



บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทดลอง วิเคราะห์ และทดสอบ แสดง
ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น
Cold Isostatic Press	Unipress	CIP : 300/40
Drying Oven	Memmert	UM 100-800
Electronic Balance	Chartorius	MC-1
Gas Analyzer	LECO	EF-400
Hardness Tester	Matsuzawa	DVK/2
Hot Isostatic Press	NIKKISO	-
Microhardness Tester	Matsuzawa	DMH-2
Particle Size Analyzer	Micromeritics	Sedigraph 5100
Planetary Ball Mill	FRITSCH	05.202
Rotary Vacuum Gauge	OKANO	Macleod 0.0001 mmHg
Scanning Electron Microscope	JEOL	JSM-T330A
Surface Area Analyzer	Micromeritics	Flowsorb II 2300
Thermal Analyzer	NETZSCH	STA 409 C
Transmission Electron Microscope	JEOL	JEM-200CX
Vernier Caliper	MITUTOYO	-
Vertical Tube Furnace	-	-
X-ray Diffractometer	PHILLIPS	PW3719

3.2 วัสดุดิบและสารเคมี

วัสดุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงวัสดุดิบและสารเคมีสำคัญที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า
สารตั้งต้น	Silicon Nitride Powder	Shin-etsu
สารปรับปรุงสมบัติ	Aluminium oxide	Cerac
	Yttrium Oxide	-
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polymethyl-metaacrylate	Flukka
	Phenolic Resin	-
สารเคลือบป้องกันปฏิกิริยา	Graphite	Cerac
	Boron Nitride	Cerac
สารช่วยการกระจายตัว	Iso-propyl Alcohol	UNIVAR
สารกัดผิว	Sodium Hydroxide	Carlo Erba
	Potassium Ferro Cyanate	Vidhayasom
แคลซูลแก้ว	Borosilicate Glass	Pyrex [®]
ก๊าซตัวกลางส่งผ่านความดัน	Ultra High Purity Nitrogen 99.999%	TIG

3.2.1 ผงซิลิคอนไนไตรด์ (Silicon Nitride Powders)

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทดลอง คือ ซิลิคอนไนไตรด์ สูตรเคมี Si_3N_4 เกรดคอมเมอเชียล ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98 ลักษณะเป็นผงสีเทา คุณสมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสมบัติทั่วไปของซิลิคอนไนไตรด์

สมบัติของสาร	ค่าที่วัดได้
ปริมาณของอนุภาคเฟสแอลฟา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	93
ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	0.99
BET พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)	9.1
ปริมาณสิ่งมลทิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
Fe	0.189
Al	0.210
Ca	0.199
O	1.31
C	0.31

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Shin-etsu. (KSN-10M-TX) Lot No. 507133

3.2.2 สารปรับปรุงสมบัติ (Additive)

สารปรับปรุงสมบัติที่ใช้ในการทดลองมี 2 ชนิด คือ อะลูมิเนียมออกไซด์ มีสูตรเคมี Al_2O_3 ลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขุ่น ความบริสุทธิ์สูงร้อยละ 99.9 สมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.4 และ อิทเทรียมออกไซด์ มีสูตรเคมี คือ Y_2O_3 ลักษณะเป็นผงสีขาวขุ่น ความบริสุทธิ์สูงร้อยละ 99.9 สมบัติทั่วไปแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.4 แสดงสมบัติทั่วไปของอะลูมิเนียมออกไซด์

สมบัติของสาร	ค่าที่วัดได้
ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	0.44
ปริมาณสิ่งมลทิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
Fe	น้อยกว่า 0.01
Ca	น้อยกว่า 0.01
Cu	น้อยกว่า 0.01
Ga	น้อยกว่า 0.01
Na	0.06

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Cerac. A-1187 Lot Number 52994-A-1

ตารางที่ 3.5 แสดงสมบัติทั่วไปของอิทเทรียมออกไซด์

สมบัติของสาร	ค่าที่วัดได้
ปริมาณสิ่งมลทิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
Fe	0.00022
Si	0.00054
Ca	0.002

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ของผู้ผลิตจากประเทศไทย



ศูนย์วิทยพัทยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลองโดยสรุป แสดงในรูปที่ 3.1

การออกแบบการทดลอง

สารตั้งต้น + สารปรับปรุงสมบัติ ตรวจสอบสมบัติ

บดผสมแบบเปียก

อบแห้ง

แกรนูล

แกรนูล ตรวจสอบสมบัติ

อัดขึ้นรูปแบบ CIP

ชิ้นงานกรีน ตรวจสอบสมบัติ

เผาใส่สารเพิ่มการยึดเกาะและแคลไซน์เนชัน

ชิ้นงานตัวอย่าง ตรวจสอบสมบัติ

เคลือบสารป้องกันปฏิกิริยา

แคปซูลเลขชั้น

HIP

ผลิตภัณฑ์ ตรวจสอบสมบัติ

รูปที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

จากแผนภูมิ สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

วิธีการออกแบบการทดลองที่ใช้ คือ แบบ Orthogonal layout (Komatsu, 1993) ระดับ L_8 มีตัวแปรจำนวน 3 ตัว คือ อุณหภูมิ ความดัน และเวลา ทดลองในระดับ 2 level ภายใต้เงื่อนไขและสภาวะที่กำหนด จากนั้นสังเกตสมบัติเบื้องต้นของผลิตภัณฑ์ คือ ความหนาแน่น และความแข็ง เพื่อใช้เป็นเงื่อนไขในการทดลองศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อไป รายละเอียดการกำหนดตัวแปรและเงื่อนไข แสดงในตารางที่ 3.6 และตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.6 แสดงการกำหนดตัวแปรและ Level แบบ L_8

No.	Factor	Level 1	Level 2
1	อุณหภูมิ	1750 องศาเซลเซียส	1850 องศาเซลเซียส
2	ความดัน	140 เมกกะปาสคาล	160 เมกกะปาสคาล
3	เวลา	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.7 แสดงการกำหนดเงื่อนไขการทดลองแบบ L_8

Factor Experiment No.	A อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	B ความดัน (เมกกะปาสคาล)	C เวลา (ชั่วโมง)
1	1750	140	1
2	1750	140	2
3	1750	160	1
4	1750	160	2
5	1850	140	1
6	1850	140	2
7	1850	160	1
8	1850	160	2

3.3.2 การเตรียมตัวอย่างทดลอง และการตรวจสอบสมบัติของตัวอย่างระหว่างกระบวนการเตรียม

3.3.2.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

1. วิเคราะห์ปริมาณธาตุ ด้วยเครื่อง Atomic Absorption ตามมาตรฐาน ASTM C169-53 ส่งวิเคราะห์ที่ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

2. วิเคราะห์ปริมาณออกซิเจน ด้วยเครื่อง Gas Analyzer LECO EF-400 เตรียมตัวอย่างโดยชั่งสารประมาณ 0.1 กรัม ใส่ลงในครุชชีเบล แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas analyzer เป็นระยะเวลาประมาณ 2-3 นาที วิเคราะห์ซ้ำจำนวน 3 ครั้ง

3. ตรวจวิเคราะห์เฟส ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) ใช้ $\text{CuK}\alpha$ กระแสไฟฟ้า 45.0 กิโลโวลต์ 30.0 มิลลิแอมป์ เริ่มวัดที่มุม 2θ เท่ากับ 5 องศา และสิ้นสุดการวัดที่มุม 80 องศา ส่งวิเคราะห์ที่ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4. ศึกษาลักษณะ รูปร่าง และขนาดของอนุภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เตรียมตัวอย่างโดยใช้เอทริลอัลกอฮอล์เป็นของเหลวตัวกลางสำหรับกระจายผงวัสดุในโซนิคเเตอร์ (Sonicator) นานประมาณ 30 นาที หยดตัวอย่างลงบนกริด (grid) แล้ววางบนแผ่นรองรับฟอรัมมาร์ (formvar) ฉาบผิวหน้าด้วยคาร์บอนเพื่อให้นำไฟฟ้า ใช้โวลท์เทจ (accelerating voltage) 80 กิโลโวลต์ ถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

5. ตรวจวัดพื้นที่ผิวอนุภาคด้วยวิธีของบลูว์นอร์ เอ็มเม็ท เทลเลอร์ (BET) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว Flowsorb 2300 ตามมาตรฐาน ASTM C 1069-86 ส่งวิเคราะห์ที่ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. วัดขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค โดยอาศัยหลักการตกตะกอน ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Sedigraph 5100 ส่งวิเคราะห์ที่ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

7. วัดความหนาแน่น (true density) ของผงตัวอย่าง ด้วยพิคคาโนมิเตอร์โดยใช้ก๊าซฮีเลียม ส่งทดสอบที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ

3.3.2.2 การเตรียมแกรนูลสำหรับอัดขึ้นรูป และศึกษาสมบัติเฉพาะของตัวอย่างระหว่างการเตรียมแกรนูล

1. เตรียมส่วนผสมจำนวนประมาณ 80 กรัม โดยใช้อัตราส่วนดังระบุในตารางที่ 3.8 การชั่งสาร ใช้เครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ ความละเอียด 0.01 กรัม

2. ทำการผสมเพื่อให้เกิดการกระจายที่สม่ำเสมอและลดขนาดอนุภาคเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ โดยการบดผสมแบบเปียกในหม้อบดอะลูมินาขนาด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้ลูกบดอะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร จำนวน 50 ลูกบดที่ความเร็วรอบเท่ากับ 250 รอบต่อนาที ด้วยเครื่องบด Planetary ball mill นาน 90 นาที

3. นำสเลอร์รี่ที่ได้ไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 18 ชั่วโมง แล้วนำมาบดแบบแห้งให้ละเอียด

4. ทำการแกรนูลเลท โดยร่อนผงผ่านตะแกรงเบอร์ 80 เมช 140 เมช และ 200 เมช คัดขนาดช่วง $-80+140$ (ส่วนที่ 1) และ $-140+200$ (ส่วนที่ 2) ผสมแกรนูลส่วนที่ 1 และส่วนที่ 2 ในอัตราส่วนร้อยละ 60 และ 40 โดยน้ำหนัก ผสมให้เข้ากัน เพื่อเตรียมนำไปอัดขึ้นรูป

5. หาค่าความชื้น โดยสุ่มตัวอย่างจากแกรนูลประมาณ 5 กรัม ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง ความละเอียด 0.0001 กรัม นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสสิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักแล้วคำนวณค่าความชื้นจากสูตร

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

6. ศึกษาสมบัติทางความร้อนแบบ TGA (Thermo gravimetric analysis) ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน NETZSCH กำหนดอัตราการให้ความร้อน 10

องศาเซลเซียสต่อหน้าที่ อุณหภูมิสูงสุด คือ 1200 องศาเซลเซียส นำเทอร์โมแกรมที่ได้ไปใช้พิจารณากำหนดตารางการไล่สารเพิ่มการยัดเกาะและการแคลไซน์

7. ศึกษาลักษณะรูปร่างแกรนูล ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เตรียมตัวอย่างโดยสุมตัวอย่างแกรนูล นำมาเทกระจายบนสตั๊ป ฉาบผิวด้วยทอง แล้วถ่ายภาพตัวอย่าง

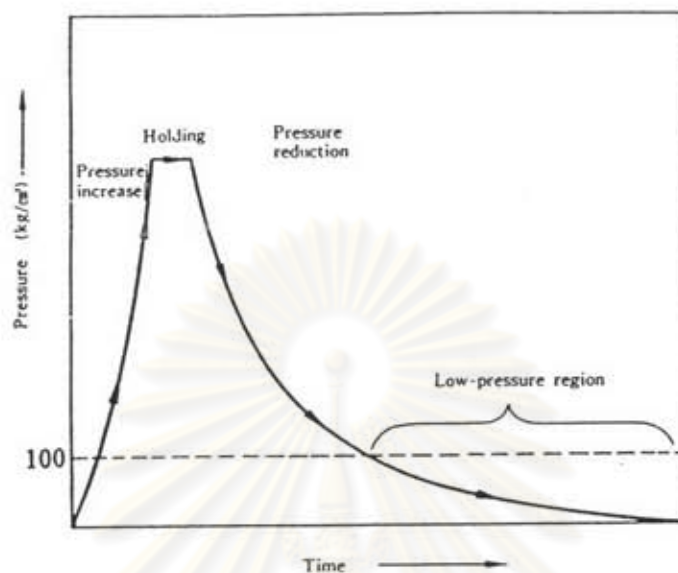
8. ตรวจวิเคราะห์เฟส ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) โดยสุมตัวอย่างประมาณ 5 กรัม นำไปตรวจหาเฟสตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.2.1 (ข้อ 3)

ตารางที่ 3.8 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารปรับปรุงคุณสมบัติ และสารเพิ่มการยัดเกาะ

ส่วนผสม	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
ซิลิคอนไนไตรด์	87.20
อิทเทรียมออกไซด์	4.74
อะลูมิเนียมออกไซด์	2.84
โพลีเมททิลเมตตะอะคิเลต	2.61
ฟีนอลิครีซิน	2.61

3.3.2.3 การอัดขึ้นรูปแบบไอโซสแตติก

นำแกรนูลที่เตรียมได้ในข้อ 3.3.2.2 บรรจุในแม่แบบยางโพลียูรีเทนรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 21 มิลลิเมตร ความยาวประมาณ 150 มิลลิเมตร ผนังด้านในของแม่แบบแบ่งเป็นช่วงความยาวสั้น ๆ จำนวน 7-8 ช่วง บรรจุแกรนูลให้เต็มโดยการเคาะเพื่อให้มีการอัดตัวแน่นและสม่ำเสมอ ปิดฉนวนกันความร้อนด้วยจุกเหล็กและใช้เทปกาวพันโดยรอบ นำแม่แบบไปอัดขึ้นรูปแบบเปียกแม่แบบ (wet bag) โดยใช้เครื่องอัดความดันไอโซสแตติก (CIP) ใช้รูปแบบการเพิ่มและคลายความดัน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 เปลี่ยนแปลงความดันที่ใช้จาก 180, 200, 220, 250 เมกกะปาสคาล เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความดันและความหนาแน่นที่ได้ของชิ้นงาน

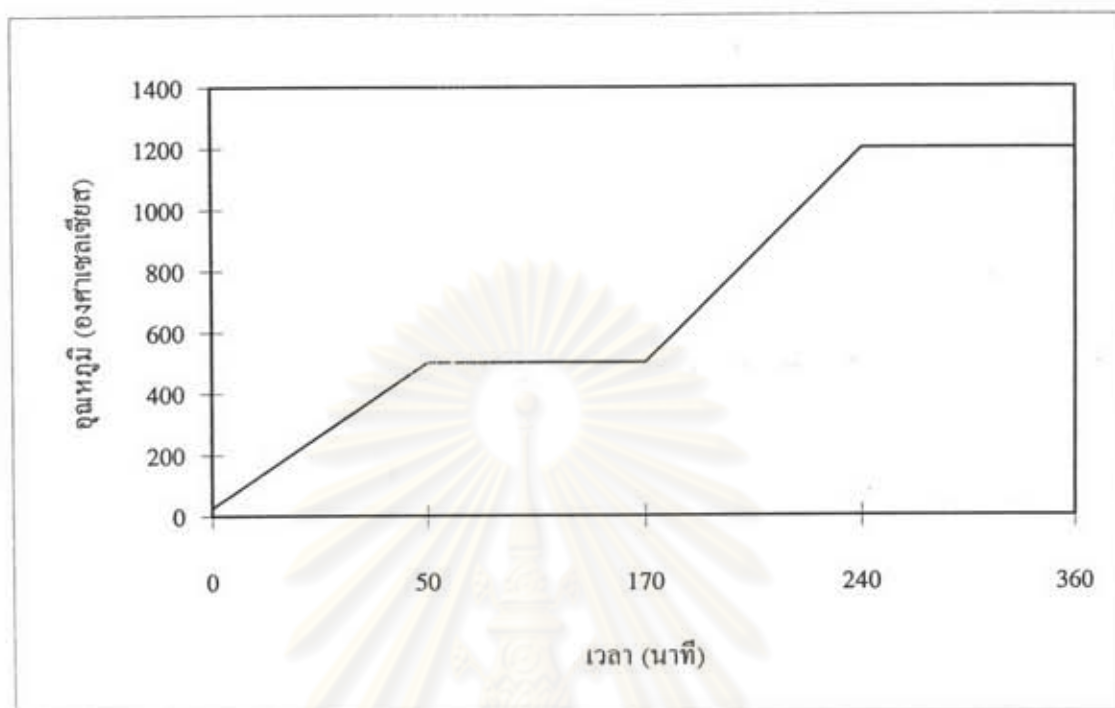


รูปที่ 3.2 แสดงระดับความดันและระยะเวลาของการอัดขึ้นรูปแบบไอโซสแตติก
(Koizumi, 1987)

ชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนการขึ้นรูปนี้มีจำนวน 6-7 ชิ้น นำชิ้นงานที่ได้มาขัดหัว-ท้ายให้เรียบด้วยกระดาษทราย ตัวอย่างที่ได้มีรูปร่างทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 18-19 มิลลิเมตร ความสูง 13.5-14.5 มิลลิเมตร เรียกชิ้นงานที่ได้จากขั้นตอนนี้ว่า ชิ้นงานกรีน (green compact)

3.3.2.4 การใส่สารเพิ่มการยึดเกาะ และการแคลไซน์เนชัน

นำชิ้นงานกรีนที่ผ่านการอัดขึ้นรูปมาแล้ว ไปเผาใส่สารเพิ่มการยึดเกาะและแคลไซน์ภายในหลอดแก้ว Quartz ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ภายใต้สุญญากาศ นาน 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แสดงระดับอุณหภูมิและช่วงเวลาการใส่สารเพิ่มการยึดเกาะและการแคลไซน์

3.3.2.5 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูป

1. หาค่าความหนาแน่นโดยนำชิ้นตัวอย่างมาวัดมิติด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ ความละเอียด 0.0001 กรัม นำข้อมูลมาคำนวณหาความหนาแน่นจากสูตร

$$\text{ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนัก (หนักน้ำหนักสารเพิ่มการยึดเกาะ)}}{\text{ปริมาตรจากการคำนวณ}}$$

2. ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักและการหดตัวของชิ้นงานตัวอย่างภายหลังการแคลไซน์ ดังนี้

$$\text{น้ำหนักเปลี่ยนแปลง (ร้อยละ)} = \frac{(\text{น้ำหนักก่อนเผา} - \text{น้ำหนักหลังเผา})}{\text{น้ำหนักก่อนเผา}} \times 100$$

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

3. ตรวจวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจน ด้วยเครื่อง Gas analyzer เตรียมตัวอย่างโดยการบดตัวอย่างชิ้นงานจนละเอียดแล้วนำผงไปวิเคราะห์ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.2.1 (ข้อ 3)

4. ตรวจวิเคราะห์เฟส ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) โดยนำไปตรวจวิเคราะห์เฟสตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.2.1 (ข้อ 3)

5. ตรวจสอบลักษณะภายในชิ้นตัวอย่าง โดยนำไปทุบให้แตก ติดบนสตัป ฉาบผิวด้วยทอง แล้วนำไปศึกษาลักษณะของผิวแตก (fracture surface) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.2.6 การเคลือบสารป้องกันปฏิกิริยา

นำชิ้นงานที่ผ่านการแคลไซน์ มาเคลือบสารป้องกันปฏิกิริยา ซึ่งมีส่วนผสมดังแสดงในตารางที่ 3.9 โดยเคลือบสารชั้นที่ 1 หนาประมาณ 0.5 มิลลิเมตร อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 5 นาที แล้วเคลือบสารชั้นที่ 2 ความหนาประมาณ 0.5 มิลลิเมตร เช่นกัน นำไปอบให้แห้งอีกครั้ง เพื่อเตรียมบรรจุแคปซูล

ตารางที่ 3.9 แสดงส่วนผสมของสารเคลือบป้องกันปฏิกิริยา

ส่วนผสม	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
สารเคลือบชั้นที่ 1	
กราไฟต์	5.25
โบรอนไนไตรด์	29.75
โพลีเมทริลเมตตะอะคิเลต	2
อะซิโตน	63
สารเคลือบชั้นที่ 2	
ซิลิคอนไนไตรด์	10.5
โบรอนไนไตรด์	24.5
โพลีเมทริลเมตตะอะคิเลต	2
อะซิโตน	63

3.3.2.8 การเตรียมแคปซูล

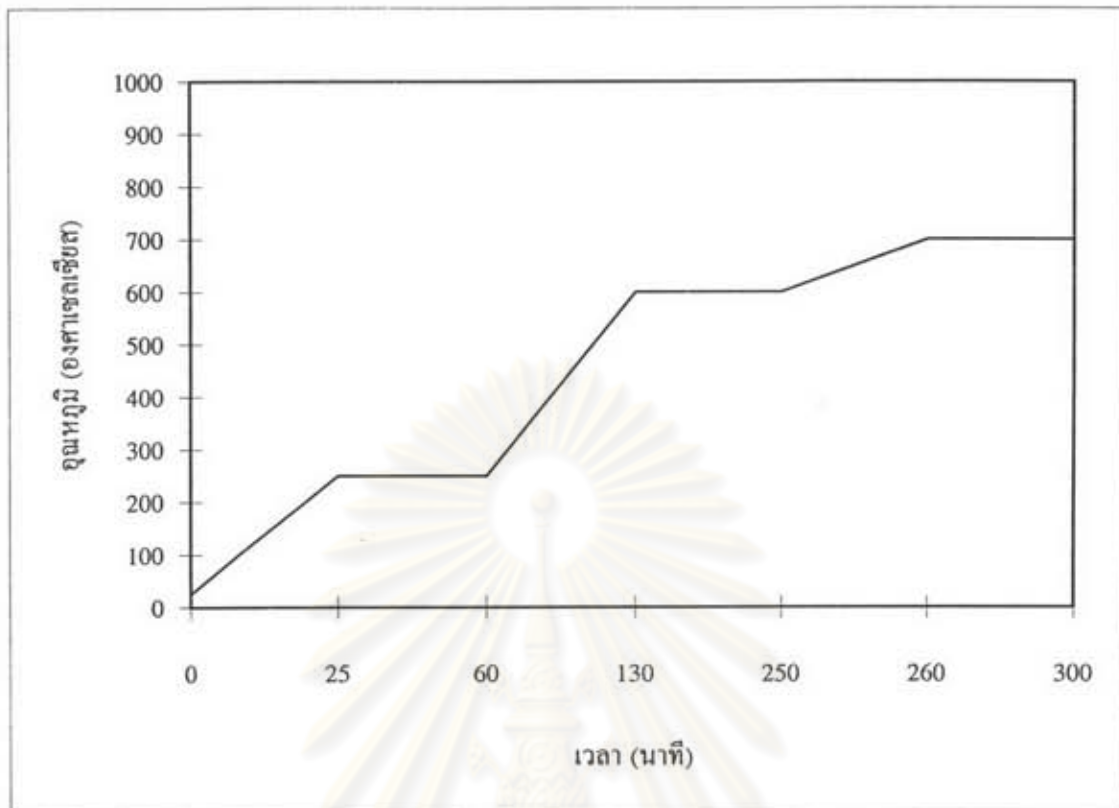
นำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบสารป้องกันปฏิกิริยาแล้วบรรจุในหลอดแก้ว Pyrex[®] ซึ่งมีส่วนผสมทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 3.10 หลอดแก้วมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 22 มิลลิเมตร ความหนาผนังแก้วประมาณ 1.5 มิลลิเมตร นำไปให้ความร้อนภายใต้สุญญากาศ ระดับ 0.02 ทอร์ เพื่อไล่อากาศ ความชื้น และสารเพิ่มการยึดเกาะที่ใส่ในสารเคลือบป้องกันปฏิกิริยา โดยใช้เตาเผาทรงตั้ง (Vertical tube furnace) ในการให้ความร้อน ซิลปิดฉนวนแคปซูลที่ระดับอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส รูปแบบการให้ความร้อนและเวลาแสดงในรูปที่ 3.4 แล้วตัดชิ้นแคปซูลออกจากหลอดแก้วด้วยเปลวไฟขณะร้อน

สุ่มตรวจสอบรอยร้าวของแคปซูล โดยการนำไปต้มในน้ำเดือดซึ่งใส่สีเอาไว้นาน 2 ชั่วโมง สังเกตรอยร้าว

ตารางที่ 3.10 แสดงส่วนผสมของแก้ว Pyrex[®]

ส่วนผสม	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
SiO ₂	80.9
Al ₂ O ₃	2.3
Fe ₂ O ₃	0.03
B ₂ O ₃	12.7
Na ₂ O	4.0
K ₂ O	0.04

ที่มา : ข้อมูลผลิตภัณฑ์ Corning Glass



รูปที่ 3.4 แสดงระดับอุณหภูมิตั้งแต่และช่วงเวลาการเตรียมแคปซูล

3.3.2.9 การซินเทอร์ริงโดยวิธี Hot Isostatic Pressing (HIP)

นำชิ้นแคปซูลไปซินเทอร์ด้วยวิธี HIP โดยใช้รูปแบบการให้ความร้อนนำหน้าความดัน (Temperature preceding) ในอุปกรณ์ HIP ภายใต้อุณหภูมิ ความดัน และระยะเวลาที่กำหนดในหัวข้อ 3.3.1 ก๊าซที่ใช้เป็นตัวกลางส่งความดัน คือ ก๊าซไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999

เทคนิคการบรรจุชิ้นแคปซูลภายในครุชชีเบิ้ลที่ทำด้วยกราไฟต์ คือ การใช้โบรอนไนไตรด์เคลือบผนังด้านในของครุชชีเบิ้ลเอาไว้ เพื่อป้องกันแก้วหลอมติดภาชนะ และใช้ผงซิลิคอนคาร์ไบด์เป็น packing bed ป้องกันแก้วไหลหนีออกจากชิ้นงานที่อุณหภูมิสูง

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะของผลิตภัณฑ์จากการทดลอง

3.3.3.1 การตรวจสอบสมบัติฟิสิกส์ของผลิตภัณฑ์

1. การวัดความหนาแน่น ใช้วิธีหลักการแทนที่น้ำของอาร์คีเมดิส ตามมาตรฐาน ASTM C373

2. วัดค่าการหดตัว (Shrinkage) โดยวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูง ทั้งก่อนและหลังการซินเทอร์โดยวิธี HIP ด้วยเวอร์เนียร์แคลิเปอร์ ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร แล้วคำนวณค่าร้อยละการหดตัวและแฟคเตอร์การหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage factor, f) จากสูตร (Crum, 1990)

$$\text{การหดตัว (ร้อยละ)} = \frac{(\text{ความยาวก่อน HIP} - \text{ความยาวหลัง HIP}) \times 100}{\text{ความยาวก่อน HIP}}$$

$$\text{แฟคเตอร์การหดตัวเชิงเส้น (f)} = (D_o / D_f)^{1/3}$$

โดย D_o คือ ความหนาแน่นก่อน HIP

D_f คือ ความหนาแน่นหลัง HIP

3. สี จากการสังเกตด้วยตาเปล่า

3.3.3.2 การตรวจสอบสมบัติเคมีของผลิตภัณฑ์

ตรวจวัดธาตุที่หลงเหลืออยู่ในตัวอย่าง ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ของ NORAN ส่งวิเคราะห์ที่ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

3.3.3.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

1. ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค เกรน และผิวแตก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวด้วยกระดาษซิลิคอนคาร์ไบด์ ขนาดกริท 180, 240, 450, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดด้วยผงขัดเพชร (diamond paste : Buchler) ขนาด 1 ไมโครเมตร จากนั้นนำไปกัดผิว (etching) ด้วยสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์และโปตัสเซียมเพอร์โรไซยานेट ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ฉาบผิวด้วยทอง ถ่ายภาพตัวอย่างทั้งก่อนและหลังผ่านการกัดผิว ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2. ตรวจวิเคราะห์เฟส ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) โดยการตัดตัวอย่างที่ผ่านการ HIP ด้วยใบเลื่อยเพชร ความละเอียด 400 กริท ความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร แล้วตรวจหาเฟสที่เกิดขึ้น ตามวิธีในหัวข้อ 3.3.2.1 (ข้อ 3)

3. ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผิวแตก (Fracture surface) โดยทุบตัวอย่างให้แตก แล้วนำไปฉาบผิวด้วยทอง ถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.3.4 การตรวจสอบสมบัติเชิงกล

1. ทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ ตามมาตรฐาน JIS Z 2244-1986 ขนาดน้ำหนัก 10 กิโลกรัม เวลา 15 วินาที อัตราการเคลื่อนที่ของหัวกด 50 ไมโครเมตรต่อวินาที วัดระยะอินเดนท์ทั้ง 2 แกน คำนวณหาค่าความแข็งวิกเกอร์ (HV10) หน่วย ปาสคาล (Pa) จากสูตร

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์ (ปาสคาล)} = \frac{1.8544 P}{(2a)^2}$$

โดย P คือ น้ำหนักที่กด
a คือ ระยะอินเดนท์

2. วัดค่า Young's modulus (E) ด้วยเทคนิคอินเดนท์เทชัน (Indentation Technique) โดยการวัดความแข็งแบบ Knoop ขนาดน้ำหนัก 100 กรัม เวลา 15 วินาที แล้ววัดระยะอินเดนท์ คำนวณหาค่า Young's modulus จากสูตร (Marshall, 1982 อ้างถึงใน McColm, 1990)

$$\text{ความแข็ง Knoop (ปาสคาล)} = \frac{14230 P}{a^2}$$

$$\text{Young's modulus, E (ปาสคาล)} = \frac{0.45 Hk}{(b/a) - 0.1406}$$

- โดย Hk คือ ค่าความแข็ง Knoop
 b คือ ระยะอินเดนท์แกนรอง (short axis)
 c คือ ระยะอินเดนท์แกนหลัก (long axis)

3. ทดสอบค่า Fracture toughness (K_{Ic}) ตามมาตรฐาน JIS R 1602-1986 คำนวณค่า K_{Ic} จากสูตร

$$\text{Fracture toughness, } K_{Ic} \text{ (MPa.m}^{1/2}\text{)} = 0.018 (E/Hv)^{1/2} (P/C^{3/2})$$

โดย C คือ ความยาวรอยแตก/2 หน่วย: เมตร

ศูนย์วิทยพัทยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย