


ผลของการเคลือบผิวด้วยเปลวความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ เซอร์โคเนีย-ยิตเทรีย บนเหล็กกล้าคาร์บอน



เรืออากาศเอก อภิสิทธิ์ ยูวะเดมีย์

สถาบันวิทยบริการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาระดับปริญญาโท สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2543

ISBN 974-346-956-7

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF PLASMA-SPRAYED ZIRCONIA-YTRIA COMPOSITE ON CARBON STEEL



FLIGHT LIEUTENANT APISITH YUVANATEMIYA

สภามหาวิทยาลัยบูรพา
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

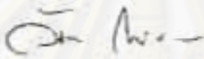
Faculty of Science
Chulalongkorn University

Academic Year 2000


ISBN 974-346-956-7

หัวข้อวิทยานิพนธ์ ผลของการเคลือบผิวด้วยเปลวความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ
เทอร์โคเน็ย-ยิตเทรีย บนเหล็กกล้าคาร์บอน
โดย เว็ชอากาศเอก อภิลิทธิ ยูวณะเดมีย์
ภาควิชา วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุทิน คุณาเวียงรอง
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม (ถ้ามี) ดร. ชุตินา เอี่ยมโชติชวลิต

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


..... คณะบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร. วันชัย โพธิ์พิจิตร)


คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ไพพวรรณ สันติสุข)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุทิน คุณาเวียงรอง)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม (ถ้ามี)
(ดร. ชุตินา เอี่ยมโชติชวลิต)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินนาวัฒน์)


..... กรรมการ
(ดร. ศรัณว์ เจียมศิริเลิศ)

บทคัดย่อวิทยานิพนธ์

เรื่องอากาศเอก อภิสิทธิ์ ขุนนะเดมิย์ : ผลของการเคลือบผิวด้วยเปลวความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ เซอร์โคเนีย-ยิตเทรีย บนเหล็กกล้าคาร์บอน. (EFFECTS OF PLASMA-SPRAYED ZIRCONIA-YTRIA COMPOSITE ON CARBON STEEL) อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. สุทิน คุณาเรืองรอง, อ. ที่ปรึกษาร่วม : ดร. ชุตติมา เข้มมโชนิขวัฒน์ 84 หน้า. ISBN 974-346-956-7.

งานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของความหนาของเคลือบ ZrO_2 - 20 wt.% Y_2O_3 ที่มีผลต่อความแข็งแรงในการยึดเกาะและความทนทานของเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันบนชิ้นงานโลหะชนิด SAE 1020 โดยเคลือบผิวชิ้นงานโลหะด้วยวิธีเปลวความร้อน ซึ่งก่อนเคลือบได้ทำการเตรียมผิวชิ้นงานด้วยการพ่นสัดด้วยผงอะลูมินาขนาด 80 เมช ที่เวลาต่างกันคือ 2, 4, 6, 8 และ 10 นาที แล้วทำการเคลือบผิวด้วย ZrO_2 - 20 wt.% Y_2O_3 บน NiCrAlY ที่เป็นชั้นประสานเพื่อช่วยเพิ่มการยึดเกาะระหว่าง SAE1020 กับเคลือบเซอร์โคเนีย-ยิตเทรีย ชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบแล้วมาอบอ่อนนาน 2 ชั่วโมง โดยช่วงอุณหภูมิในการอบอ่อนพิจารณาจากอุณหภูมิที่สามารถลดความเครียดสะสมในชั้นผิวเคลือบ หลังจากนั้นนำชิ้นงาน SAE1020 ทรงกลม ที่ผ่านการเคลือบและอบคลายเครียดมาเชื่อมติดกับตัวจับยึดด้วยการอ็อกซีเพื่อทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของเคลือบ และทดสอบความทนทานของเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน โดยให้ความร้อนที่ 1300 องศาเซลเซียส และลดอุณหภูมิอย่างฉับพลันที่ 25 องศาเซลเซียส

จากผลการทดลอง พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการพ่นสัดด้วยผงอะลูมินานาน 6 นาทีก่อนเคลือบผิวและความหนาของเคลือบ 0.1 มิลลิเมตร ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ดีที่สุด อุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบอ่อนคือ 400 องศาเซลเซียส หลังการอบอ่อนทำให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของเคลือบเพิ่มขึ้นประมาณ 32.5% แม้ว่าความหนาผิวเคลือบเพิ่มขึ้นทำให้มีความแข็งแรงในการยึดเกาะของเคลือบลดลง แต่ส่งผลให้สมบัติของเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันดีที่สุด

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2543

ลายมือชื่อนิสิต ๕๑. อภิสิทธิ์ ขุนนะเดมิย์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

AN ABSTRACT

4172532623: MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: PLASMA-SPRAYED / ZIRCONIA-YTTRIA COMPOSITE.

FLIGHT LIEUTENANT APISITH YUVANATEMIYA: EFFECTS OF PLASMA-SPRAYED ZIRCONIA-YTTRIA COMPOSITE ON CARBON STEEL.
THESIS ADVISOR: ASSIST. PROF. SUTIN KU HARUANGRONG, Ph.D.
THESIS COADVISOR: CHUTIMA EAMCHOTCHAWALIT, Ph.D. 84 pp.
ISBN 974-346-956-7

The effect of the coating thickness of $ZrO_2 - 20 \text{ wt. } \% Y_2O_3$ film on the adhesive strength and thermal shock resistance on carbon steel substrate (SAE 1020) was investigated. This composite film was fabricated by plasma spray on carbon steel surface prepared by grit blasting of 80 mesh Al_2O_3 with varying time 2, 4, 6, 8 and 10 minutes. Before deposition of film, the bond coat of NiCrAlY alloy was applied to improve adherence between SAE 1020 and zirconia-yttria film. After film coatings, they were annealed for 2 hours. The annealing temperatures were selected to release the stress of deposited film on carbon steel. The coated cylindrical specimen was bonded with epoxy glue for the tensile measurement. The thermal shock resistance was determined by heating the specimen at $1300^\circ C$ and rapidly cooled to $25^\circ C$.

The experimental results showed that the optimum adhesive strength of film on the carbon steel could be obtained by Al_2O_3 blasting for 6 minutes on the substrate and film coating of 0.1 millimeters. The suitable annealing temperature at $400^\circ C$ increased the adhesive strength by 32.5%. Although the thicker film decreased the adhesive strength, it provided the better performance of thermal shock resistance.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2543

ลายมือที่อนิสิต.ร.อ. อภิสิทธิ์ ชูณะเทศน์
ลายมือที่อาจารย์ที่ปรึกษา.....
ลายมือที่อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่ง ของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุหีน คูหาเรืองรอง และ ดร. ชูติมา เอี่ยมโชติชวลิต อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ในการวิจัยด้วยดีตลอดมาขอกราบขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ให้ข้อเสนอแนะ และตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ ฝ่ายช่าง บริษัท การบินไทย จำกัด ที่ให้การสนับสนุนการทำงานวิจัย โดยเฉพาะในการอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัยต่างๆ ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ขอขอบคุณ คุณเจตพงศ์ วงศ์ทองสรรค์ และ คุณศิวพล ศิริโท ที่กรุณาให้ข้อเสนอแนะในขั้นตอนการเตรียมการทดสอบต่างๆ ขอขอบคุณ คุณศักดิ์ชัย ปิติเสรี ที่คอยช่วยเหลือในการใช้เครื่องพลาสมาสเปกซ์ ขอขอบคุณ คุณเวียงชัย ภูดีหิน ที่คอยให้ความช่วยเหลือและแนะนำในการเตรียมชิ้นงานและทดสอบสมบัติชิ้นงาน และขอขอบคุณพนักงานฝ่ายช่างทุกท่าน ที่ให้ความช่วยเหลือและถามไถ่เกี่ยวกับการทำงานวิจัย ด้วยดีตลอดมา

ขอขอบคุณ พี่ๆ และน้องๆ ปริญญาโท ทุกคนที่คอยให้ความช่วยเหลือและแลกเปลี่ยนความคิดเห็นด้วยดีตลอดมา

ท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้ความสนับสนุน และให้กำลังใจในการศึกษาตลอดมา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ข
สารบัญ	ค
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญภาพ	ญ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 แนวทางและขอบเขตของงานวิจัย	2
2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 การพันเคลือบด้วยเปลวพลาสมา	4
2.2 การเพิ่มสมบัติของพันธะในการยึดเกาะ	19
2.3 การพันเคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมาด้วยวัสดุเซรามิก	21
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
3 วิธีการทดลอง	30
3.1 การตรวจสอบสมบัติผงวัสดุที่ใช้เคลือบ	30
3.2 การเตรียมชิ้นงานทดสอบ	32
3.3 การพันเคลือบผิว	35
3.4 การตรวจสอบสมบัติของผิวเคลือบ	36
4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	40
4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติผงวัสดุที่ใช้เคลือบ	40

สารบัญ (ต่อ)		๖
บทที่		หน้า
4.2	ผลการเตรียมตัวขึ้นงานก่อนการพ้นเคสลับ	43
4.3	ผลการตรวจสอบสมบัติตัวเคสลับ	46
5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	60
5.1	สรุปผลการทดลอง	60
5.2	ข้อเสนอแนะ	62
รายการอ้างอิง	63
ภาคผนวก	67
ภาคผนวก ก	68
ภาคผนวก ข	69
ภาคผนวก ค	91
ภาคผนวก ง	92
ประวัติผู้วิจัย	94

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของหลาสमानกัสด	6
ตารางที่ 2.2 ผลการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ อย่างฉับพลัน	28
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการกระจายตัวและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุ	41
ตารางที่ 4.2 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบที่ไม่ผ่าน การอบอ่อน	53
ตารางที่ 4.3 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบหลังผ่าน การอบอ่อน	54
ตารางที่ 4.4 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ ที่ความหนา 4.12±0.2 ไมครอน	55

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพประกอบ	หน้า
รูปที่ 2.1 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในและการพันเคลือบด้วยเปลวพลาสมา	4
รูปที่ 2.2 ภาพแสดงการกระจายอุณหภูมิของลัฟลาสมา	5
รูปที่ 2.3 ภาพแสดงลักษณะของการ splat	7
รูปที่ 2.4 ภาพแสดงลักษณะของผิวเคลือบ	8
รูปที่ 2.5 ภาพแสดงพื้นที่ยึดเกาะทางกลแบบต่างๆ	10
รูปที่ 2.6 ผลของปริมาณไฟฟ้าและระยะห่างการพันต่อความแข็งแรง ในการยึดเกาะของผิวเคลือบ	11
รูปที่ 2.7 แสดงค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบต่ออัตราการไหลของแก๊สที่ใช้ พลาสมา	12
รูปที่ 2.8 ผลของระยะห่างและอัตราการป้อนผงที่มีต่อความแข็งแรงในการยึดเกาะ	13
รูปที่ 2.9 แสดงขนาดของผงวัสดุเทียบต่อค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ	14
รูปที่ 2.10 แสดงความสัมพันธ์ความหนาแน่นของผิวเคลือบกับความแข็งแรงในการยึดเกาะ	14
รูปที่ 2.11 แสดงภาพโดยรวมของพารามิเตอร์ที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของผิวเคลือบที่ เคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมา	16
รูปที่ 2.12 แสดงมุมพ่นกับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ	22
รูปที่ 2.13 แสดงมุมพ่นกับค่าความหยาบ	23
รูปที่ 2.14 แสดงค่าเฉลี่ยความหยาบกับแรงดันลม	23
รูปที่ 2.15 กราฟแสดง life time ของการทดสอบการเป็นนวนความร้อนภายใต้อุณหภูมิ ที่แตกต่างกัน	26
รูปที่ 2.16 กราฟแสดงผลการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ อย่างฉับพลัน	29
รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลอง	31
รูปที่ 3.2 ภาพแสดงลักษณะชิ้นงานที่ได้จากการตัด	34
รูปที่ 3.3 ภาพแสดงลักษณะเครื่อง surface roughness tester	34
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการเคลื่อนที่ของหัวลากขณะทำการวัดผิวหยาบ	34
รูปที่ 3.5 แสดงลักษณะเครื่องวัดความหนา	36
รูปที่ 3.6 แสดงอุปกรณ์และการเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะ	37
รูปที่ 3.7 แสดงเครื่อง instron universal testing machine	38

สารบัญภาพ (ต่อ)

ฎ

หน้า

รูปที่ 3.8	แสดงลักษณะการทดสอบแรงดึงในการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะ	39
รูปที่ 3.9	ภาพแสดงชิ้นงานเตรียมนำไปเคลือบผิวทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน	39
รูปที่ 4.1	กราฟ XRD ของ 80 wt.% ZrO ₂ -20 wt. % Y ₂ O ₃ ก่อนการพ่นเคลือบ	41
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงผลการกระจายตัวและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุ	42
รูปที่ 4.3	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 750 เท่า แสดงลักษณะและขนาดอนุภาคของ 80 wt.% ZrO ₂ -20 wt. % Y ₂ O ₃	42
รูปที่ 4.4	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการพ่นอะลูมินาต่อความหนาของผิววัสดุ	43
รูปที่ 4.5	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 200 เท่า แสดงภาพตัดขวางของผิวชิ้นงานที่ผ่านการพ่นชนิดที่เวลาต่างๆ	45
รูปที่ 4.6	กราฟแสดงผลการวัดความหนาของผิวเคลือบเทียบกับความหนาที่กำหนด	47
รูปที่ 4.7	ภาพแสดงลักษณะผิวเคลือบที่ความหนาต่างๆ ที่ตรวจสอบจากกล้องจุลทรรศน์	49
รูปที่ 4.8	กราฟ XRD ของ 80 wt.% ZrO ₂ -20wt. % Y ₂ O ₃ หลังการพ่นเคลือบ	50
รูปที่ 4.9	กราฟ XRD ของ 80 wt.% ZrO ₂ - 20wt. % Y ₂ O ₃ หลังการ อบอ่อน	50
รูปที่ 4.10	แสดงลักษณะชิ้นงานและแนวแรงดึงขณะทำการทดสอบ	51
รูปที่ 4.11	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของพื้นผิวกับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ	52
รูปที่ 4.12	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาผิวเคลือบกับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ค่าความหนา 4.12±0.2 ไมครอน	55
รูปที่ 4.13	แสดงลักษณะการแตกของผิวเคลือบชิ้นบน	57
รูปที่ 4.14	แสดงลักษณะชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบชิ้นงานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน	59

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมา

การสึกหรอของชิ้นส่วนเครื่องจักรกลและชิ้นส่วนงานวิศวกรรมต่างๆ มักเกิดจากการเสื่อมสภาพของผิววัสดุที่เกิดขึ้นจากการใช้งาน หรือเป็นผลจากสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งต้องหาทางป้องกันการสึกหรอของวัสดุทุกรูปแบบ เพื่อยืดอายุการใช้งานของวัสดุและอุปกรณ์ให้มีอายุการใช้งานนานขึ้น กระบวนการพ่นเคลือบด้วยเปลวความร้อนเป็นกระบวนการหนึ่งในการช่วยปรับปรุงสมบัติของผิวชิ้นส่วนวัสดุให้มีความทนทานขึ้น และยังสามารถเป็นการซ่อมแซมส่วนที่สึกหรอ ให้สามารถกลับมาใช้งานได้อีกด้วย การพ่นเคลือบด้วยเปลวความร้อนเป็นกระบวนการที่ให้ความร้อนสูงถึง 2,760 องศาเซลเซียส ที่สามารถหลอมเหลววัสดุที่ใช้ในการเคลือบผิวชิ้นงาน วัสดุที่มักใช้ในการเคลือบ คือ โลหะ, อลูมิเนียม และเซรามิก⁽¹⁾ แบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท⁽²⁾ คือ

(1) การพ่นเคลือบด้วยเปลวเพลิง เป็นกระบวนการที่อาศัยการเผาไหม้ของแก๊สออกซิเจนและแก๊สเชื้อเพลิงเป็นแหล่งให้พลังงานความร้อนแก่วัสดุที่ใช้ในการพ่นเคลือบ

(2) การพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา เกิดจากการอาร์กของกระแสไฟฟ้าระหว่างขั้วบวกและขั้วลบภายในปืนพลาสมา ทำให้เกิดการแตกตัวของพลาสมาแก๊ส ซึ่งได้แก่ แก๊สอาร์กอนหรือ แก๊สฮีเลียม และผ่านแก๊สไฮโดรเจนไปที่บริเวณการอาร์ก เพื่อเป็นเชื้อเพลิงให้เกิดความร้อนในการหลอมละลายผิววัสดุ

(3) การพ่นเคลือบด้วยการอาร์กไฟฟ้า วัสดุที่ใช้พ่นเคลือบจะอยู่ในรูปของเส้นลวดซึ่งจะถูกป้อนเข้าสู่เครื่องพ่น เมื่อเส้นลวดทั้งสองเส้นเคลื่อนที่เข้าใกล้กัน แล้วทำการให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดที่เป็นวัสดุที่ใช้ในการเคลือบจะทำให้เกิดการอาร์กเป็นผลให้เส้นลวดหลอมละลายกลายเป็นอนุภาคหลอมเหลวขนาดเล็ก

เทคโนโลยีการพ่นเคลือบด้วยเปลวความร้อนได้ถูกนำไปใช้งานด้านต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมการบิน อุปกรณ์เครื่องมือแพทย์ อุตสาหกรรมผลิตกระแสไฟฟ้า และ อุตสาหกรรมด้านปิโตรเลียม

ในปัจจุบันการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา (plasma spray) เป็นวิธีการพ่นเคลือบผิวที่มีใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม เนื่องจากกระบวนการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา

สามารถพ่นเคลือบได้ในช่วงอุณหภูมิที่กว้างมาก และสามารถเลือกใช้วัสดุที่ใช้ในการเคลือบผิวได้หลายชนิด

วัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนีย-ยิตเทรีย เป็นวัสดุที่นิยมนำมาใช้ในการเคลือบผิววัสดุหรืออุปกรณ์นั้นๆ ที่ต้องการให้ทนต่อความร้อนและการสึกกร่อนของส่วนประกอบของเครื่องยนต์ ความทนทานต่อการกัดกร่อนทางเคมีของเครื่องมือที่ใช้ในงานด้านปิโตรเลียมหรือโรงงานที่เกี่ยวข้องกับสารเคมี หรือใช้เป็นฉนวนป้องกันความร้อนของเสื่อสูบลม เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพและอายุการใช้งานของวัสดุหรืออุปกรณ์นั้น

ในงานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นพัฒนาวัสดุที่นำมาทำเป็นฉนวนความร้อนของท่อต่อท้ายจรวด (nozzle) ของกองทัพอากาศ ได้พิจารณานำวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนีย-ยิตเทรีย มาเคลือบผิวท่อต่อท้ายจรวดเพื่อเป็นฉนวนความร้อน โดยใช้เทคนิคการพ่นเคลือบด้วยเปลวความร้อน และศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นเคลือบเพื่อให้ได้สมบัติที่เหมาะสมต่อการใช้งาน

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษากระบวนการและภาวะที่เหมาะสมของการเคลือบผิวเหล็กกล้าคาร์บอนชนิด AISI 1020 ด้วยวัสดุเชิงประกอบ เซอริโคเนีย-ยิตเทรีย โดยวิธีเปลวความร้อน

1.2.2 ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของชิ้นงานหลังเคลือบผิวด้วยวัสดุเชิงประกอบ เซอริโคเนีย-ยิตเทรีย

1.3 แนวทางและขอบเขตของงานวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยแบ่งออกเป็น

1.3.1 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและวัดขนาดอนุภาคผงของ $ZrO_2-20wt\% Y_2O_3$ ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope และ Particle size analyzer

1.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างและเฟสของผงวัสดุ $ZrO_2-20wt\% Y_2O_3$ โดยใช้วิธี X-ray Diffraction ทั้งก่อนและหลังการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา และหลังการกระทำทางความร้อน

1.3.3 การเตรียมผิวชิ้นงานโดยพ่นขัดด้วยผงอะลูมินาและทำการตรวจสอบความหยาบของผิวชิ้นงาน โดยใช้เวลาในการพ่นขัดต่างๆกัน

1.3.4 การพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา โดยทำการพ่นเคลือบผิวชั้นประสาน (bond coat) ด้วย ผงวัสดุ NiCrAlY ให้มีความหนา 0.15 มิลลิเมตร ซึ่งเป็นความหนาที่ใช้ในงานการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมาของอุตสาหกรรมการบิน และพ่นต่อด้วยเคลือบผิวชั้นบน (top coat) โดยใช้ผงวัสดุ ZrO_2 - 20wt % Y_2O_3 ให้มีความหนาต่างๆกัน

1.3.4 ตรวจสอบความหนาของผิวเคลือบด้วยเครื่อง Surface coating thickness

1.3.5 ทำการอบอ่อน (heat treatment) ต่อชิ้นงานหลังผ่านการเคลือบผิว

1.3.6 ศึกษาลักษณะรอยต่อของผิวเคลือบแต่ละชั้นด้วยภาพตัดขวางโดยใช้ Optical microscope

1.3.7 ทำการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบตาม ASTM C 633-79

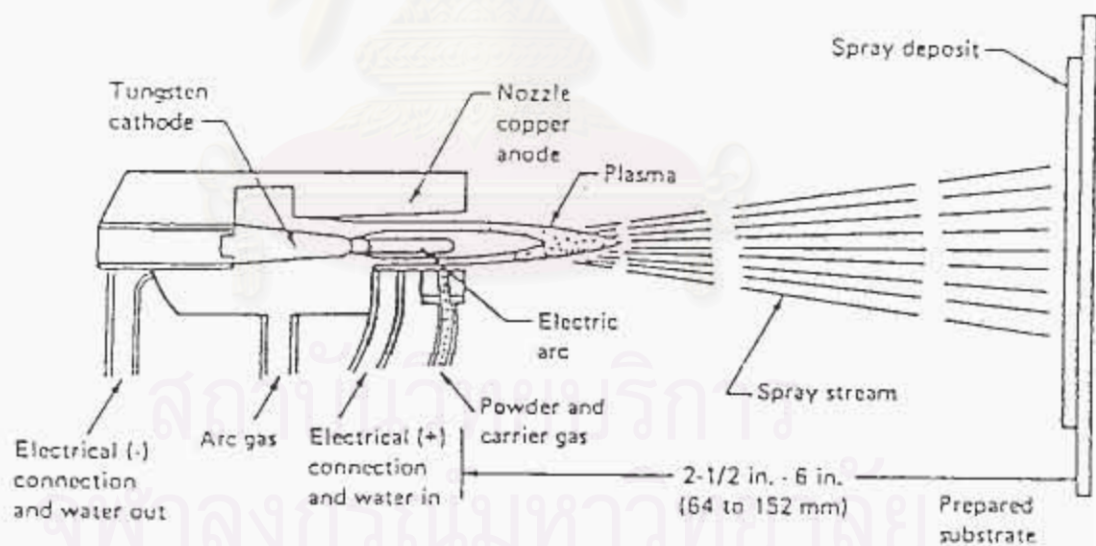
1.3.8 ทำการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน (thermal shock)

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา (Plasma spray)

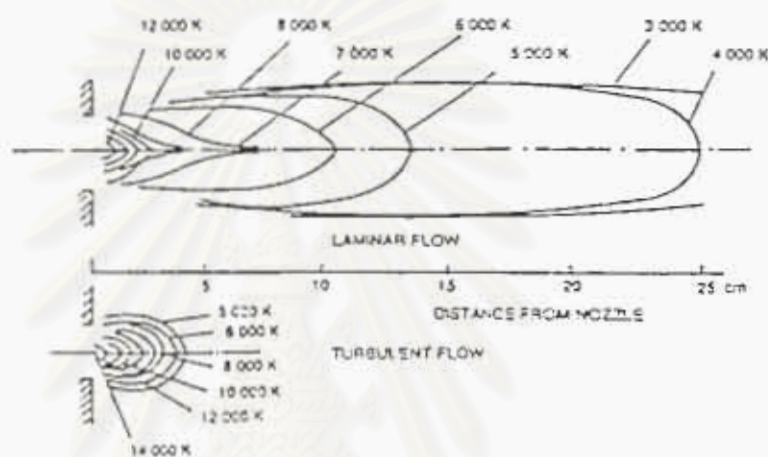
2.1.1 ปืนพลาสมา

การเกิดเปลวพลาสมานั้น เกิดจากการที่ขั้วบวกและขั้วลบในปืนพลาสมาได้รับกระแสไฟฟ้า แล้วทำให้เกิดการอาร์กบริเวณขั้วไฟฟ้าทั้งสอง จากนั้นผ่านพลาสมาแก๊ส ได้แก่ แก๊สอาร์กอน หรือ แก๊สไนโตรเจน ในบริเวณการอาร์กเมื่อพลาสมาแก๊สได้รับพลังงานกระตุ้น (excited state) ทำให้โมเลกุลของแก๊สแตกตัว และในขณะเดียวกันก็จะเกิดการรวมตัวกันของอิเล็กตรอนบวกและอิเล็กตรอนลบกลับมาอยู่ในสถานะพื้นฐาน (ground state) ทั้งสองกรณีจะมีพลังงานเกิดขึ้นอย่างมหาศาล ปริมาณความร้อนของพลาสมาจะขยายตัวใหญ่ขึ้นดันลำพลาสมาเคลื่อนที่ออกจากหัวพ่นดัง รูปที่ 2.1⁽³⁾



รูปที่ 2.1 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในและการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา

อุณหภูมิของเปลวพลาสมาขึ้นอยู่กับระดับการไอออนไนซ์ของแก๊สที่ใช้ในระบบการพ่นเคลือบ ซึ่งระดับการไอออนไนซ์ ขึ้นกับชนิดของพลาสมาแก๊ส ซึ่งให้พลังงานความร้อนไม่เท่ากัน รูปที่ 2.2 แสดงอุณหภูมิของลำพลาสมาของแก๊สอาร์กอน อัตราของแก๊สอาร์กอนที่ป้อนเข้าไปเท่ากับ 4.5 ลิตรต่อนาที และเส้นผ่านศูนย์กลางของหัวพ่นเท่ากับ 6 มิลลิเมตร⁽²⁾ จากการคำนวณด้วยสมการ 2.1 แก๊สอาร์กอนจะให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงถึง 14,000 องศาเซลวิน เมื่อระยะห่างออกไป เช่นที่ระยะประมาณ 25 เซนติเมตร จากหน้าปืน จนอุณหภูมิจึงลดลงเหลือประมาณ 2,000 ถึง 3,000 องศาเซลวิน ดังรูปที่ 2.2⁽²⁾



รูปที่ 2.2 แสดงการกระจายอุณหภูมิจึงของลำพลาสมา⁽⁴⁾

อุณหภูมิจึงของเปลวพลาสมา T_q คำนวณจากสมการ

$$T_q = \frac{EI}{\pi d a_k} \left[(1 - \exp) - \frac{\pi d a_k L}{C_p Q} \right] \quad (2.1)$$

โดยที่

- E = ระยะความยาวของพลาสมา d = เส้นผ่านศูนย์กลางของ Nozzle
 I = ค่ากระแสไฟฟ้าที่ทำให้เกิดอาร์ก L = ความยาวของอาร์ก
 a_k = สัมประสิทธิ์นำพาความร้อนของเปลวพลาสมาถึง Nozzle
 C_p = ความจุความร้อนของพลาสมาแก๊ส Q = อัตราการไหลของพลาสมาแก๊ส

2.1.2 พลาสมาแก๊ส⁽²⁾

แก๊สที่ใช้อยู่ในระบบของพลาสมาแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่ม คือ

(1) กลุ่มอะตอมคู่ แบ่งออกเป็น

(1.1) ไนโตรเจน จะมีค่าไอออไนซ์สูง และมีช่วงเวลาที่เกิดเป็นลำพลาสมานานทำให้สามารถหลอมละลายผงวัสดุ ที่มีจุดหลอมเหลวที่สูงได้และช่วยให้เกิดการยึดเกาะได้ดีกว่าอาร์กอน

(1.2) ไฮโดรเจน ต้องการพลังงานในการแตกตัวที่น้อยกว่าไนโตรเจน มีสมบัติของสัมประสิทธิ์ การนำความร้อนดีกว่าพลาสมาแก๊สชนิดอื่น ต้องการค่าความต่างศักย์และกระแสในการอาร์กสูง แต่ไฮโดรเจนจะให้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าพลาสมาแก๊สชนิดอื่น

(2) กลุ่มอะตอมเดี่ยว

ประกอบด้วยอาร์กอนและฮีเลียม ซึ่งมีค่าไอออไนซ์ต่ำกว่ากลุ่มอะตอมคู่ ง่ายต่อการเปลี่ยนรูปไปเป็นพลาสมา ใช้กระแสไฟฟ้าในระดับที่สม่ำเสมอและใช้ความต่างศักย์ต่ำในการทำให้เกิดพลาสมา และให้อุณหภูมิ ที่สูงกว่าพลาสมาแก๊สกลุ่มอะตอมคู่

จากที่กล่าวมา อาร์กอนและฮีเลียมอยู่ในสถานะที่เป็นแก๊สเฉื่อย จะทำให้ลำแสงของเปลวพลาสมาที่สว่าง สั้น และแคบมาก แต่ว่าฮีเลียมจะนำความร้อนได้ดี และมีราคาที่สูงกว่าแก๊สชนิดอื่น

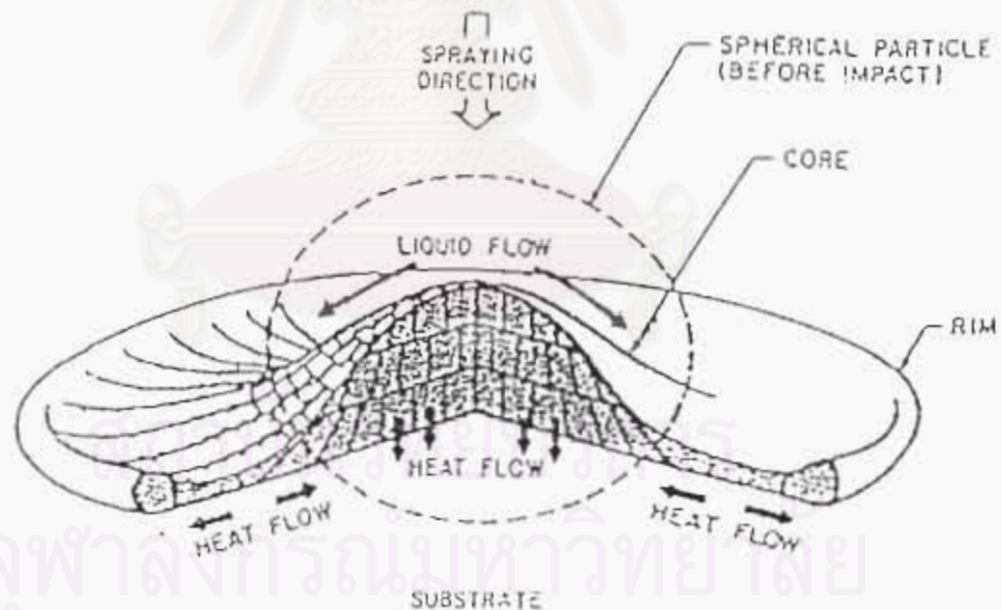
ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของพลาสมาแก๊ส⁽²⁾

ลักษณะเฉพาะ	หน่วย	อาร์กอน	ฮีเลียม	ไนโตรเจน	ไฮโดรเจน
น้ำหนักมวลโมล		39.944	4.0002	28.016	2.0156
น้ำหนักจำเพาะที่ 0°C และ ความดัน 101.32 Pa	(kg.m ⁻³)	1.783	0.1785	1.2505	0.0898
ความจุความร้อนจำเพาะที่ 20°C	(kJ.kg ⁻¹ K ⁻¹)	0.511	5.233	1.046	14.268
สัมประสิทธิ์การนำความร้อน	(w.m ⁻¹ K ⁻¹)	0.01633	0.14363	0.02386	0.17543
อุณหภูมิที่ไว้	(K)	14000	20000	73000	5100
แรงดันไฟฟ้า	(V)	40	47	60	62
กำลังไฟฟ้าที่ใช้	(kW.)	-	50	65	120

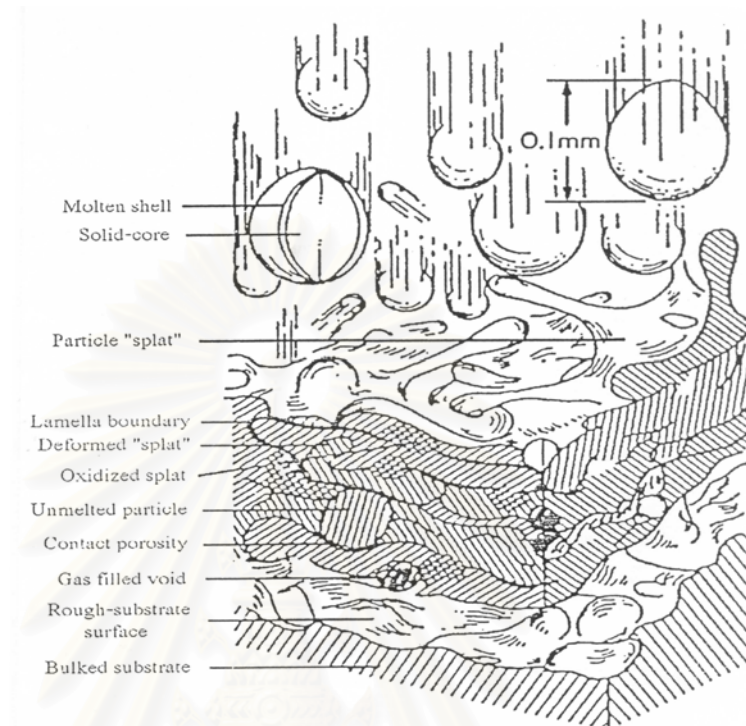
2.1.3 โครงสร้างของผิวเคลือบ

เมื่ออนุภาคผงที่ใช้ในการเคลือบเคลื่อนที่ผ่านเปลวพลาสมาจะเกิดการถ่ายเทพลังงานจากเปลวพลาสมาเข้าสู่อนุภาคผง ทำให้ผงอยู่ในสถานะหลอมเหลวหรือถึงหลอมเหลวแล้วถูกผลักดันให้พุ่งไปตกกระทบกับชิ้นงาน เมื่ออนุภาคหลอมเหลวปะทะกับผิวชิ้นงาน พลังงานจลน์ทั้งหมดในอนุภาคผงจะถูกเปลี่ยนไปเป็นพลังงานความร้อน และพลังงานในการแปรรูป (deformation energy) ดังนั้นจะเกิดความร้อนที่ขึ้นสูงมาก ณ บริเวณที่เกิดการตกกระทบ แล้วอนุภาคผงจะแตกตัวและเย็นลงอย่างรวดเร็วจนแข็งกลายเป็น splat ที่มีรูปร่างคล้ายแผ่นคัก ดังรูปที่ 2.3⁽²⁾

หลักการสร้างผิวเคลือบจะอาศัยหลักการหลอมเหลวของอนุภาคผงแล้วพุ่งไปตกกระจายและทับถมตัวกันบนชิ้นงาน ทำให้ได้ผิวเคลือบที่มีลักษณะเป็นชั้นซ้อนทับกัน (lamella structure) (รูปที่ 2.4) โครงสร้างที่ได้จะเป็นเฟสกึ่งเสถียร (metastable) เนื่องจากขณะที่อนุภาคผงที่ถูกหลอมเหลวตกกระทบกับชิ้นงานจะเกิดการแผ่และเย็นตัวอย่างรวดเร็ว อากาศที่ชิ้นงานมีขนาดใหญ่กว่า splat มากทำให้มีการถ่ายเทความร้อนอย่างรวดเร็ว แต่เมื่อนำผิวเคลือบไปอบภายหลังจากทำการพ่นเคลือบทำให้โครงสร้างกลับสู่สมดุลได้⁽³⁾



รูปที่ 2.3 ลักษณะของการ splat⁽²⁾



รูปที่ 2.4 ลักษณะของผิวเคลือบ⁽²⁾

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะของผิวเคลือบที่ได้จากเทคนิคการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา พบว่าโครงสร้างของผิวเคลือบมีลักษณะเป็นชั้นๆ เกิดจากการซ้อนทับกันของ splat จำนวนมาก นอกจากนี้ภายในผิวเคลือบยังมักพบจุดบกพร่อง (defect) ที่เกิดจากการพ่นเคลือบเสมอ เช่น อนุภาคไม่หลอมเหลว (unmelted particle) ซึ่งเกิดจากการหลอมเหลวที่ไม่สมบูรณ์ของอนุภาคผง เนื่องจากได้รับการถ่ายเทความร้อนไม่เพียงพอโดยมีการหลอมเหลวที่เปลือกนอก (molten shell) แต่ภายในยังคงมีสถานะเป็นของแข็ง (solid-core) อยู่

การที่อนุภาคมีขนาดใหญ่เกินไปหรือระยะเวลาที่ผงผ่านเข้าไปในเปลวพลาสมาสั้นเกินไปทำให้การถ่ายเทความร้อนจากเปลวพลาสมาไปสู่อนุภาคผงไม่เพียงพอต่อการหลอมเหลว และการที่มีอนุภาคไม่หลอมเหลว ปรากฏอยู่ในผิวเคลือบ ทำให้ผิวเคลือบมีความแข็งแรงต่ำลงเกิดการแตกหักได้ง่าย นอกจากนี้ภายในผิวเคลือบมักพบรูพรุน (contact porosity) ซึ่งเป็นจุดบกพร่องอีกชนิดหนึ่งที่เกิดจากการทับถมตัวไม่สนิทของ splat

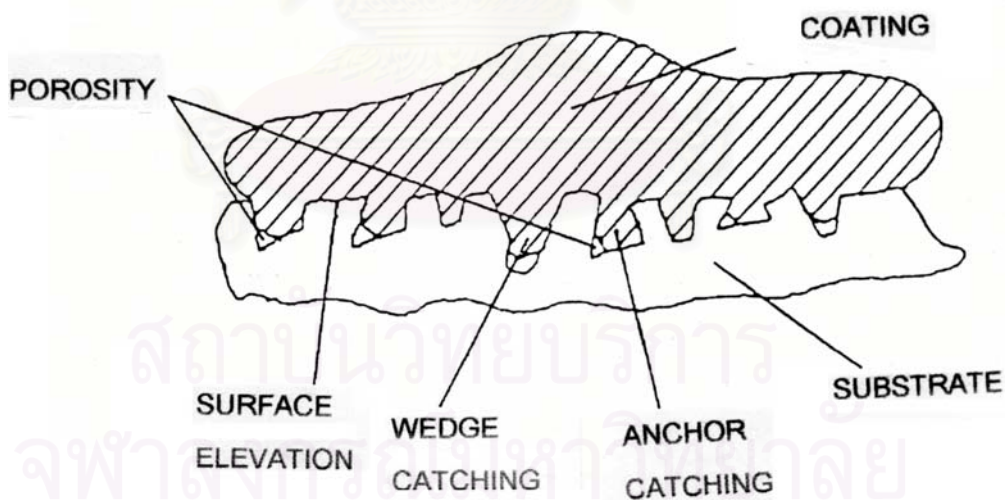
ปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นในผิวเคลือบจะขึ้นอยู่กับชนิดของผงและภาวะที่ใช้ในการพ่นเคลือบ ถ้าภาวะที่ใช้สามารถทำให้เปลวพลาสมาที่ได้มีความร้อนสูงพอและอนุภาคผงมีความเหนียวเพียงพอ ผิวเคลือบมักมีรูพรุนต่ำ แต่ถ้าผงที่ใช้มีความเปราะและแข็งผิวเคลือบก็จะมีปริมาณ รูพรุนสูงกว่า และถ้าใช้เทคนิคการพ่นเคลือบที่มีความดันต่ำ หรือในสุญญากาศก็จะทำให้ผิวเคลือบที่ได้มีปริมาณรูพรุนลดลง

รูพรุนอีกประเภทหนึ่งจะเกิดขึ้นจากการที่ผิวของอนุภาคผงขณะหลอมเหลวมีการจับตัวกับอากาศ เมื่อตกกระทบกับชิ้นงานและเย็นตัวลง แก๊สที่ถูกจับไว้ที่ผิวของอนุภาคผงจะถูกปลดปล่อยออกมา เนื่องจากความสามารถในการละลายของอนุภาคผงลดลง แก๊สที่หลุดออกมานี้อาจหลุดออกมาสู่บรรยากาศหรือแพร่เข้ามาเชื่อมต่อกันเกิดเป็น รูพรุนเช่นกัน⁽²⁾

ดังนั้นการเลือกใช้ขนาดผงที่มีความเหมาะสมร่วมกับพารามิเตอร์ที่ใช้ในการพ่นเคลือบที่ดี ก็อาจทำให้ได้โครงสร้างผิวเคลือบที่มีความหนาแน่นตัวได้ แม้แต่อนุภาคผงที่มีความเปราะสูงก็ตาม ความหนาแน่นของผิวเคลือบที่ได้จากการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมามักมีความหนาแน่นอยู่ในช่วง 85 ถึง 93 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งโดยมากมักเป็นผลจากการมีรูพรุนในผิวเคลือบที่ทำให้ความหนาแน่นลดลง

2.1.2 การยึดเกาะของผิวเคลือบ

ชั้นงานที่ใช้ในการพ่นเคลือบมักถูกเตรียมผิวหยาบไว้ก่อน เพื่อทำความสะอาดผิวชิ้นงาน และเพื่อให้เคลือบสามารถยึดติดเกาะกับชิ้นงานได้ดีขึ้น โดยปกตินิยมใช้การยิงกริตเพื่อให้ผิวชิ้นงานขรุขระไม่เรียบ และเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับเคลือบในการยึดเกาะกับชิ้นงาน ผิวหยาบที่ได้จากการยิงกริตนี้จะขัดขวางการแผ่ตัวของอนุภาคผงหลอมเหลว ทำให้มีการเย็นตัวรวดเร็วมากขึ้นและทำให้ splat ถูกขังไว้ในความไม่สม่ำเสมอของผิวหยาบและเกิดพันธะยึดเกาะทางกล (mechanical anchoring) ระหว่างเคลือบกับชิ้นงาน ซึ่งการยึดเกาะระหว่างผิวเคลือบเซรามิกกับชิ้นงานโลหะ มักอาศัยอนุภาคผงหลอมเหลวเข้าไปยึดเกาะอยู่กับผิวที่ไม่สม่ำเสมอของชิ้นงาน ดังนั้นความหยาบของผิวหน้าชิ้นงานจะมีความสำคัญทั้งในด้านรูปร่างขนาด และระดับความหยาบผิว โดยรูปร่างผิวหยาบที่จะทำให้เกิดการยึดเกาะได้ดีที่สุดจะต้องมีลักษณะเป็นแบบ anchor catching คือ ลักษณะของผิวหยาบที่มียอดด้านบนเล็กกว่าฐานด้านล่าง จะทำให้เกิดการยึดเกาะแบบ mechanical interlocking แต่ถ้าผิวหยาบมีลักษณะแบบ wedge catching คือผิวหยาบบนมีขนาดใหญ่กว่าฐานด้านล่าง การยึดเกาะของผิวเคลือบ จะเกิดจากแรงเสียดทานเท่านั้น⁽¹⁾



รูปที่ 2.5 พันธะยึดเกาะทางกลแบบต่าง ๆ⁽¹⁾

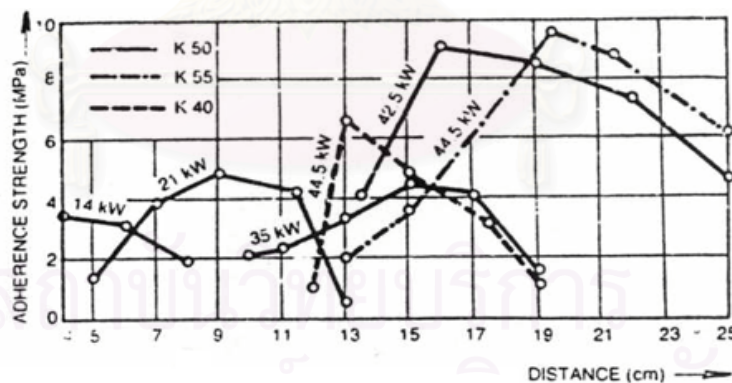
2.1.3 ปัจจัยที่มีผลต่อการยึดเกาะของผิวเคลือบ (ADHERENCE)

(1) ระยะระหว่างปืนที่ใช้พ่นกับชิ้นงาน

Mateja และ Benko ได้ศึกษาผลของระยะทางการพ่นต่อการยึดเกาะต่อผิวเคลือบ พบว่าระยะทางการพ่นที่สั้นไป ทำให้ชิ้นงานได้รับความร้อนสูงเกินไป การยึดเกาะไม่ดี และเกิดความเค้นภายใน (internal stress) สูง ในอีกทางหนึ่ง ถ้าระยะทางการพ่นห่างเกินไป ทำให้ความแข็งแรงในการยึดเกาะลดลง เนื่องจากอนุภาคเย็นตัวและเคลื่อนที่ช้า⁽¹⁾

(2) ปริมาณกำลังไฟฟ้าและระยะห่างการพ่น

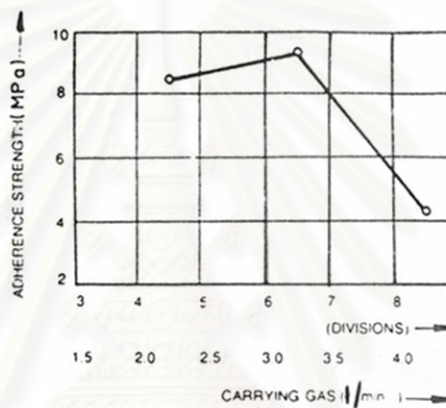
จากการทดลองการพ่นผง K50 (80% Ni, 20% B-Cr-Si-Fe โดยน้ำหนัก) โดยใช้เปลวพลาสมา พบว่าการเปลี่ยนแปลงกำลังไฟฟ้ามี่ความสัมพันธ์กับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ ที่มีระยะห่างต่างกัน ปริมาณไฟฟ้าที่ต่ำกว่า 35 กิโลวัตต์ ไม่มีผลต่อการยึดเกาะถึงแม้ว่าจะเพิ่มปริมาณกระแสไฟฟ้า และที่ปริมาณกระแสไฟฟ้า 42.5 กิโลวัตต์ ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะสูงเป็น 2 เท่าดังแสดงในรูป 2.6⁽¹⁾



รูปที่ 2.6 ผลของปริมาณไฟฟ้าและระยะห่างการพ่น

(3) อัตราการไหลของแก๊สที่นำพาผงอนุภาค

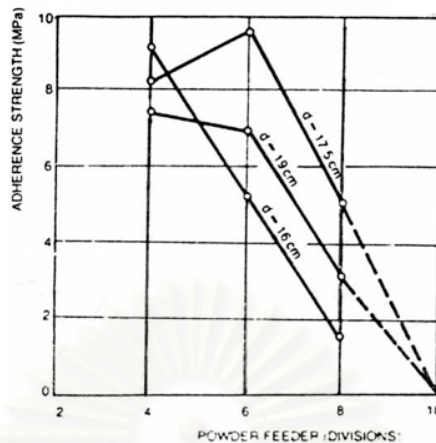
จากการทดลองด้วยผงวัสดุชนิด K 50 ที่กำลังไฟฟ้า 42.5 kW. และทำการทดสอบด้วยการเปลี่ยนแปลง อัตราการไหลของแก๊ส ผลที่ได้จากการทดลองที่แสดงในรูปที่ 2.7 พบว่า อัตราการไหลของแก๊สจาก 1.5 ถึง 2.25 ลิตร/นาที ไม่สามารถสังเกตเห็นถึงการเปลี่ยนแปลงในการยึดเกาะได้ และเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สเป็น 3.25 ลิตร/นาที พบว่าค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะเพิ่มขึ้นประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ จากอัตราการไหลของแก๊สที่ 2.25 ลิตร/นาที แต่เมื่ออัตราการไหลของแก๊สเพิ่มขึ้นถึง 4.25 ลิตร/นาที มีผลให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะลดลงประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์⁽¹⁾



รูปที่ 2.7 แสดงค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบต่ออัตราการไหลของแก๊สที่ใช้พาอนุภาคผง⁽¹⁾

(4) อัตราการพ่น

ผลการพ่นเคลือบผง K 50 โดยวิธีเปลวพลาสมา พบว่าอัตราการพ่นและระยะห่างมีผลต่อการยึดเกาะ ที่ระยะห่าง 16 เซนติเมตร ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะลดลงขณะปริมาณผงเพิ่มสูงขึ้นดังในรูปที่ 2.8 และถ้าอัตราการป้อนผงเพิ่มสูงขึ้นจะทำให้การยึดเกาะลดลงเพราะผิวเคลือบที่ตกทับถมจะได้รับความร้อนสูง เนื่องจากมีอนุภาคผงที่มาปะทะมาก การเพิ่มระยะทางไม่ได้ช่วยให้การยึดเกาะดีขึ้นมากนัก เนื่องจากความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างอนุภาคและเปลวพลาสมาทำให้อนุภาคผงมีการหลอมเหลวเพียงเล็กน้อย เมื่อป้อนอนุภาคผงในปริมาณที่มาก⁽¹⁾

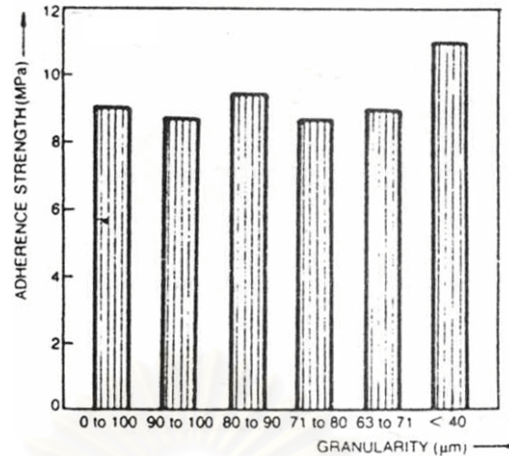


รูปที่ 2.8 ผลของระยะห่างและอัตราการป้อนผงที่มีต่อความแข็งแรงในการยึดเกาะ⁽¹⁾

(4) ผลของขนาดอนุภาคของผงวัสดุต่อค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ

จากการทดลองด้วยผงวัสดุชนิด K 50 ที่มีขนาดตั้งแต่ 0-100 ไมโครเมตรที่กําลังไฟฟ้า 42.5 kW. ผลการทดลองที่ได้จากรูปที่ 2.9 พบว่าขนาดผงวัสดุที่เล็กกว่า 40 ไมโครเมตร จะให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ 11 MPa เป็นค่าที่สูงที่สุดซึ่งจากผลการทดลองที่ผ่านมาเมื่ออนุภาคของผงวัสดุมีขนาดเล็กทำให้ค่าความหนาแน่นและค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะสูงกว่าผงที่มีขนาดใหญ่⁽¹⁾

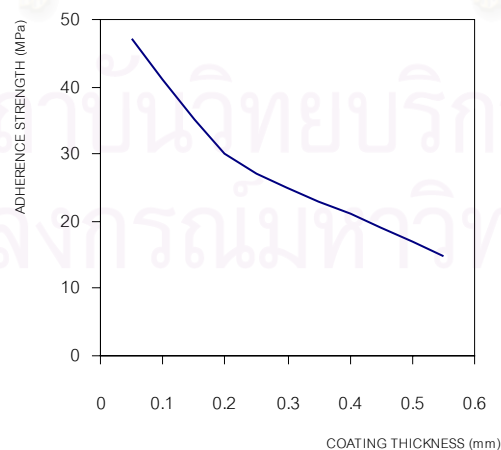
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.9 แสดงขนาดของผงวัสดุเทียบกับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ⁽¹⁾

(5) ผลของความหนาผิวเคลือบต่อค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ

จากการทดลองเคลือบผิวด้วยผงวัสดุ WC และ WC₂ eutectic alloy บนชิ้นงานที่เป็นโลหะพบว่าเมื่อความหนาเพิ่มขึ้นค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะลดลง เป็นผลเนื่องมาจากความเค้นตกค้างในผิวเคลือบที่เกิดจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนในแต่ละชั้นไม่เท่ากัน เมื่อมีความหนามาก การสะสมของความเค้นตกค้างเพิ่มขึ้น มีผลให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะลดลง ดังรูปที่ 2.10⁽¹⁾



รูปที่ 2.10 แสดงความสัมพันธ์ความหนาแน่นของผิวเคลือบกับความแข็งแรงในการยึดเกาะ⁽¹⁾

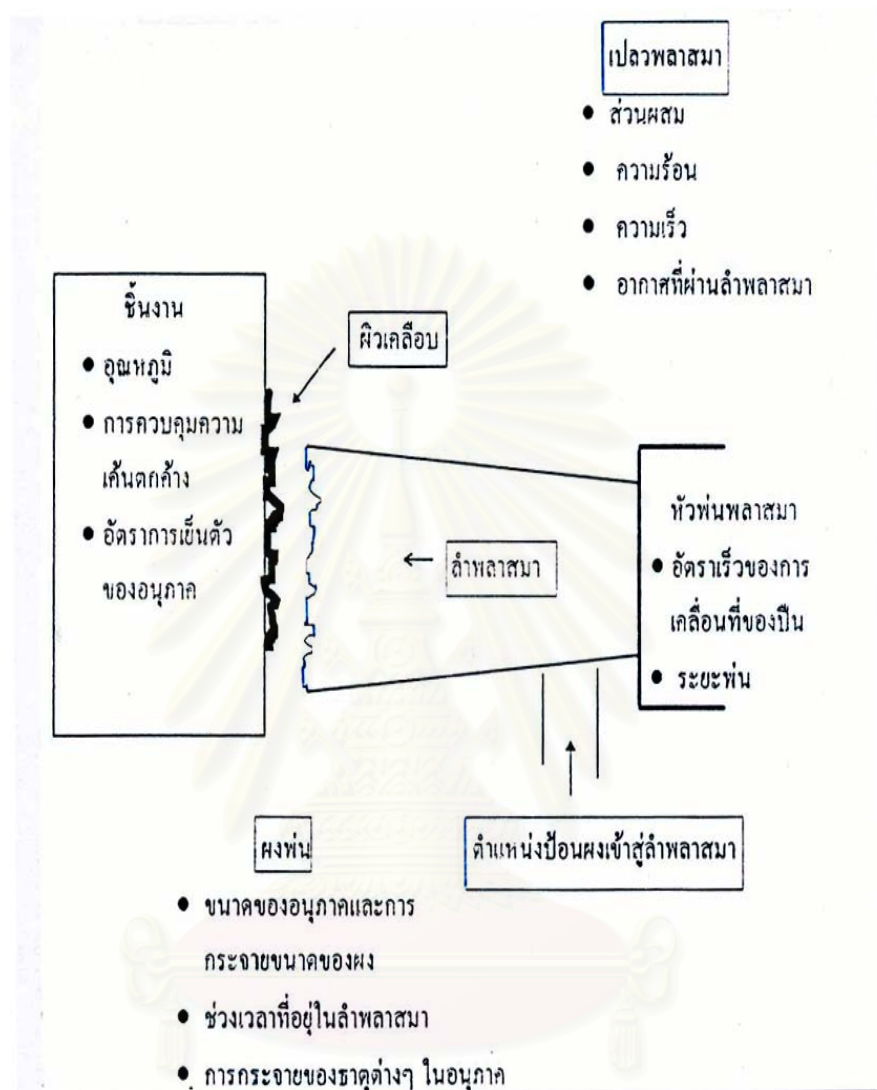
2.1.6 พารามิเตอร์ในการเคลือบ

พารามิเตอร์ที่สำคัญต่อการเคลือบด้วยเปลวพลาสมา ต้องทำการควบคุมสิ่งต่อไปนี้ คือ กระแสไฟฟ้าสำหรับอาร์ก ชนิดและอัตราการไหลของพลาสมาแก๊สส่วนผสมทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของผง และอัตราการไหลของแก๊สที่นำพาผงอนุภาค มุมของการยิงผงผ่านเปลวพลาสมา ระยะห่างระหว่างปืนกับชิ้นงาน อัตราเร็วของการส่ายปืน มุมในกาพ่นเคลือบ บรรยากาศที่ใช้ในการพ่นเคลือบ และการเตรียมผิวชิ้นงาน การเตรียมผิวชิ้นงานประกอบด้วย การทำผิวหยาบ การทำ preheat ก่อนการเคลือบ พารามิเตอร์เหล่านี้มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของผิวเคลือบได้อย่างมาก จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นเคลือบ โดยปกติแล้วภาวะที่ทำให้อนุภาคผงมีพลังงานจลน์สูงสุด จะทำให้ได้ผิวเคลือบที่มีความหนาแน่นมากที่สุด เป็นผลให้ค่ายึดเกาะสูงขึ้น นอกจากนี้การเตรียมผิวชิ้นงานจะมีผลกระทบต่อค่ายึดเกาะของผิวเคลือบโดยตรงอย่างมาก ผิวชิ้นงานควรมีความสะอาดมากที่สุด และมีลักษณะผิวที่หยาบเพื่อให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวทางกลได้ดีที่สุด⁽¹⁾ พารามิเตอร์ที่มีผลต่อสมบัติของผิวเคลือบมากที่สุด คือ

(1) อัตราการไหลของพลาสมาแก๊ส เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงขณะทำการพ่นเคลือบจะมีผลทำให้ความร้อนที่เกิดขึ้นในเปลวพลาสมาไม่สม่ำเสมอ มีผลต่อการหลอมละลายของผงอนุภาค โดยที่จะมีบางส่วนไม่เกิดการหลอมละลาย ทำให้ความแข็งแรงในการยึดเกาะมีค่าลดลง

(2) อัตราการไหลของแก๊สที่นำพาผงอนุภาค เมื่อมีการนำพาผงอนุภาคเข้าไปในเปลวพลาสมามากเกิน ผงอนุภาคบางส่วนไม่เกิดการหลอมละลาย ทำให้ความแข็งแรงในการยึดเกาะมีค่าลดลง

(3) ระยะทางในการพ่นกับชิ้นงาน มีระยะใกล้กัน ทำให้ชิ้นงานและผิวเคลือบสะสมความร้อน แล้วกลายเป็นความเครียดสะสม มีผลต่อความแข็งแรงของผิวเคลือบในการยึดเกาะลดลง และถ้าระยะห่างมากเกินไป ผงอนุภาคที่หลอมเหลวจะเย็นและแข็งตัว ทำให้ความสามารถในการยึดเกาะของผิวเคลือบลดลง



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 2.11 แสดงภาพโดยรวมของพารามิเตอร์ที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของผิวเคลือบที่เคลือบด้วยวิธีเปลวพลาสมา⁽²⁾

2.1.7 การเตรียมผิวชิ้นงานก่อนการพ่นเคลือบ⁽³⁾

จุดมุ่งหมายของการเตรียมผิวชิ้นงานเพื่อต้องการให้เกิดพันธะในการยึดเกาะระหว่างผิวเคลือบ และผิวชิ้นงาน เกาะติดดีขึ้นโดยให้ผิวชิ้นงานมีลักษณะเป็นแบบ anchoring เพื่อเกิดการยึดเกาะที่ดี ในการเตรียมผิวชิ้นงานประกอบด้วยขั้นตอนต่าง ๆ คือ การกำจัดสิ่งเจือปนบนผิวชิ้นงาน การทำผิวหยาบ และการให้ความร้อน (pre heat) ก่อนการเคลือบแบ่งออกเป็น

(1) การกำจัดสิ่งเจือปนบนผิวชิ้นงาน

(1.1) VAPOR DEGREASING

เป็นวิธีที่ใช้ไอน้ำความร้อนกำจัดสารอินทรีย์และสารหล่อลื่นที่เกิดบนผิววัสดุ โดยใช้เวลาในการกำจัดสารหล่อลื่นที่ติดอยู่ตามช่องว่างบนผิวชิ้นงานประมาณ 15-30 นาที สารที่ใช้กำจัดสารอินทรีย์และสารหล่อลื่น ได้แก่ perchlorethylene, trichlorethylene และ trichloroethane

(1.2) ACID PICKLING

การ pickling คือ การลดความเข้มข้นของกรดที่ใช้ในการ etching กรดที่ใช้ในการทำทำความสะอาดชิ้นงาน คือ dilute 1% hydrochloric acid หรือ 10% acetic acid solution หลังจากการทำ etching แล้ว ให้ล้างด้วยน้ำเย็น (clean cold water) และใช้ลมเป่าให้แห้ง

(2) การเตรียมผิวหยาบ

หลังจากทำความสะอาดผิวแล้ว ขั้นตอนต่อไป คือการเตรียมผิวชิ้นงานให้มีความหยาบ เพื่อเพิ่มความสามารถ ในการยึดเกาะของผิวเคลือบ วิธีการเตรียมผิวโดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 3 วิธี คือ 1) พ่นผงขัดทราย 2) ทำผิวให้ขรุขระ 3) เพิ่มพันธะในการยึดเกาะให้กับผิวเคลือบ ซึ่งทั้ง 3 วิธีสามารถทำพร้อมกันได้ขั้นตอนเดียว โดยเรียกรวมทั้ง 3 ว่า การเตรียมผิวด้วยการพ่นผงขัดทราย (grit blasting) จุดประสงค์ของการทำให้ผิวชิ้นงานหยาบ คือการเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะของผิวเคลือบ ซึ่งจะช่วยลดแรงตึงผิวของชิ้นงานทำให้เกิด interlocking ระหว่างชั้นผิวเคลือบกับชิ้นงาน เพิ่มพื้นที่การยึดเกาะ และลดสิ่งแปลกปลอมบนชิ้นงาน

ชนิดของผงขัด (grit) ที่ใช้จะขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุ แบ่งออกเป็น

- (1) ผงอะลูมินา จะมีลักษณะเป็นทรงกลมใช้กับวัสดุที่เป็นเหล็กกล้า
- (2) ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ จะมีลักษณะเป็นเหลี่ยมและมีความแข็ง จะใช้กับวัสดุจำพวก สเตนเลส

แรงดันที่ใช้ในการพ่นทรายควรอยู่ระหว่าง 45-90 psi (310.5-621 kPa) และมุมพ่นทรายระหว่างชิ้นงานกับหัวพ่น มีค่าอยู่ระหว่าง 45-75 องศา และค่าความหยาบที่เป็นค่าที่สามารถยอมรับได้อยู่ในช่วง 2.1-3.8 ไมโครเมตร แต่ลักษณะผิวหยาบต้องอยู่ในลักษณะที่เป็นแบบ anchor catching

การวัดความหยาบของผิวชิ้นงาน จะใช้เครื่องวัด surface roughness tester โดยอาศัยการคำนวณจากจุดสูงสุดถึงจุดต่ำสุดของพีค (ได้จากการวัดความขรุขระของผิวชิ้นงาน) โดยคำนวณออกมาเป็นค่าเฉลี่ยตามสมการที่ 2.1 และ 2.2

$$\text{AA Average} = \frac{h_1 + h_2 + h_3 + h_4 + \dots + h_n}{n} \quad (2.1)$$

โดยที่

AA = ค่าเฉลี่ย (arithmetical average)

h_i = ระยะหรือความสูงของแต่ละพีค

n = จำนวนทั้งหมดของพีคที่วัดได้

$$\text{RMS Average} = \frac{\sqrt{(h_1)^2 + (h_2)^2 + (h_3)^2 + \dots + (h_n)^2}}{n} \quad (2.2)$$

โดยที่

RMS = ค่าเฉลี่ยเลขคณิต (root mean square)

3) การให้ความร้อนขึ้นงานก่อนการพ่นเคลือบผิว (Preheating)⁽¹⁾

จุดมุ่งหมายของการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานก่อนการพ่นเคลือบ คือต้องการจำกัดความชื้นที่สะสมอยู่บนผิวชิ้นงาน ลดความเครียดของชิ้นงานที่เกิดจากการเตรียมผิวหยาบเพื่อเพิ่มความแข็งแรงในการยึดเกาะ โดยที่ให้ความร้อนอยู่ระหว่าง 80-100 องศาเซลเซียสประมาณ 30 วินาที หรือขึ้นอยู่กับขนาดชิ้นงาน วิธีการให้ความร้อนสามารถทำได้ 2 วิธี คือ ให้ความร้อนในเตาอบไฟฟ้า หรือ ใช้เปลวพลาสมา(ที่ไม่มีผงวัสดุปนอยู่) ซึ่งวิธีใช้เปลวพลาสมาเป็นวิธีที่สะดวกที่สุด เพราะหลังจากให้ความร้อนแล้วสามารถพ่นเคลือบผิวได้ต่อเนื่อง

2.2. การเพิ่มสมบัติของพันธะในการยึดเกาะ

ลักษณะชั้นผิวเคลือบที่เกิดจากการพ่นเคลือบด้วยวิธีเปลวความร้อน จะมีช่องว่าง (pore) อยู่ระหว่างชั้นผิวเคลือบ ซึ่งช่องว่างเหล่านี้สามารถมีได้ในปริมาณ 3-20% ภายในช่องว่างจะเป็นสุญญากาศ ทำให้ความร้อนเคลื่อนที่ผ่านได้น้อย จึงเหมาะสมกับการใช้งานในระบบของการเป็นฉนวนความร้อน (thermal barrier coating) ซึ่งต้องการปริมาณช่องว่างที่สูง เพื่อเป็นการลดอัตราการนำความร้อน (thermal conductivity) แต่เมื่อนำไปใช้งานในด้านอื่น ๆ เช่นการทนทานต่อการเสียดสี (wear resistance) ความทนทานต่อการสึกกร่อน (erosion) และความทนทานต่อการกัดกร่อน (corrosion) จะมีความทนทานลดลง⁽²⁾

ขั้นตอนในการเพิ่มสมบัติของพันธะในการยึดเกาะสามารถทำได้ 3 วิธีด้วยกันคือ

(1) การหลอมละลายชั้นผิวเคลือบซ้ำ (Remelting)⁽¹⁾

เป็นขั้นตอนที่กระทำหลังจากเคลือบผิวเสร็จแล้ว โดยใช้เปลวพลาสมา (ที่ไม่มีผงวัสดุ) ให้ความร้อนต่อผิวเคลือบ เพื่อให้เกิดการหลอมละลายของผิวเคลือบและแผ่นชิ้นงานเชื่อมติดกัน ซึ่งเป็นการลดปริมาณช่องว่าง เพิ่มความแข็งแรงและเหนียวต่อผิวเคลือบ

(2) Hot Isostatic Pressing (HIP) ⁽³⁾

เป็นวิธีการเผาหรือให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงภายใต้ความดันแก๊สทำให้ชั้นผิวเคลือบและชิ้นงานเกิดการหลอมเหลว และถูกกระทำด้วยแรงดันแก๊ส ทำให้เกิดการแพร่กระจายและหลอมเชื่อมติดกัน ซึ่งเป็นการลดปริมาณช่องว่างที่เกิดขึ้นระหว่างชั้นผิวเคลือบ และเป็นการเพิ่มความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบด้วย

(3) การเคลือบผิวบนชั้นผิวเคลือบ (Painting) ⁽¹⁾

เป็นวิธีการเคลือบผิวของเคลือบที่นำไปใช้งานที่เกี่ยวข้องกับการกัดกร่อน (corrosion) โดยใช้วัสดุที่เป็นตัวประสาน (binder) ทาลงบนผิวเคลือบนำเข้าไปให้ความร้อนแล้วทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิ นั้น ๆ จนตัวประสานแพร่กระจายลงสู่ช่องว่างระหว่างชั้นผิวเคลือบเพื่อเป็นการปิดช่องผิวเคลือบ (seal) โดยสารที่ใช้เป็นตัวประสานได้แก่ nitrovarnisher, chlorine-vinyl และ epoxy resin หรือ phenol resin

3 การอบอ่อน (Annealing) ⁽¹⁾

เป็นวิธีการลดความเครียดของชิ้นงานที่เกิดจากการได้รับความร้อนจากการพ่นเคลือบผิว (residual stress) ช่วยให้ผิวเคลือบมีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะกับชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้น (adhesion strength) ซึ่งใช้กับงานที่เกี่ยวข้องกับการเป็นฉนวนความร้อน โดยทำการอบอ่อน ในเตาสุญญากาศและในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศของผิวเคลือบและชิ้นงานขณะทำการอบคลายเครียด

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 การพ่นเคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมาด้วยวัสดุเซรามิก

วัสดุเซรามิกมีจุดหลอมเหลวที่สูง ซึ่งสามารถนำมาใช้กับระบบการเคลือบด้วยเปลวพลาสมาได้ดี เพราะขณะเกิดเปลวพลาสมา จะมีอุณหภูมิสูงพอที่จะหลอมเหลวผงวัสดุเซรามิก การนำวัสดุเซรามิกมาเคลือบผิววัสดุ เป็นการช่วยเพิ่มประสิทธิภาพและอายุการใช้งานของวัสดุหรืออุปกรณ์นั้น ๆ ซึ่งงานที่ต้องการเคลือบผิวด้วยวัสดุเซรามิก แบ่งออกเป็น⁽²⁾

(1) ความทนทานต่อการเสียดสี และสึกกร่อน เช่น ส่วนประกอบของเครื่องยนต์ ส่วนก้านใบพัดของเครื่องยนต์ เครื่องบิน และในเครื่องกำเนิดไฟฟ้าที่ใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิง

(2) ความทนทานการกัดกร่อน เช่น เครื่องมือที่ใช้ในงานด้านปิโตรเคมี และโรงงานที่ทำเกี่ยวกับสารเคมี และทนทานต่อการกัดกร่อนของความร้อนภายในห้องเผาไหม้เครื่องยนต์

(3) ความเป็นฉนวนป้องกันความร้อนและสารเคมี เช่น กระจบบอกสูบและเสื้อสูบของเครื่องยนต์ดีเซล

(4) ทดแทนผิววัสดุที่สูญเสียจากการเสียดสีเป็นระยะเวลานาน เช่น วัสดุทางด้านการขนส่งด้วยรถไฟ อุปกรณ์เดินเรือและการบำรุงรักษา และเครื่องมือชุดเจาะ

(5) ป้องกันการสึกกร่อนและกัดกร่อนจากไอร้อน เช่น เคลือบผิววัสดุพวก superalloys ของกระสวยอวกาศ

(6) วัสดุทางการแพทย์ เช่น การทันตกรรม การปลูกถ่ายอวัยวะ โดยใช้วัสดุจำพวก hydroxyapatite และ tricalcium phosphate

(7) เคลือบผิวตัวนำไฟฟ้ายิ่งยวดในงานที่ต้องใช้อุณหภูมิสูง สำหรับเป็นฉนวนของ electronmagnetic interference

(8) การเคลือบผิวแบบ diamond-like coating สำหรับงานที่เกิดการเสียดสี และสำหรับงานที่อยู่กับความร้อนเป็นเวลานานในกลุ่มของ high-power electronic chips

กลุ่มของวัสดุเซรามิกที่นำมาใช้งานในการเคลือบผิวด้วยวิธีเปลวพลาสมา จะนำไปใช้งานทางด้านการเป็นฉนวนความร้อน ลดการเสียดสี และการกัดกร่อนทางเคมี จะเป็นกลุ่มของออกไซด์เซรามิก เช่น กลุ่ม Al_2O_3 จะใช้งานด้านลดการเสียดสีและการกัดกร่อนทางเคมี และกลุ่มของ ZrO_2 จะใช้งานด้านการเป็นฉนวนความร้อน⁽⁴⁾

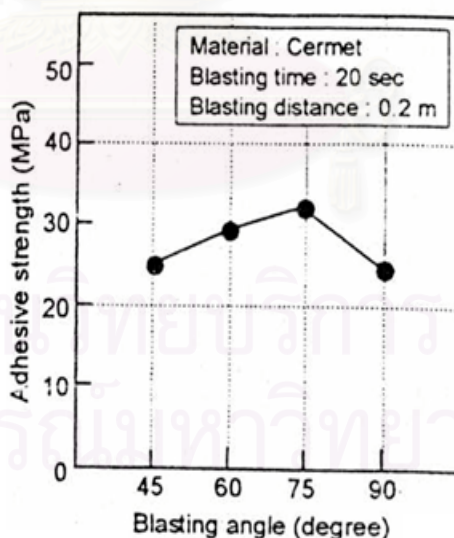
กลุ่มวัสดุเซรามิกที่ใช้เคลือบผิวบนวัสดุอื่นจำเป็นต้องมีชั้นประสาน (bond coat) ระหว่างผิวเคลือบกับผิวชิ้นงาน ถ้าไม่มีชั้นประสานแล้วจะทำให้เกิดการหลุดร่อนของผิวเคลือบ

เนื่องจากการหดตัวของผิวเคลือบกับผิวชิ้นงานไม่เท่ากัน อันเป็นผลมาจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ต่างกัน⁽⁴⁾

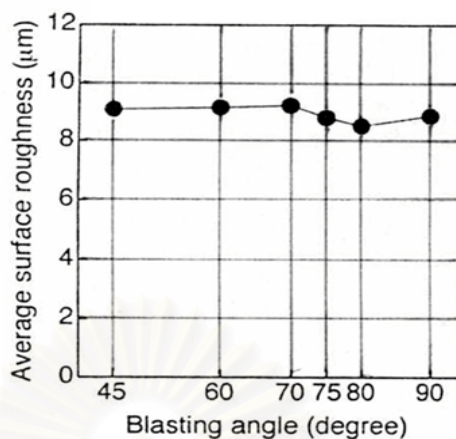
ดังนั้น ชั้นประสานจึงเป็นตัวทำหน้าที่ให้เกิดการยึดเกาะเชิงกลที่ดีระหว่างชั้นผิวเคลือบและผิวชิ้นงาน และมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนอยู่ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนของวัสดุที่ทำผิวเคลือบกับวัสดุที่เป็นชิ้นงาน วัสดุที่เลือกใช้เป็นชั้นประสาน เป็นกลุ่ม MCrAlY โดยที่ M แทน Ni, Co หรือ Fe เป็นวัสดุที่มีสมบัติทนต่อปฏิกิริยา oxidation และการกัดกร่อนในบรรยากาศที่อุณหภูมิสูงได้ดี⁽⁴⁾

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการศึกษาของ Shigeyasu A. และ Tohru H⁽⁵⁾ ได้ทำการทดลอง เพื่อเพิ่มค่าแรงยึดเกาะให้สูงขึ้น โดยการทำให้ผิวมีความหยาบ โดยวิธี grit blasting ในการทดลองเป็นการเปลี่ยนแปลงองศาระหว่างชิ้นงานกับหัวพ่นกริต จากการทดสอบค่าแรงยึดเกาะของผิวเคลือบ พบว่าการทำ grit blasting ที่มุม 75 องศา จะให้ค่าแรงยึดเกาะที่สูง แต่ค่าความหยาบของผิวชิ้นงานจะต่ำและเมื่อตรวจสอบลักษณะผิวหยาบจากการตัดขวางของชิ้นงานจะมีลักษณะเป็น hook shape ซึ่งเป็นลักษณะที่ทำให้เกิดค่าแรงยึดเกาะที่สูง

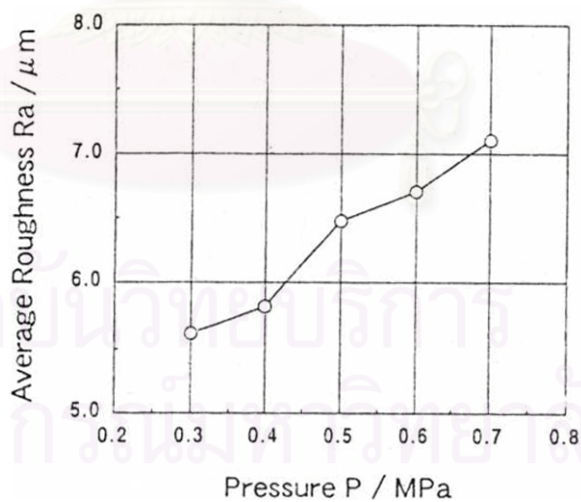


รูปที่ 2.12 แสดงมุมพ่นกับค่าแรงยึดเกาะ⁽⁵⁾



รูปที่ 2.13 แสดงมุมพ่นกริตกับค่าความหยาบ⁽⁵⁾

เมื่อค่าแรงยึดเกาะของผิวเคลือบเซรามิกขึ้นอยู่กับค่าความหยาบของผิวชิ้นงาน ซึ่ง Shigcyasu A. และ Hiroshi Y. ได้ทำการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงความดันลมของ grit blasting เพื่อต้องการให้เกิดลักษณะของ hook shape ซึ่งจะทำให้เกิดแรง mechanical interlocking แรงนี้มีผลให้ค่าแรงยึดเกาะของผิวเคลือบเซรามิกเพิ่มสูงขึ้น⁽⁶⁾

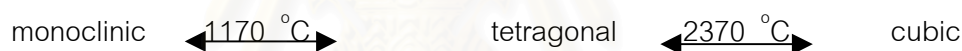


รูปที่ 2.14 แสดงค่าเฉลี่ยความหยาบกับแรงดันลม⁽⁶⁾

จากการตรวจสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะ (adhesion) ที่ความหนาของผิวเคลือบ ชั้นบนหลายค่า พบว่าที่ความหนา 0.3 มิลลิเมตร (300 ไมโครเมตร) จะสามารถยึดเกาะได้ดี และมีค่าเฉลี่ยของค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะอยู่ที่ 53 MPa โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C633-79⁽⁶⁾

ชั้นผิวเคลือบที่เป็นชั้นระหว่างแผ่นโลหะกับผิวเคลือบเซรามิก เลือกใช้วัสดุประเภท MCrAlY (M = Ni, Co หรือ Fe) เป็นชั้นผิวที่ช่วยลดการเกิด oxidation และช่วยเพิ่มแรงยึดเกาะ ระหว่างผิวเคลือบเซรามิกกับแผ่นโลหะ⁽²⁾ ซึ่งการเลือกวัสดุที่มาทำเป็นชั้นประสานจะพิจารณาจาก ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน โดยให้เป็นค่าอยู่ระหว่างเซรามิกกับโลหะ

วัสดุเซรามิกส่วนใหญ่ที่นิยมนำมาใช้เคลือบผิววัสดุจะเป็น ZrO_2 ซึ่งอยู่ในกลุ่มของงาน ทางด้านวัสดุทนไฟ และนำมาใช้กับกลุ่มงานทางด้านการเป็นฉนวนความร้อนของผนังเครื่องยนต์ ดีเซล และเครื่องยนต์ กังหันใบพัด เป็นหลัก ซึ่ง ZrO_2 เมื่อเป็นวัสดุเชิงประกอบแล้วจะให้สมบัติ ที่นำพาความร้อนต่ำ มีจุดหลอมเหลวที่สูงและทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่าง ฉับพลันได้ดี แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออยู่ในรูปของ pure ZrO_2 จะอยู่ในรูปของ polymorphic (monoclinic ZrO_2) และสามารถเปลี่ยนแปลงเฟส เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ



โครงสร้างผลึกของ ZrO_2 ที่อยู่ในรูปของ cubic เมื่อได้รับความร้อนโครงสร้างผลึกจะ ขยายตัวทุกด้านที่เท่า ๆ กัน ทำให้เกิด microcrack ในปริมาณที่น้อย⁽⁹⁾ และเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจาก monoclinic เป็น tetragonal จะทำให้เกิดความเครียดสะสมในชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานมีความแข็งแรงลดลง⁽¹⁰⁾

โดยทั่วไปงานด้านเคลือบผิวด้วย ZrO_2 ในกระบวนการของ plasma spray จะเลือกใช้ การ dope Y_2O_3 เป็นหลัก ซึ่งปริมาณการ dope จะให้ phase ที่ต่างกันคือเติมด้วย Y_2O_3 0-3 mol% จะเป็น monoclinic สำหรับปริมาณที่มากกว่า 3 mol% โครงสร้างจะเป็น cubic จนถึง 9 mol% จะเรียกว่าเป็น complete stabilization ซึ่งอยู่ในรูปของ ZrO_2 - Y_2O_3 single crystals เมื่อปริมาณ Y_2O_3 สูงกว่า 9 mol % ไปจนถึง 55 mol % จะอยู่ในรูปของ fcc และจากปริมาณ Y_2O_3 55 - 100 mol % จะเป็น bcc⁽¹¹⁾

หลังจากทำการเคลือบผิวด้วยวิธี plasma spray แล้ว นำชิ้นงานไปผ่านกระบวนการ heat treatment เพื่อเป็นการเพิ่มสมบัติทางกลและยืดอายุการใช้งานของผิวเคลือบ⁽¹⁾ ซึ่งในการทดลองการเคลือบผิวโลหะชนิด AISI 1015 ทำการอบอ่อนที่ 1000 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง พบว่าผิวเคลือบหลุดออกเป็นแผ่น (exfoliation) ซึ่งเกิดจากการ oxidation ระหว่างผิวรอยต่อของโลหะกับผิวเคลือบ⁽¹²⁾ และเมื่อทำการทดลองเคลือบผิวโดยเปลี่ยนวัสดุเป็น Mar-M247 Super alloy เคลือบผิวด้วย $ZrO_2-8 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ ทำการอบอ่อนที่ 1120 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศ Ar เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเพิ่มอายุการใช้งานเมื่อนำมาใช้งานด้านอุณหภูมิความร้อน⁽¹⁾ จากนั้นได้ทำการทดลองด้วยการเคลือบผิว Super alloy ด้วย YSZ และ Al_2O_3 แล้วนำไปอบอ่อนที่ 1300 องศาเซลเซียส นาน 50 ชั่วโมง ในเตาภายใต้บรรยากาศ Ar(99.99% pure) เพื่อทำการหลอมเหลวผิวเคลือบใหม่ (remelting) จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค Image analyzer พบว่าปริมาณช่องว่าง (pore) ที่อยู่ในผิวเคลือบ ไม่มีการเปลี่ยนแปลง(ลดลง) และเมื่อตรวจสอบ phase ของผิวเคลือบด้วย XRD. พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลง phase เช่นกัน⁽⁸⁾ ในอีกกรณี คือ การเคลือบผิวบนโลหะชนิด high alloy steel (Ni-Cr 304A) ด้วยวัสดุเชิงประกอบ $ZrO_2-Y_2O_3-TiO_2$ ทำการอบอ่อนที่ต่างกัน 2 วิธี คือทำในบรรยากาศปกติ นาน 60 นาที ซึ่งในการทดลองนี้พบว่าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงเฟสของผิวเคลือบแต่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงปริมาณช่องว่างที่มีอยู่เพราะไม่เกิดการหลอมละลายอีกครั้งของผิวเคลือบ⁽¹⁴⁾ ในทางตรงข้ามที่การอบอ่อน ภายใต้บรรยากาศ Ar ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง phase และปริมาณช่องว่างที่มีอยู่⁽¹³⁾ จากการทดลองสามารถบอกได้ว่า ควรทำการอบอ่อนในภาวะที่เหมาะสมของช่วงอุณหภูมิและระยะเวลา ที่ทำให้วัสดุมีการเปลี่ยนแปลงเฟส และเกิดการหลอมละลายใหม่เพื่อช่วยลดปริมาณช่องว่างและเพิ่มสมบัติของความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

ในกระบวนการพ่นเคลือบด้วย plasma spray นั้น พารามิเตอร์ที่มีผลต่อผิวเคลือบ โดยแยกพิจารณาออกเป็น

1. ผลจากกระแสไฟฟ้า ซึ่งในการทดสอบใช้ค่ากระแสไฟฟ้าเปรียบเทียบ 3 ค่า คือ ที่ 500-600 และ 700 amps. ผลจากการทดสอบพบว่า เมื่อให้ปริมาณกระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้น ปริมาณความร้อนเพิ่มสูงขึ้น ทำให้ผงวัสดุหลอมเหลวได้สมบูรณ์ เมื่อไปตกกระทบบนชิ้นงานพบว่าผิวเคลือบมีความหนาแน่นสูงขึ้น⁽¹⁵⁾

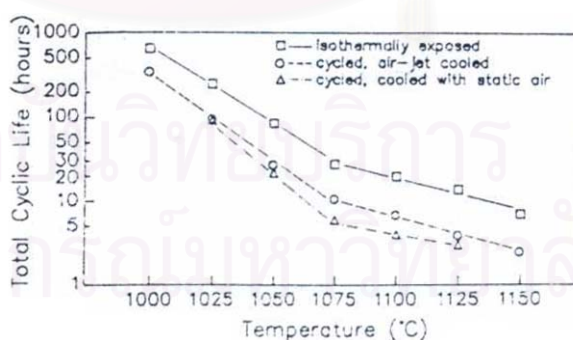
2. ผลจากระยะทางระหว่างปืนที่ใช้พ่นกับชิ้นงานในการทดสอบโดยใช้ระยะทางเปรียบเทียบ ที่ 25 และ 75 มิลลิเมตร พบว่าผิวเคลือบที่ได้จากการพ่นเคลือบที่ระยะ 75 มิลลิเมตรมี

ปริมาณช่องว่างมากกว่าที่ 25 มิลลิเมตร แสดงว่าที่ 25 มิลลิเมตร ผิวเคลือบมีความหนาแน่นสูงกว่า ผิวเคลือบที่ 75 มิลลิเมตร⁽¹⁵⁾

การทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน (Thermal shock) สามารถทำการทดสอบได้ 3 แบบ คือ 1.ให้ความร้อนในเตาเผาแล้วลดอุณหภูมิลงในตุ๋กกลางที่เป็นน้ำ 2.ให้ความร้อนโดยเปลวความร้อนและลดอุณหภูมิลงในตุ๋กกลางที่เป็นแรงดันลม⁽¹⁵⁾ 3. ให้ความร้อนในเตาเผาแล้วลดอุณหภูมิลงที่บรรยากาศอุณหภูมิต่ำ⁽¹²⁾

สำหรับในงานที่ต้องการความเป็นฉนวนความร้อนจะทำการทดลอง Thermal shock ในแบบที่ 2 และ 3 การทดลองความเป็นฉนวนความร้อนจะทดสอบในลักษณะที่เป็นการทดสอบอายุการใช้งานของผิวเคลือบ (cycle life) โดยมีตัวแปรที่ต้องคำนึงถึง 3 ประเภท คือ 1. ความเครียดสะสมที่เกิดจาก Thermal shock 2. ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกันระหว่างชั้นผิวเคลือบกับชิ้นงาน 3. แรงเค้น ที่เกิดจากการ Oxidation ของชิ้นประสาน

ในการทดลองพบว่าในการทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วด้วยแรงดันลม จะเกิดแรง tensile stress ทำให้ผิวเกิดลักษณะรอยแตกแบบ segmented crack และในการเย็นตัวอย่างช้า ๆ ในบรรยากาศอุณหภูมิต่ำ ผิวจะเกิดลักษณะรอยแตกแบบ delaminating crack จากผลการทดสอบอายุการใช้งาน พบว่าภาวะที่ผิวเคลือบถูกลดอุณหภูมิแบบ ใช้แรงดันลมจะเกิดการแตกและหลุดร่อนของผิวเคลือบในช่วงระยะเวลาการทดสอบอายุการใช้งาน ที่นานกว่าการถูกลดอุณหภูมิตัววิธีที่ให้เย็นตัวแบบช้า ๆ ในภาวะที่อุณหภูมิต่ำ⁽¹³⁾



รูปที่ 2.15 กราฟแสดง life time ของการทดสอบการเป็นฉนวนความร้อนภายใต้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน⁽¹³⁾

จากการทดลองของ Stephan Stecura⁽¹⁶⁾ ได้ทำการเคลือบผิววัสดุ 2 ชนิด คือ Nickel-base และ Cobalt-base ด้วยวัสดุเซรามิก 4 ชนิด คือ $ZrO_2-12 \text{ wt.}\% Y_2O_3$, $ZrO_2-3.4 \text{ wt.}\% MgO$, $ZrO_2-9.6 \text{ wt.}\% CaCO_3$ และ $ZrO_2-5.4 \text{ wt.}\% CaO$ แล้วทำการเคลือบผิวด้วยวิธีการพ่นเคลือบแบบเปลวพลาสมาบนผิววัสดุทั้ง 2 ชนิด โดยใช้ชั้นประสาน เป็น NiCrAlY และหลังจากการพ่นเคลือบด้วย NiCrAlY จะเกิด oxide ของ NiCrAlY ทำหน้าที่ป้องกันการเกิด oxidation ของผิววัสดุทั้ง 2 ชนิด หลังจากนั้นนำชิ้นงานที่เคลือบผิวแล้วมาทำการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน โดยทำการทดสอบ 2 วิธีคือ

(1) ให้ความร้อนในเตาเผาที่ 975 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง แล้วทำการลดอุณหภูมิมาที่ 280 องศาเซลเซียส (ในเตาเผา) คงที่ไว้นาน 1 ชั่วโมง และเพิ่มอุณหภูมิตามขั้นตอนแรก และทำการทดสอบจนกระทั่งผิวชิ้นงานเกิดการแตกหรือหลุดร่อน

(2) ให้ความร้อนด้วยเปลวเพลิงที่อุณหภูมิ 1540 องศาเซลเซียส นาน 30 วินาที แล้วลดอุณหภูมิมายัง 75 องศาเซลเซียส โดยใช้ลมเป่า นาน 20 วินาที และเพิ่มอุณหภูมิตามขั้นตอนแรก และทำการทดสอบจนกระทั่งผิวชิ้นงานเกิดการแตกหรือหลุดร่อน

จากผลการทดลอง พบว่า ผิวเคลือบ $ZrO_2-12 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ มีความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดีกว่า $ZrO_2-3.4 \text{ wt.}\% MgO$ และ $ZrO_2-5.4 \text{ wt.}\% CaO$ ตามลำดับ และผลจากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสารทั้ง 3 ชนิด พบว่า

(1) $ZrO_2-12 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ ก่อนการพ่นเคลือบ มีโครงสร้างผลึกเป็น cubic และ monoclinic และ $ZrO_2-3.4 \text{ wt.}\% MgO$ ก่อนการพ่นเคลือบ มีโครงสร้างผลึก monoclinic หลังการพ่นเคลือบพบว่าทั้ง $ZrO_2-12 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ และ $ZrO_2-3.4 \text{ wt.}\% MgO$ ส่วนใหญ่จะเปลี่ยนเป็น คิวบิก

(2) $ZrO_2-5.4 \text{ wt.}\% CaO$ ที่เปลี่ยนมาจาก $ZrO_2-9.6 \text{ wt.}\% CaCO_3$ หลังจากผ่านการพ่นเคลือบผิว



ก่อนการพ่นเคลือบ พบว่ามีโครงสร้างผลึกเป็น cubic และ monoclinic และหลังการพ่นเคลือบ เปลี่ยนเป็น cubic โดยสมบูรณ์

(3) $ZrO_2-5.4 \text{ wt.}\% CaO$ พบว่าเปลี่ยนเป็น cubic ทั้งก่อนและหลังการพ่นเคลือบ

จาก (2) และ (3) จะพบ oxide (CaO) ที่เกิดหลังการพ่นเคลือบ แทรกตัวอยู่ระหว่างชั้น oxide ของชั้นประสานและผิวเคลือบชั้นบนทำให้ผิวเคลือบชั้นบนเกิด crack ในแนวราบของชั้นผิวเคลือบชั้นบน เป็นสาเหตุให้เกิดการหลุดร่อนของผิวเคลือบชั้นบนหลังผ่านการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน เมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันของ $ZrO_2-12 \text{ wt.}\% Y_2O_3$, $ZrO_2-3.4 \text{ wt.}\% MgO$,

ZrO₂-9.6 wt.% CaCO₃ และ ZrO₂- 5.4 wt% CaO พบว่า ZrO₂-9.6 wt.% CaCO₃ และ ZrO₂- 5.4 wt% CaO มีระยะเวลาความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันสั้นกว่า ZrO₂-12wt.%Y₂O₃ และ ZrO₂-3.4 wt.% MgO ดังแสดงในตารางที่ 2.2 เนื่องจากสาเหตุดังกล่าว

ตารางที่ 2.2 ผลการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน⁽¹⁶⁾

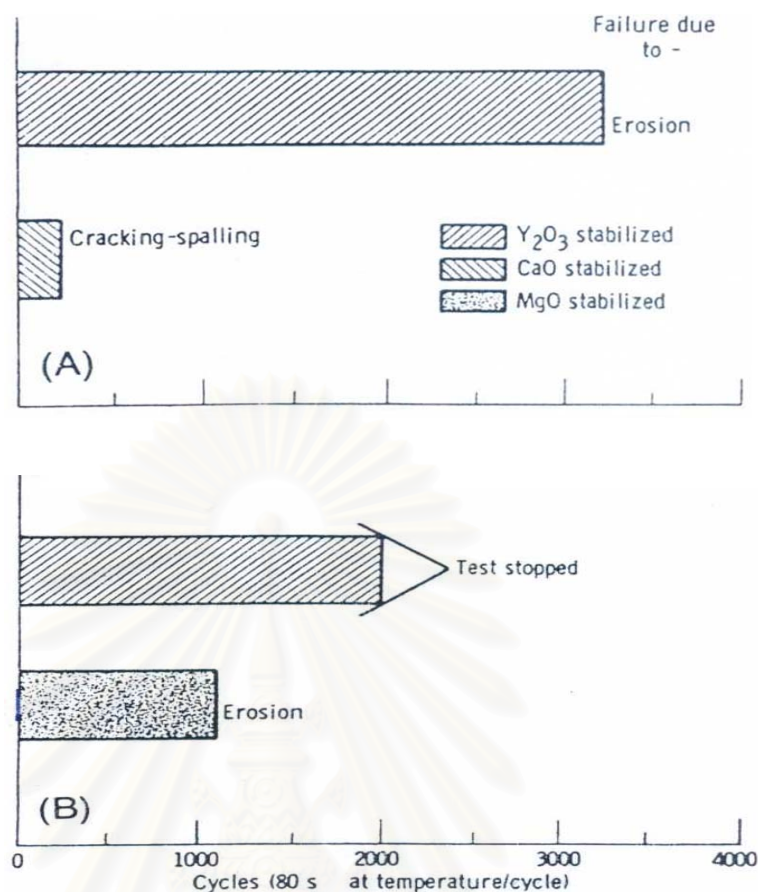
Alloy*	Cycle to failure (hours) of ZrO ₂ with the dopants			
	12 wt.% Y ₂ O ₃	3.4 wt.% MgO	9.6 wt% CaCO ₃	5.4 wt% CaO
DS MAR-M-200+HF	673	460	255	78
MAR-M-200+HF	650	450	255	87
MAR-M-509	558	450	196	76
B-1900+HF	628	438	226	-

(* Nickel-base substrate = DS MAR-M-200+HF and MAR-M-200+HF,

Cobalt-base substrate = MAR-M-509,

Aluminized cast = B-1900+HF)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.16 กราฟ แสดงผลการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบ

ต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน⁽¹⁶⁾

กราฟ A) ที่อุณหภูมิของผิวเคลือบ 1280 องศาเซลเซียส
ความหนาผิวเคลือบ 0.038 เซนติเมตร

B) ที่อุณหภูมิของผิวเคลือบ 1180 องศาเซลเซียส
ความหนาผิวเคลือบ 0.028 เซนติเมตร

สำหรับวิทยานิพนธ์นี้ ได้ทำการศึกษาผลของความหยาบของผิวโลหะที่ถูกเคลือบ ในที่นี้เลือกใช้เหล็กกล้าคาร์บอนชนิด SAE 1020 และผลของความหนาของเคลือบ ซึ่งเลือกใช้ ZrO₂ - 20wt.% Y₂O₃ ที่มีต่อความแข็งแรงในการยึดเกาะของเคลือบกับเหล็กกล้าคาร์บอน รวมไปถึงถึงความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ขั้นตอนการทดลองแบ่งออกเป็น

1. การตรวจสอบสมบัติผงวัสดุ $ZrO_2 - 20 \text{ wt.}\% Y_2O_3$
2. การเตรียมชิ้นงานก่อนการพ่น
3. การเตรียมการพ่นเคลือบด้วยวิธีเปลวพลาสมา
4. การตรวจสอบสมบัติของผิวเคลือบ

3.1 การตรวจสอบสมบัติของผงวัสดุที่ใช้เคลือบผิว

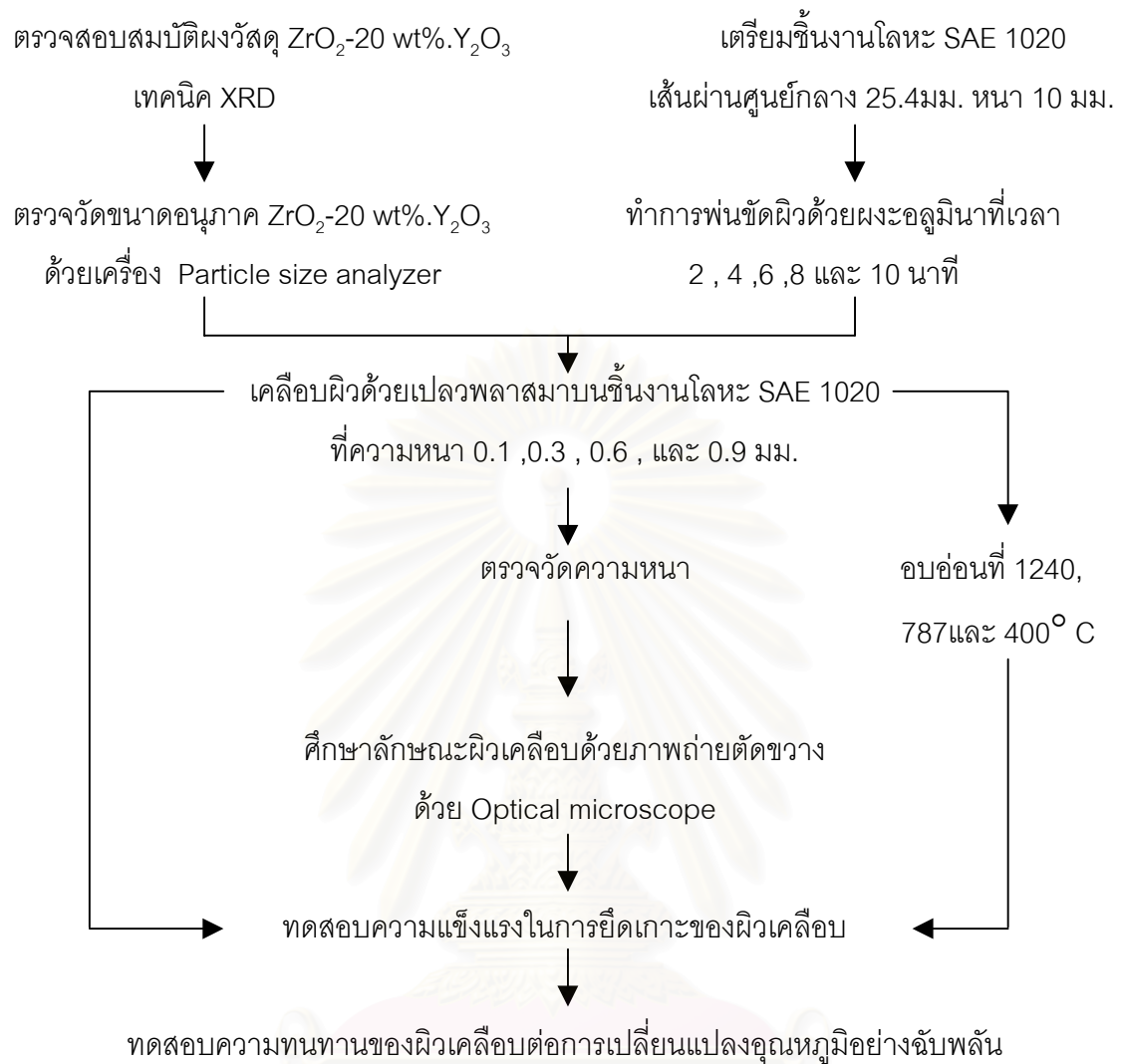
ผงวัสดุที่ใช้เคลือบผิวมี 2 ชนิด คือ

(1) ผงวัสดุ NiCrAlY (Amdry 962) ได้รับมาจากบริษัท Metco Inc. ใช้ในการเคลือบผิวเป็นชั้นประสานระหว่างผิวเซรามิกกับโลหะ มีจุดหลอมเหลวที่ 1400 องศาเซลเซียส และมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน เท่ากับ 11.5×10^{-6} /องศาเซลเซียส⁽⁴⁾

(2) ผงวัสดุเชิงประกอบ Zirconium Oxide (Metco 202 NS) ได้รับมาจากบริษัท Metco Inc. ใช้ในการเคลือบผิวเป็นชั้นบนของผิวเคลือบ ดดยมีส่วนประกอบเป็น $80 \text{ wt.}\% ZrO_2 - 20 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ มีจุดหลอมเหลวที่ 2480 องศาเซลเซียส และมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน เท่ากับ 11.08×10^{-6} /องศาเซลเซียส⁽¹⁷⁾

3.1.1 การตรวจสอบเฟสของวัสดุ

การตรวจสอบเฟสของวัสดุ $ZrO_2 - 20 \text{ wt.}\% Y_2O_3$ ใช้เครื่อง X - ray Diffractometer (Shimadzu, รุ่น XRD - 6000) การเตรียมตัวอย่างที่เป็นผง ทำโดยอัดผงตัวอย่างลงในแผ่นอลูมิเนียมและปาดผิวหน้าให้เรียบ โดยใช้ผงวัสดุทั้งก่อนการพ่นเคลือบ, หลังผ่านการเคลือบผิวและผ่านการอบอ่อน แล้วมากระเทาะผิวเคลือบด้านบน ($80 \text{ wt.}\% ZrO_2 - 20 \text{ wt.}\% Y_2O_3$) นำไปตรวจสอบการวิเคราะห์เฟสโดยใช้ Cu-K α radiation โดยมีค่า λ เท่ากับ 1.5406 อังสตรอม ความต่างศักย์ 30 kV. และกระแส 30 mA. ทำการตรวจสอบตั้งแต่มุม 2θ เท่ากับ 20 ถึง 80 องศา นำผลที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิดที่ทำการทดลอง การ์ดมาตรฐาน JCPDS ที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้รวมภาคผนวก ง



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลอง

3.1.2 การวัดการกระจายของขนาดอนุภาค

นำผงวัสดุ $ZrO_2-20 \text{ wt.}\%Y_2O_3$ ประมาณ 1 กรัม มาผสมกับสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (Sodium hexametaphosphate) ความเข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก เพื่อช่วยในการกระจายตัว (dispersing agent) กวนผสมกันโดยใช้ magnetic stirrer ประมาณ 2 นาที จนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นใช้ pipette สุ่มสารละลายมาวิเคราะห์ขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง Laser diffraction particle size analyzer รุ่น Mastersizer S ของ Malvern Instrument Ltd. ที่สามารถตรวจวัดการกระจายขนาดอนุภาคได้ตั้งแต่ขนาด 0.05 ไมโครเมตร ขึ้นไป

3.2 การเตรียมชิ้นงานทดสอบ

3.2.1 เตรียมผิวชิ้นงาน

เหล็กกล้าคาร์บอนดี SAE 1020 เป็นวัสดุที่ใช้ในการทำท่อท้ายจรวด (Nozzle) ซึ่งมีสมบัติตามภาคผนวก ค อยู่ในลักษณะของเพลาดันยาว 5 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 1 นิ้ว นำมาตัดด้วยเครื่องเลื่อยสายพาน DAITO รุ่น S 360 B ให้ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 นิ้ว หนา 10 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูป 3.1 จำนวน 100 ชิ้น แล้วนำไปเคลือบผิวเพื่อทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบตามมาตรฐาน ASTM C 633-79 และตัดแผ่นเหล็กขนาด 2 นิ้ว x 4 นิ้ว x 5.5 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูป 3.7 เพื่อเตรียมนำไปเคลือบผิวเพื่อทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน (ความหนาของโลหะที่ใช้ควบคุมให้เท่ากับความหนาของท่อท้ายจรวด)

การเตรียมผิวชิ้นงานโดยนำผิวชิ้นงานที่ตัดเสร็จเรียบร้อยแล้ว ไปทำการพ่นขัดผิวด้วยผงอะลูมินา ที่มีขนาด 80 เมช ตัวแปรที่ใช้ในการพ่นขัดคือความแตกต่างของช่วงเวลา กำหนดที่ 2, 4, 6, 8 และ 10 นาที โดยกำหนดให้ระยะห่างระหว่างชิ้นงานกับปืนที่พ่นเท่ากับ 5 นิ้ว แรงดันลม 50 psi (ตามมาตรฐานของ General Electric Commercial Engine Standard particle manual) และ มุมพ่น 75 องศา⁽⁵⁾ เพื่อให้ผิวชิ้นงานหยาบและมีความสามารถในการยึดเกาะกับผิวเคลือบได้ดี

หลังจากพ้นขีดผิวแล้วนำชิ้นงานไปตรวจสอบความหยาบของผิวด้วยเครื่อง Surface roughness measuring instrument รุ่น Surfcomer Se1200 ของ Kosaka Laboratory Lid. ดังแสดงในรูป 3.2 ซึ่งมีหัวลาก (Stylus) ที่ตรงปลายมีเพชรรัศมี 5 ไมโครเมตร ใช้ความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.5 มิลลิเมตรต่อวินาที รายละเอียดของขั้นตอนการหาค่าความหยาบของผิวชิ้นงาน มีดังนี้

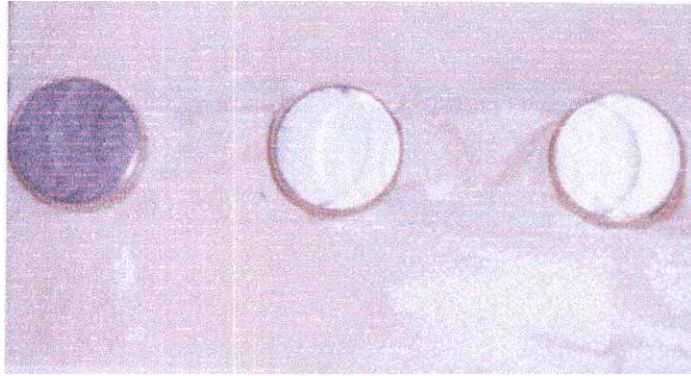
(1) ตั้งมาตรฐานเครื่องโดยเทียบกับชิ้นงานมาตรฐานที่ให้ค่าความหยาบผิว Ra เท่ากับ 3.0 ไมโครเมตร (model SS-N S.94 No. N50195) (Ra คือค่าความสูงเฉลี่ยจากเส้นกลางของรอยสูงต่ำทั้งหมดของผิวหน้าโดยไม่คิดเครื่องหมาย) คำนวณจากสมการที่ 3.1

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |f(x)| dx \quad (3.1)$$

โดยที่

L = ระยะทางที่หัวลากเคลื่อนที่

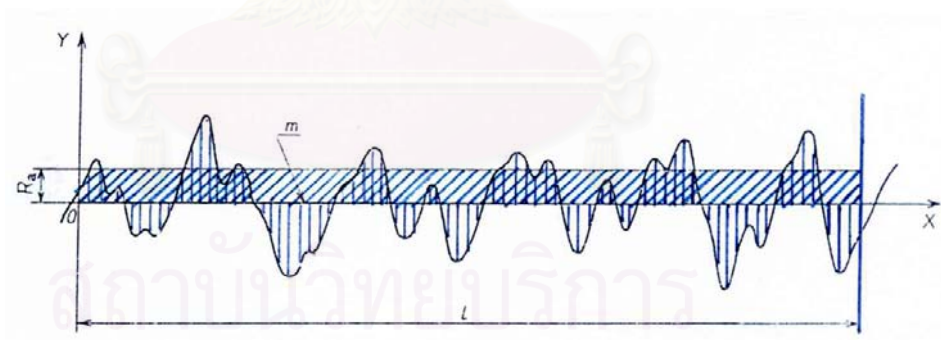
- (2) เลือกพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดสอบ ได้แก่
- มาตรฐานการทดสอบ เลือกใช้มาตรฐาน JIS B 0601 (1994)
 - พารามิเตอร์ที่ใช้หาค่าความหยาบผิวโดยเลือกใช้โหมด R นั่นคือค่าความสูงเฉลี่ยจากเส้นกลางของรอยสูงต่ำทั้งหมดของผิวหน้าโดยไม่คิดเครื่องหมาย (Ra)
 - หน่วยความยาวที่เลือกใช้เป็นมิลลิเมตร
 - ระยะทางที่หัวลากเคลื่อนย้ายบนความไม่สม่ำเสมอของผิวชิ้นงานจะเรียกว่าค่า cut off ตามมาตรฐานที่กำหนดให้มี 4 ค่าได้แก่ 0.25, 0.8, 2.5 และ 8 มิลลิเมตร หลักการเลือกค่า cut off ขึ้นอยู่กับความเรียบของผิวชิ้นงานที่จะทำการตรวจสอบ ในการทดลองระยะทางที่เลือกใช้ คือ 0.8 มิลลิเมตร
 - การรายงานผลโดยรายงานเป็นผลการคำนวณจากพื้นที่ได้กราฟเป็นค่าตัวเลขมีหน่วยเป็นไมโครเมตร



รูปที่ 3.2 ภาพแสดงลักษณะชิ้นงานที่ได้จากการตัด



รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะเครื่อง Surface roughness tester



L = ระยะทางที่หัวลากเคลื่อนที่บนชิ้นงาน, m = เส้นกลาง (mean line) แบ่งระยะสูง-ต่ำ
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการเคลื่อนที่ของหัวลากขณะทำการวัดผิวหยาบ

3.3 การพ่นเคลือบผิว

นำชิ้นงานที่มีค่าความหยาบสูงสุดมาทำการเคลือบผิวด้วยวิธีเปลวพลาสมาประกอบ ด้วยขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

(1) การให้ความร้อนต่อผิวชิ้นงานโดยใช้เปลวพลาสมา (ไม่มีผงวัสดุ) เพื่อกำจัด ความชื้นโดยควบคุมอุณหภูมิของชิ้นงานให้อยู่ในช่วง 80 - 100 องศาเซลเซียสนาน 30 วินาที ใช้ไพโรมิเตอร์วัดอุณหภูมิที่ผิวชิ้นงาน⁽³⁾

(2) การพ่นเคลือบชั้นประสาน ด้วยผงวัสดุชนิด NiCrAlY (เป็นวัสดุที่ป้องกันการเกิด oxidation ของผิวโลหะเป็นชั้นเชื่อมประสานกับผิวโลหะและเซรามิกได้ดี ทั้งยังมีค่าสัมประสิทธิ์ การขยายตัวทางความร้อนอยู่ระหว่างโลหะกับเซรามิก) โดยใช้ความหนาตามมาตรฐานของ General Electric (Commercial engine standard particles manual TASK 70-49-00-340) ที่ 0.15 มิลลิเมตร

(3) ทำการเคลือบผิวชั้นบน (top coat) ด้วยผงวัสดุชนิด $ZrO_2-20 \text{ wt.}\%Y_2O_3$ โดย กำหนดความหนาในการศึกษา 0.1, 0.3, 0.6 และ 0.9 มิลลิเมตร ตามพารามิเตอร์ที่กำหนด ในภาคผนวก ก

(4) นำชิ้นงานหลังการเคลือบผิวแล้วไปทำการอบอ่อน (annealing) เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยเลือกทำที่อุณหภูมิต่างกัน คือ 1240, 787, และ 400 องศาเซลเซียส อุณหภูมิที่เลือก ใช้ในการอบอ่อนนี้ ใช้หลักเกณฑ์ในการเลือกดังนี้

(4.1) ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิ sintering ของ $ZrO_2-20 \text{ wt.}\%Y_2O_3$ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ

(4.2) ที่อุณหภูมิ 787 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิการอบอ่อน (annealing) ทั่วไป ของโลหะ เพื่อต้องการลดความเครียดสะสมของผิวเคลือบที่เกิดจากการขยายตัวของผิวเคลือบ ขณะทำการเคลือบผิว

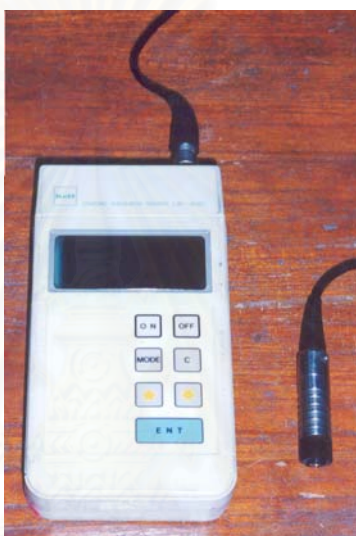
(4.3) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิการอบคืนตัว (tempering) ของ โลหะ เพื่อต้องการลดความเครียดสะสมของผิวเคลือบที่เกิดจากการขยายตัวของผิวเคลือบขณะ ทำการเคลือบผิว

(5) นำชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนทั้ง 3 กรณี ตามข้อ (4) มาทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ เพื่อเปรียบเทียบตัวแปร (ความหยาบของผิวโลหะ, ความหนาของผิวเคลือบชั้นบนและอุณหภูมิการอบอ่อน) ของผิวเคลือบทั้งก่อนและหลังการอบอ่อนที่ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ดีที่สุด ตามรายละเอียดในหัวข้อ 3.4

3.4 การตรวจสอบสมบัติผิวเคลือบ

(1) การตรวจวัดความหนาผิวเคลือบ

การวัดความหนาของผิวเคลือบด้วยเครื่อง KETT Coating Thickness Tester รุ่น LE-300 ของ Kett Electric Laboratory ดังแสดงในรูป 3.4 หลักการทำงานของเครื่องวัด จะวัดความหนาของผิวเคลือบจำพวก non-magnetic induction เครื่องชนิดนี้วัดความหนาได้ตั้งแต่ 0-1500 ไมโครเมตร



รูปที่ 3.5 แสดงลักษณะเครื่องวัดความหนา

(2) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

นำชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านการอบอ่อน มาตัดขวางด้วยเครื่องตัด โดยทำการตัดผ่านผิวเคลือบก่อนตัดผ่านชิ้นงาน นำชิ้นงานที่ตัดแล้วไปทำ Cold mount โดยใช้ hardener และ resin ในอัตราส่วน 1 : 5 โดยปริมาตร ใช้เวลาควนให้เข้ากันไม่เกิน 20 วินาที เทลงพิมพ์ที่วางไว้จนแข็งตัว

แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปขัดเพื่อลบรอยที่เกิดจากการตัด ด้วยกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์ ตั้งแต่เบอร์ 120, 180, 280, 400, 800 และ 1200 ตามลำดับ โดยใช้น้ำเป็นตัวหล่อลื่น เพื่อช่วยลดความร้อน ซึ่งการขัดแผ่นขัดแต่ละเบอร์ต้องขัดให้รอยที่เกิดจากการตัดตั้งฉากกันเพื่อลบรอยเก่าออก แล้วทำการล้างชิ้นงานก่อนนำไปขัดเบอร์ต่อไป

หลังจากนั้นนำไปขัดละเอียดเพื่อลบรอยขัดหยาบออกจากชั้นผิวเคลือบและผิวโลหะ โดยใช้ผ้าขัดสักหลาดและผงขัดอะลูมินาขนาด 3 ไมโครเมตรเพื่อลบรอยขัดหยาบที่ผิวโลหะ และ 1 ไมโครเมตรตามลำดับ

ในการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบจะดูลักษณะของผิวเคลือบที่เกิดจากการเคลือบผิว และบริเวณที่เป็นรอยต่อระหว่างผิวเคลือบกับชิ้นงาน โดยใช้กล้อง Optical light Microscope

(3) ทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ

ในการทดสอบทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C 633 –79 (Adhesion or Cohesive Strength of Flame – Sprayed Coatings.) โดยทำการเตรียมชิ้นงาน

(3.1) นำชิ้นงานที่ผ่านการพ่นเคลือบ และการอบอ่อนมาเชื่อมติดบนตัวจับชิ้นงานด้วยกาวทดสอบแรงดึง EC 2086 (Structural adhesive) ที่มีส่วนผสมระหว่าง Epoxy resin กับ Aluminum oxide ได้รับมาจาก บริษัท 3M Adhesive, coating and sealers division

(3.2) นำชิ้นงานที่ยึดติดแล้วไปวางบนแท่นยึดตามรูปที่ 3.5 แล้วขันชิ้นงานด้วยแรงบิด 35 นิวตันเมตร นำไปอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง เพื่อให้ชิ้นงานและตัวจับชิ้นงานเชื่อมติดกันอย่างสมบูรณ์

(3.3) นำชิ้นงานไปทดสอบแรงดึงด้วยเครื่อง Instron Universal Testing Machine รุ่น Instron series IX model 4505 ของบริษัท Instron Ltd. ตามรูปที่ 3.6 และ 3.7 โดยใช้ความเร็วในการเคลื่อนที่ของเครื่องทดสอบที่ 0.013 มิลลิเมตรต่อวินาที



รูปที่ 3.6 แสดงอุปกรณ์และการเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะ

(3.4) เมื่อได้ค่าแรงดึงสูงสุด (MAXIMUM LOAD, kN) นำมาคำนวณหาว่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ (Degree of Adhesion or Cohesive Strength) ตามสมการที่ 3.1

$$\sigma = F / \pi r^2 \quad (3.1)$$

โดยที่

σ = ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ (Adhesion Strength.) มีหน่วยเป็น $N./mm^2$

F = ค่าแรงดึงสูงสุด (Maximum load) มีหน่วยเป็น N.

r = รัศมีของชิ้นงาน มีหน่วยเป็น mm.



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่อง Instron Universal Testing Machine



รูปที่ 3.8 แสดงลักษณะการทดสอบแรงดึงในการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะ

(4) การทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน
(Thermal Shock)

(4.1) นำพารามิเตอร์ที่ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะสูงสุด (ความหนาของผิวโลหะ, ความหนาของผิวเคลือบชั้นบนและอุณหภูมิในการอบก่อน) มาทำการเคลือบผิวชิ้นงานที่มีขนาด $50.8 \times 101.6 \times 5.5$ มิลลิเมตรตามรูปที่ 3.9

(4.2) ทำการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ตามขั้นตอนดังนี้

- ให้อุณหภูมิด้วยเปลวความร้อน โดยใช้ก๊าซอะเซทิลีนเป็นเชื้อเพลิง^{(16),(29)} ที่ 1300 องศาเซลเซียส นาน 1 นาที
 - ลดอุณหภูมิโดยใช้แรงดันลมที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส นาน 40 วินาที
 - กระทำในแต่ละวงรอบ 1 นาที 30 วินาที จนกว่าผิวชิ้นงานเริ่มแตก
- จึงหยุดการทดสอบ



รูปที่ 3.9 ภาพแสดงชิ้นงานเตรียมนำไปเคลือบผิวทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

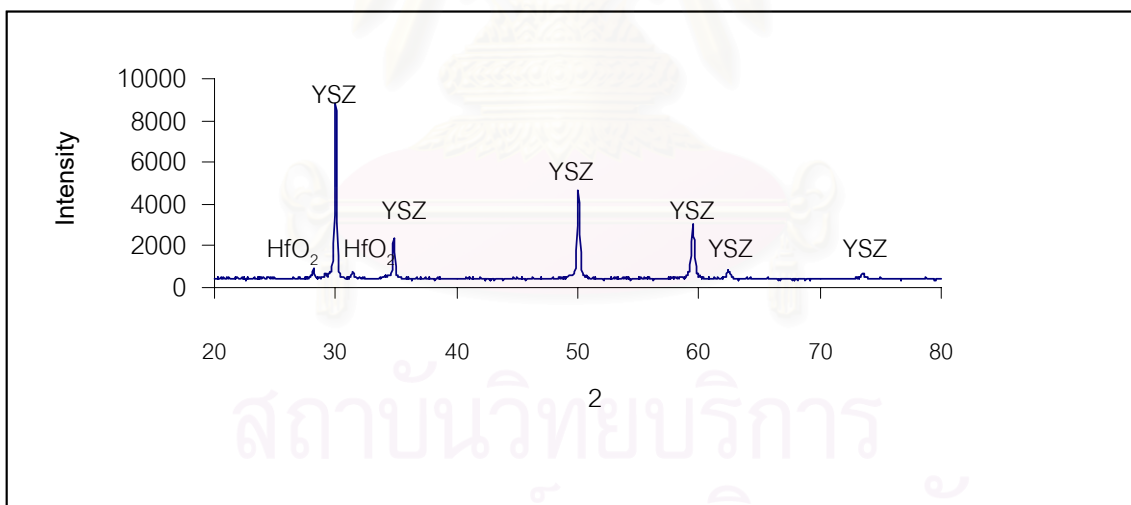
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติของวัสดุที่ใช้ในการเคลือบผิว

4.1.1 ผลการตรวจสอบเฟสของผงวัสดุ

จากการตรวจสอบเฟสของผงวัสดุตั้งต้น ZrO_2 - 20wt.% Y_2O_3 ($Y_{0.25}Zr_{0.75}O_{1.875}$) ที่รับมา โดย XRD พบพีคที่ 2θ ที่ 30.00, 50.02, 59.46 ดังรูปที่ 4.1 โดยสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 30-1468 ของ $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_{1.93}$ โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่า 2θ ของ 3 พีคหลักที่ 30.10 , 50.17 , 59.64 และมีโครงสร้างผลึกเป็น คิวบิก (cubic) นอกจากนี้ ยัง ปรากฏพบเฟสอื่นปน เนื่องจากมีพีคเล็ก 2 พีคที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 28.14 และ 59.64 โดยพีคสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 43-1017 ของ HfO_2 (Hafnium Oxide)



รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของ 80 wt. % ZrO_2 - 20 wt.% Y_2O_3 ก่อนการพ่นเคลือบ

4.1.2 ผลของการกระจายตัวและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุ

จากผลการตรวจสอบขนาดอนุภาค พบว่า ขนาดอนุภาคผงมีการกระจายตัวดังแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.2 โดยแบ่งออกเป็นกลุ่มใหญ่ๆ ได้ 2 กลุ่มคือ

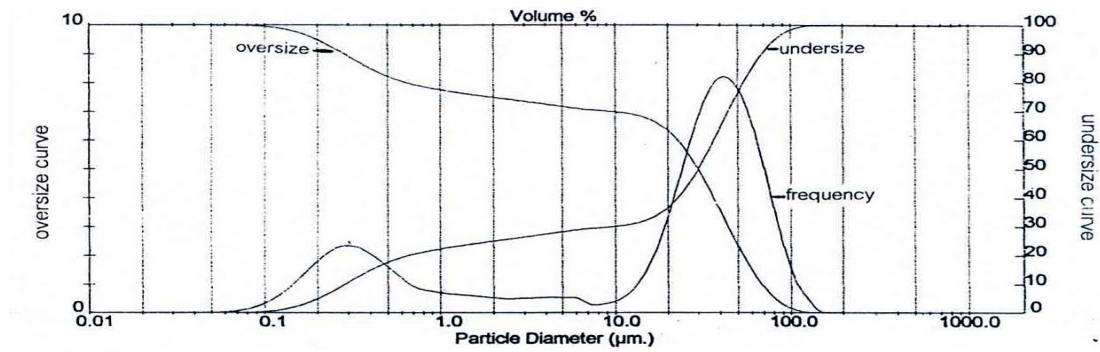
(1). มีการกระจายตัวอยู่ระหว่าง 0.1 - 1 ไมโครเมตร อยู่ประมาณร้อยละ 22 ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคทั้งหมด และมีความถี่ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคสูงสุดในช่วงระหว่าง 0.27 - 0.31 ไมโครเมตร อยู่ประมาณร้อยละ 2.35 ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในกลุ่มแรก ซึ่งขนาดอนุภาคเฉลี่ยของกลุ่มนี้เท่ากับ 0.3 ไมโครเมตร

(2). มีการกระจายตัวอยู่ระหว่าง 10 - 100 ไมโครเมตร อยู่ประมาณร้อยละ 68 ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคทั้งหมด และมีความถี่ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคสูงสุดในช่วงระหว่าง 41.43 - 48.27 ไมโครเมตร อยู่ประมาณร้อยละ 8.14 ของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในกลุ่มที่สอง ซึ่งขนาดอนุภาคเฉลี่ยของกลุ่มนี้เท่ากับ 40 ไมโครเมตร

ขนาดอนุภาคของผงเซรามิกที่ใช้ในงานพ่นเคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมา ควรมีขนาดเล็กกว่าหรือเท่ากับ 50 ไมโครเมตร⁽¹⁹⁾ และจากการตรวจวัดขนาดผงอนุภาคของ 80 wt. % ZrO_2 - 20 wt. % Y_2O_3 พบว่ามีขนาดเล็กกว่า 50 ไมโครเมตรอยู่ประมาณร้อยละ 75 และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 30 ไมโครเมตร

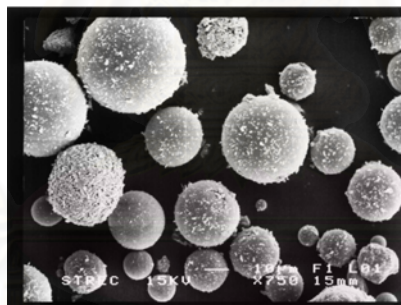
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการกระจายตัวและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุ

Size Low (um)	In %	Size High (um)	Under%	Size Low (um)	In %	Size High (um)	Under%
0.05	0.02	0.06	0.02	6.63	0.30	7.72	29.54
0.06	0.05	0.07	0.06	7.72	0.30	9.00	29.84
0.07	0.10	0.08	0.16	9.00	0.38	10.48	30.23
0.08	0.19	0.09	0.35	10.48	0.58	12.21	30.81
0.09	0.33	0.11	0.68	12.21	0.96	14.22	31.77
0.11	0.56	0.13	1.24	14.22	1.59	16.57	33.36
0.13	0.86	0.15	2.10	16.57	2.50	19.31	35.86
0.15	1.21	0.17	3.31	19.31	3.67	22.49	39.53
0.17	1.59	0.20	4.90	22.49	5.02	26.20	44.55
0.20	1.95	0.23	6.86	26.20	6.35	30.53	50.90
0.23	2.23	0.27	9.09	30.53	7.44	35.56	58.34
0.27	2.35	0.31	11.44	35.56	8.08	41.43	66.42
0.31	2.28	0.36	13.73	41.43	8.14	48.27	74.56
0.36	2.07	0.42	15.80	48.27	7.57	56.23	82.13
0.42	1.79	0.49	17.59	56.23	6.45	65.51	88.58
0.49	1.47	0.58	19.06	65.51	4.93	76.32	93.51
0.58	1.15	0.67	20.20	76.32	3.30	88.91	96.81
0.67	0.89	0.78	21.09	88.91	1.88	103.58	98.69
0.78	0.79	0.91	21.88	103.58	0.90	120.67	99.59
0.91	0.71	1.06	22.59	120.67	0.38	140.58	99.97
1.06	0.67	1.24	23.26	140.58	0.03	163.77	100.00
1.24	0.63	1.44	23.89	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	0.60	1.68	24.49	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	0.56	1.95	25.05	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	0.52	2.28	25.57	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	0.50	2.65	26.07	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	0.51	3.09	26.58	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	0.52	3.60	27.10	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	0.54	4.19	27.64	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	0.55	4.88	28.19	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	0.54	5.69	28.72	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	0.51	6.63	29.23	754.23	0.00	878.67	100.00



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผลกระจายตัวและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงวัสดุ

จากรูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคของวัสดุที่บดโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าขนาดอนุภาคของ $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ มีลักษณะเป็นทรงกลม โดยอนุภาคส่วนใหญ่จะมีขนาดเล็กกว่า 50 ไมโครเมตร ซึ่งสอดคล้องกับผลการกระจายขนาดของอนุภาคดังที่กล่าวไว้แล้ว

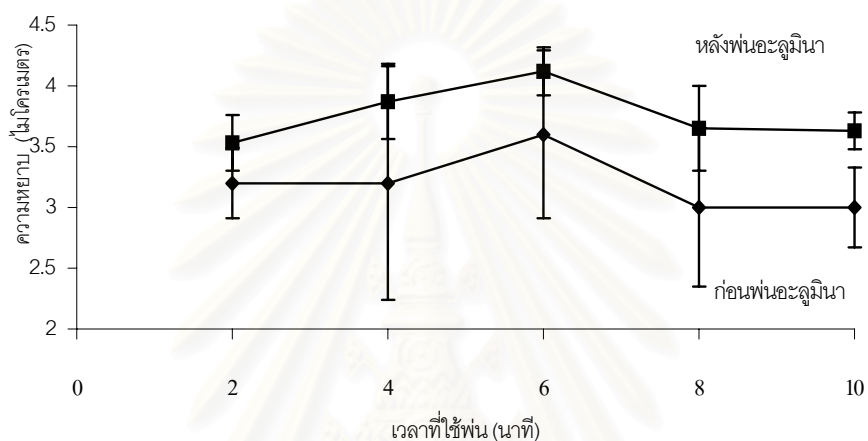


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 750 เท่า แสดงลักษณะและขนาดอนุภาคของ 80wt.% $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$

4.2 ผลการเตรียมผิวชิ้นงานก่อนการพ่นเคลือบ

รูปที่ 4.4 แสดงผลของการวัดความหยาบที่ผิวชิ้นงานโดยเปรียบเทียบความหยาบของผิวชิ้นงานทั้งก่อนพ่นและหลังพ่นอะลูมินา โดยใช้เวลาในการพ่นที่ต่างกันตั้งแต่ 2 นาทีไปจนถึง 10 นาที

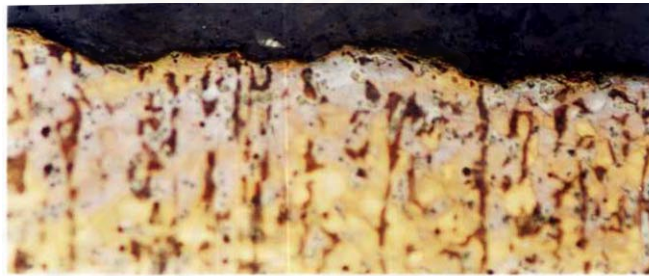


รูปที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการพ่นอะลูมินาต่อความหยาบของผิววัสดุ

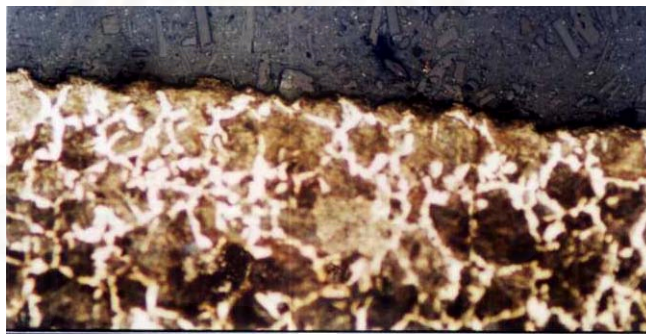
ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าช่วงระยะเวลาการพ่นชนิดที่ 4 นาทีมีการเปลี่ยนแปลงความหยาบมากที่สุด เมื่อเทียบค่าความหยาบก่อนพ่นและหลังพ่นอะลูมินาเท่ากับ 0.7 ไมโครเมตร และในช่วงระยะเวลาการพ่นชนิดตั้งแต่ 6 นาทีขึ้นไปไม่มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนของค่าความหยาบ ดังนั้นจึงทำการพ่นชนิดที่ 2, 4 และ 6 นาทีก่อนการเคลือบผิว



(1)

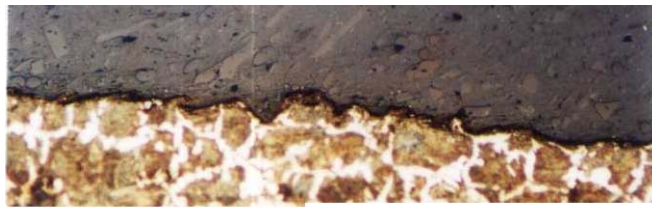


(2)

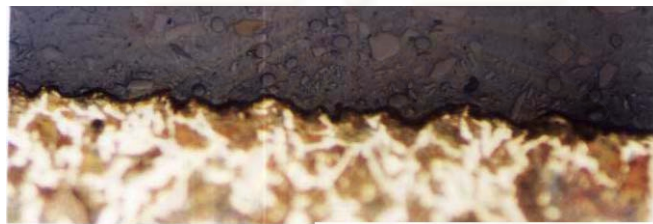


(3)

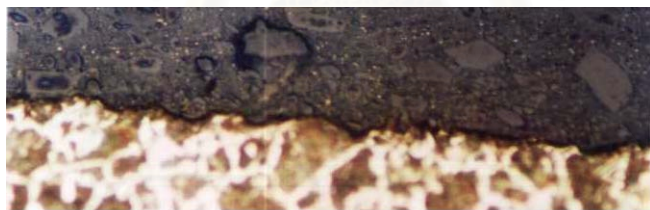
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



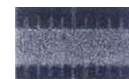
(4)



(5)



(6)



0.1มิลลิเมตร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 200 เท่า แสดงภาพตัดขวางของผิวชิ้นงานที่ผ่านการพ่นขัดที่เวลาต่าง ๆ

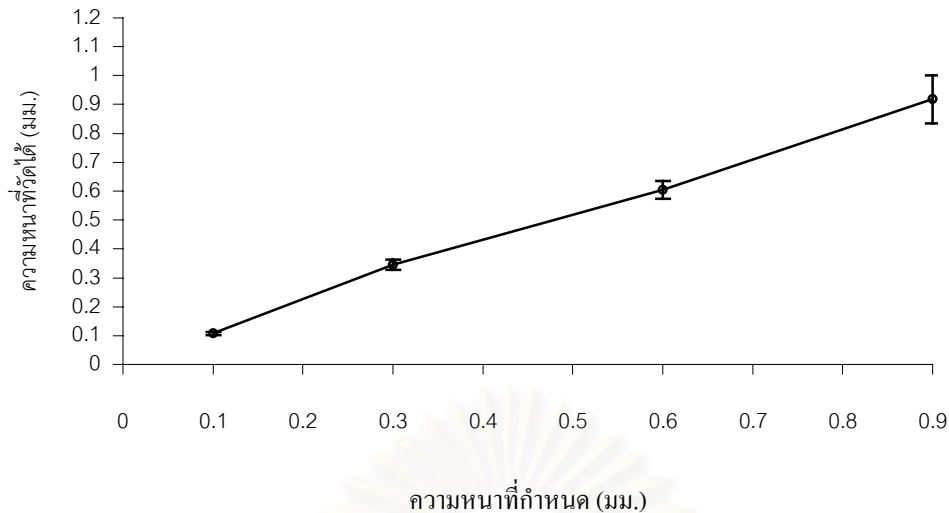
(1) ไม่ขัดผิว (2) ขัด 2 นาที (3) ขัด 4 นาที (4) ขัด 6 นาที (5) ขัด 8 นาที (6) ขัด 10 นาที

จากรูปที่ 4.5 พบว่า ลักษณะผิวชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงลักษณะความหยาบของผิวเมื่อทำการพ่นขัดด้วยผงอะลูมินา ทำให้เกิดพื้นที่ของผิวหยาบเพิ่มขึ้น และน่าจะมีผลต่อการยึดเกาะระหว่างผิวชิ้นงานกับผิวเคลือบได้ดี⁽⁵⁾

4.3 ผลการตรวจสอบสมบัติผิวเคลือบ

4.3.1 ผลการตรวจวัดความหนาของผิวเคลือบ

ทำการเคลือบผิวเหล็กกล้าคาร์บอน SAE 1020 ด้วย $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ ตามตารางในภาคผนวก ก ทำการเคลือบผิวด้วยการเปลี่ยนแปลงความหนาของผิวเคลือบชั้นบนตั้งแต่ 0.1, 0.3, 0.6 และ 0.9 มิลลิเมตร ส่วนความหนาของผิวเคลือบชั้นประสาน กำหนดที่ 0.15 มิลลิเมตร โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการพ่นขัดที่ 2, 4 และ 6 นาที ที่มีค่าความหยาบของผิว 3 ค่า คือ 3.53 ± 0.2 , 3.87 ± 0.3 และ 4.12 ± 0.2 ไมโครเมตร ซึ่งมีลักษณะผิวชิ้นงานที่เป็นแบบ anchor catching ที่ช่วยให้เกิดการยึดเกาะที่ดี ผลจากการตรวจวัดความหนาด้วยเครื่อง coating thickness tester แสดงค่าไว้ใน รูปที่ 4.6 พบว่า ความหนาเฉลี่ยของผิวเคลือบที่มีความหนา 0.1 มิลลิเมตร วัดความหนาไว้ได้ 0.10 ± 0.006 มิลลิเมตร , ความหนา 0.3 มิลลิเมตร วัดความหนาได้ 0.34 ± 0.01 มิลลิเมตร , ความหนา 0.6 มิลลิเมตร วัดความหนาได้ 0.60 ± 0.03 มิลลิเมตร , ความหนา 0.9 มิลลิเมตร วัดความหนาได้ 0.91 ± 0.08 มิลลิเมตร



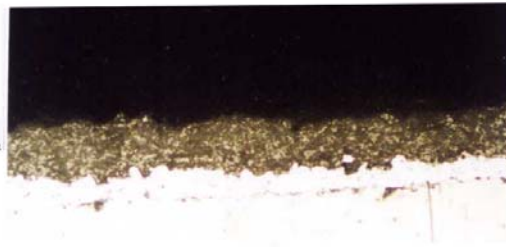
รูปที่ 4.6 กราฟแสดงผลการวัดความหนาของผิวเคลือบเทียบกับความหนาที่กำหนด

จากรูปที่ 2.3 และ 2.5 ได้แสดงลักษณะของการ splat และการยึดเกาะของอนุภาคที่หลอมเหลวตามลำดับ จะพบว่าลักษณะการไหลของผงวัสดุที่หลอมเหลว จะไหลลงไปตามลักษณะความหยาบของผิวชิ้นงาน ที่มีลักษณะแบบ anchor และ wedge catching จนปกคลุมผิวหยาบ ด้วยลักษณะดังกล่าวน่าจะบอกได้ว่า ความหยาบของผิวมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงความหนาของผิวเคลือบทั้งสองชั้นในอัตราที่น้อย

4.3.2 ผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบจากภาพถ่ายตัดขวางของชิ้นงาน

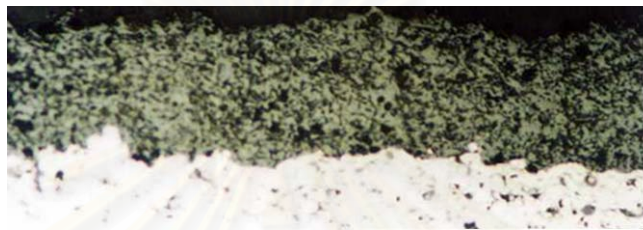
จากรูปที่ 4.7 แสดงลักษณะภาพถ่ายตัดขวางด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 100 เท่า พบว่าเกิดช่องว่างระหว่างชั้นผิวเคลือบ ที่เกิดจากการเรียงตัวทับซ้อนกัน ของ splat อย่างไม่เป็นระเบียบ⁽²⁾

ชั้นผิวเคลือบ $ZrO_2 - 20\% Y_2O_3$



ชั้นผิวเคลือบประสาน

(1)

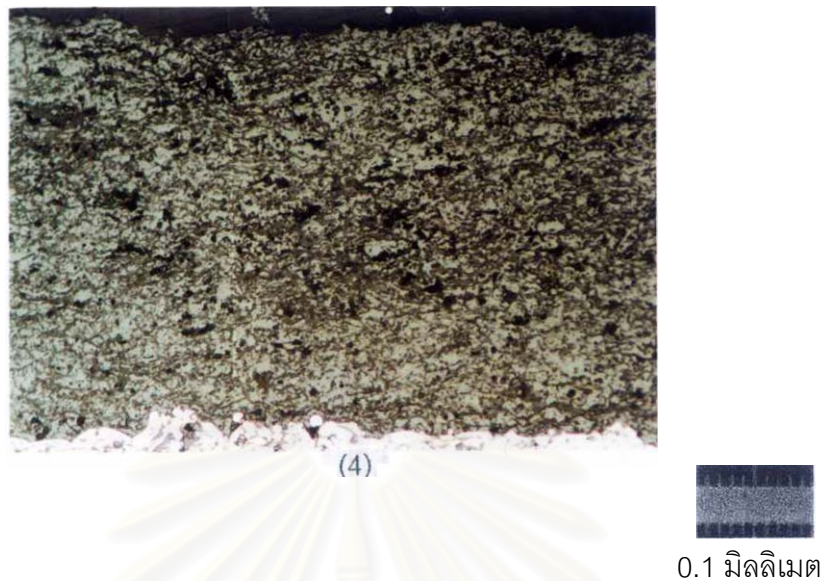


(2)



(3)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

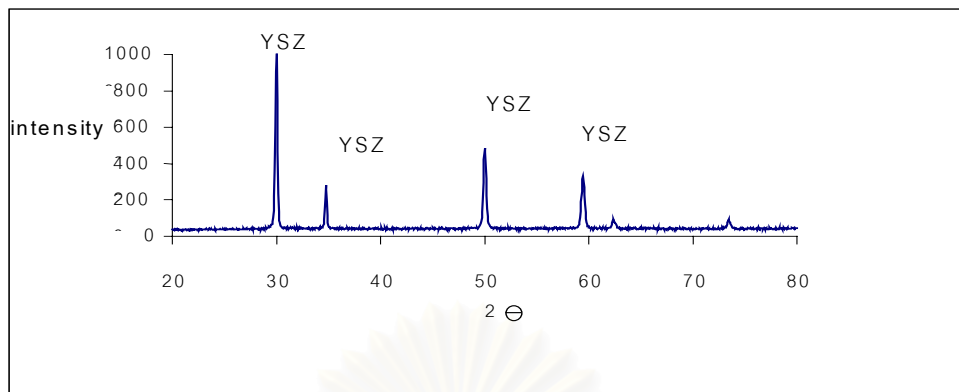


รูปที่ 4.7 ภาพแสดงลักษณะผิวเคลือบที่มีความหนาต่างๆที่ตรวจสอบจากกล้องจุลทรรศน์

- (1) ชั้นงาน top coat หนา 0.1 มิลลิเมตร (2) ชั้นงาน top coat หนา 0.3 มิลลิเมตร
 (3) ชั้นงาน top coat หนา 0.6 มิลลิเมตร (4) ชั้นงาน top coat หนา 0.9 มิลลิเมตร

4.3.3 ผลการตรวจสอบเฟสของผิวเคลือบชั้นบน

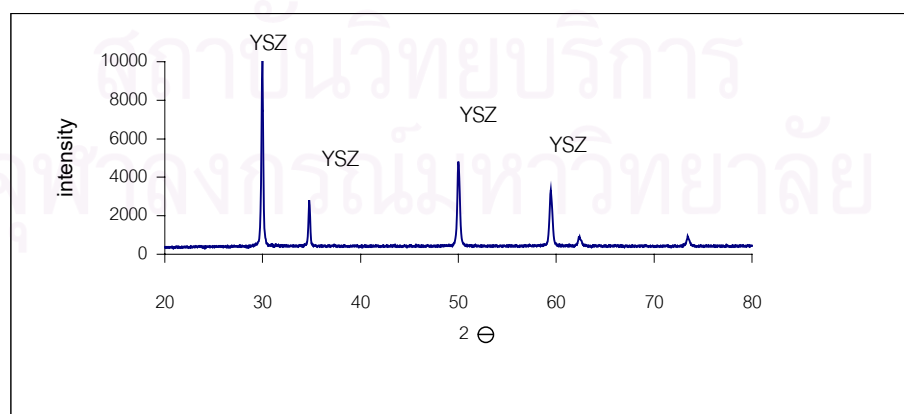
จากการตรวจสอบเฟสของผงวัสดุ $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ ($Y_{0.25}Zr_{0.75}O_{1.875}$) หลังการพ่นเคลือบ โดย XRD พบพีคที่ 2θ เท่ากับ 29.96, 49.98, 59.41 ดังรูปที่ 4.8 โดยสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 30-1468 ของสารที่มีส่วนประกอบ $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_{1.93}$ โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่า 2θ ของ 3 พีคหลักที่ 30.10, 50.17, 59.64 และมีโครงสร้างผลึกเป็น คิวบิก (cubic)



รูปที่ 4.8 กราฟ XRD ของ 80 wt. % ZrO_2 - 20 wt.% Y_2O_3 หลังการพ่นเคลือบ

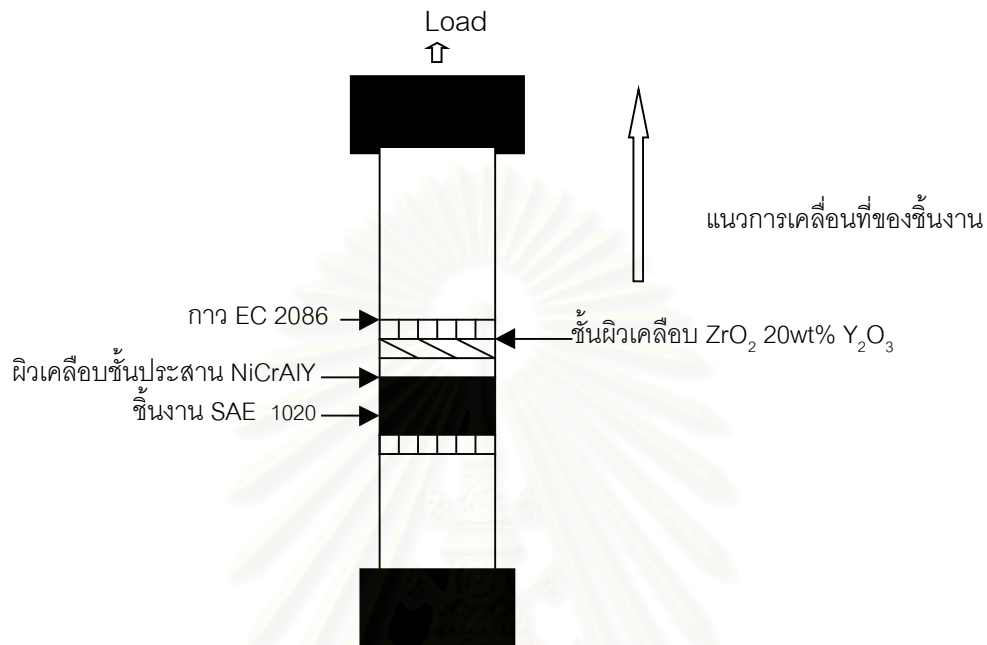
4.3.4 ผลของการอบอ่อนผิวเคลือบ

จากผลการอบอ่อน เพื่อเป็นการเพิ่มความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบชั้นบน พบว่าที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียสและที่ 787 องศาเซลเซียสนาน 2 ชั่วโมง ผิวเคลือบเกิดการหลุดร่อน (exfoliation) เนื่องจากเหล็กกล้าคาร์บอน SAE 1020 เกิด oxidation ทำให้เกิดการหลุดร่อนของผิวโลหะ ส่วนการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสนาน 2 ชั่วโมงไม่เกิดการหลุดร่อนของชั้นผิวเคลือบเพราะไม่เกิดการ oxidation ของผิวโลหะ แล้วนำไปอบในเตาอบสุญญากาศภายใต้บรรยากาศอาร์กอน และนำผิวเคลือบไปตรวจสอบเฟสโดยใช้ XRD พบว่า พบพีคที่ 2θ เท่ากับ 30.03, 50.05, 59.47 ดังรูปที่ 4.9 โดยสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 30-1468 แสดงให้เห็นว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบ

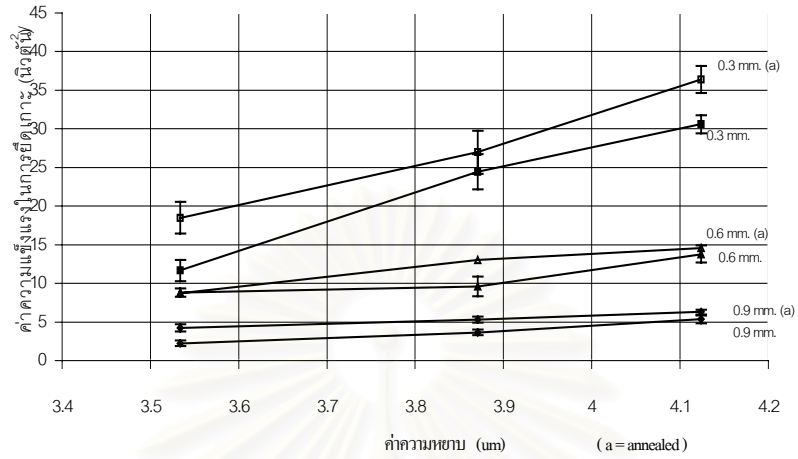


รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของ 80 wt. % ZrO_2 - 20 wt.% Y_2O_3 หลังการอบอ่อน

4.3.5 ผลการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ



รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะชิ้นงานและแนวแรงดึงขณะทำการทดสอบ



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหยาบของพื้นผิว กับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ (ตัวเลขที่ระบุไว้ท้ายเส้นคือ ความหนาของ ผิวเคลือบชั้นบน)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบที่
ไม่ผ่านการอบอ่อน

ค่าความหยาบ (ไมโครเมตร)	ความหนาผิวเคลือบ ชั้นบน (มม.)	ค่าแรงดึง (กิโล-นิวตัน)	ค่าความแข็งแรงใน การยึดเกาะ* (นิวตัน/มม ²)
3.53	0.3	5.9	11.6
	0.6	4.4	8.8
	0.9	1.1	2.2
3.87	0.3	12.3	24.5
	0.6	4.9	9.6
	0.9	1.8	3.6
4.12	0.3	15.5	30.6
	0.6	7.0	13.8
	0.9	2.7	5.3

$$* \sigma = F/\pi r^2$$

- โดยที่ σ = ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ (Adhesion Strength)
มีหน่วยเป็น N/mm²
- F = ค่าแรงดึงสูงสุด (Maximum load) มีหน่วยเป็น N
- r = รัศมีของชิ้นงาน มีหน่วยเป็น mm (12.7 mm)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบหลัง
ผ่านการอบอ่อน

ค่าความหยาบ (ไมโครเมตร)	ความหนาผิวเคลือบ ชั้นบน (มม.)	ค่าแรงดึง (กิโล-นิวตัน)	ค่าความแข็งแรงใน การยึดเกาะ* (นิวตัน/มม ²)
3.53	0.3	9.4	18.5
	0.6	4.4	8.8
	0.9	2.2	4.2
3.87	0.3	13.7	27.0
	0.6	6.6	13.0
	0.9	2.7	5.3
4.12	0.3	18.4	36.4
	0.6	7.4	14.6
	0.9	3.2	6.3

$$* \sigma = F/\pi r^2$$

โดยที่ σ = ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ (Adhesion Strength)
มีหน่วยเป็น N/mm^2

F = ค่าแรงดึงสูงสุด (Maximum load) มีหน่วยเป็น N

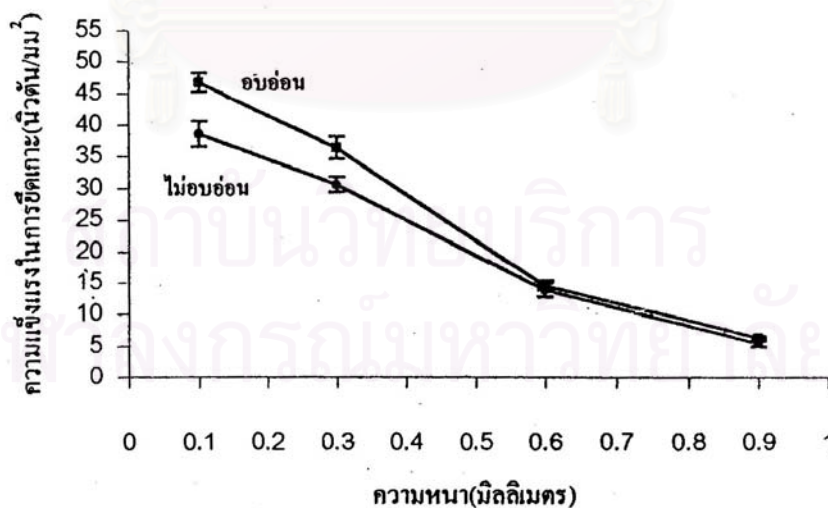
r = รัศมีของชิ้นงาน มีหน่วยเป็น mm (12.7 mm)

สถาบันนวัตยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ความหนา

4.12±0.2 ไมโครเมตร

ความหนา (ไมโครเมตร)	ความหนา (มม.)	ค่าแรงดึง (กิโล-นิวตัน)		ค่าความแข็งแรงในการยึด เกาะ(นิวตัน/มม ²)	
		ไม่ผ่านการ กระทำทาง ความร้อน	ผ่านการ กระทำทาง ความร้อน	ไม่ผ่านการ กระทำทาง ความร้อน	ผ่านการ กระทำทาง ความร้อน
4.12±0.2	0.1	19.9	23.6	38.6	46.7
	0.3	15.5	18.4	30.6	36.4
	0.6	7.0	7.4	13.8	14.5
	0.9	2.7	3.1	5.3	6.3



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาผิวเคลือบ
กับค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะที่ค่าความหนา 4.12 ± 0.2 ไมโครเมตร

จากรูปที่ 4.11 และ 4.12 กับตารางที่ 4.2 และ 4.3 พบว่าเมื่อความหนาเพิ่มสูงขึ้น⁽⁵⁾ และความหนาผิวเคลือบลดลง มีผลให้ความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบเพิ่มขึ้น น่าจะเป็นผลมาจากในชั้นผิวเคลือบประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นแบบ lamellae เชื่อมต่อกัน ระหว่าง lamellae มีช่องว่างแทรกอยู่ เป็นสาเหตุให้ผิวเคลือบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน มีผลให้เมื่อความหนาผิวเคลือบลดลง แต่ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะเพิ่มขึ้น ในทางตรงข้ามพบว่าเมื่อความหนาผิวเคลือบเพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งแรงในการยึดเกาะผิวเคลือบลดลง⁽²⁸⁾

และเมื่อนำผิวเคลือบที่ผ่านการอบอ่อนที่ 400 องศาเซลเซียสนาน 2 ชั่วโมง มาทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ ให้ผลเช่นเดียวกับผิวเคลือบที่ไม่ผ่านการอบอ่อน แต่เมื่อนำผลการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบทั้งสองกรณีมาเปรียบเทียบกันพบว่าผิวเคลือบที่ผ่านการอบอ่อนมีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบเพิ่มสูงขึ้นประมาณ 2.8 ± 0.26 นิวตัน/มม² ซึ่งให้ผลเช่นเดียวกับความเครียดของผิวเคลือบที่เกิดจากขณะทำการพ่นเคลือบลดลง⁽¹⁾

4.3.6 ผลการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

นำชิ้นงานไปทดสอบความทนทานของผิวเคลือบชิ้นงานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน เพื่อดูการเป็นฉนวนความร้อนของชิ้นงาน โดยแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม

1. ชิ้นงานเปล่าไม่เคลือบผิว
2. ผิวเคลือบเฉพาะชั้นประสาน
3. เลือกผิวเคลือบชั้นบนที่มีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบต่อ

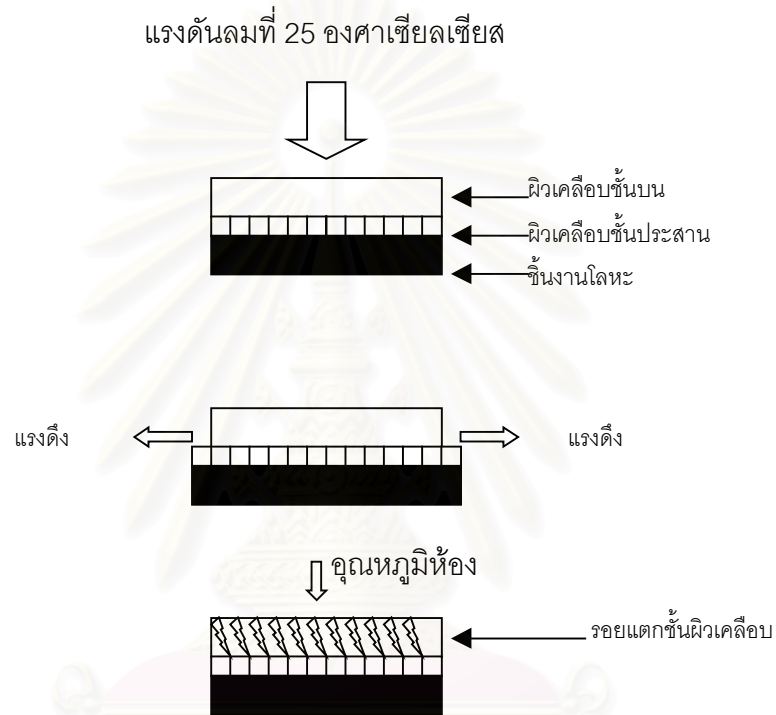
ความหนาและความหนาของผิวชิ้นงานที่ความหนา 4.12 ± 0.2 ไมโครเมตร ความหนา 0.1 , 0.3 และ 0.6 มิลลิเมตร ที่มีค่าความแข็งแรงยึดเกาะสูง ส่วนที่ความหนา 0.9 มิลลิเมตร ที่ความหนาเดียวกัน มีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะต่ำสุด ซึ่งสามารถกระเทาะแตกได้ง่าย ไม่นำมาทดสอบ

จจากการทดลองพบว่า

1. ชิ้นงานเปล่าไม่เคลือบผิวคือ โลหะ SAE 1020 ไม่สามารถเป็นฉนวนความร้อนได้ เนื่องจากโลหะมีโมเลกุลเรียงกันอย่างเป็นระเบียบ⁽³⁰⁾ ความร้อนจึงถูกถ่ายเทผ่านไปได้อย่างสะดวก

2. ผิวเคลือบชั้นประสาน NiCrAlY ไม่สามารถเป็นฉนวนความร้อนได้ เนื่องจากเป็นโลหะและมีสมบัติที่ความร้อนสามารถถ่ายเทไปได้อย่างสะดวก⁽³⁰⁾

3. จากลักษณะผิวเคลือบที่มีโครงสร้างแบบ lamellae (รูปที่ 4.7) เรียงซ้อนกัน ซึ่งแต่ละโครงสร้างจะมีช่องว่าง (interlamellar pore) ซึ่งภายในช่องว่างเหล่านั้นมีลักษณะเป็น สูญญากาศ ทำให้การแพร่ความร้อนจากชั้นบนลงสู่ผิวโลหะช้าลง เมื่อทำการลดอุณหภูมิลงอย่างฉับพลันด้วยแรงดันลมที่ 25 องศาเซลเซียส ทำให้ผิวเคลือบหดตัวในขณะที่ชั้นงานโลหะยังขยายตัวอยู่ ทำให้เกิดแรงดึง (tensile) ที่ชั้นผิวเคลือบ ที่เกิดจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนระหว่างชั้นเคลือบกับโลหะที่ต่างกัน ทำให้ผิวเคลือบชั้นบนแตกออก ดังรูปที่ 4.13



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.13 แสดงลักษณะการแตกของผิวเคลือบชั้นบน

จากรูปที่ 4.14 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน โดยที่ รูปที่ (1) ผิวเคลือบชั้นบนก่อนการทดสอบ รูปที่ (2) ที่ความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.1 มิลลิเมตร ผิวเคลือบเกิดการแตกก่อนขณะได้รับความร้อนในวงรอบที่หนึ่ง รูปที่ (3) ที่ความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.3 มิลลิเมตร ผิวเคลือบเกิดการแตกก่อนขณะลดอุณหภูมิมีสิ่งอย่างรวดเร็วในวงรอบที่หนึ่ง รูปที่ (4) ที่ความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.6 มิลลิเมตร ผิวเคลือบเกิดการแตกก่อนขณะได้รับความร้อน ในวงรอบที่สองของการทดสอบ

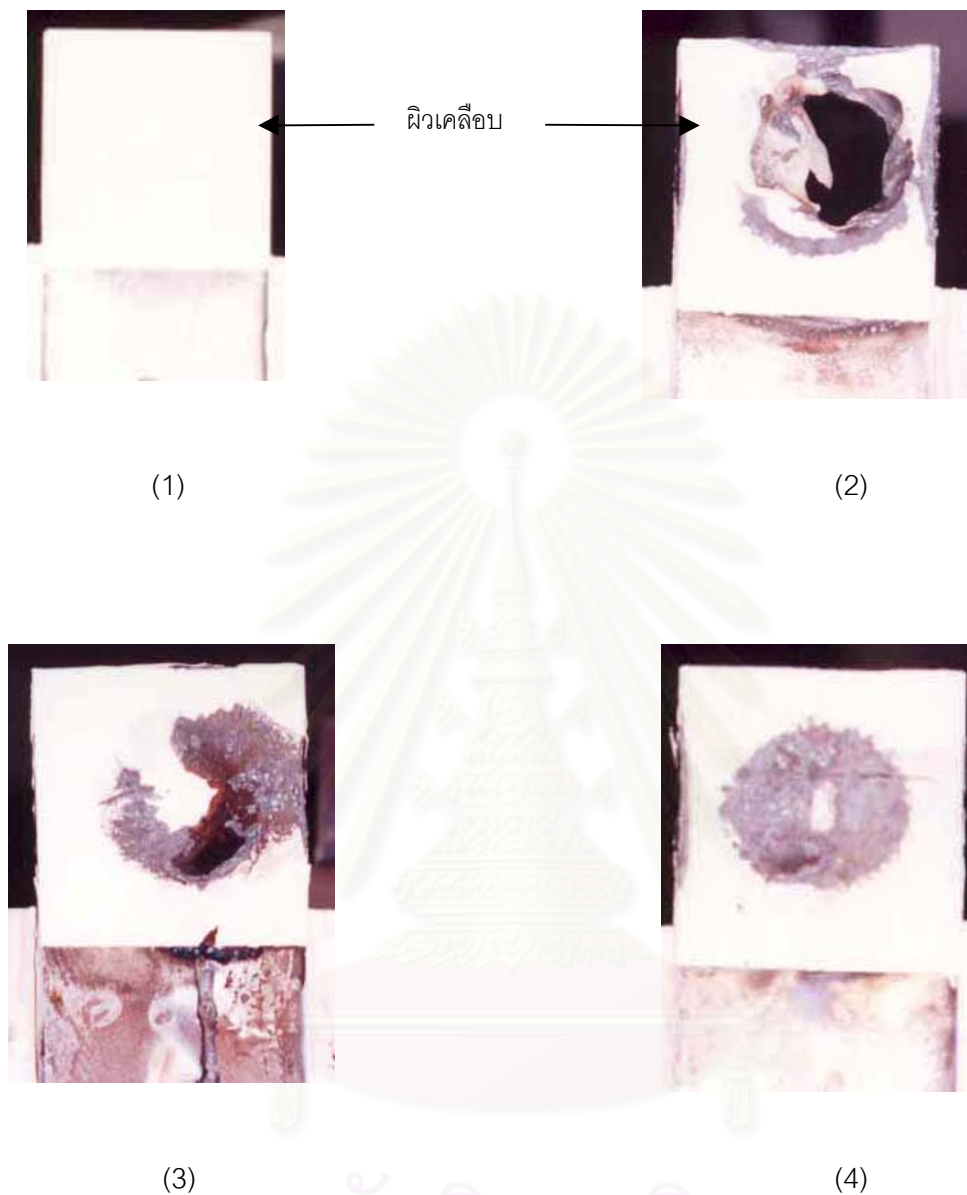
ซึ่งจากผลการทดลองสามารถบอกได้ว่า ตัวแปรที่มีผลต่อความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ มีอยู่ 3 ค่าคือ

- (1) ความหยาบสูงสุดที่ 4.12 ± 0.2 ไมโครเมตร ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบที่ดีที่สุด
- (2) ความหนาของผิวเคลือบชั้นบนที่น้อยที่สุดที่ความหนา 0.1 มิลลิเมตร ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบที่ 38.6 นิวตัน/มม²
- (3) การอบอ่อนที่ 400 องศาเซลเซียสในบรรยากาศอาร์กอนในเตาอบสุญญากาศ ทำให้ค่าความเครียดในผิวเคลือบที่เกิดจากการให้ความร้อน โดยที่ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบชั้นบนที่ความหนา 0.1 มิลลิเมตรเพิ่มขึ้น 2.8 ± 0.26 นิวตัน/มม²

ความสัมพันธ์ดังกล่าว ได้นำมาทดสอบความทนทานของผิวเคลือบชั้นบนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน โดยเลือกความหนาและความหยาบที่ให้ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบชั้นบนสูงสุดที่ 0.1, 0.3 และ 0.6 มิลลิเมตร ส่วนความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.9 มิลลิเมตร มีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบชั้นบนต่ำสุดจึงไม่นำมาทดสอบ และจากผลการทดลองพบว่าที่ ความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.6, 0.3 และ 0.1 มิลลิเมตร มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดีที่สุดตามลำดับ ซึ่งแสดงว่า ความหนาของเคลือบมีผลต่อความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันมากกว่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ

จากสมบัติของท่อต่อท้ายจรวด ที่ต้องการความเป็นฉนวนความร้อน จากการเผาไหม้ของดินขับจรวดที่ 1200 องศาเซลเซียส ในระยะเวลาการเผาไหม้นาน 1 นาที และต้องทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี และจากผลการทดลองของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้พบว่า พารามิเตอร์ที่เหมาะสมต่อการเคลือบผิวท่อต่อท้ายจรวดประกอบด้วย

- (1) เตรียมผิวหยาบของโลหะก่อนการเคลือบที่เวลาการพ่นขัดที่ 4 นาที
- (2) ค่าความหนาของผิวเคลือบที่มีสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งาน คือ ที่ 0.3 มิลลิเมตร



รูปที่ 4.14 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนทานของผิวเคลือบชิ้นงานต่อ

การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

- (1) ชิ้นงานก่อนการทดสอบ
- (2) ชิ้นงานเคลือบผิวชั้น bond coat และ topcoat หนา 0.1 มิลลิเมตร
- (3) ชิ้นงานเคลือบผิวชั้น bond coat และ topcoat หนา 0.3 มิลลิเมตร
- (4) ชิ้นงานเคลือบผิวชั้น bond coat และ topcoat หนา 0.6 มิลลิเมตร

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 การตรวจสอบผงวัสดุ

ผลจากการตรวจวัดขนาดอนุภาคผงของ $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ พบว่าขนาดอนุภาคมีการกระจายตัวตั้งแต่ 0.05 - 140.58 ไมโครเมตร โดยค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค เท่ากับ 31.63 ไมโครเมตร และมีขนาดผงอนุภาคที่เล็กกว่า 50 ไมโครเมตร อยู่ที่ร้อยละ 74.5 ซึ่งเป็นขนาดอนุภาคที่เหมาะสมกับการเคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมา

จากการตรวจสอบเฟสของ $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ ด้วยเทคนิค XRD พบว่า สอดคล้องกับการคำนวณฐาน JCPDS เลขที่ 30-1468 ของสาร $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_{1.95}$ มีโครงสร้างผลึกในรูปคิวบิก (cubic)

5.1.2 การเตรียมผิวชิ้นงาน

จากการเตรียมผิวหยาบ ด้วยวิธีการพ่นผงขัด ที่ช่วงเวลาต่างกัน พบว่าช่วงเวลาที่ให้ค่าความแตกต่างของความหยาบของชิ้นงานระหว่างก่อนพ่นขัดและหลังพ่นขัดสูงสุด คือที่เวลา 4 นาที และมีลักษณะผิวหยาบที่เว้าลงในเนื้อผิวชิ้นงาน ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิว จะส่งผลทำให้เกิดการยึดเกาะที่ดีระหว่างผิวชิ้นงานกับเคลือบ

5.1.3 การพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา

จากการพ่นเคลือบด้วยเปลวพลาสมา พบว่าเกิดช่องว่างระหว่างผิวเคลือบที่เกิดจากการเรียงตัวทับซ้อนกันอย่างไม่เป็นระเบียบของ splats

และจากการตรวจวัดความหนาของชั้นผิวเคลือบของชิ้นประสานและผิวเคลือบชั้นบนมีค่าเบี่ยงเบนของความหนาไม่เกิน 10% ของความหนาที่กำหนด (0.1,0.3,0.6 ,0.9 มิลลิเมตร และผิวชั้นบน หนา 0.15 มิลลิเมตร)

5.1.4 การทดสอบค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ

ค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบต่อพื้นผิวของเหล็กกล้าคาร์บอนที่ ช่วงเวลาการพ่นชนิดที่ 6 นาที พบว่ามีค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะแปรผกผันกับค่าความหนา ของผิวเคลือบ และผ่านการอบอ่อนที่ 400 องศาเซลเซียส พบว่าค่าความแข็งแรงในการยึดเกาะ เพิ่มขึ้นประมาณ 2.8 ± 0.26 นิวตัน/ม² เป็นผลมาจากความเครียดภายในของผิวเคลือบลดลงหลัง ผ่านการอบอ่อน

5.1.5 การทดสอบความทนทานของผิวเคลือบต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ อย่างฉับพลัน

จากผลการทดสอบพบว่า ความเครียดสะสมที่เพิ่มขึ้นระหว่างชั้นโลหะกับผิว เคลือบ เกิดจากความแตกต่างกันระหว่างสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกัน ขณะที่ได้รับความร้อน และจากการลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดการหดตัวที่ต่างกัน ระหว่างชั้นผิวโลหะกับผิวเคลือบ ทำให้เกิดการแตกของผิวเคลือบขึ้นบน

จากผลของการเตรียมและการทดสอบสมบัติของการเคลือบผิวโลหะ SAE 1020 ด้วย $ZrO_2-20wt.\%Y_2O_3$ พบว่าที่การพ่นชนิดผิวด้วยผงอะลูมินาที่ 6 นาที แล้วทำการ เคลือบผิวด้วยเปลวพลาสมาด้วยความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ 0.1 มิลลิเมตร และผ่านการอบอ่อน ที่ 400 องศาเซลเซียสในบรรยากาศอาร์กอนในเตาสุญญากาศ จะให้ค่าความแข็งแรงในการยึด เกาะที่ดีที่สุดที่ 46.71 นิวตัน/ม² และที่ความหนาผิวเคลือบชั้นบนที่ความหนา 0.6 มิลลิเมตร สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดีที่สุด

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรดำเนินการวิจัย โดยศึกษาอิทธิพลของขนาดของช่องว่าง (pore size) ภายในชั้นผิวเคลือบ ที่มีต่อความทนทานของผิวเคลือบชิ้นงานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน
2. ควรศึกษาอิทธิพลของ oxide ที่เกิดขึ้นกับผิวเคลือบ ที่มีผลต่อความทนทานของผิวเคลือบชิ้นงานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

1. Matejka D. and Benko B. Plasma Spraying of Metallic and Ceramic Material. Czechoslovakia: John Wiley & Sons,1991.
2. Robert B. Heimann. Fundamentals and Application of Thermal Plasma Technology. A lecture series at the School of Energy and Material, King Mongkut's Institute of Technology Thonburi (n.p.).
3. AWS. Committee on Thermal Spraying. Thermal spraying , Practice, Theory and Application. American Welding Society 1985.
4. ปณิตดา นิธนาภรณ์พงษ์ .Surface Engineering เอกสารประกอบการสอนรายวิชา High Temperature Ceramic Material. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2542.
5. Shigeyasu Amada and Tohru Hiroso. Influence of grit blasting pre-treatment on the adhesion strength of plasma sprayed coatings: fractal analysis of roughness. Surface and coatings technology 102(1998): 132-137.
6. Shigeyasu Amada and Hiroshi Yamada. Introduction of fractal dimension to adhesive strength evaluation of plasma - sprayed coating. Surface and coatings technology 78(1996): 50-55.
7. Antonio r.de Arellano-Lopez and K.T. Faber. Microstructural characterization of small particle plasma spray coating. J. Am. Ceram. Soc. 82 (8) (1999): 2204-2208.
8. Kakkverri S. Ravichandran and K. An. Thermal conductivity of plasma-sprayed monolithic and multilayer coatings of alumina and yttria-stabilized zirconia. Surface and coatings technology 82(3) (1999): 673-82.

9. Michel Barsoum. Spontaneous microcracking due to thermal expansion anisotropy. Fundamentals of ceramic (1997): 499.
10. G.N. heintze and R.Mc Pherson. Fracture toughness of plasma-sprayed zirconia coatings. Surface and coatings technology 34 (1988): 347-354.
11. Eugene Rykewitch. Zirconia. Oxide ceramics physical chemistry and technology (1960): 367.
12. M.Vural and S.Zeytin. Plasma-sprayed oxide ceramics on steel substrate. Surface and coatings technology 97(1997): 347-354.
13. Bo-Chen wu and Shih-Fong. Degradation. Mechanisms of ZrO_2 -8wt.% Y_2O_3 / Ni-22Cr-10Al-1Y Thermal barrier coating. J.Am.Ceram.Soc. 72(February,1989): 212-218.
14. P.Diaz and M.J. Edirisinghe. Microstructural changes and phase transformations in a plasma-sprayed Zirconia-Yttria-Titania thermal barrier coating. Surface and coatings technology 82(1996): 284-290.
15. Shrikant V. Joshi and M.P. Srivastava . On the thermal cycling life of plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coating . Surface and coatings technology 56 (1993): 215-224.
16. Stephari stecura. Two layer thermal barrier coating for high temperature components. Am. Ceram. Soc. Bull. 56(December,1977): 1082-1085,1089.
17. Jane W.Adams and H.henry Nakamura. Thermal expansion behavior of single-crystal zirconia . J.Am.Ceram.Soc. 68 (September,1985): C- 228 - C- 231.

18. Stephan stecura. Two layer thermal barrier systems for Ni-Al-Mo alloy thermal expansion on system life. Am. Ceram. Soc. Bull. 61 (February,1982): 256-262.
19. Shrikant V.,Joshi and M.P. Srivastava. On the thermal cycling life of plasma-sprayed yttria - stabilized zirconia coating. Surface and coatings technology 56 (1993) : 215-224.
20. Jane W. Adam and H. Henry Nakamura. Thermal Expansion Behavior of Single-Crystal. J.Am. Ceram. Soc. 58 (September,1985): c-228- c-231.
21. W.J. brindley. Properties of Plasma-Sprayed Bond Coats. J.of Thermal Spray Tech. 6(1) (March,1997) : 85-90.
22. เสาวรณีย์ ช้วยจุลจิตต์. วัสดุศาสตร์มูลฐาน. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตุลาคม 2540: 294.
23. Bo-Chen Wu. Degardation Mechanisms of ZrO_2 -8wt.% Y_2O_3 /Ni-22Cr-10Al-Y Thermal Barrier Coating. J.Am. Ceram. Soc. 72(February,1989): 212-218.
24. Jan Ilavsky. and others. Influence of Spray Angle on the Pore and Crack Microstructure of Plasma-Sprayed Deposits. J.Am. Ceram. Soc. 80 (March,1997): 733-742.
25. Russell D. and others. Influence of Induced Porosity on the Thermal Shock Characteristics of Al_2O_3 . Am. Ceram. Soc. Bull. V.5 (November,1997): 979-982.
26. R.P. Ingel. and others. Room Temperature Strength and Fracture of ZrO_2 - Y_2O_3 Single Crystals. J.Am. Ceram. Soc. (July,1982): c-108-c-109.

27. R.P. Ingel. and others. Temperature Dependence of Strength and Fracture Toughness of $ZrO_2\text{-}Y_2O_3$ Single Crystals. JAm. Ceram. Soc. V 65 (September,1982): c-150-c-152.
28. R. McPHERSON. A Review of Microstructure and Properties of Plasma Sprayed Ceramic Coating. Surface and coatings technology 39/40(1989): 173-191.
29. P.M. Pierz. Thermal barrier coating development for diesel engine alumina pistons. Surface and coatings technology 61(1993): 60-66.
30. นักสิทธิ์ คูวัฒนาชัย. การถ่ายเทความร้อน. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์ฟิสิกส์เซ็นเตอร์ 2533: 9.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

พารามิเตอร์ที่ใช้ในการพ่นเคลือบ

Parameter	NiCrAlY	ZrO ₂ -20 wt % Y ₂ O ₃
Primary gas (N ₂)		
Pressure (psi)	100	50
Flow (ft ³ /hr)	80	75
Secondary gas (H ₂)		
Pressure (psi)	50	50
Flow (ft ³ /hr)	10	15
Carry gas flow (ft ³ /hr)	37	37
Spray rate (g/min)	53	38
Plasma arc		
Current (amps)	490	500
Voltage (V.)	60	74
Spray distance (mm.)	63.5	63.5

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

- มาตรฐานการทดสอบความแข็งแรงในการยึดเกาะของผิวเคลือบ (ASTM C 633-79)
- มาตรฐานการทดสอบการวัดค่าผิวยานของวัสดุต่างๆ (JIS B 0604-1976)



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Standard Test Method for Adhesion or Cohesive Strength of Flame-Sprayed Coatings¹

This standard is issued under the fixed designation C 633; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the degree of adhesion (bonding strength) of a coating to a substrate, or the cohesive strength of the coating in a tension normal to the surface. The test consists of coating one face of a substrate fixture, bonding this coating to the face of a loading fixture, and subjecting this assembly of coating and fixtures to a tensile load normal to the plane of the coating. It is particularly adapted for testing coatings applied by flame spraying, which is defined to include the combustion flame, plasma flame, arc gun, and detonation processes for spraying wire, rod, or powder.

NOTE 1—Flame-sprayed coating materials include ceramics, such as metal oxides or carbides, and metals. In some cases a coating is formed of several layers of different flame-sprayed materials, such as an oxide layer sprayed onto a sprayed metal-bonding layer. The substrate is generally a metal, but may be a ceramic such as an oxide or graphite.

1.2 Usually this test method is performed at ambient temperature. Higher temperature testing is restricted by the need for a suitable adhesive bonding agent. For certain fundamental investigation it is suggested that very low (cryogenic) temperature be used.

1.3 This test method is limited to testing flame-sprayed coatings that can be applied in thickness greater than 0.015 in. (0.38 mm). The limitation is imposed because an adhesive bonding agent is used in the test. Those bonding agents established so far for this method tend to penetrate flame-sprayed coatings and may invalidate results unless the coatings are thick enough to prevent penetration through the coating. Further development may establish that thin layers of certain types of especially dense coatings may be tested satisfactorily. Alternatively, new adhesive bonding agents that would allow reduction of the minimum thickness limitation may be discovered or developed.

2. Referenced Document

2.1 ASTM Standard:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines²

3. Significance and Use

3.1 This test method is recommended for quality-control, acceptance testing; or it may help to develop or qualify a flame-spray operator's equipment and procedure or to aid in

developing flame-sprayed coatings with improved adhesion and integrity.

3.2 This test method is useful for comparing adhesion cohesive strengths of coatings of similar types of flame-sprayed materials. The test should not be considered provide an intrinsic value for direct use in making calculations such as to determine if a coating will withstand specific environmental stresses. Because of residual stresses in flame-sprayed coatings, actual strength is dependent upon shape of the particular coated part. Also, in actual use coating is stressed in a much more complicated manner than is practical for a standardized test.

4. Apparatus

4.1 A tension testing machine shall conform to requirements of Practices E 4. The loads used in determining the adherence or tensile strength shall be within the load range of the testing machine, as defined in Practices E 4. Permissible variation shall be less than 1.0%. It shall be possible to apply increasing tensile load at a constant rate cross-head travel between 0.030 in./min (0.013 mm/s) to 0.050 in./min (0.021 mm/s). The machine shall include a load-indicating device that registers the maximum load applied before rupture occurs.

4.2 Self-aligning devices, for applying the tensile load to the assembly of the coating and fixtures, shall not be eccentric load or bending moment to the specimen. Alignment is often provided by the manufacturer as an integral part of the testing machine. An alternative, satisfactory apparatus is shown in Fig. 1, which also shows a method of connecting the self-aligning apparatus to an assembled specimen.

5. Material

5.1 **Adhesive Bonding Agent**—A suitable adhesive bonding agent shall be agreed between the purchaser and manufacturer of the coating and shall meet the following requirements.³

5.1.1 The bonding agent shall be capable of bonding the coating to the loading fixture with a tensile strength that is at least as great as the minimum required adhesion cohesive strength of the coating.

5.1.2 The bonding agent shall be sufficiently viscous to penetrate through a 0.015-in. (0.38-mm) thickness coating. Certain commercial resins that cure or harden at room temperature by means of a curing agent have been proven satisfactory. If any other bonding agent is to be

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee B-8 on Metallic and Inorganic Coatings and is the direct responsibility of Subcommittee B08.11 on Test Methods for Porcelain Enamel and Ceramic-Metal Systems.

Current edition approved Dec. 28, 1979. Published February 1980. Originally published as C 633 - 69. Last previous edition C 633 - 69 (1974).

² Annual Book of ASTM Standards, Vol D3.01.

³ A list of satisfactory bonding agents is provided in the annex which is part of this standard.

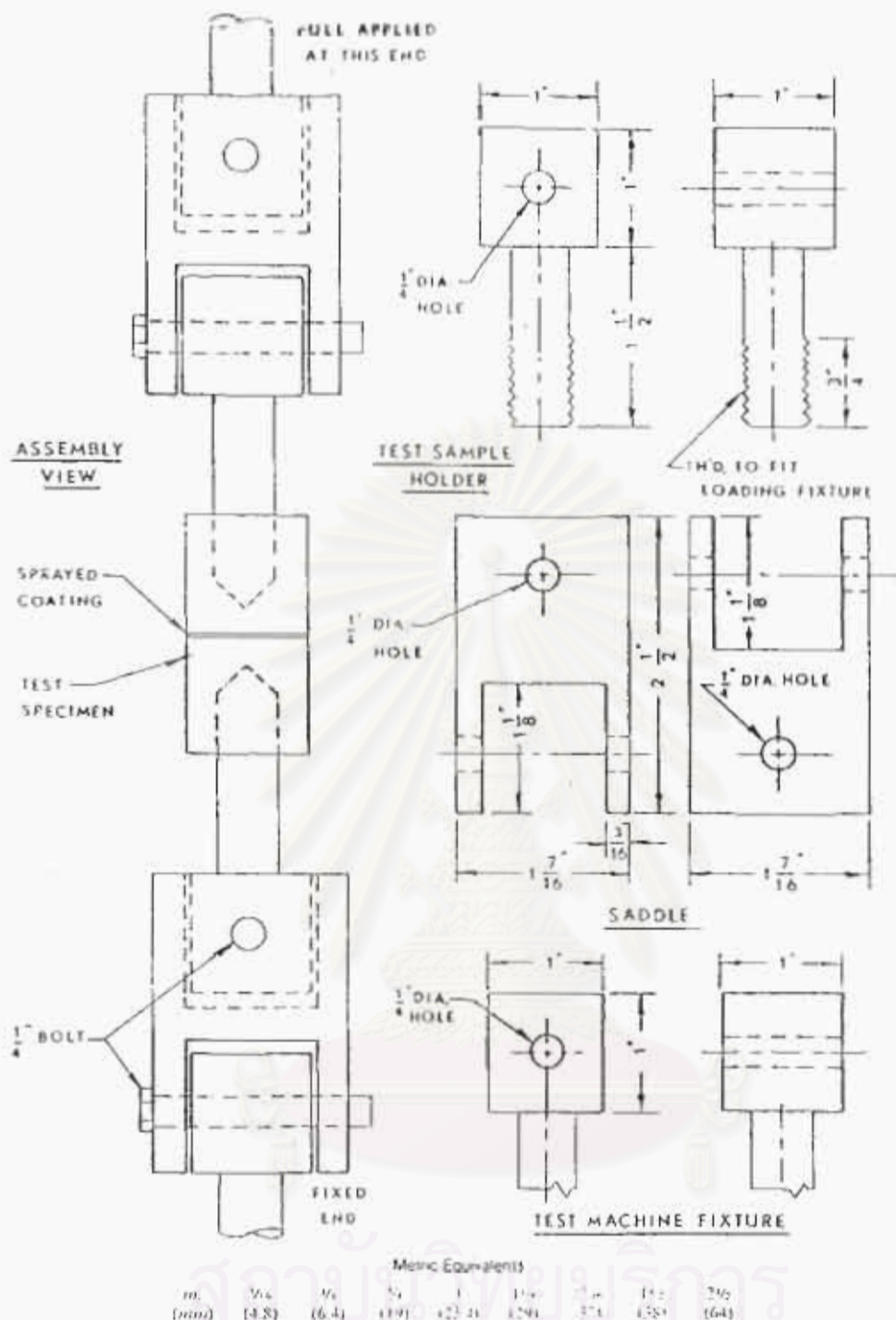


FIG. 1 Self-Aligning Device

it shall first be compared with a proven bonding agent using this method with the desired flame-sprayed coating.

NOTE 2—Flame-sprayed coatings generally have an inherent porosity. Excessive penetration of the adhesive bonding agent into this porosity may affect the results determined by this test method. Unless proved satisfactory by comparison testing, any agent requiring elevated temperature for curing should be avoided because viscosity may decrease at high temperature, allowing penetration.

5.1.3 The adhesion strength of the bonding agent shall be determined each time this method is performed. This shall be done by using the bonding agent to attach a loading fixture to a second loading fixture, in accordance with 6.5, except that the coated substrate fixture of 6.5 is replaced with the second loading fixture.

NOTE 3—One reason for testing the bonding agent each time is to detect improper preparation of the agent if it is a two-part mix. Another reason is that adhesive strength generally decreases with age of the unused agent. If strength is lower than required, more adhesive bonding agent shall be prepared and tested, or the agent shall be discarded and replaced.

6. Test Specimens

6.1 *Substrate and Loading Fixtures*—Each test specimen is an assembly comprising a substrate fixture, to which the coating is applied, and a loading fixture. The substrate and loading fixtures shall each be circular, solid cylinders of a

length not substantially less than the diameter. A suggested detail for either fixture is shown in Fig. 2. One end of each fixture shall be adapted for attaching to the self-aligning loading devices of the tension testing machine. Both ends of each fixture shall have facings parallel to each other and normal to the loading axis. The facing diameters shall be no less than 0.9 in. (23 mm), nor more than 1.0 in. (25 mm). The diameters of the two fixtures shall be the same and shall be measured so that there is not a greater than 0.5 % error.

6.1.1 *Material for Substrate Fixture*—The substrate fixture shall be constructed of metal, preferably metal intended

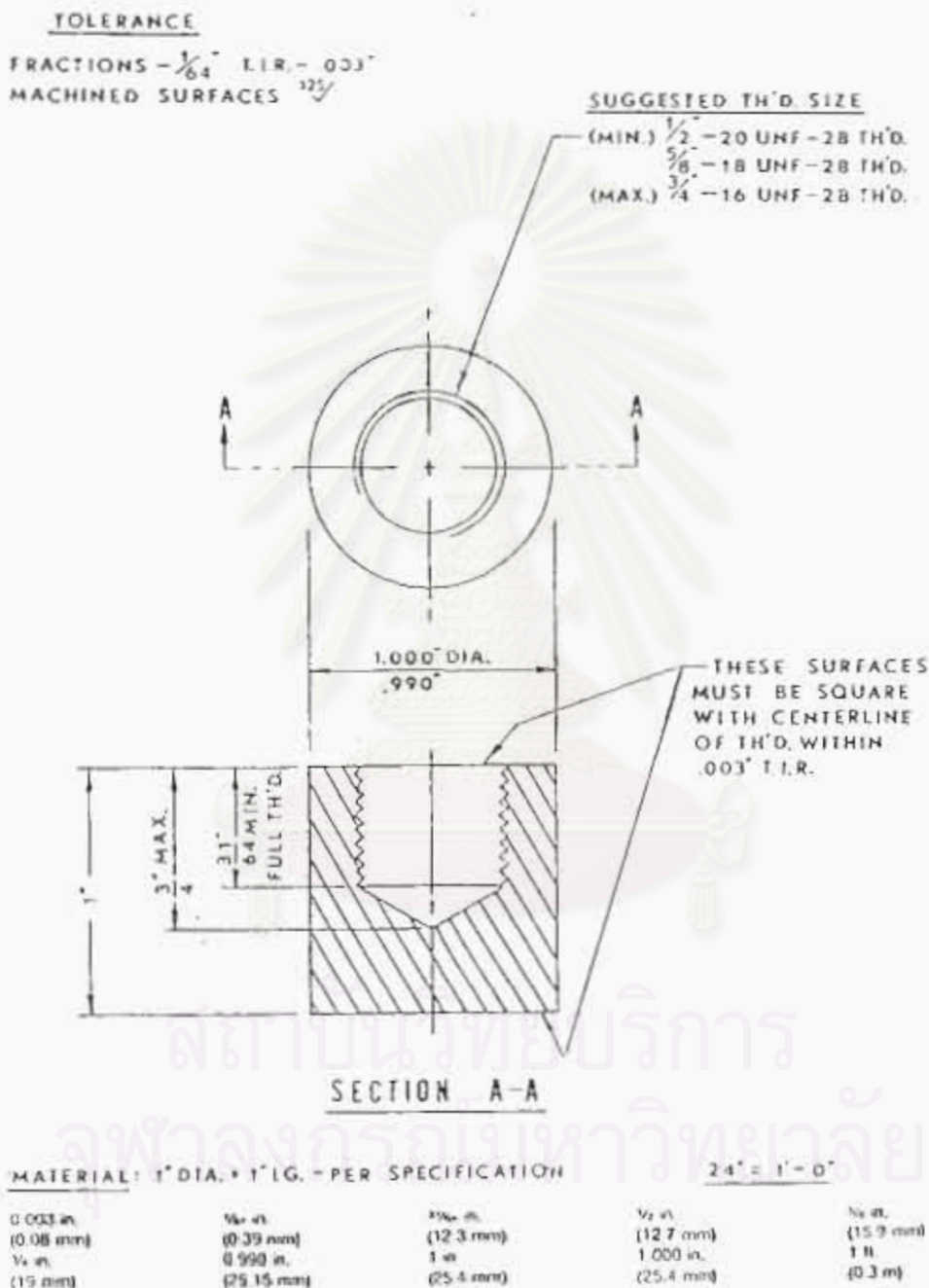


FIG. 2 Substrate and Loading Fixture

for use as substrate for the coating. If no such substrate material is specified, the substrate fixture shall be SAE 1018 or 1020 steel.

NOTE 4—If desired because of cost or ease of fabrication, it may be suitable to attach or bond a layer of the specified substrate material to a fixture formed of any convenient metal. Such a layer of substrate material need not be metal. The layer must be substantially thicker than the possible depth of effects on the substrate, such as recrystallization or diffusion zones, that may result from applying the coating; a layer greater than 0.1 in. (2.5 mm) thick should be sufficient.

6.1.2 Material for Loading Fixture—The loading fixture shall be constructed of metal, but material is otherwise optional. It is usually convenient to make the loading fixture of the same material as the substrate fixture; thus the fixtures may be interchangeable until a coating is applied to one.

6.2 Coating Application—The front facing of the substrate fixture shall be prepared in the manner required by the specification for the coating. (Roughening by grit blasting or surface grinding may be typical preparations.) The coating shall be flame-sprayed onto this prepared surface.

6.3 Coating Thickness—The coating thickness shall be measured with a micrometer, by measuring the total length of the coating fixture before and after the coating is applied. (Care must be taken to avoid contaminating the prepared surface prior to coating.) The final coating thickness shall be more than 0.015 in. (0.38 mm). If the coating is to be ground or machined, the as-sprayed coating shall be approximately 0.005 in. (0.13 mm) thicker to allow for removal of material. The coating thickness shall not vary across the surface by more than 0.001 in. (0.025 mm). (This thickness variation, as measured from the rear face, does not refer to the ordinary surface texture or roughness typical of flame-sprayed coatings.) If, upon completion of the flame spraying, the coating thickness varies in excess of this limit, this shall be corrected by removing the coating and respraying, or by grinding or machining the coating surface.

6.4 Grinding or Machining the Coating Surface—The surface of the coating may be finished by grinding or machining when the thickness variation is excessive as defined in 6.3. If the thickness variation is not excessive, it shall be optional to finish the surface of the coating as a useful and convenient aid in holding the fixtures together parallel and aligned as required for the next step. 6.5. No specific grinding or machining procedure can be recommended, as this depends on the type of coating material. Usually manufacturers of the coatings have recommendations published or available. Only a rough grinding or machining step is needed, in order to provide a final coating thickness that does not vary by more than 0.001 in. (0.025 mm). Removal rate shall be insufficient to damage the coating or bond. A recommended method is to use a surface grinder with a magnetic chuck, positioning the rear face of the coated fixture on this magnetic chuck. No other treatment such as grit blasting shall be done to the surface of the coating.

6.5 Attachment of Fixtures—The facing of the loading fixture shall be free of oil, grease, or grinding or cutting fluids. The facing shall be mechanically cleaned by such means as machining, grinding, light grit blasting, or rubbing with emory cloth. This facing shall be attached to the surface of the coating, using the adhesive bonding agent according to

its manufacturer's instructions. Excessive adhesive shall be wiped from the assembly with soft paper or cloth. The two fixtures shall be held together parallel and aligned until the bonding agent is cured or hardened. A suitable holding device such as a "V-block" shall be used for the purpose, except such a device is not necessary if the surface of the coating has been ground or machined smooth.

6.6 Number of Test Specimens—The number of test specimens chosen depends upon the purpose of the particular tests under consideration. However, if specimens are to be used for acceptance tests, not less than five specimens of a type shall be tested.

7. Procedure

7.1 Prepare the chosen number of substrate fixtures, and apply a flame-sprayed coating to each. Finish the coating surface if required.

7.2 Prepare the adhesive bonding agent. Attach cleaned loading fixtures to all the coated substrate fixtures at essentially the same time. In addition, prepare one uncoated test specimen for measurement of the adhesion strength of the bonding agent.

7.3 Apply a tensile load to each test specimen at a constant rate of cross head travel between 0.030 in./min (0.013 mm/s) and 0.050 in./min (0.021 mm/s) until rupture occurs. Record the maximum load applied.

8. Calculation

8.1 Calculate the degree of adhesion or cohesive strength as follows:

$$\text{Adhesion or cohesive strength} = \frac{\text{maximum load}}{\text{cross-sectional area}}$$

9. Interpretation of Results

9.1 Any interpretation of results depends on the purpose of using this method and on the description of failure. The adhesion or cohesive strength value measured represents the weakest part of the system, whether in the coating or at an interface. A low-power microscope with a magnification range up to 100 \times is suggested for determining location of failure. The adhesion strength of the coating is given if failure is entirely at the coating-substrate interface. The cohesive strength of the coating is given if rupture is only within the coating. Failure in the bonding agent may be a satisfactory result for a quality control assurance test, or for a qualification test, if the strength of the bonding agent is greater than the minimum required adhesion or cohesive strength of the coating. If failure occurs in a combination of these locations in one specimen, generally no interpretation of the initial cause can be provided.

10. Report

- 10.1 The report shall include the following:
- 10.1.1 Coating material or manufacturer's designation and technique used to apply the coating including type of flame-spray equipment,
 - 10.1.2 Final coating thickness, and statement of whether surface is finished or as-sprayed,
 - 10.1.3 Substrate material,
 - 10.1.4 Description of surface preparation of substrate,
 - 10.1.5 Name or description of bonding agent, and detail

of bonding procedure if different from manufacturer's instructions.

10.1.6 Number of specimens.

10.1.7 Average adhesion or cohesive strength, and the maximum and minimum values, in pounds per square inch (or pascals).

10.1.8 Description of failure, including statement of whether failure occurred at the coating-substrate interface, in the coating, in the bonding agent or a combination of these, and

10.1.9 Adhesion strength of the bonding agent in the test specimen without a flame-sprayed coating.

11. Precision and Bias

11.1 No justifiable statements can be made regarding the precision and bias of this test method because it evaluates coatings that exhibit brittle fracture, an unpredictable characteristic.

11.2 This test method is applicable to a wide variety of materials with different characteristics.

11.3 Since design, base metal composition, fabrication, and processing, as well as flame-spraying the coating, will give rise to variables in adherence, each application of this method should have tolerances and interpretation of adherence set and agreed upon between the purchaser and the manufacturer.

ANNEX

(Mandatory Information)

A1. ADHESIVE BONDING AGENTS FOR ATTACHMENT OF LOADING FIXTURE TO FLAME-SPRAYED COATINGS

A1.1 The following adhesive is recommended for attaching the loading fixture to flame-sprayed coatings that are primarily metallic or that have a metal matrix. It is not recommended for flame-sprayed oxide or other porous ceramic coatings because of the possibility of excessive penetration into the coating. This is a 2-part mix that is cured at 300°F (149°C) for 1 h. When the adhesive is new, typical adherence strength to flame-sprayed coatings may range up to approximately 8000 psi (55 MPa) depending on the coating material.

A1.1.1 CONAP 1222, manufactured by CONAP Inc., 184 E. Union St., Allegheny, NY 14706.

A1.2 The following adhesives are recommended for attaching the loading fixture to flame-sprayed coatings of any type, ceramic or metallic. These are 2-part mixes that should

be cured at room temperature when used for this test method. When the adhesive is new, typical adherence strength to flame-sprayed coatings may range up to approximately 4000 psi (28 MPa) depending on the coating material.

A1.2.1 Bondmaster M666 or M777, manufactured by Pittsburgh Plate Glass Co., Adhesive Products Div., 225 Belleville Ave., Bloomfield, NJ 07003, M777 may be easier to use as it may be more viscous than M666.

A1.2.2 Epon 911F, manufactured by Shell Chemical Co., Adhesives Dept., P.O. Box 831, Pittsburgh, CA 94565.

A1.2.3 Armstrong A-12, manufactured by Armstrong Products Co., Argonne Road, Warsaw, IN 46580.

A1.2.4 Hysol XA7-H368 Grey, manufactured by Hysol Inc., Olean, NY 14760.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend, if you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5.1.2 Metallographic or Optical Microscope.

5.1.3 The equipment used shall be consistent as to type and quality as specified in Methods E 3.

5.2 Procedure

5.2.1 Section with a fine grained cut-off wheel the area of the coated part in which the total coating thickness is to be measured. Control the clamping of the part, lubricant cooling fluid, and control the cutting rate to produce a square cut edge without chipping the coating. Exercise care to ensure that the cut is perpendicular to the surface of the coating.

5.2.2 After cleaning with an organic solvent, plate the section (electrolytically or electroless) with nickel, chromium, or other metallic plating which approximates the hardness of the coated substrate. As an alternative to plating, wrap the specimen in a metallic foil. The foil applied must give sufficient support to prevent chipping, and be in sufficient proximity to the specimen to prevent gaps and rounding of the edges during polishing.

5.2.3 Use the standard techniques detailed in Methods E 3 for mounting and polishing of the metallurgical specimen.

5.2.4 The etching procedure, if required, shall be in general accordance with Methods E 3. The specific etchant and etch time, if employed, will be by mutual agreement between the customer and vendor. The etching procedure will clearly demark the boundaries of the coating as well as properly differentiate included zones, if it is desirable to measure their thickness as well.

5.2.5 Measure the total coating thickness microscopically with the aid of a calibrated-filar eyepiece, or by direct measurement of a projected image on ground glass. Magnify the coating a minimum of 250X diameters, although 500X is preferable. When measuring from ground glass, measure the image of the coating to the closest 1.27 mm (0.05 in.). The exterior bounds of the coating is the average of the peaks and valleys. Visually average over a minimum length of 10 mils (0.254 mm (0.010 in.)). Determine the interior bounds of the coating as the depth to which the substrate has been visually

altered by the coating. (One must appreciate that this depth is highly dependent upon the etchant employed, and mutual agreement of concerned parties should be sought.) As was the case of the exterior bounds, visually average over a 10 mil (0.254 mm (0.010 in.)) length. Measure the specific zones or phases by a mutual agreement between the purchaser and the vendor. Measure the total coating thickness at a minimum of 10 locations around the entire metallographic specimen with the measurement points separated by at least 20 mils (0.508 mm (0.020 in.)). Average the individual total coating-thickness measurements.

6. Report

6.1 The report shall include the following:

6.1.1 Thickness as mils per surface. Maximum, minimum, and average of the individual measurements made on a specific part or specimen.

6.1.2 Type of coating thickness determined and the method employed.

6.1.3 Specific area where the thickness was measured.

6.1.4 Type and condition of the coating such as "as deposited" or "after a specified term of service."

6.1.5 If Test Method B is employed, the etching procedure. A photomicrograph showing the bounds of a typical area of the coating is suggested, and

6.1.6 If Test Method B is employed, the thickness of any phases or layers as agreed upon between the purchaser and the seller in mils per surface.

7. Precision and Bias

7.1 *Test Method A (dimensional change thickness)*— ± 0.2 mil (0.005 mm (0.0002 in.)). This test method assumes that both sides of surfaces of the coated piece have an equal coating thickness, if both surfaces are coated. The validity of this assumption will vary with different coatings and processes of application.

7.2 *Test Method B (total coating thickness)*— ± 0.1 mil (0.0001 in., 0.0025 mm).

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1910 Race St., Philadelphia, PA 19103.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. Scope

This standard specifies numerical evaluations of surface roughness which are indicated by maximum height (R_{max}), ten point median height (R_z) and centre-line average height (R_a).

2. Terminology

For the purpose of the standardization, the following terms and definitions shall be adopted.

- (1) Surface Roughness Surface roughness of a machined surface is assessed as a mean value of R_{max} , R_z or R_a obtained from measurements at several places of the surface which are selected at random.

Remarks 1. Since machined surfaces are not generally uniform, the values of surface roughness obtained from measurements at several places on a machined surface are not the same but have a certain amount of fluctuation. Therefore, measuring positions and numbers must be selected so that the mean value of the population of the surface roughness of the test surface can be estimated effectively, in order to obtain surface roughness of a machined surface accurately.

2. The surface roughness may be indicated by a value obtained from one measurement at a place on a machined surface, if the result satisfy the purpose.

- (2) Profile Curve A profile curve shall be defined as a contour of a surface cut by a plane perpendicular to the mean surface of the surface to be measured.

Remarks 1. Unless otherwise specified, the surface should be cut in such a direction as the profile curve shows the largest value of surface roughness.

For example, in the case that a surface to be measured have a predominant machined direction, the direction of the cross-section shall be taken at right angle to the lay.

2. When profile curve is measured by a tracer method, tip radius of the stylus should be smaller than $12.5 \mu m$.

3. When a skid is employed, its radius in the direction of traverse shall be sufficiently large compared with the tip radius of the stylus. In the case when a modification of the profile curve due to the skid should be discussed, distance between the skid and the stylus, and radius of the skid shall be indicated clearly.

- (3) Sampling Length of Profile Curve Maximum height and ten point median height is measured from a profile curve of a definite length. The definite length is named a sampling length of the profile curve.

- (4) Roughness Curve A profile curve which is obtained by a instrument whose frequency characteristic has low frequency cut off is named a roughness curve.
- (5) Cut-off Value A roughness curve shall be obtained by using a high pass filter in which a straight part of the attenuation curve has maximum slope of 12 dB per octave. The cut-off value of a roughness curve shall be given by the wave length corresponding to the frequency assessed at 70 per cent of the maximum transmission.
- (6) Mean Line of a Profile Curve or of a Roughness Curve The mean line of a profile curve or of a roughness curve is defined by a line having the form of the nominal profile so that, within a selected part of the profile curve or the roughness curve, the sum of the squares of distances between the profile curve or of the roughness curve and the mean line is minimum.
- (7) Centre Line of Roughness Curve The centre line of a roughness curve is defined as a line parallel to the mean line of the roughness curve, such that the sums of the areas contained between it and those parts of the roughness curve which lie on each side of it are equal.

3. Maximum Height

3.1 Definition The maximum height of a sampled profile curve is given by a distance expressed in micro meter ($\mu = 0.001$ mm) measured in the direction of the vertical magnification of the profile curve, between two lines which are parallel to the mean line of the profile curve and touch the profile curve at the highest and lowest points of the profile curve respectively.

An example of determining the maximum height of a profile curve is shown in Fig. 1.

Fig. 1. Determination of the Maximum Height from the Selected Parts of a Profile Curve



L_1 , L_2 and L_3 : Sampling length

R_{max1} , R_{max2} and R_{max3} : The maximum heights obtained from the selected parts L_1 , L_2 and L_3 .

- Remarks
1. The maximum height of a machined surface, as described in 2.1, is given by a mean value of the maximum heights of selected parts of each profile curves obtained from measurements at some places of a machined surface to be measured.
 2. When a curved surface is measured, the maximum height should be obtained from measurement along a curve which must appear on cross-section.
 3. The maximum height should be determined using profile curves without extraordinary peaks or valleys which are considered as a fault.

3.2 Sampling Length The sampling length which shall be used for the evaluation of the maximum height of a selected part of surface shall be, as a rule, chosen from following six values;

0.08, 0.25, 0.8, 2.5, 8 and 25 (Unit: mm).

3.3 Standard Values of Sampling Length Unless some other sampling length is specified, the sampling length given in Table 1 shall be taken.

Table 1. Standard Values of Sampling Length for Measuring Maximum Height

Range of maximum height	Sampling length (mm)
Up to $0.8 \mu R_{max}$	0.25
Over $0.8 \mu R_{max}$ up to $6.3 \mu R_{max}$	0.8
Over $6.3 \mu R_{max}$ up to $25 \mu R_{max}$	2.5
Over $25 \mu R_{max}$ up to $100 \mu R_{max}$	8

Remarks: To obtain maximum height, sampling length must be determined at first. The values given in this table shall be taken unless otherwise specified, for it is inconvenient to decide sampling length at each specification.

3.4 Indication of the Maximum Height The value of the maximum height is indicated by "Maximum height _____ μ , sampling length _____ mm" or "_____ μR_{max} , L _____ mm".

Remarks: When the standard values of the sampling length given in Table 1 are used, there is no need to indicate the sampling length.

3.5 Preferred Index Values of Maximum Height When surface roughness is indicated by maximum height, preferred index values given in Table 2 shall be used unless otherwise specified. These index values of express permissible largest values of maximum height. The symbol "S" shall be added to the index value of maximum height.

Table 2. Values of S Series of Maximum Height

(0.05S)	0.8S	12.5S	50S	200S
0.1S	1.6S	(18S)	(70S)	(280S)
0.2S	3.2S	25S	100S	400S
0.4S	6.3S	(35S)	(140S)	(560S)

- Remarks
1. The value in the bracket in Table 2 shall be used exceptionally only when it is necessary.
 2. The symbol "S" adding to the value of the series shall be written in a block letter.

3.6 Indication for the Range of Maximum Height When it is necessary to limit the maximum and the minimum values of the surface roughness, two corresponding index values shall be indicated side by side.

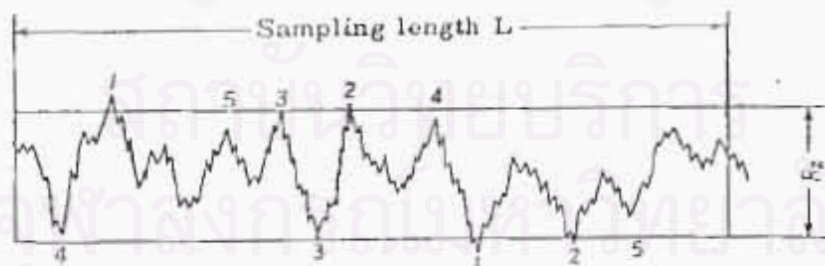
Example: The display of the maximum height which must be larger than $0.8 \mu R_{max}$ and less than $3.2 \mu R_{max}$ is written by 0.8 S - 3.2 S.

4. Ten Point Median Height

4.1 Definition Ten point median height of a sampled profile curve is given by a distance expressed in micro meter ($\mu = 0.001 \text{ mm}$) measured in the direction of the vertical magnification of the profile curve, between two lines which are parallel to the mean line of the profile curve and touch the profile curve at the peak of the third height and the bottom of the third valley of the profile curve.

An example of determining ten point median height of a profile curve is shown in Fig. 2.

Fig. 2. Determination of Ten Point Median Height



- Remarks
1. Ten point median height of JIS corresponds to ten point height of ISO R 468. In ISO R 468, ten point height is defined by the distance between the mean values of the five highest peaks and the five deepest valleys within the sampling length measured from a line parallel to the mean line. Ten point median height of JIS is defined by the distance between the median values of the five highest peaks and the five deepest valleys within the sampling length measured from a line parallel to the mean line.

According to the results of measurements on various machined surfaces, no distinct difference could not be found between the measured values defined by JIS and by ISO.

2. Ten point median height of a machined surface, as described in 4.1., is given by a mean value of a number of maximum heights measured at selected part of each profile curve obtained at randomly selected several places of the surface.
3. When a curved surface is measured, ten point median height should be obtained from measurements along each curves which must appear on the cross-section.
4. Ten point median height should be determined using profile curve without extraordinary valleys which are considered as a fault.

4.2 Sampling Length The sampling length which shall be used for the evaluation of ten point median height of a selected part of surface shall, as a rule, be chosen from the following six values;

0.08, 0.25, 0.8, 2.5, 8 and 25 (Unit: mm).

4.3 Standard Values of Sampling Length Unless some other sampling length is specified, the sampling length given in Table 3 shall be taken.

Table 3. Standard Values of the Sampling Length

Range of ten point median height	Sampling length (mm)
Up to 0.8 μ Rz	0.25
Over 0.8 μ Rz up to 6.3 μ Rz	0.8
Over 6.3 μ Rz up to 25 μ Rz	2.5
Over 25 μ Rz up to 100 μ Rz	8

Remarks: To obtain ten point median height, sampling length must be determined at first. The values given in this table shall be taken, unless otherwise specified, for it is inconvenient to decide the sampling length at each specification.

4.4 Indications of Ten Point Median Height The value of ten point median height obtained through the method described in 4.1 and 4.2 is indicated by "ten point median height _____ μ , sampling length _____ mm" or "_____ μ Rz, L _____ mm".

Remarks: When the standard values of the sampling length given in Table 3 are used, there is no need to indicate the sampling length.

B 0601-1970

4.5 Preferred Index Values of Ten Point Median Height When surface roughness is indicated by ten point median height preferred index values given in Table 4 shall be used unless otherwise specified. These index values express the permissible largest values of ten point median height. The symbol "Z" shall be added to the index value of ten point median height.

Table 4. Values of "Z" Series of Ten Point Height

(0.05Z)	0.8Z	2.5Z	50Z	200Z
0.1 Z	1.6Z	(18Z)	(70Z)	(280Z)
0.2 Z	3.2Z	25Z	100Z	400Z
0.4 Z	6.3Z	(35Z)	(140Z)	(560Z)

- Remarks
1. The value in bracket in Table 4 shall be taken exceptionally only when it is necessary.
 2. The symbol "Z" adding to the value of the series shall be written in a block letter.

4.6 Indication for the Range of Ten Point Median Height When it is necessary to limit the maximum and the minimum values of the surface roughness, two corresponding index values shall be indicated side by side.

Example: The display of the ten point median height which must be larger than $0.8 \mu Rz$ and less than $3.2 \mu Rz$ is written by 0.8 Z - 3.2 Z.

5. Centre-Line Average Height

5.1 Definition A part of a length l along the centre line is selected from a roughness curve. When the X axis lies in the centre line of this selected part, the Y axis lies in the direction of the vertical magnification and $y = f(x)$ represents roughness curve, centre-line-average height Ra is given by the following equation, and is expressed in micro meter ($\mu = 0.001$ mm);

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |f(x)| dx$$

where l is the traversing length. The traversing length shall be normally taken three times or more values of the cut-off values.

5.2 Cut-off Values Cut-off values shall be, as a rule, chosen from the following six values;

0.08, 0.25, 0.8, 2.5, 8 and 25 (Unit: mm)

5.3 Normal Cut-off Value The cut-off value 0.8 mm shall be used as a normal value.

5.4 Indication of Centre-Line-Average Height Value of the centre-line-average height is indicated by "CLA height _____ μ , cut-off _____ mm" or "_____ μ Ra, cut-off _____ mm".

Remarks: The cut-off value may be eliminated from the indication of the values of centre-line-average height when the centre-line-average height is measured by using a cut-off value of 0.8 mm.

5.5 Preferred index Values of Centre-Line-Average Height When surface roughness is designated by centre-line-average height, preferred index values given in Table 5 shall be used. These index values express the permissible largest value of centre-line-average height.

Symbol "a" shall be added to the index value of centre-line-average height.

Table 5. The Values of "a" Series of the Centre-Line-Average Height

(0.013 a)	0.4 a	12.5 a
0.025 a	0.8 a	25 a
0.05 a	1.6 a	(50 a)
0.1 a	3.2 a	(100 a)
0.2 a	6.3 a	

- Remarks
1. Values in bracket in Table 5 shall be taken exceptionally only when it is necessary.
 2. Unless otherwise specified, the normal cut-off value given in 5.3 shall be taken.
 3. The symbol "a" adding to the value of the series shall be written in a block letter.

5.6 Indication for the Range of Centre-Line-Average Height When it is necessary to limit the maximum and the minimum values of the surface roughness, two corresponding index values shall be indicated side by side.

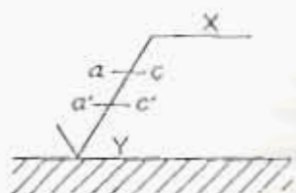
Example: The display of the centre-line-average height which must be larger than 1.6 μ Ra and less than 6.3 μ Ra is written by 1.6 a - 6.3 a.

6. Symbols Used for Indications of Surface Texture and Surface Finish

6.1 Method of Indicating Surface Roughness on Drawing The method of indicating surface roughness on drawing shall be in accordance with the symbols used for indications of surface texture or surface finish.

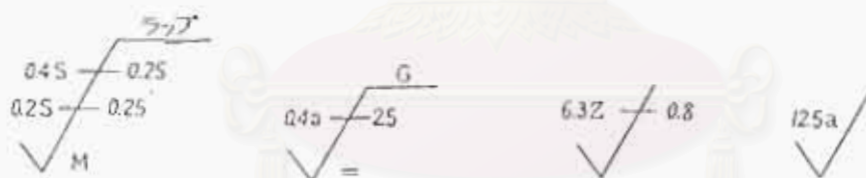
6.2 Composition of a Symbol Used for Indications of Surface Texture The symbols used for indications of surface texture consist of, as a rule, the index value of surface roughness, the sampling length or the cut-off value, the abbreviated symbol of machining method and the symbol of the lay direction, and their position shall be in accordance with Fig. 3. Examples of the symbol of surface texture are shown in Fig. 4. It is permitted to omit unnecessary sampling length or cut-off value should be expressed only in the case when they are required to specify.

Fig. 3.



- a: Index values of surface roughness (upper limit)
- a': Index values of surface roughness (lower limit)
- c: Sampling length to be used in the measurement of a
- c': sampling length to be used in the measurement of a'
- X: abbreviated symbol of machining method
- Y: symbol of lay direction

Fig. 4.



6.3 Abbreviated Symbol of Machining Method Designation of machining method shall be in accordance with, as a rule, the ones given in JIS B 0122 and it is also allowed to use the abbreviated symbol in Japanese indicated in column II of Table 6.

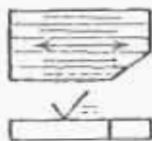





Table 6. Abbreviated Symbol of Machining Method Abbreviated Symbol

Machining method	Abbreviated symbol	
	I	II
Cutting with lathe	L	旋
Drilling	D	キリ
Boring	B	中グリ
Milling	M	フライス
Planing	P	平削
Shaping (incl. Slotting)	SH	形削
Broaching	BR	ブローチ
Reaming	FR	リマ
Grinding	G	研
Belt sanding	GB	布研
Honing machine	GH	ホーン
Liquid honing	SPL	液体ホーン
Barrel abrasion	SPBR	バレル
Buff finish	FB	バフ
Blast finish	SB	ブラスト
Lapping	FL	ラップ
Filing	FF	ヤスリ
Scraping	FS	キサゲ
Sand paper finish	FCA	ペーパー
Casting	C	鋳

Remarks: Abbreviated symbol I used in the Table is in accordance with JIS B 0122.

6.4 Direction of Lay Designation of lay direction shall be in accordance with symbols indicated in Table 7.






Table 7. Abbreviated Symbol of Lay Direction

Lay symbols	Meaning	Figure of interpretation
=	Parallel to the plane of projection of the view in which the symbol is used.	
⊥	Perpendicular to the plane of projection of the view in which the symbol is used.	
X	Crossed in two slant directions with regard to the plane of projection of the view in which the symbol is used.	
M	Multi-directional	
C	Approximately circular relative to the centre of the surface to which the symbol is applied.	
R	Approximately radial relative to the centre of the surface to which the symbol is applied.	

6.5 Finish Symbol Finish symbols shall be triangle symbol (∇) and wave form symbol (\sim). The triangle symbol is used for surfaces finished by removal of material and the wave form is used for surfaces made without removal of material.








6.6 Indication of Surface Roughness by Finish Symbol Indication of grade of surface roughness by finish symbol shall be in accordance with Table 8. If necessary, it is permitted to add other symbols on finish symbol, such as the preferred index values, surface roughness, the sampling length or the cut-off value and so on, according to 6.2. Examples of indication of surface roughness by finished symbol are shown in Table 9.

Table 8. Relation between Preferred Index Values of Surface Roughness and Finish Symbol

Finish symbol	Standard value of surface roughness		
	R _{max}	R _z	R _a
	0.8S	0.8Z	0.2a
	6.3S	6.3Z	1.6a
	25S	25Z	6.3a
	100S	100Z	25a
	Not specify		

- Remarks
1. Triangle of finish symbol is specified by an equilateral triangle.
 2. If it is necessary to designate roughness values other than that given in the Table, any index values can be used with the corresponding finish symbol.
 3. When the range of surface roughness to be specified extend over different classes of Table 8, the number of triangle shall be the one correspond to the upper limit.

Table 9. Examples for Application of Finish Symbol

Number	Symbol	Meaning
1		Without removal of material
2		Sampling length L is 8 mm and the surface is made by casting, die casting, etc. with a maximum surface roughness of 100 μ R _{max} .
3		Sampling length L is 8 mm and the surface is finished by removal of material with a maximum surface roughness of 50 μ R _z .
4		The surface is finished by removal of material within a maximum surface roughness indicated in Table 8.
5		Cut-off value λ_c is 0.8 mm and the surface is finished by removal of material with a maximum surface roughness of 0.8 μ R _a .
6		The ground surface with a maximum surface roughness indicated in Table 8.
7		Cut-off value λ_c is 2.5 mm and the ground surface with a maximum surface roughness of 1.6 μ R _a .

7. Form for Designating Surface Texture on Drawings

7.1 Rule for Designating Surface Texture on Drawings The form for designating surface texture or finish symbol on drawings shall be, as a rule, in accordance with the followings.

- (1) The symbol of surface texture or finish symbol shall be written in place outside of the work touching of either to the line indicating the surface to an extension line, or to an assistant line for dimension. (Fig. 5, Fig. 6)
- (2) The symbol of surface texture or finish symbol should be so oriented that they may be read from the bottom or from the right-hand side of the drawing. (Fig. 5)
- (3) If it is difficult to adopt the term (1), the symbol shall be written on the leader line for the specified surface or on an extension of it according to the term (2). (Fig. 7)
- (4) The symbol shall be written on a projection of the view which expresses the specified surface most clearly and should not be specified twice for a given surface. (Fig. 6)

Fig. 5

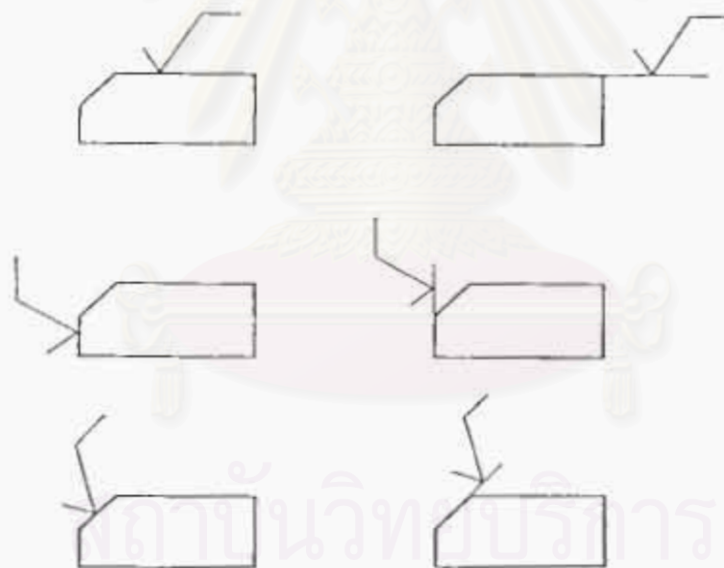


Fig. 6

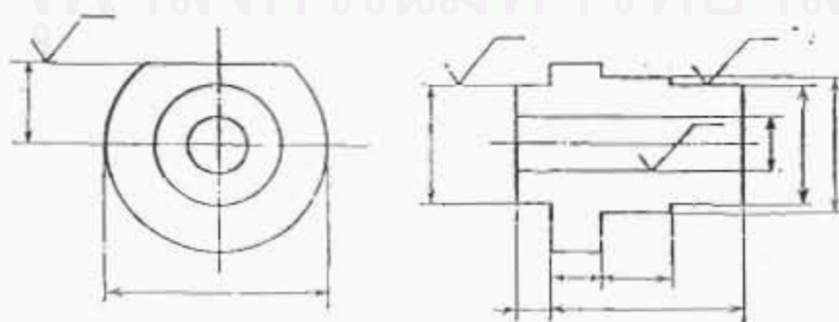
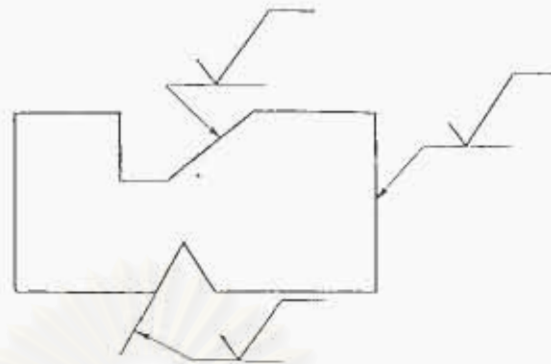


Fig. 7



Remarks: Only the case when the machining method and the direction of lay is omitted, the symbol may be written not according to the term (2) but according to Fig. 8.

Fig. 8



7.2 Simplified Designation of Surface Texture on Drawing The simplified symbol of surface texture or the finish symbol on drawing shall be in accordance with the followings.

- (1) If a same surface texture is required on all the surfaces of a machine part, symbols of individual surfaces is permitted to omit, and the common symbol of surface texture or the finish symbol shall be indicated near by the part number on the drawing, or the symbol of surface texture or the finish symbol may be indicated on the upper part of the drawing or on a easily followable place, if there is no part number on the drawing.
- (2) When most of the surfaces of a machine part shall be equally finished, and only a little ones is different the different ones shall be indicated on surface concerned and the common symbol shall be indicated near by the part number accompanying the different symbols in bracket. (Fig. 10)

- (3) To avoid a complicated specification when space is limited, simplified indications may be written in the drawing, and the meaning of the symbols may be tabulated on easily followable place of the drawing as is shown in Fig. 11.

Fig. 9

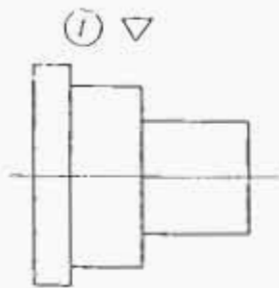


Fig. 10

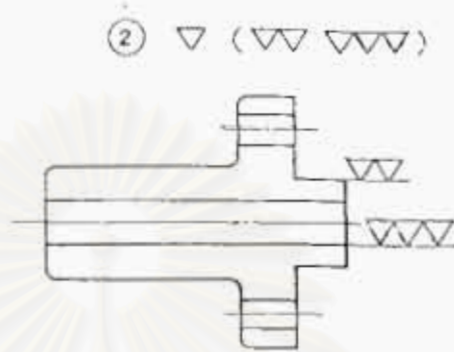
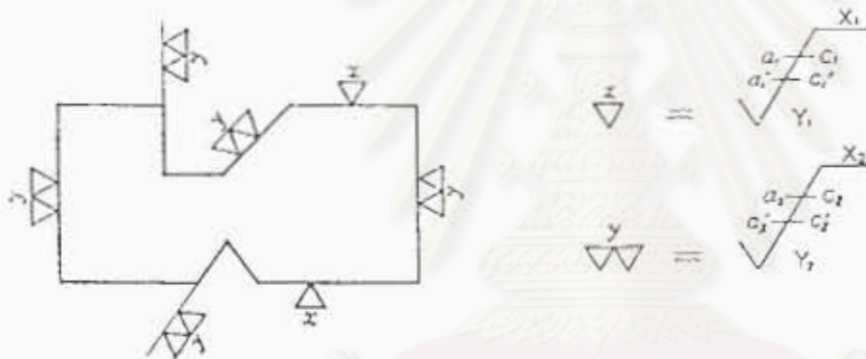


Fig. 11



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

7.3 Examples for Indication by Symbol of Surface Texture or Finish Symbol
The examples for symbol of surface texture or finish symbol to be indicated on the drawings of toothed gears, screw thread, holes, etc. shall be indicated as shown in Fig. 12 to 14. (The Examples of finish symbols only are shown, the symbols of surface texture shall be in accordance with the same method as the finish symbols.)

Fig. 12. Example for Finish Symbol of Toothed Gear



Fig. 13. Example for Finish Symbol of Screw Thread

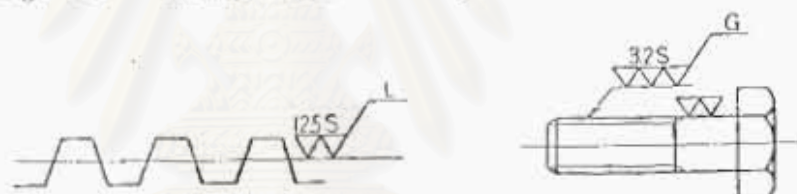
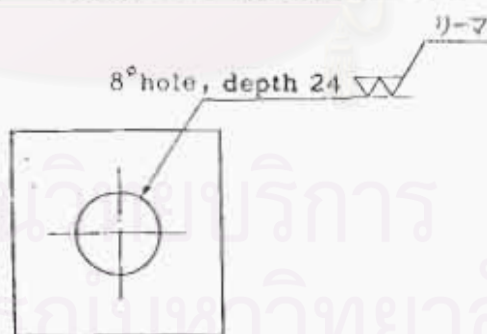


Fig. 14. Example for Finish Symbol of Hole



สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค

สมบัติเชิงกลของ SAE 1020

Tensile Strength, MPa(kpsi)	470(68)
Yield Strength, Mpa(kpsi)	390(57)
Elongation (%)	15
Reduction in Area (%)	40
Brinell Hardness	131



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก 3

JCPDS CARD ของ $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_{1.93}$

30-1468

Wavelength = 1.541780

 $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_{1.93}$

Yttrium Zirconium Oxide

2 θ	Int	h	k	l
30.109	100	1	1	1
34.896*	25	2	0	0
50.179*	55	2	2	0
59.649*	40	3	1	1
62.593*	6	2	2	2
73.728*	5	4	0	0
81.665*	10	3	3	1
84.277*	6	4	2	0
94.594*	10	4	2	2
102.409	6	5	1	1
116.084	3	4	4	0

Rad.: CuK α λ : 1.5417 Filter: Graph MonoGap:

Cut off Int.: Diffract. I/teor.: 1.70

Ref: Pfoertsch, McCarthy, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1977)

Sys.: Cubic

S.G.: Fm3m (225)

a: 5.139(1) b: c: A: C:

 α : β : γ : Z: 4 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 5.959 Dm: SS/FOM₁ F 60(0167, 11)

Color: Light grayish brown

ZrO₂ + Y₂O₃ fired at 1400 C for 6 days with one intermediate regrinding. Composition of common "yttria-stabilized zirconia" solid state electrolyte. Fluorite type. Silicon used as an external stand. PSC: cF11.72. Mwt: 121.75. Volume[CD]: 135.72.

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

JCPDS CARD ของ HfO₂

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

afnium Oxide

ad.: CuKaB: 1.5405 Filter: Mono Filter d-sp: Calculated

cut off: 15.0 Int.: Calculated I/cor.: 7.30

cf: Grier, D., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1991)

sys.: Monoclinic S.G.: P2₁/c (14)
 a: 5.1157 b: 5.1819 c: 5.2851 A: 0.9872 C: 1.0199
 beta: 99.259 gamma Z: 4 mp:

ref: Ibid.

R_w: 10.111 Dm: SS/FOM₃ = 347(0026, 33)

Peak height intensity. Calculation of diffractometer peak intensities done with MICRO-POWD v. 2.2 (D. Smith and K. Smith) using default instrument broadening function (NBS Table), diffracted beam monochromator polarization correction, and atomic scattering factors corrected for anomalous dispersion. Cell parameters from 34-104. Atomic positions from Wyckoff: 4f in 4e, x=.2758, y=.0404, z=.2089; O(1) in 4e, x=.069, y=.342, z=.345; O(2) in 4e, x=.451, y=.758, z=.479. Anisotropic thermal parameters estimated as 1.0 for each atom. O2 Zr type. C.D. Cell: a=5.285, b=5.182, c=5.116, beta=99.26, alpha/b=1.0199, c/b=0.9872, S.G.=P2₁/a(14). PSC: nP12. Mwt: 210.49. Volume[CD]: 138.28.

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
17.551*	6	1	0	0	57.522*	8	3	1	0
24.191*15	0	1	1	1	57.522*	8	3	1	1
24.599*12	1	1	0	0	58.222*	5	1	3	1
28.336100	1	1	1	1	58.628*	4	2	2	2
31.669*74	1	1	1	1	60.158*	8	1	3	1
34.357*25	0	0	2	2	60.422*	7	3	0	2
34.590*21	0	2	0	0	61.756*	6	1	1	3
35.524*21	2	0	0	0	62.346*	7	2	1	3
36.099*7	1	0	2	2	63.284*	9	3	1	1
38.615*<1	0	1	2	2	63.284*	9	3	1	2
38.774*8	0	2	1	1	64.486*	2	0	2	3
39.042*<1	1	2	0	0	64.677*	3	0	3	2
39.681*<1	2	1	0	0	64.677*	3	1	2	3
40.198*1	1	1	2	2	65.411*	1	2	3	0
40.975*13	2	1	1	1	65.780*	3	1	3	2
41.409*4	1	0	2	2	66.147*	7	2	2	2
41.619*4	1	2	1	1	66.147*	7	3	2	0
45.105*4	1	1	2	2	66.147*	7	3	2	1
45.798*7	2	0	2	2	66.333*	5	2	3	1
45.798*7	2	1	1	1	69.375*	3	1	3	2
49.219*2	2	1	2	2	70.080*	1	1	2	3
49.551*16	0	2	2	2	70.642*	1	2	2	3
50.430*18	2	2	0	0	71.363*<1	3	0	2	2
50.861*10	1	2	2	2	71.513*	3	3	2	1
51.507*5	2	2	2	1	71.513*	3	3	2	2
54.465*11	2	0	2	2	71.720*	5	1	0	4
54.465*11	3	0	0	0	72.408*	1	0	0	4
55.024*1	1	1	2	2	72.563*	2	2	3	2
55.636*5	2	2	1	1	72.966*	1	0	4	0
55.717*11	0	1	3	3	73.136*	1	2	1	3
55.927*9	1	1	3	3	74.029*	1	3	1	2
56.039*<1	0	3	1	1	74.029*	1	3	1	3
56.240*8	1	3	0	0	74.368*<1	1	1	4	4
57.522*8	2	1	2	2	75.050*<1	0	1	4	4

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
75.211*2	4	0	0	0	88.823*2	4	2	2	2
75.562*4	0	4	1	1	89.223*3	3	3	1	3
75.739*2	1	4	0	0	89.223*3	3	3	1	4
76.588*<1	2	0	4	4	90.004*1	2	0	4	4
76.976*3	4	1	1	1	90.427*3	4	1	3	3
77.450*1	1	4	1	1	90.555*1	2	4	2	2
77.855*1	4	1	0	0	91.332*1	4	2	1	1
77.855*1	0	3	3	3	92.024*1	4	0	2	2
78.067*1	1	3	3	3	92.537*<1	2	1	4	4
78.626*1	1	0	4	4	93.631*<1	2	3	3	3
78.626*1	4	0	2	2	94.496*2	3	3	2	2
79.163*1	1	4	1	1	94.496*2	3	3	3	3
79.163*1	2	1	4	4	94.828*1	1	3	4	4
79.430*3	2	3	2	2	95.477*1	0	3	4	4
79.430*3	3	3	0	0	95.720*1	0	4	3	3
79.430*3	3	3	1	1	95.891*2	1	4	3	3
80.938*1	2	2	3	3	96.236*1	1	1	5	5
81.195*1	1	1	4	4	96.846*2	3	2	3	3
81.195*1	4	1	2	2	96.846*2	3	2	4	4
81.822*1	3	2	3	3	97.236*3	2	4	2	2
82.136*2	1	2	4	4	97.236*3	3	4	0	0
82.798*1	0	2	4	4	97.236*3	3	4	1	1
83.164*2	1	3	3	3	97.363*<1	4	3	1	1
83.164*2	0	4	2	2	97.734*3	0	1	5	5
83.685*2	2	3	3	3	98.198*<1	4	3	0	0
83.685*2	4	1	1	1	98.537*<1	0	5	1	1
83.872*2	2	4	0	0	98.708*2	1	5	0	0
84.204*1	1	4	2	2	99.424*1	5	0	0	0
84.484*2	3	3	1	1	99.545*1	2	3	4	4
84.484*2	3	3	2	2					
84.694*3	4	2	1	1					
84.694*3	2	4	1	1					
85.497*2	4	2	0	0					
86.721*2	3	0	4	4					
86.837*<1	2	2	4	4					
87.540*<1	1	4	2	2					
88.046*2	2	4	1	1					
88.823*2	1	2	4	4					

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

เรืออากาศเอก อภิสิทธิ์ ยวนะเดมิย์ เกิดวันที่ 31 ธันวาคม พ.ศ. 2515 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิตจาก ภาควิชาวิทยาศาสตร์ โรงเรียนนายเรืออากาศ เมื่อปีการศึกษา 2539 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิก จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในปีการศึกษา 2541 สำเร็จการศึกษา ในภาคการศึกษาปลาย ปีการศึกษา 2543



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย