

บทที่ 3

วัสดุ และ วิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมดดัง
แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
High Temperature Furnace(2400 °C)	TOKAIDENKI	ECSK-535
Hot Isostatic Press (HIP)	NIKKISO	30R2.0-02.4GR200
Cold Isostatic Press (CIP)	KOBELCO	Dr.CIP
Cold Press	ENERPAC S.E	SEFI-20-1
Microhardness Tester	GALILEO	Microscan/Isoscan Ac Plus
Universal Testing Machine	INSTRON	5583
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6400
Energy Dispersion X-Ray Spectrometre (EDS)	OXFORD	LINK ISIS 300
Particle Size Analyzer	MALVERN	Mastersizer S
Surface Area Analyzer(BET)	MICROMERITICS	Flowsorb II 2300
X-Ray Diffractometer (XRD)	PHILLIPS	PW3710
Drying Oven	MEMMERT	UM100-800
Differential Thermal Analysis(DTA)	NETZSCH	STA409 C
Thermogravimetric Analysis(TGA)	NETZSCH	STA409 C
Vernier Caliper	MITUTOYO	0.02 mm
Electronic Balance	SARTORIUS	MC-1
Grinder & Polisher Machine	BUEHLER	AUTOMET / ECOMET 3
High Speed Diamond saw	BUEHLER	ISOMET 2000
Vacuum Pump	GAST	0523.V4-G21DX
Low Speed Ball Mill	ในประเทศ	มีวางบด 2 ชั้น

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminium Oxide	A-16 SG	Alcoa
	Titanium Carbide	99.5% pure	CERAC
สารปรับปรุงสมบัติ	Zirconium Oxide	99 +%	SIGMA
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohols (PVA)	Av.Mol.Wt. 70,000- 100,000 (LALLS)	SIGMA
สารฝังกลบป้องกันการ เกิดปฏิกิริยา	Carbon Black	Acetylene 99.999%	Alfa
	Aluminium Oxide	A-16 SG.	Alcoa
	Titanium Carbide	99.5% pure	CERAC
แก๊สตัวกลางส่งผ่าน ความดัน	Ultra High Purity Argon	99.999%	TIG
สารกัดผิวหน้าชิ้นงาน	Orthophosphoric Acid	85% pure	CARLO ERBA
	Nitric Acid	70.5% pure	J.T.Baker

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium oxide Powders)

อะลูมิเนียมออกไซด์(อะลูมินา) สูตรเคมี Al_2O_3 ใช้เกรด เอ 16 เอสจี (A-16 SG.) ซึ่งเป็นอะลูมินาที่มีปริมาณธาตุโซเดียมต่ำ อนุภาคมีขนาดเล็ก ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.70 โดยน้ำหนัก

3.2.2 ผงไททาเนียมคาร์ไบด์(Titanium carbide powders)

ไททาเนียมคาร์ไบด์ มีสูตรทางเคมีคือ TiC ลักษณะเป็นผงสีดำ ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย น้อยกว่า 2 ไมครอน

3.2.3 สารปรับปรุงสมบัติ (Additive)

สารปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียวคือเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium oxide) มีสูตรทางเคมี คือ ZrO_2 ลักษณะเป็นผงสีขาว ความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 99 ขึ้นไปโดยน้ำหนัก

3.2.4 สารเพิ่มการยึดเกาะ (Binder)

สารเพิ่มการยึดเกาะที่ใช้ในการทดลองคือพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohols, PVA) น้ำหนักโมเลกุลโดยประมาณ 70,000-100,000 ลักษณะเป็นผงสีขาวละลายได้ดีในน้ำร้อน ทำให้เป็นสารละลายที่เหนียวข้น ๒๗.

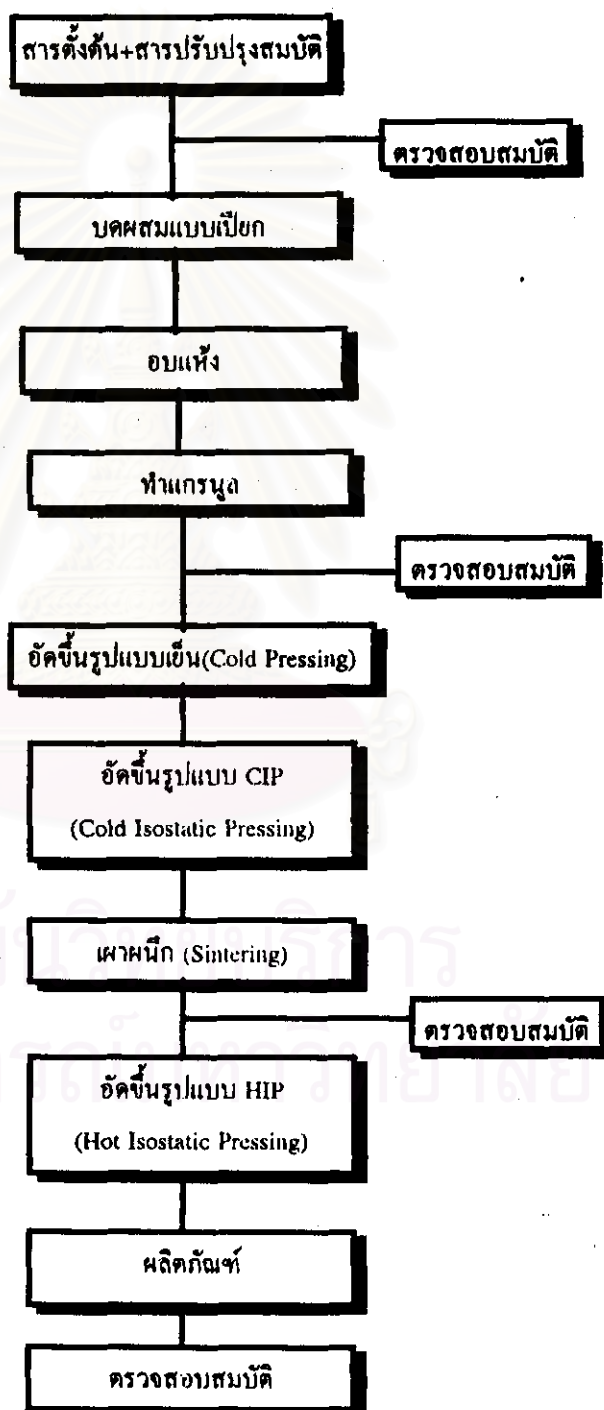
3.2.5 สารป้องกันปฏิกิริยา (Embedding)

ประกอบด้วยสาร 3 ชนิด ได้แก่

1. คาร์บอน, C (Carbon Black) ลักษณะเป็นผงสีดำ ขนาดอนุภาค น้อยกว่า 200 เมช ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999
2. อะลูมิเนียมออกไซด์(อะลูมินา) ใช้เกรด เอ 16 เอสจี (A-16SG) ซึ่งเป็นอะลูมินาที่มีปริมาณธาตุไฮเดรียมต่ำ อนุภาคมีขนาดเล็ก ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.70โดยน้ำหนัก
3. ไททาเนียมคาร์ไบด์ ลักษณะเป็นผงสีดำ ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย น้อยกว่า 2 ไมครอน

3.3 วิธีการทดลอง

ขั้นตอนและวิธีการ โดยสรุป ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

จากแผนผังสามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

วิธีการออกแบบการทดลองจะกำหนดเงื่อนไขและภาวะการทดลอง มีจำนวนตัวแปร 3 ตัว คือ อุณหภูมิ ความดัน และเวลา สำหรับการอัดขึ้นรูปด้วย กระบวนการ HIP ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงการกำหนดเงื่อนไขและภาวะการทดลองของการ HIP

ลำดับตัวอย่าง	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (กิโลกรัม/ตร.ซม.)	เวลา (นาที)
1	1450	1500	30
2	1450	1500	60
3	1450	1600	30
4	1450	1600	60
5	1550	1500	30
6	1550	1500	60
7	1550	1600	30
8	1550	1600	60
9	1650	1500	30
10	1650	1500	60
11	1650	1600	30
12	1650	1600	60

3.3.2 การเตรียมผงตัวอย่างและการตรวจสอบสมบัติผงตัวอย่าง

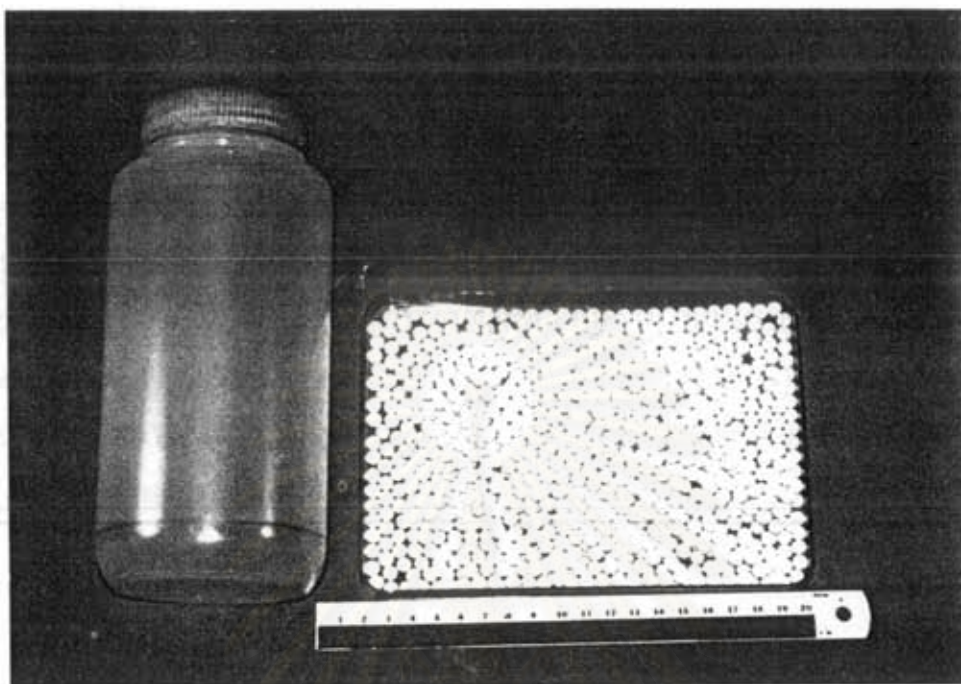
3.3.2.1 การเตรียมผงตัวอย่าง

1. เตรียมส่วนผสมโดยการชั่งอะลูมินา ไททาเนียมคาร์ไบด์ และเซอร์โคเนียมออกไซด์ ให้ได้น้ำหนักรวมประมาณ 40 กรัม ในอัตราส่วน ร้อยละ 70 : 26 : 4 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ของส่วนผสมทั้งหมด ผสมในน้ำร้อน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ดังแสดงในตารางที่ 3.4

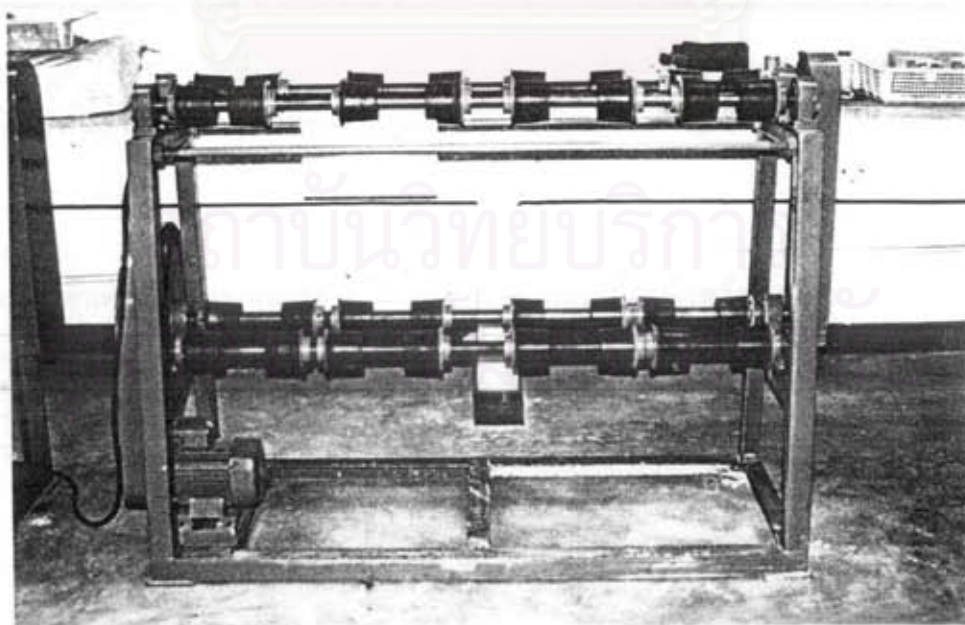
ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารปรับปรุงสมบัติ และสารเพิ่มการยึดเกาะ

ส่วนผสม	ปริมาณ(ร้อยละโดยน้ำหนัก)
อะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา)	70
ไททาเนียมคาร์ไบด์	26
เซอร์โคเนียมออกไซด์	4
พอลิไวนิลแอลกอฮอล์	2 (ของส่วนผสมทั้งหมด)

2. บดผสมวัตถุดิบตามข้อที่ 1 ใช้บดผสมแบบเปียกโดยผสมเอทานอล 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร ส่วนผสมทั้งหมดบรรจุลงในขวดบดพอลิโพรพิลีน(PP) ความจุ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร และใช้ลูกบดอะลูมินา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 มิลลิเมตร น้ำหนักรวมที่ใช้ประมาณ 950 กรัม บดด้วยเครื่องบดรวมแบบความเร็วต่ำเป็นเวลา 30 ชั่วโมง



รูปที่ 3.2 ขวดคอปอลิโพรพิลีน และ ลูกบดอะลูมินา



รูปที่ 3.3 เครื่องบดความเร็วค่าแบบราง



3. นำสเลอรี่ที่ได้จากการบดมาเคลือบบนเดาไฟฟ้าให้เอทานอลระเหยออกเกือบหมดเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการแยกตัวของสารเพิ่มการยึดเกาะกับสารตั้งต้น ซึ่งจะทำให้ส่วนผสมไม่เป็นเนื้อเดียวกัน

4. นำสเลอรี่ที่ได้จากข้อ 3. มาอบให้แห้งในตู้อบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หรือมากกว่าจนกระทั่งตัวอย่างแห้งสนิท

5. ใช้โถรงบดผงตัวอย่างที่ผ่านการอบแห้งแล้วเพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกัน (Agglomeration)

6. ทำการแกรนูลेशन หรือ ทำแกรนูล โดยร่อนผงตัวอย่างจากข้อ 5. มาผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 80 เมช แล้วเก็บผงแกรนูลไว้ใช้ขึ้นรูปเป็นชิ้นงานต่อไป

3.3.2.2 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

ก. หาค่าความชื้นของตัวอย่าง

หาค่าความชื้นของตัวอย่างสารตั้งต้นและผงแกรนูลตามมาตรฐาน ASTM 324-82 โดยชั่งตัวอย่างน้ำหนัก 5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ความละเอียด 0.0001 กรัม นำไปอบแห้งในตู้อบอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วจึงนำมาชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อ คำนวณค่าความชื้นจากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความชื้นของตัวอย่าง} = \frac{(\text{น้ำหนักก่อนอบ} - \text{น้ำหนักหลังอบ})}{\text{น้ำหนักก่อนอบ}} \times 100$$

ข. การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง (Particle Size Distribution, PSD)

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ซีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ : Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd,

วิธีการทดสอบ

1. ชั่งผงตัวอย่างปริมาณ 2 กรัม
2. เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
3. เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียงความถี่สูง (ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเม็ดสาร (Particle size analyzer)

ค. การตรวจวัดพื้นที่ผิวอนุภาคต่อน้ำหนักของผงตัวอย่าง (Specific Surface Area)

การตรวจวัดพื้นที่ผิวอนุภาคต่อน้ำหนักของผงตัวอย่างโดยใช้วิธีของ บรูเนอร์ เอ็มเมท และ เทลเลอร์ (Brunauer, Emmett and Teller, BET) ตามมาตรฐาน ASTM C1069-86

เครื่องมือ : เครื่องวัดพื้นที่ผิวของสาร Flowsorb 2300 ของบริษัท Micromeritics

วิธีการทดสอบ

1. ชั่งผงตัวอย่างปริมาณ ประมาณ 1 กรัม บรรจุลงในหลอดตัวอย่าง (Tube)
2. นำผงตัวอย่างไปอบเพื่อไล่ไอน้ำและไอของสิ่งเจือปนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำมาวิเคราะห์



รูปที่ 3.5 เครื่องวัดพื้นที่ผิวของสาร (Surface Area), BET

ง. การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (Phase analysis)

การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น(Pattern) การหักเหเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg)

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

วิธีการทดสอบ

1. การตรวจวิเคราะห์ตามลักษณะของตัวอย่างมี 2 ลักษณะ

1.1) ตรวจวิเคราะห์ผงตัวอย่าง

- นำกรอบใส่ผงตัวอย่าง (sample holder) มาติดแผ่นกระจกที่ด้านใดด้านหนึ่ง
- โปรยผงตัวอย่างลงในช่องของกรอบใส่ผงตัวอย่าง
- ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่าง และปาดเอาส่วนของตัวอย่างที่เกินออกไปจากกรอบใส่ผงตัวอย่าง
- นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

1.2) ตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว(ของแข็ง)

- ตัดตัวอย่างที่ผ่านการขึ้นรูปเป็นชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 20 x 20 มิลลิเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องตัดชนิดใบตัดเพชร (Diamond saw)
- ทำความสะอาดชิ้นงานตัวอย่างด้วยอะซิโตนหรือแอลกอฮอล์ เพื่อล้างสิ่งสกปรก
- ทำความสะอาดชิ้นงานตัวอย่างด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic) เพื่อเอาอนุภาคอื่นๆที่เกาะอยู่หลุดออกจากชิ้นงานแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

2. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator tension = 40 kV

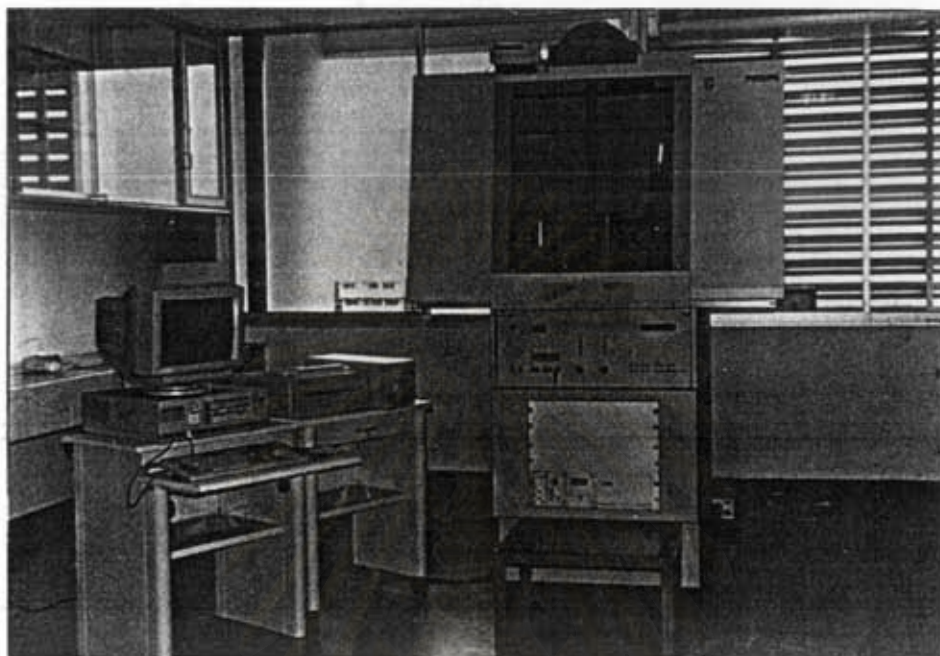
Generator current = 30 mA

Start angle = 5.010

End angle = 79.970

Time per step = 1 sec.

Step size = 0.0200 / 2 θ



รูปที่ 3.6 เครื่อง X-ray Diffractometer, XRD

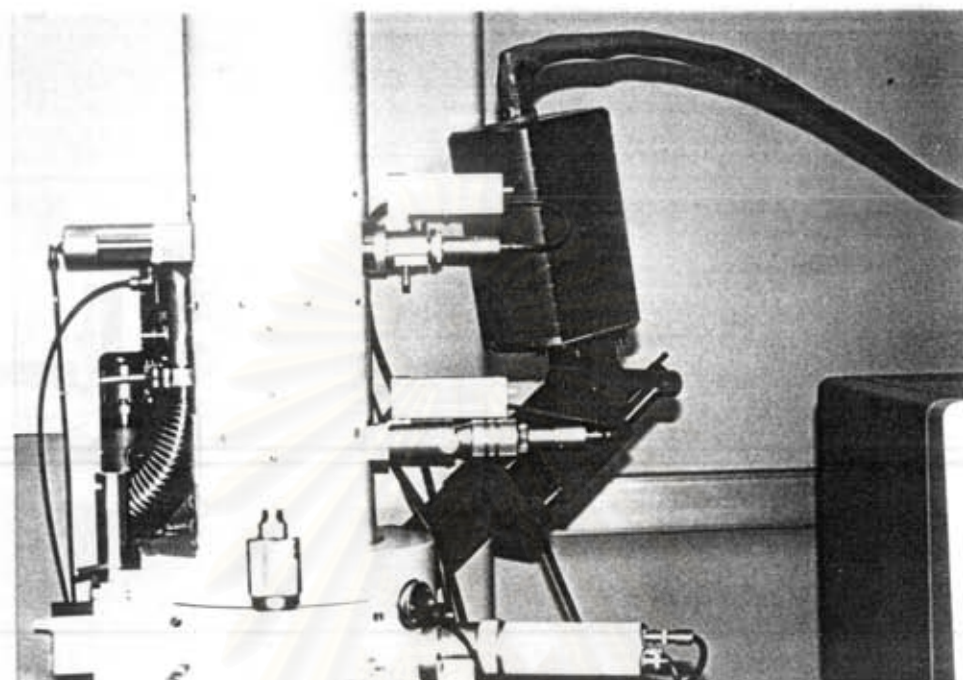
จ. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Composition)

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างและชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว เพื่อหาธาตุต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างเป็นการวัดแบบเชิงคุณภาพ (Qualitative) โดยใช้รังสีเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบการกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Fluorescent) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ประกอบติดกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เครื่องมือ : Energy Dispersive X-ray Spectrometer, EDS ของบริษัท OXFORD (LINK)
ใช้หัววัดรังสีซิลิกอน-ลิเทียม (Si-Li Detector)

วิธีการทดสอบ

1. โปรมผงตัวอย่างลงบนสตัปทองเหลืองซึ่งติดเทปกาวสองหน้าอยู่บนผิว
2. นำไปเคลือบทองเพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้า แล้วทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3.7 เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectrometer, EDS

จ. ศึกษาลักษณะและรูปร่างของอนุภาค

การศึกษาลักษณะและรูปร่างของอนุภาคโดยการถ่ายภาพของอนุภาคที่กำลังขยาย
ต่างๆด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

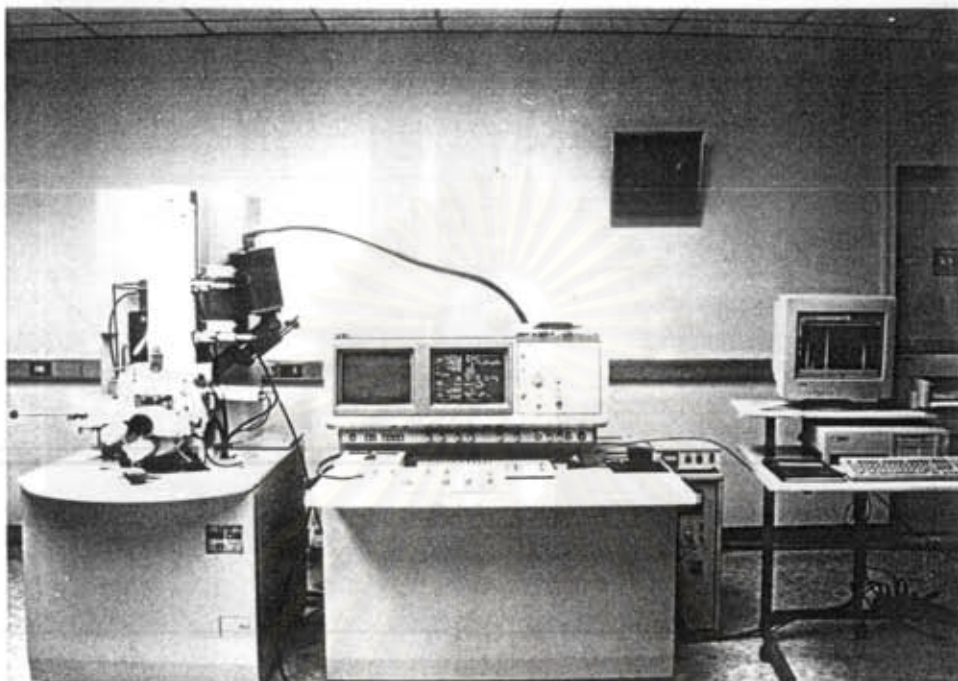
เครื่องมือ : JEOL รุ่น JSM-6400 ชนิด High Vacuum

วิธีการทดสอบ

1. ไปรยผงดัวอย่างลงบนสตับทองเหลือง ซึ่งติดเทปกาวสองหน้าอยู่บนผิว
2. นำไปเคลือบทองเพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้าแล้วทำการถ่ายภาพ
3. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

พลังงาน = 15-20 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์, KeV

กำลังขยายในการถ่ายภาพ = 10,000 20,000 และ 30,000 เท่า



รูปที่ 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ข. ศึกษาสมบัติทางความร้อนของผงตัวอย่าง (Thermal analysis)

การศึกษาสมบัติความร้อนของผงตัวอย่างแบบ Differential Thermal Analysis (DTA) และแบบ Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

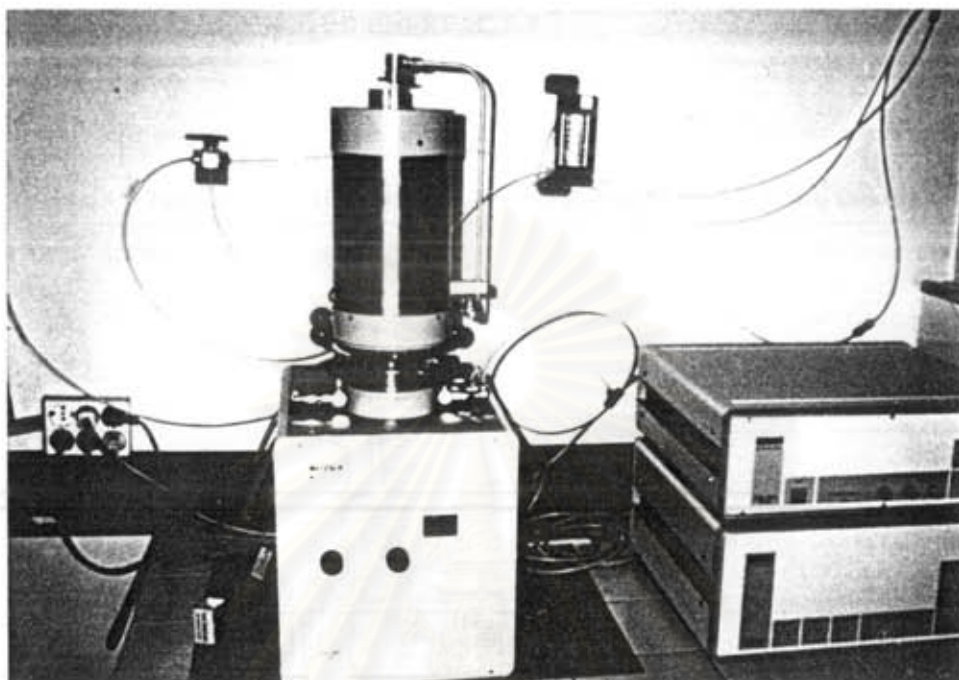
เครื่องมือ : DTA & TGA ของบริษัท NETZSCH

วิธีการทดสอบ

1. ใช้ตัวอย่างเป็นผงนำไปวิเคราะห์

2. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

- อุณหภูมิตั้งแต่ 20-1400 องศาเซลเซียส
- อัตราความร้อน 10 องศาเซลเซียส
- บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.995)



รูปที่ 3.9 เครื่อง Differential Thermal Analysis (DTA) และ Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

3.3.3 การขึ้นรูปและสมบัติก่อนเผาผืนิกของตัวอย่าง

3.3.3.1 การขึ้นรูป

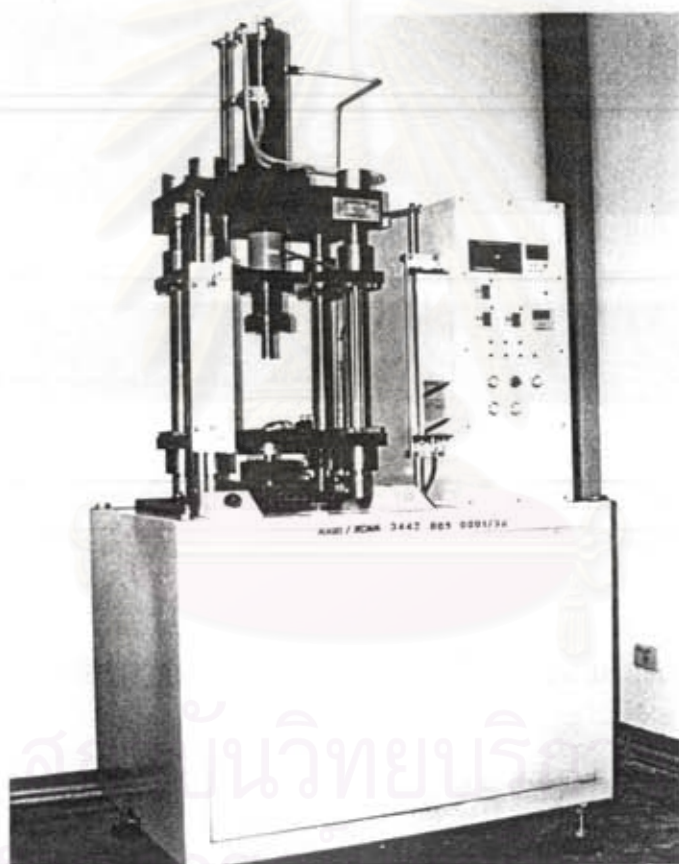
ก. การอัดขึ้นรูปแบบเย็น (Cold Pressing)

นำผงแกรนูลที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.2.1 มาชั่งด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ที่มีความละเอียด 0.01 กรัม โดยชั่งน้ำหนักเท่ากับ 30 กรัม | ตัวอย่าง บรรจุในแม่แบบเหล็ก (Mold) ขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร แล้วทำการอัดขึ้นรูป ด้วยเครื่องไฮดรอลิกเพรสส์ (Hydraulic Press)

เครื่องมือ : Hydraulic Press ของบริษัท ENERPAC S.E

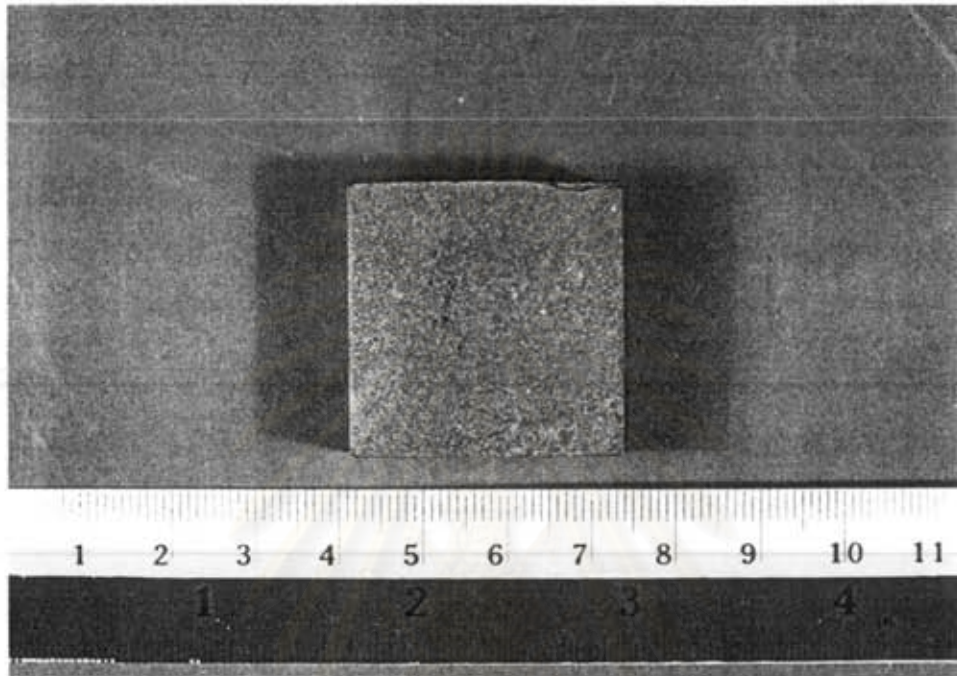
ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

- ความดัน = 1000 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร (99 เมกกะปาสกาล)
- เวลาอัดแซ่ = 30 วินาที



รูปที่ 3.10 เครื่อง Hydraulic Press

ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้จะมีลักษณะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมจตุรัสขนาดประมาณ 40.2 x 40.2 x 8.7 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร (ใช้ปริมาณของผงแกรนูล 30 กรัม) นำมาขัดผิวให้เรียบด้วยกระดาษทรายละเอียด



รูปที่ 3.11 ลักษณะของชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว (ชิ้นงานกรีน ; Green body)

ข. การอัดขึ้นรูปแบบให้ความดันเท่ากันทุกทิศทางแบบไม่เผา (Cold Isostatic Pressing, CIP)

นำชิ้นงานกรีนที่ได้จากข้อ ก. มาอัดขึ้นรูปด้วย CIP เพื่อเพิ่มความหนาแน่น และความแข็งแรงให้กับชิ้นงานกรีน

เครื่องมือ : Dr. CIP ของบริษัท KOBELCO

วิธีการทดลอง

1. นำชิ้นงานกรีนที่ได้จากข้อ 3.3.3.1 มาห่อหุ้มด้วยถุงยางอนามัยชนิดผิวเรียบเพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานถูกปนเปื้อนจากของเหลวที่อยู่ภายในภาชนะความดันของ CIP
2. ทำให้บรรยากาศภายในถุงยางอนามัยซึ่งห่อหุ้มชิ้นงานอยู่ให้เป็นสุญญากาศ โดยใช้เครื่องทำสุญญากาศ (Vacuum Pump) พร้อมกับใช้มือรีดไล่อากาศภายในออกมา

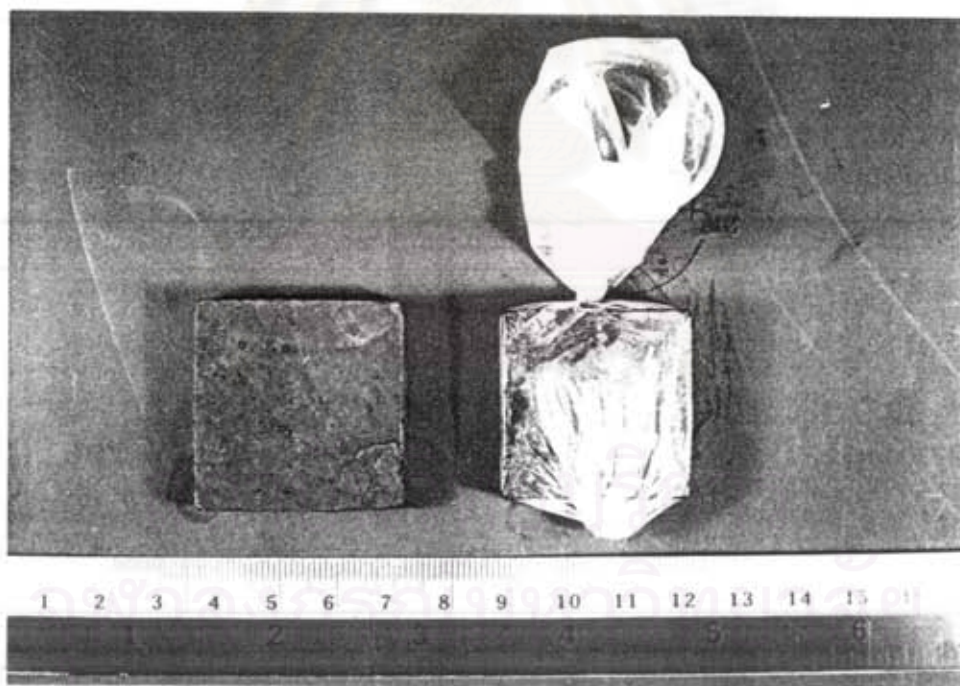
3. ปิดปากถุงยางอนามัย โดยใช้มือหมุนปากให้เป็นเกลียวแล้วมัดให้แน่นเพื่อไม่ให้อากาศภายนอกเข้าไปภายใน

4. จุ่มชิ้นงานกรีนที่ผ่านการห่อหุ้มแล้วลงในภาชนะความดันของ CIP เพื่อให้ความดันกดอัดชิ้นงานต่อไป

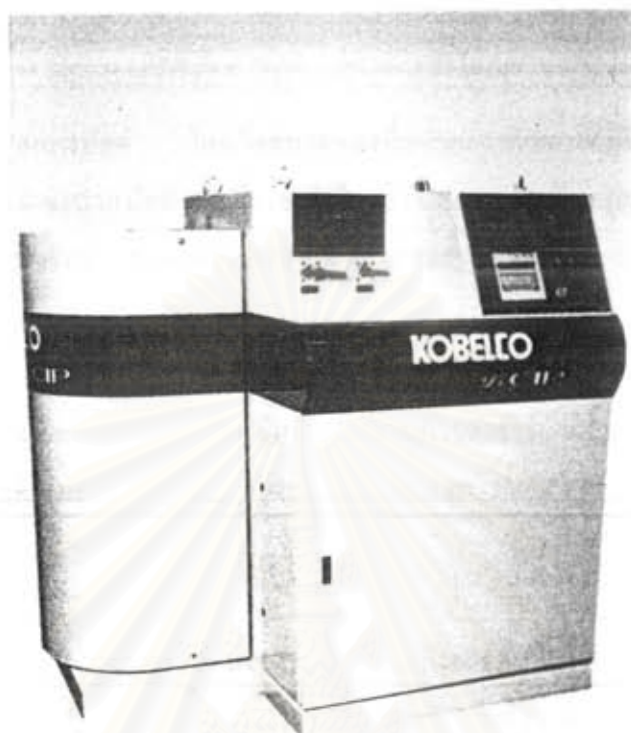
5. ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

- ความดัน = 3000 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร (295 เมกกะปาสกาล)

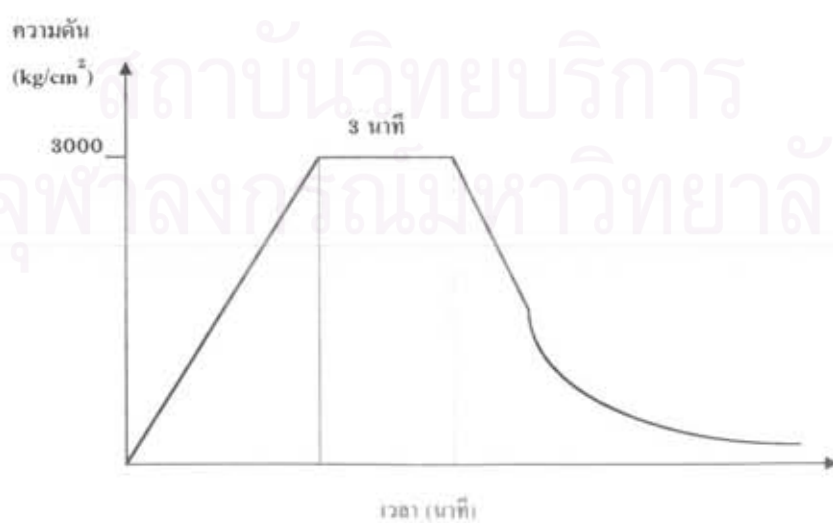
- เวลาอัดแซ่ = 3 นาที



รูปที่ 3.12 แสดงชิ้นงานกรีน ก่อน - หลังห่อหุ้ม



รูปที่ 3.13 เครื่องอัดขึ้นรูปแบบให้ความดันเท่ากันทุกทิศทางแบบไม่เผา (Cold Isostatic Press, CIP)



รูปที่ 3.14 แสดงระดับความดัน และระยะเวลาของการอัดขึ้นรูปแบบ CIP

3.3.3.2 การตรวจสอบสมบัติก่อนเผาผนึกของตัวอย่าง

1. หาความหนาแน่นบัลค์ โดยวัดขนาดของชิ้นตัวอย่างด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ที่มีความละเอียด 0.02 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ความละเอียด 0.0001 กรัม นำข้อมูลที่ได้จากการวัดและชั่งมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นจากสูตร

$$\text{ความหนาแน่นบัลค์ (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนักของชิ้นงานตัวอย่าง}}{\text{ปริมาตรจากการคำนวณ}}$$

2. ตรวจสอบการหดตัวของชิ้นงานตัวอย่าง ภายหลังจากอัดขึ้นรูปแบบเย็น และการอัดขึ้นรูปแบบ CIP โดยการวัดขนาดชิ้นงานก่อนและหลังการอัดขึ้นรูปด้วย CIP นำข้อมูลมาคำนวณหาค่าการเปลี่ยนแปลงขนาดจากสูตร

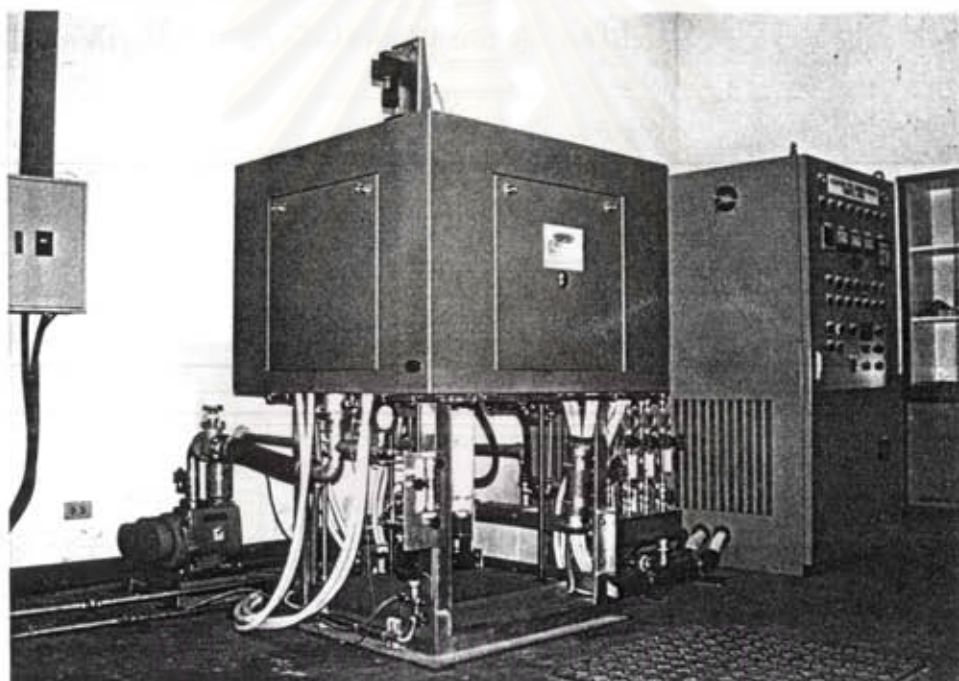
$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัว} = \frac{\text{ความยาวก่อน CIP} - \text{ความยาวหลัง CIP}}{\text{ความยาวก่อน CIP}}$$

3. ตรวจสอบลักษณะภายในของชิ้นตัวอย่างก่อนและหลังการอัดขึ้นรูปด้วย CIP ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.4 การเผาผนึก (Sintering)

นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปจากข้อ ข. ในหัวข้อ 3.3.3.1 แล้วมาเผาผนึกในเตาเผาอุณหภูมิสูงควบคุมบรรยากาศ เพื่อให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : High Temperature Furnace (2400 °C) ของบริษัท TOKAI DENKI



รูปที่ 3.15 เตาเผาอุณหภูมิสูง 2400 องศาเซลเซียส

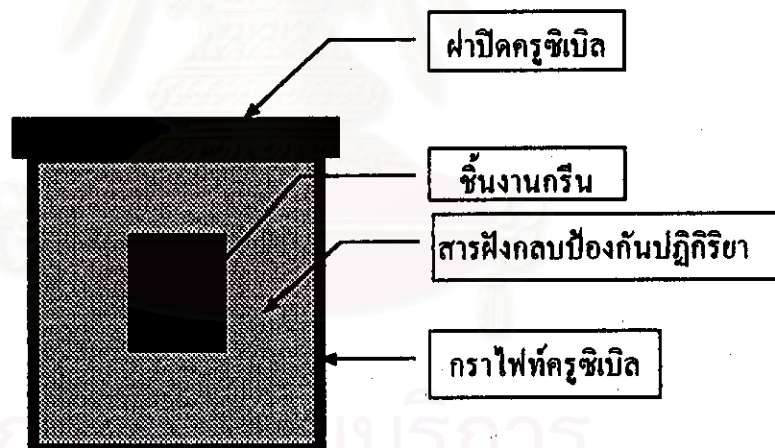
วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารฝังกลบ (Embedding) สำหรับใช้กับชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปมาแล้วเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยา โดยใช้ผงอะลูมินา คาร์บอน และ โททานเนียมคาร์ไบด์ อัตราส่วนผสมแสดงตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.5 อัตราส่วนผสมของสารฝังกลบป้องกันปฏิกิริยา

ส่วนผสม	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
ผงอะลูมินา	75
ผงคาร์บอน	10
ผงไททาเนียมคาร์ไบด์	15

2. นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปมาแล้วบรรจุลงในกราไฟท์ครุซิบิลแล้วใช้สารฝังกลบให้กลบชิ้นงานให้มิด ดังรูปที่ 3.16 แล้วปิดฝาเพื่อทำการเผาผนึกต่อไป

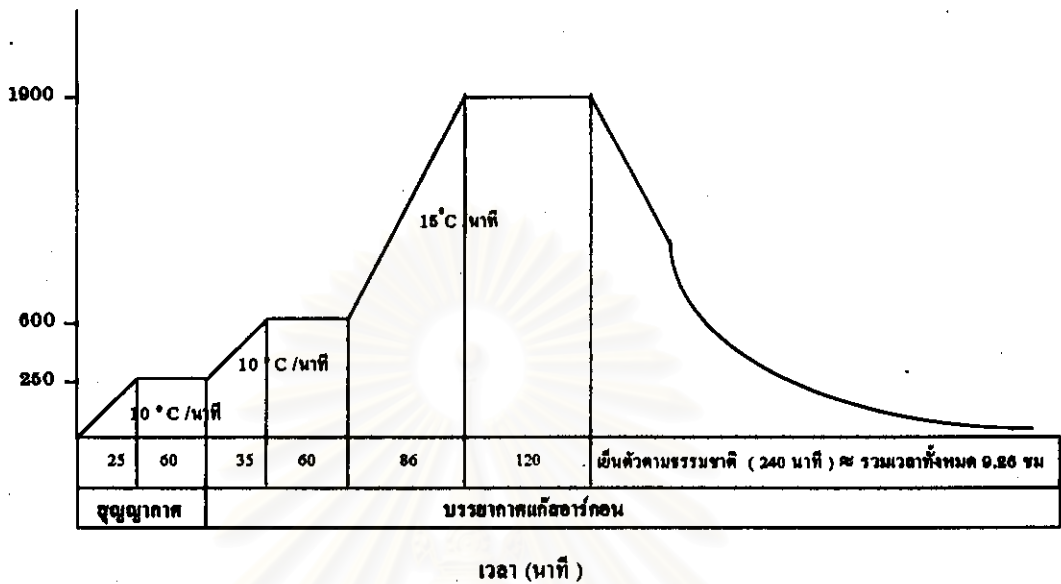


รูปที่ 3.16 การบรรจุชิ้นงานกรีนเพื่อเตรียมการเผาผนึก

3. ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

- อุณหภูมิ = 1900 องศาเซลเซียส
- เวลาเผาแซ่ = 120 นาที
- อัตราความร้อน = 15 องศาเซลเซียส / นาที
- บรรยากาศ = แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.999)

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)



รูปที่ 3.17 แสดงระดับอุณหภูมิ และ ช่วงเวลาการเผาไหม้

3.3.4.1 การตรวจสอบสมบัติหลังการเผาไหม้ของตัวอย่าง

ก. การตรวจสอบสมบัติฟิสิกส์ของตัวอย่าง

1. หาความหนาแน่นใช้วิธีหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส ตามมาตรฐาน ASTM C373-88
2. วัดค่าการหดตัวหลังเผาตามมาตรฐาน ASTM C326-82 ด้วยการวัดขนาดทั้งก่อนเผาและหลังเผา โดยใช้เวอร์เนียคาร์ลิปเปอร์ ความละเอียด 0.02 มิลลิเมตร แล้วนำมาคำนวณจากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัว} = \frac{(\text{ความยาวก่อนเผา} - \text{ความยาวหลังเผา}) \times 100}{\text{ความยาวก่อนเผา}}$$

ข. การตรวจสอบสมบัติเคมีของตัวอย่าง

ตรวจสอบเฟสของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก โดยการตัดชิ้นตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตรให้มีผิวที่เรียบทำความสะอาดด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic bath) เพื่อขจัดอนุภาคที่ไม่ต้องการออกจากผิวตัวอย่าง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD)

ค. การตรวจสอบสมบัติเชิงกล

ค.1. ทดสอบการทนต่อการดัดโค้ง (Flexural Strength)

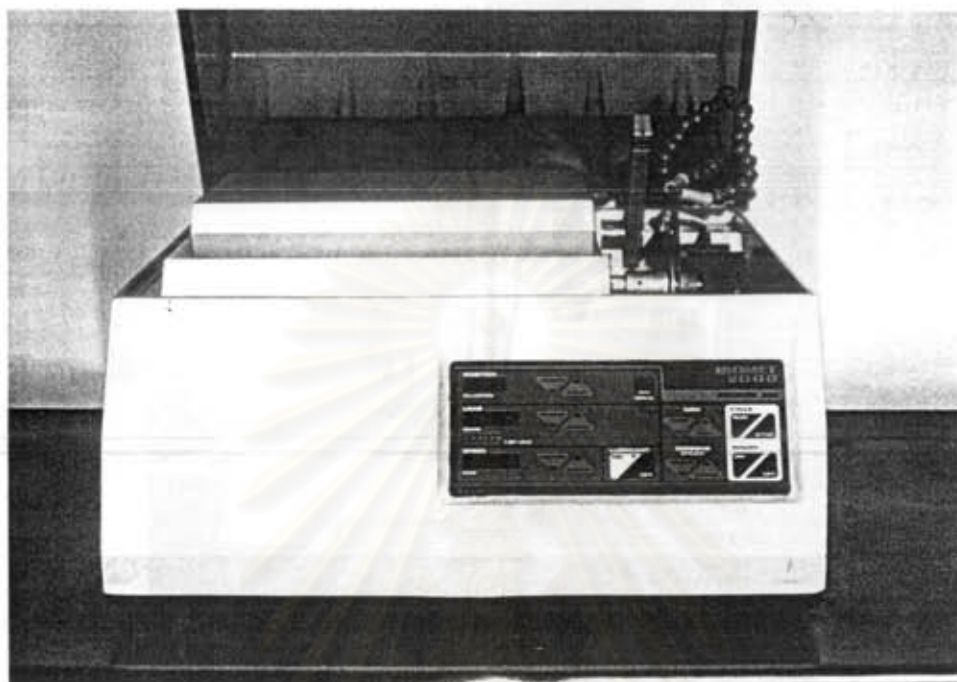
ทดสอบการทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างเพื่อทดสอบ

เครื่องมือ : เครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วสูง ISOMET 2000 ของบริษัท BUEHLER

วิธีการเตรียม

1. ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 2 x 25 x 1.5 มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วสูง (High Speed Diamond Saw)
2. ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ
3. ภาวะที่ใช้ในการเตรียม
 - ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว
 - ความเร็วรอบ = 1500 รอบ / นาที
 - น้ำหนักกดตัด = 300 กรัม
 - ใช้น้ำผสมน้ำมันหล่อเย็นขณะตัด



รูปที่ 3.18 เครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วสูง (High Speed Diamond Saw)

วิธีการทดสอบการทนต่อการตัดโค้ง

เป็นการทดสอบการทนต่อการกัดโค้งโดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-Point Flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท INSTRON

วิธีการทดสอบ

1. นำตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมขนาดตามมาตรฐานมาทดสอบ

2. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

- ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดรองรับตัวอย่าง (Bearing) = 2.0 มิลลิเมตร
- ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร
- ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร / นาที
- ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.19 เครื่อง Universal Testing Machine (Model 5583)

ค.2. ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness test)

การทดสอบความแข็งจุลภาค ตามมาตรฐาน ASTM E384-89 ใช้หัวกด
วัดแบบวิกเกอร์ส

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท GALILEO

วิธีการทดสอบ

1. เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยผงขัดเพชรขนาด 30 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ ด้วยงานขัดแบบก้นหอยติดตั้งกับเครื่องขัดแบบจานหมุน

2. นำตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1. ชัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 1 ไมครอน ด้วยงานขัดแบบผ้า

3. ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4. ถ้างอภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออกด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

5. ใช้เครื่องทำลมร้อน (Dryer) เป่าชิ้นงานให้แห้ง

6. ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

- น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)
- เวลากดแช่ = 15 วินาที
- กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า
- หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

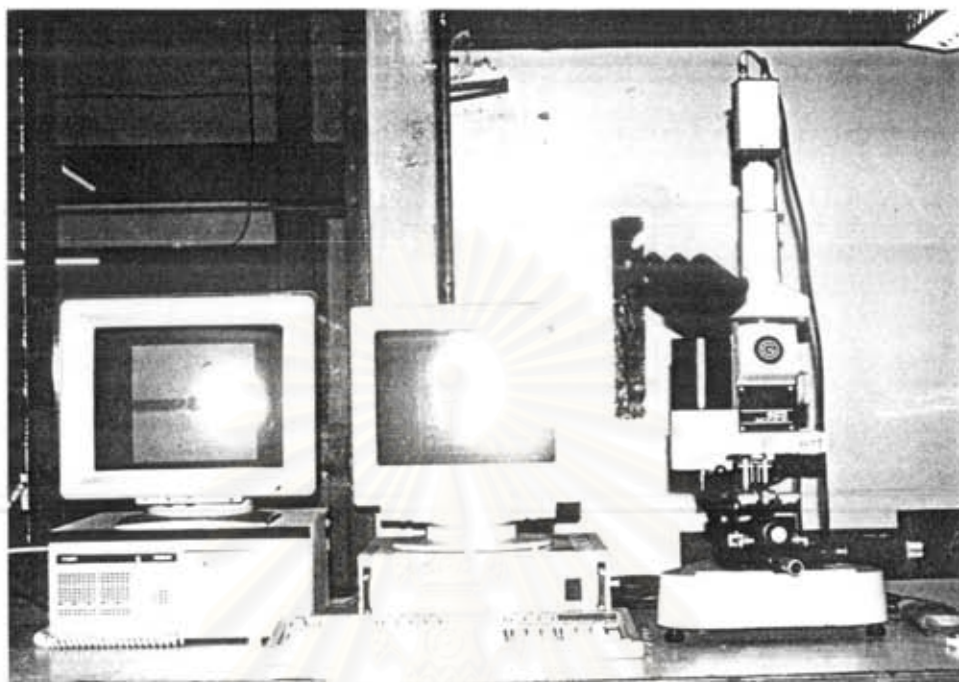
สูตรคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV)

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์ส} = \frac{0.1891F}{d^2}$$

(นิวตัน / ตารางมิลลิเมตร)

โดย $d =$ เส้นทแยงมุมของรอยกดเป็น มิลลิเมตร $= (d_1 + d_2) / 2$
 $F =$ แรงที่ใช้กด

สถาบันวิทยบริการ
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.20 เครื่องทดสอบความแข็งจุลภาค

ก.3. หาค่าความเหนียว (Fracture toughness)

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของแอนทิสและคณะ (Anstis และคณะ, 1981) คำนวณได้จากสมการ

$$\text{Fracture toughness } K_{IC} = \zeta (E/H)^{1/2} P/C^{3/2}$$

(MPa.m^{1/2})

โดย K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดตัวออกของรอยร้าว(ความเหนียว)

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)

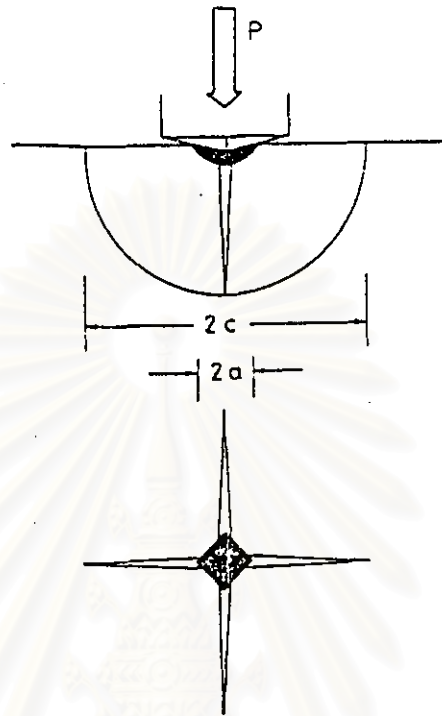
H = ค่าความแข็ง

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน

C = ความยาวรอยแตก / 2

ζ = ค่าคงที่ที่ได้มาจากการทดลองอินเดนเทชันโดยการใช้หัวกดแบบ

วิกเตอร์สของ Anstis และ คณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004



รูปที่ 3.21 แสดงรอยตักค้างเนื่องจากห้วงคดวิกเกอร์สบนผิววัสดุ (Anstis และคณะ, 1981)

-รูปแบบแสดงภาพด้านข้าง

-รูปล่างแสดงรอยร้าวที่ปรากฏบนผิววัสดุ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ง. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ง.1. ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

เครื่องมือ : เครื่องขัดแบบจานหมุน ECOMET 3 ของบริษัท BUEHLER

วิธีการเตรียมตัวอย่าง

1. เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวด้วยผงขัดเพชร (Diamond Suspension) ขนาด 30 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ ขัดบนจานขัดแบบก้นหอย (METLAP[®] Platen : BUEHLER)
2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดเพชรขนาด 1 ไมครอน ขัดบนจานขัดแบบผ้า (TEXMET[®] Cloth : BUEHLER)
3. ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์แล้วใช้ Dryer เป่าให้แห้ง
4. ขจัดอนุภาคที่เกาะอยู่บนผิวหน้าออกโดยใช้เครื่องสันสะเทือนคลื่นความถี่สูง
5. ภาวะที่ใช้เตรียม
 - จากข้อ 1. ใช้ความเร็วรอบของจานขัด 120 รอบ/นาที เวลาประมาณ 4 นาที
 - จากข้อ 2. ใช้ความเร็วรอบของจานขัด 240 รอบ/นาที เวลาประมาณ 6 นาที



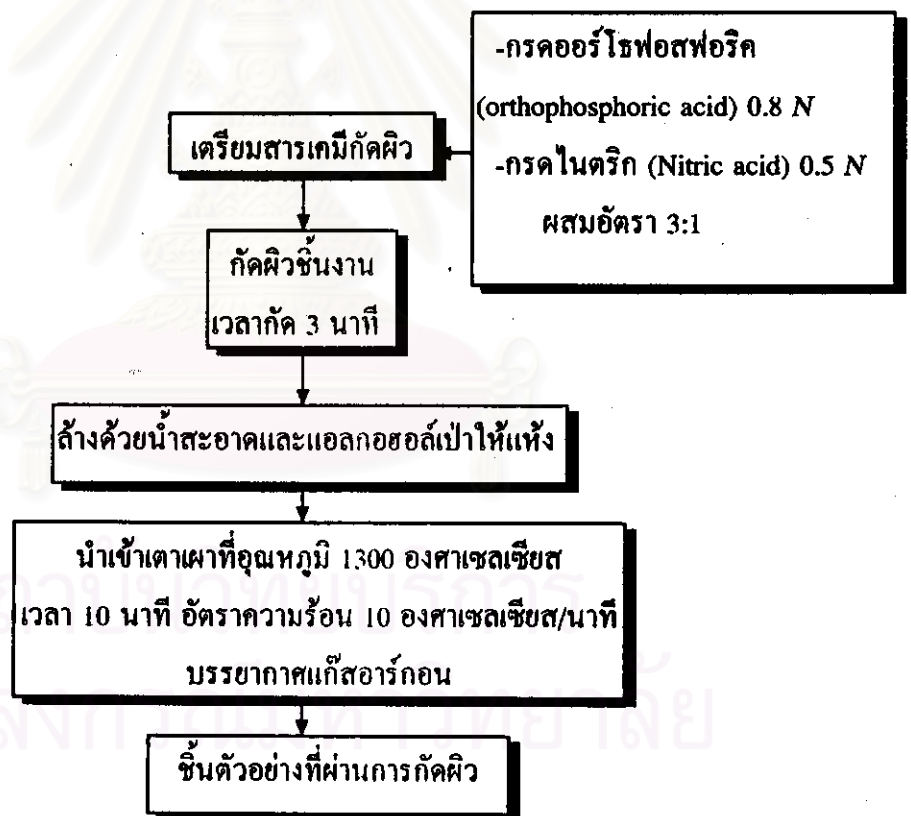
รูปที่ 3.22 เครื่องขัดชิ้นงานแบบจานหมุน

ง.2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค

เครื่องมือ : Scanning Electron Microscope, SEM ของบริษัท JEOL

วิธีการเตรียมตัวอย่าง

1. เหมือนข้อ 1. ในหัวข้อ ง.1. (การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค)
2. นำตัวอย่างมากัดผิวด้วยวิธีเคมีความร้อน (Thermochemically)
3. ภาวะที่ใช้ในการกัดผิวหน้าตัวอย่าง



รูปที่ 3.23 แผนผังแสดงการกัดผิวหน้าตัวอย่างด้วยวิธีเคมีความร้อน (Thermochemically)

(Owate และ Freer, 1992)

4. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3. มาฉาบทองถ่ายภาพตัวอย่างทั้งก่อนและหลังผ่านการขัดผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ง.3. ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้ารอยแตก

ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้ารอยแตกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

วิธีการทดสอบ

1. นำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนต่อการดัดโค้งจากหัวข้อ ก.1. มาศึกษาผิวหน้ารอยแตก
2. ฉาบทองบนผิวหน้ารอยแตกแล้วถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ง.4. การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกเหมือนกับข้อ จ. ในหัวข้อ 3.3.2.2 (การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี)

3.3.5 การเผาผนึกโดยวิธี Hot Isostatic Pressing (HIP)

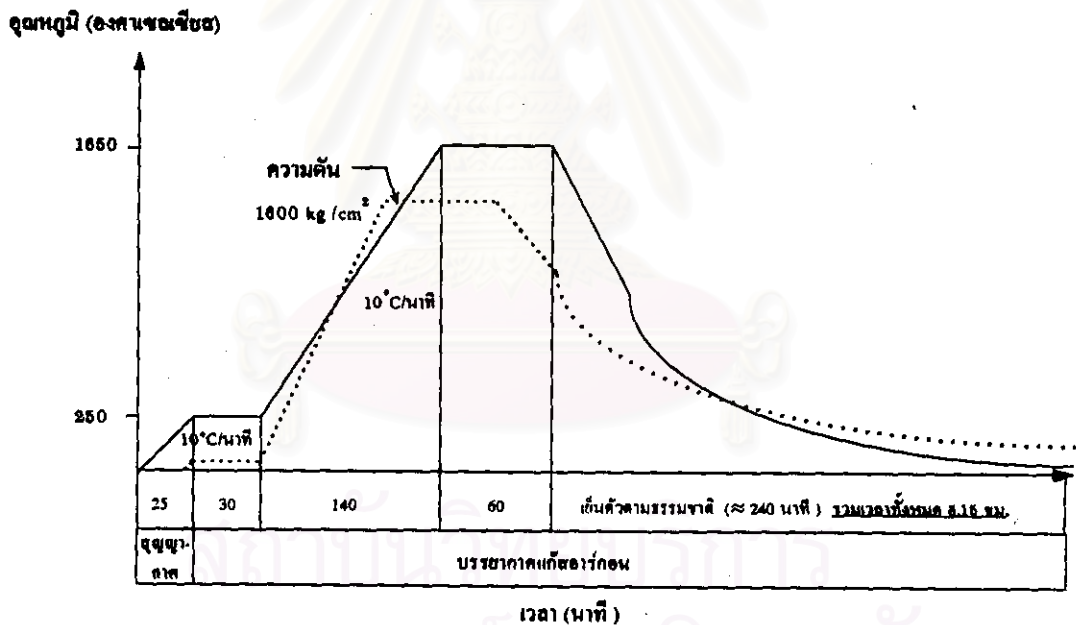
นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกมาแล้วจากข้อ 3.3.4 มาเพิ่มความหนาแน่นและปรับปรุงสมบัติเชิงกลของชิ้นงานให้ดีขึ้น โดยใช้การอัดขึ้นรูปด้วยความดันที่เท่ากันทุกทิศทางภายใต้อุณหภูมิสูง (HIP) โดยกำหนดรูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิและความดันไปพร้อมๆกัน (Simultaneous Pattern) ซึ่งใช้กับวิธี HIP ที่ไม่ใช่แคปซูล เพื่อลดระยะเวลาที่ต้องการสำหรับเพิ่มอุณหภูมิและความดันแก๊สที่ใช้เป็นตัวกลางในการส่งความดัน

ใช้กรรมวิธี HIP โดยไม่ใช้แคปซูลห่อหุ้มชิ้นงาน (Without Encapsulation) โดยการใช้ชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ไททาเนียมคาร์ไบด์ที่ผ่านการเผาผนึกมาก่อนโดยมีความหนาแน่นไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี

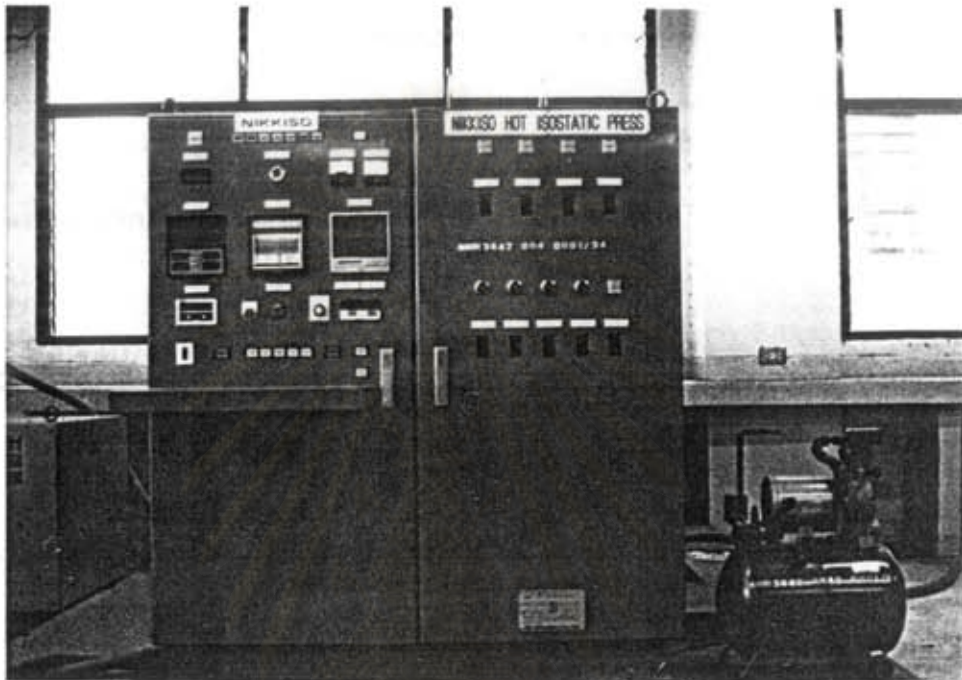
เครื่องมือ : Hot Isostatic Press (HIP) ของบริษัท NIKKISO

ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

- กำหนดคั่งตารางที่ 3.4 ในหัวข้อ 3.3.1 (การออกแบบการทดลอง)
- ภายใต้อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999



รูปที่ 3.24 กราฟแสดงสภาวะการขึ้นรูปชิ้นงานด้วย HIP ที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ความดัน 1600 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร เวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 3.25 เครื่อง Hot Isostatic Press (HIP)

3.3.51 การตรวจสอบสมบัติจำเพาะของผลิตภัณฑ์จากการทดลอง

ทำการตรวจสอบสมบัติจำเพาะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการอัดขึ้นรูปด้วยวิธีHIP เหมือนกับหัวข้อที่ 3.3.4.1 (การตรวจสอบสมบัติชิ้นงานหลังการเผาผนึก)