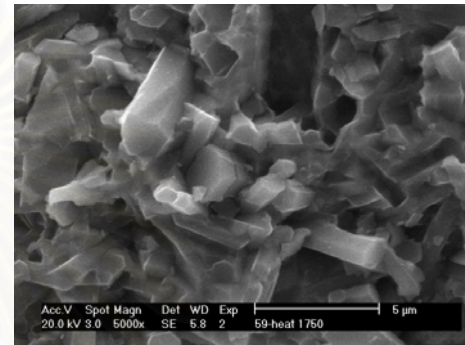
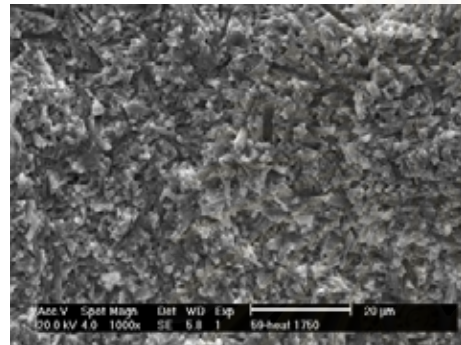
รูปที่ 4.25 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYCa ที่เผาแบบสองชั้น

(ซ้าย : กำลังขยาย 1000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 5000 เท่า)





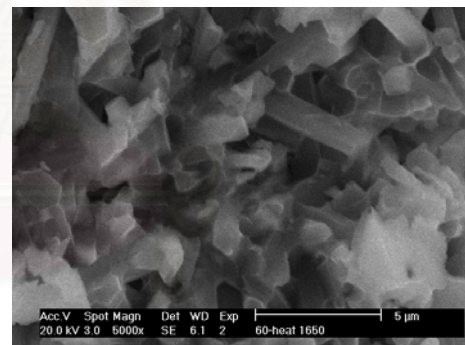
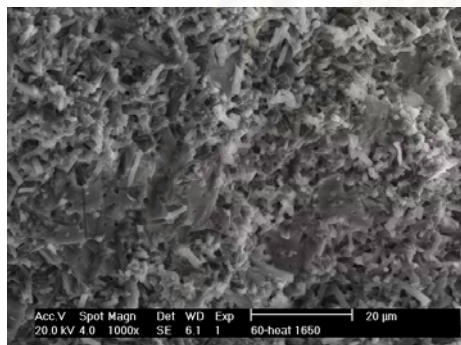
เผาผนึกที่ 1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> และเผาชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>



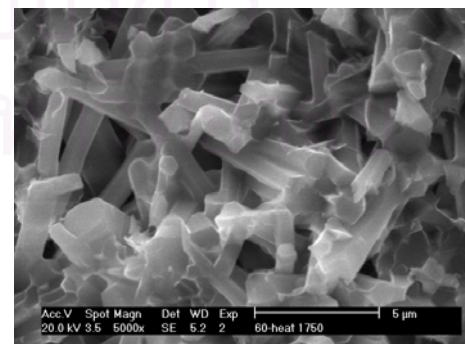
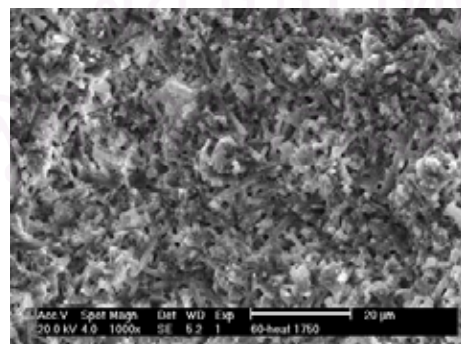
เผาผนึกที่ 1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> และเผาชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>

รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYSr ที่เผาแบบสองชั้น

(ซ้าย : กำลังขยาย 1000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 5000 เท่า)



เผาผนึกที่ 1650°C 0.1 MPa-N<sub>2</sub> และเผาชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>



เผาผนึกที่ 1750°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub> และเผาชั้นที่สองที่ 1950°C 1.0 MPa-N<sub>2</sub>

รูปที่ 4.27 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสูตร SYBa ที่เผาแบบสองชั้น

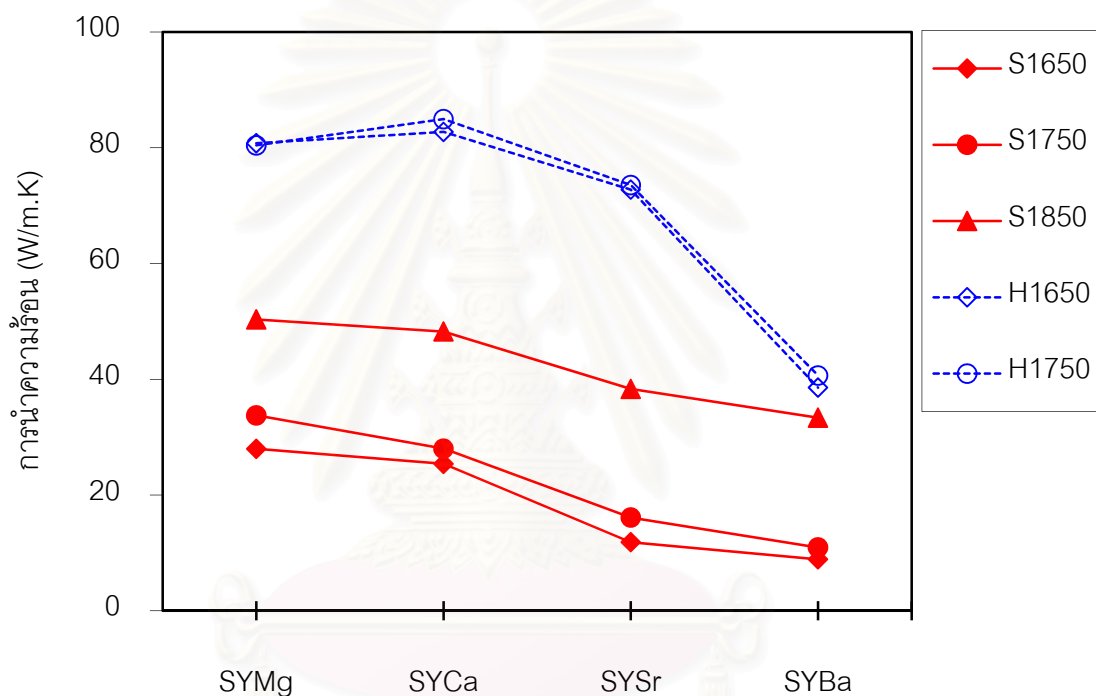
(ซ้าย : กำลังขยาย 1000 เท่า ขวา : กำลังขยาย 5000 เท่า)



#### 4.2.7 ค่าการนำความร้อน

จากการทดสอบค่าการนำความร้อนของชิ้นงานพบว่าเมื่อผ่านการเผาแบบสองชั้น ค่าการนำความร้อนสูงที่สุดคือสูตร SYCa จากนั้นก็ลดลงเป็นสูตร SYMg SYSr และ SYBa ตามลำดับ

ซึ่งจะพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาหนึ่ง ค่าการนำความร้อนใกล้เคียงกันในสูตร SYMg SYCa SYSr โดยที่สูตร SYCa มีค่าสูงสุด แต่สูตร SYBa มีค่าน้อยที่สุดซึ่งก็สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาณออกซิเจนและภาพแสดงโครงสร้างอนุภาค ที่มีความพรุนตัวสูงและเกรนมีขนาดเล็ก

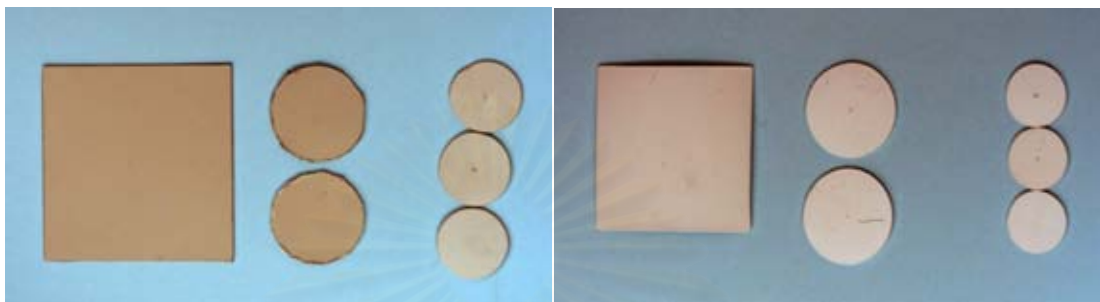


รูปที่ 4.28 การนำความร้อนของชิ้นงานสูตรต่างๆ ที่เผาแบบสองชั้น

#### 4.3 ลักษณะของแผ่นเทปที่เตรียมได้

จากผลการทดลองข้างต้นที่พบว่า แมกนีเซียม และแคลเซียม มีแนวโน้มที่จะเหมาะสมในการใช้เป็นตัวเติมในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ ที่มีความหนาแน่นสูง ความแข็งแรงสูง และค่าการนำความร้อนสูง จึงเลือกเพียงแมกนีเซียม และแคลเซียม มาทำการทดลองขึ้นรูปแบบเทป และจากการทดลองทำเทปโดยการเติมพอลิไวนิลบิวทิลอะครีเลต 7.5 โดยมวล และ พอลิเอทิลีนไกลคอล 7.5 โดยมวล จะสามารถขึ้นรูปเทปเป็นแผ่นบางที่มีความหนาประมาณ 0.8 มิลลิเมตร ที่ไม่แตกร้าว ดังแสดงในรูปที่ 4.29

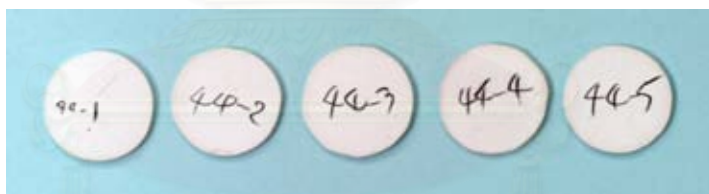
เมื่อเผาไล่สารอินทรีย์ที่เป็นตัวยึดเกาะออกแล้วจะให้ความแข็งแรงต่ำ ยากต่อการหยิบจับ และเมื่อนำไปเผาผืนที่ 1650 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.30 จะให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ร้อยละ 83 สำหรับสูตร SYMg และร้อยละ 57 สำหรับสูตร SYCa ซึ่งยังไม่เหมาะสมในการใช้งาน และควรมีการพัฒนาในลำดับต่อไป



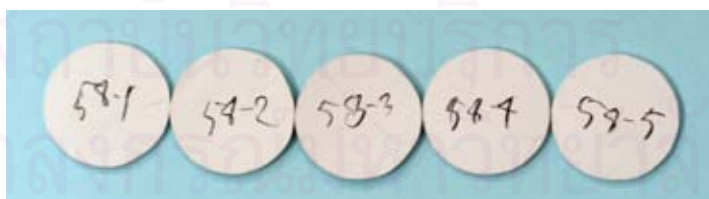
ก. ตัวอย่างที่ได้จากการทำเทป

ข. ตัวอย่างหลังจากทำการเผาผืน

รูปที่ 4.29 ลักษณะของเทปที่เตรียมได้



ก. ตัวอย่างชิ้นงานเทปที่เตรียมได้จากสูตร SYMg



ข. ตัวอย่างชิ้นงานเทปที่เตรียมได้จากสูตร SYCa

รูปที่ 4.30 ลักษณะของชิ้นงานเทปที่เตรียมได้

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 การเผาแบบชั้นเดียว

1. ในการเผาแบบชั้นเดียว ตัวเติมแอลคาไลน์เอิร์ท ที่มีสมบัติในการช่วยการเผาผนึกมากที่สุด คือ มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด ความแข็งแรงสูงที่สุด และค่าการนำความร้อนสูงสุด ได้แก่ แมกนีเซียม รองลงมาเป็น แคลเซียม สทรอนเทียม และแบเรียมตามลำดับ

2. แม้ว่าแอลคาไลน์เอิร์ทตัวอื่นๆ จะมีคุณสมบัติการเกิดเฟสของเหลวที่ต่ำกว่าแมกนีเซียมก็ตาม แต่ก็พบว่าไม่มีส่วนช่วยในการเผาผนึก

3. เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึก จะพบว่าโดยทั่วไปการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส จะให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ความแข็งแรง และค่าการนำความร้อน สูงกว่าที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส และ 1650 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แต่ก็มีค่าใช้จ่ายสูงในการใช้ผงฝังกลบ และอุณหภูมิการเผาผนึกที่สูงขึ้น

#### 5.2 การเผาแบบสองชั้น

1. ในการเผาแบบสองชั้น ตัวเติมแอลคาไลน์เอิร์ท ที่มีสมบัติในการช่วยการเผาผนึกมากที่สุด ได้แก่ แคลเซียม โดยให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด ความแข็งแรงสูงที่สุด และค่าการนำความร้อนสูงสุด โดยเผาชั้นแรกที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 0.1 เมกะปาสคาล ไม่ใช้ผงฝังกลบ และเผาชั้นที่สองที่ 1950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 1.0 เมกะปาสคาล

2. ตัวเติมแมกนีเซียมให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ และค่าการนำความร้อน ใกล้เคียงกับแคลเซียมแต่ค่าความแข็งแรงต่ำกว่า ส่วนสทรอนเทียม และแบเรียม ไม่เหมาะที่จะใช้เป็นตัวเติม

3. เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกชั้นแรก แล้วตามด้วยการเผาอีกครั้งที่ 1950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 1.0 เมกะปาสคาล จะพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ และค่าการนำความร้อนนั้น ไม่มีความแตกต่างกันมากนัก ขณะที่การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส จะให้ค่าความแข็งแรงที่สูงกว่า 1750 องศาเซลเซียส อาจเนื่องจากการโตขึ้นของขนาดเกรน

### 5.3 การขึ้นรูปแบบเทป

1. จากการทดลองทำเทปโดยการเติมพอลิไวนิลบิวทิลอล ร้อยละ 7.5 โดยมวล และ พอลิเอทิลีนไกลคอล ร้อยละ 7.5 โดยมวล จะสามารถขึ้นรูปแบบเป็นแผ่นบางที่มีความหนาประมาณ 0.8 มิลลิเมตร โดยที่ไม่แตกง่าย
2. เมื่อไปเผาไล่สารอินทรีย์ที่เป็นตัวยึดเกาะออกแล้ว พบว่าจะให้ความแข็งแรงต่ำ ยากต่อการหยิบจับ
3. เมื่อนำไปเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส จะให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ ร้อยละ 83 สำหรับสูตร SYMg และร้อยละ 57 สำหรับสูตร SYCa ซึ่งยังไม่เหมาะสมในการใช้งาน และควรมีการพัฒนาในลำดับต่อไป

### 5.4 สรุปผลการทดลอง

1. ในการเผาแบบชั้นเดียว แมกนีเซียมจะเป็นตัวเติมที่ให้ค่าความหนาแน่นสูงที่สุด คือ 3.09 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อเผาที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 0.1 เมกะปาสคาล และไม่ใช้ผงฝังกลบ โดยมีค่าความแข็งแรงมากที่สุดคือ 626 เมกะปาสคาล แต่จะมีค่าการนำความร้อนค่อนข้างต่ำคือ 28 วัตต์ต่อเมตรเคลวิน
2. ในการเผาแบบสองชั้น แมกนีเซียมและแคลเซียมจะเป็นตัวเติมที่ให้ค่าความหนาแน่นสูง คือ 3.18 และ 3.23 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าการนำความร้อนสูง คือ 81 และ 83 วัตต์ต่อเมตรเคลวิน ตามลำดับ เมื่อเผาสองชั้น โดยเผาชั้นแรกที่ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 0.1 เมกะปาสคาล และไม่ใช้ผงฝังกลบ และเผาชั้นที่สองที่ 1950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศไนโตรเจน 1.0 เมกะปาสคาล แต่แคลเซียมจะให้ค่าความแข็งแรงที่มากกว่าคือ 834 เมกะปาสคาล
3. สหกรอนเทียและแบเรียมไม่เหมาะที่จะนำมาเป็นตัวเติมในการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรด์ แม้จะมีแนวโน้มที่จะช่วยให้เกิดเฟสของเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่าแมกนีเซียมและแคลเซียมก็ตาม เนื่องจากได้ค่าความหนาแน่นที่ต่ำ ซึ่งอาจมีผลมาจากแรงตึงผิวของเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นขณะทำการเผาผนึกที่ไม่เหมาะสม
4. แมกนีเซียมเป็นแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์เพียงชนิดเดียว ที่ช่วยในกระบวนการเผาผนึกของเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์แบบเทปให้ได้ค่าความหนาแน่นสูง แต่ก็ได้ค่าความหนาแน่นเพียงร้อยละ 83 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี

## 5.5 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถทำการพัฒนาและปรับปรุงดังนี้

1. ศึกษาการใช้ตัวเต็มร่วมกันของแมกนีเซียม และแคลเซียม เป็นตัวเต็มซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิการเกิดเฟสของเหลวลง และยังคงเป็นตัวช่วยในการเผาผลาญ
2. ศึกษาการเติมสารช่วยยึดเกาะและสารช่วยการไหลให้เหมาะสมกับแต่ละตัวเต็มและสะดวกในการใช้งาน



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## รายการอ้างอิง

- (1) MA, J., HNG, H. H. High thermal conductivity ceramic layered system substrates for microelectronic applications. J. Mater. Sci. 14 (2002): 461-464.
- (2) Wasanapiarnpong, T., Wada, S., Imai, M., Yano, T. Effect of post-sintering heat-treatment on thermal conductivity of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics containing different additives. J. Ceram. Soc. Japan. 113 (2005): 387-392.
- (3) Ziegler, G., Heinrich, J., Wotting, G. Relationships between processing, microstructure and properties of dense and reaction-bonded silicon nitride. J. Mater.Sci 22 (1987): 3041-3086.
- (4) Wasanapiarnpong, T. Thermal Conductivity Improvement in Silicon Nitride Ceramics by Heat-Treatment. Doctoral dissertation, Metallurgy and Ceramics Science, Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2006.
- (5) Saito, S. Fine Ceramics. New York: Elsevier, 1988.
- (6) Riley, F. L. Silicon nitride and related materials. J. Am. Ceram. Soc. 83 (2000): 245-265.
- (7) Chiang, Y.-M., Birnie, D. P., Kingery, W. D. Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering. Materials Science and Engineering. Wiley, John & Sons, 1996.
- (8) Zerr, A., Miehe, G., Serghiou, G., Schwarz, M., Kroke, E., Riedel, R., Fue, H., Kroll, P., Boehler, R. Synthesis of cubic silicon nitride. Nature 400 (1999): 340-342.
- (9) Sarin, V. K. On the  $\alpha$ -to- $\beta$  Phase Transformation in Silicon Nitride. Mater. Sci. Eng. A105/106 (1988): 151-159.
- (10) Watari, K., Hirao, K., Brito, M. E., Toriyama, M., Ishizaki, K. Factors to Enhance Thermal Conductivity of  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  Ceramics (Review). AZojomo 2 (2006):
- (11) Wasanapiarnpong, T., Wada, S., Imai, M., Yano, T. Lower temperature pressureless sintering of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics using  $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  additives without packing powder. J. Ceram. Soc. Japan. 114 (2006): 733-738.



- (12) Hallstedt, B. Thermodynamic assessment of the system  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$  J. Am. Ceram. Soc. 75 (1992): 1497-1507.
- (13) Weimer, A. W. Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing. London: Chapman & Hall, 1997.
- (14) Mchale, A. E. Phase diagrams for ceramists. Westerville, Ohio: The American Ceramic Society, 1994.
- (15) Noguchi, T., Mizuno, M., Conn, W. M. High-temperature phase relations in the  $\text{ZrO}_2$ -rich region are uncertain. Sol. Energy 11 (1967): 145-152.
- (16) Roth, R. S., Dennis, J. R., McMurdie, H. F. Phase diagrams for ceramists. Westerville, Ohio: The American Ceramic Society, 1987.
- (17) Carruthers, J. R., Grasso, M. Phase equilibria relations in the ternary system  $\text{BaO-SrO-Nb}_2\text{O}_5$ . J. Electrochem. Soc. 117 (1970): 1426-1430.
- (18) J. M. Fields, J., Dear, P. S., J. J. Brown, J. Phase equilibria in the system  $\text{BaO-SrO-SiO}_2$ . J. Am. Ceram. Soc. 55 (1972): 585-588.
- (19) Costa, G. A., Ferretti, M., Franceschi, E. A., Olcese, G. L. Thermal analysis in the  $\text{M-Ba-Cu-O}$  systems ( $\text{M} = \text{Y, La, Pr}$ ) in relation to high  $T_c$  superconductors Thermochem. Acta 133 (1988): 17-22.
- (20) Huntelaar, M. E., Cordfunke, E. H. P. The ternary system  $\text{BaSiO}_3\text{-SrSiO}_3\text{-SiO}_2$ . J. Nucl. Mater. 201 (1993): 250-253.
- (21) Du, Y., Jin, Z. P. Thermodynamic assessment of the  $\text{YO}_{1.5}\text{-MgO}$  system J. Alloys Compd. 176 (1991): L1-L4.
- (22) Kuang, S., Hoffmann, M. J., Lukas, H. L., Petzow, G. Experimental study and thermodynamic calculations of the  $\text{MgO-Y}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ . Key. Eng. Mat. 89-91 (1994): 399-404.
- (23) Jin, Z. P., Du, Y. Thermodynamic Calculation of the  $\text{ZrO, YO, CaO}$ . Phase Diagram. CALPHAD: Comput. Coupling Phase Diagrams Thermochem. 16 (1992): 355-362.
- (24) Tresvyatskii, S. G., Lopato, L. M., Kushchevskii, A. E., Shevchenko, A. V. Phase diagrams of the systems  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-SrO}$  and  $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-SrO}$ . Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater. 7 (1971): 1808-1811.

- (25) Lopato, L. M., Maister, I. M., Shevchenko, A. V. Physicochemical reactions of dysprosium, yttrium, and ytterbium oxides with barium oxide. Izv. Akad. Nauk SSSR. Neorg. Mater. 8 (1972): 861-864.
- (26) Harris, J. H. Sintered Aluminum Nitride Ceramics for High-Power Electronic Applications. JOM 50 (1998): 56-60.
- (27) Furuya, K., Munakata, F., Matsuo, K., Akimune, Y., Ye, J., Okada, A. Microstructural control of  $\beta$ -silicon nitride ceramics to improve thermal conductivity. J. Therm. Anal. Cal. 69 (2002): 873-879.
- (28) Watari, K., Brito, M. E., Toriyama, M., Ishizaki, K., Cao, S., Mori, K. Thermal conductivity of  $Y_2O_3$ -doped  $Si_3N_4$  ceramic at 4 to 1000 K. J. Mater. Sci. Lett. 18 (1999): 865-867.
- (29) Lin, Y., Ning, X.-S., Zhou, H., Chen, K., Peng, R., Xu, W. Study on the thermal conductivity of silicon nitride ceramics with magnesia and yttria as sintering additives. Mater. Lett. 57 (2002): 15-19.
- (30) Xu, W., Ning, X., Zhou, H., Lin, Y. Study on the thermal conductivity and microstructure of silicon nitride used for power electronic substrate. Mater. Sci. Eng. B. 99 (2003): 475-478.
- (31) Matovic, B., Rixecker, G., Golczewski, J., Aldinger, F. Thermal Conductivity of Pressureless Sintered Silicon Nitride Materials with  $LiYO_2$  Additive. Science of Sintering 36 (2004): 3-9.
- (32) Wasanapiarnpong, T., Wada, S., Imai, M., Yano, T. Effect of post-sintering heat-treatment on thermal and mechanical properties of  $Si_3N_4$  ceramics sintered with different additives. J. Eur. Ceram. Soc. 26 (2006): 3467-3475.
- (33) Watari, K., Seki, Y., Ishizaki, K. Thermal properties of HIP sintered silicon nitride. J. Ceram. Soc. Japan. 97 (1989): 56-62.
- (34) Hirosaki, N., Okamoto, Y., Ando, M., Munakata, F., Akimune, Y. Effect of grain growth on the thermal conductivity of silicon nitride. J. Ceram. Soc. Japan. 104 (1996): 49-53.
- (35) Watari, K., Hirao, K., Brito, M. E., Toriyama, M., Kanzaki, S. Hot isostatic pressing to increase thermal conductivity so  $Si_3N_4$  ceramics. J. Mater. Res. 14 (1999): 1538-1541.

- (36) Hirosaki, N., Okamoto, Y., Munakata, F., Akimune, Y. Effect of seeding on the thermal conductivity of self-reinforced silicon nitride. J. Eur. Ceram. Soc. 19 (1999): 2183-2187.
- (37) Watari, K., Hirao, K., Toriyama, M., Ishizaki, K. Effect of grain size on the thermal conductivity of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . J. Am. Ceram. Soc. 82 (1999): 777-779.
- (38) Akimune, Y., Munakata, F., Matzuo, K., Hirosaki, N., Okamoto, Y., Misono, K. Raman spectroscopic analysis of structural defects in Hot Isostatically Pressed silicon nitride. J. Ceram. Soc. Japan. 107 (1999): 339-342.
- (39) Kitayama, M., Hirao, K., Tsuge, A., Watari, K., Toriyama, M., Kanzaki, S. Thermal conductivity of  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ : II, Effect of lattice oxygen. J. Am. Ceram. Soc. 83 (2000): 1985-1992.
- (40) Kitayama, M., Hirao, K., Watari, K., Toriyama, M., Kanzaki, S. Thermal conductivity of  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ : III, Effect of rare-earth (RE = La, Nd, Gd, Y, Yb, and Sc) oxide additives. J. Am. Ceram. Soc. 84 (2001): 353-358.
- (41) Yokota, H., Yamada, S., Ibukiyama, M. Effect of large  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  particles on the thermal conductivity of  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  ceramics. J. Eur. Ceram. Soc. 23 (2003): 1175-1182.
- (42) Zhu, X., Zhou, Y., Hirao, K. Processing and Thermal Conductivity of Sintered Reaction-Bonded Silicon Nitride. I: Effect of Si Powder Characteristics. J. Am. Ceram. Soc. 89 (2006): 3331-3339.

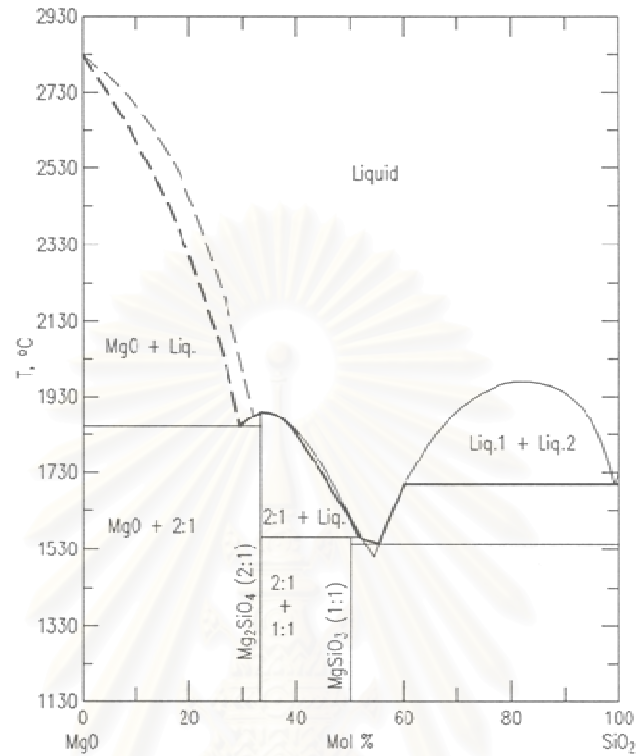


ภาคผนวก

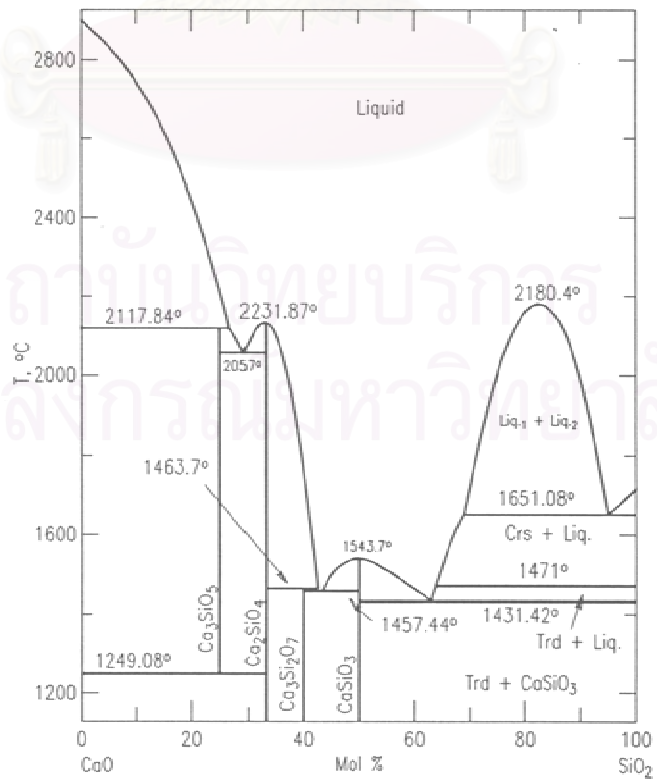
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

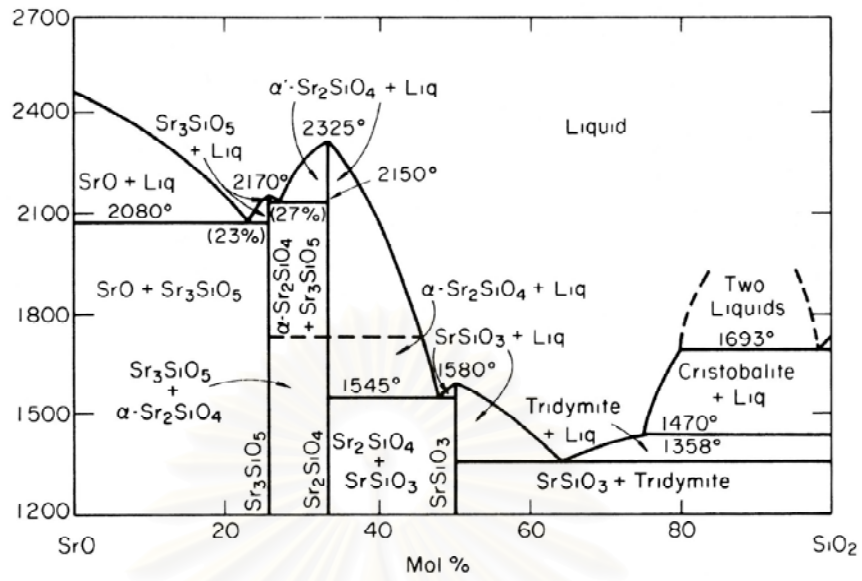
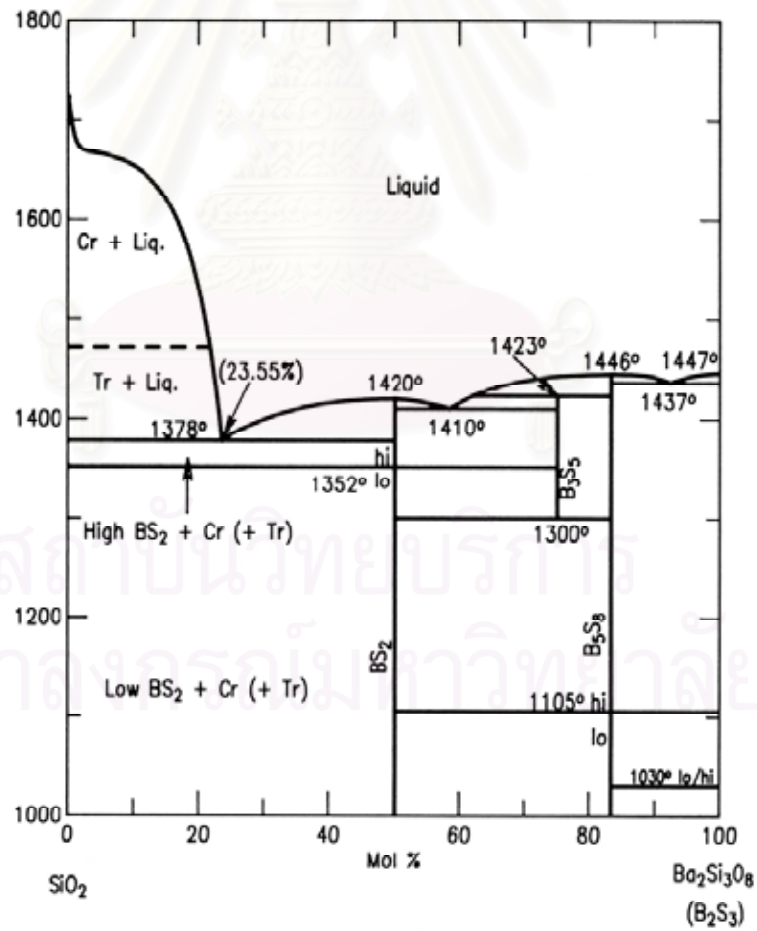
## ภาคผนวก ก. แผนภาพเฟสที่สำคัญ

### ก.1 MgO-SiO<sub>2</sub>



### ก.2 CaO-SiO<sub>2</sub>



n.3 SrO-SiO<sub>2</sub>n.4 BaO-SiO<sub>2</sub>



## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายยุทธนา แก้วตาบุตร

เกิดเมื่อวันที่ 13 มกราคม พ.ศ. 2524 สถานที่เกิด จังหวัด ลำปาง

จบการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวัสดุศาสตร์ จากจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี พ.ศ. 2546

### ผลงานตีพิมพ์

- Sommart Tonchangya, Yuttana Kaewtabut, Sirithan Jiemsirilers, Supatra Jinawath and Shigetaka Wada, Effect of pin-diameter on the strength of  $Al_2O_3$  ceramics measured in conformity with ASTM F-394 J. Sci. Res. Chula. Univ., 28(2003):77-85.

- ยุทธนา แก้วตาบุตร, สิริพรรณ นิลไพรัช, Shigetaka Wada, Toyohiko Yano, และ ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, การเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรต์โดยการเติม แอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ร่วมกับอิตเทรียและซิลิกา, รายงานการประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 17 (TICHE17), เชียงใหม่, วันที่ 29-30 ตุลาคม 2550

### การนำเสนอผลงาน

- Yutthana Kaewtabut, Siripan Nilpairach, Shigetaka Wada, Toyohiko Yano, and Thanakorn Wasanapiarnpong, Effect of Alkaline Earth Oxides co-doped with  $Y_2O_3$ - $SiO_2$  on Sintering and Thermal Conductivity of  $Si_3N_4$  Ceramics, 5<sup>th</sup> Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-5), Bangkok, Thailand, December 10-14, 2006.

- ยุทธนา แก้วตาบุตร, สิริพรรณ นิลไพรัช, Shigetaka Wada, Toyohiko Yano, และ ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, การเผาผนึกเซรามิกซิลิคอนไนไตรต์โดยการเติม แอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ร่วมกับอิตเทรียและซิลิกา, การประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 17 (TICHE17), เชียงใหม่, วันที่ 29-30 ตุลาคม 2550