

บทที่ 3
ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การขึ้นรูปชิ้นงานซิลิคอน

- Disc grinding mill Model HSM 100 A
- Sieve ของ Retsch มาตรฐาน ASTM E.11 ขนาด 100, 200 และ 325 mesh
- Hydraulic Press
- Sintering Furnace HT 1600

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ตัดแต่งชิ้นงาน

- Drilling Machine
- Machine Tool Plant-Sliven CU 500 M
- Cutting Machine Struers Accutom-5 และ CBN Cut-off wheel Struers 355CA

3.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ทดสอบและตรวจสอบ

- Grindosonic Model MK51
- Universal Testing Machine Instron 4502
- Micro Hardness Tester MHT-10 Anton Paar
- Surface Profiler Dektak³ ST (Veeco)
- X-ray Diffractometer System JDX-3530
- Optical Microscope (Carl Zeiss)
- Scanning Electron Microscope (JEOL) JSM-5410
- Nuclear Magnetic Resonance Bruker Avance DPX 300 MHz

3.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

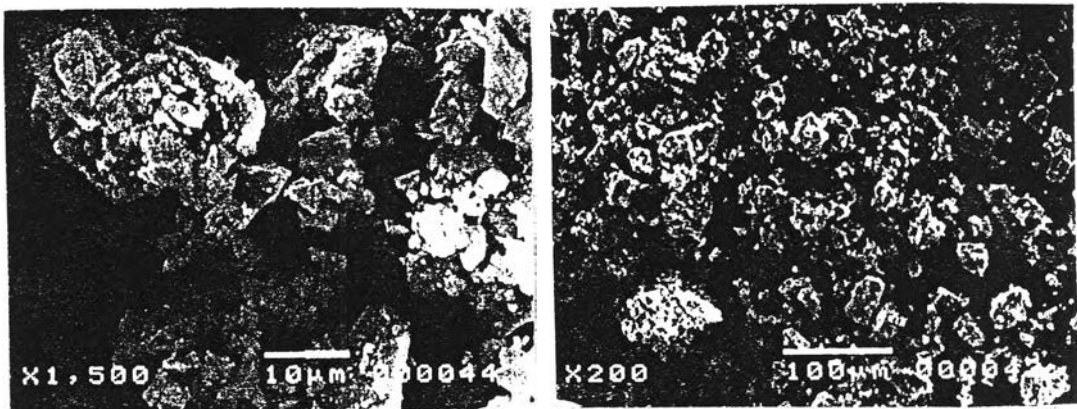
3.2.1 วัสดุผง Silicon Metal

ผงวัสดุที่ใช้ในการทดลองคือผง silicon metal ขนาดเฉลี่ย 25.13 ไมครอน และขนาดเฉลี่ย 13.27 ไมครอน ซึ่งมีส่วนผสมดังตาราง

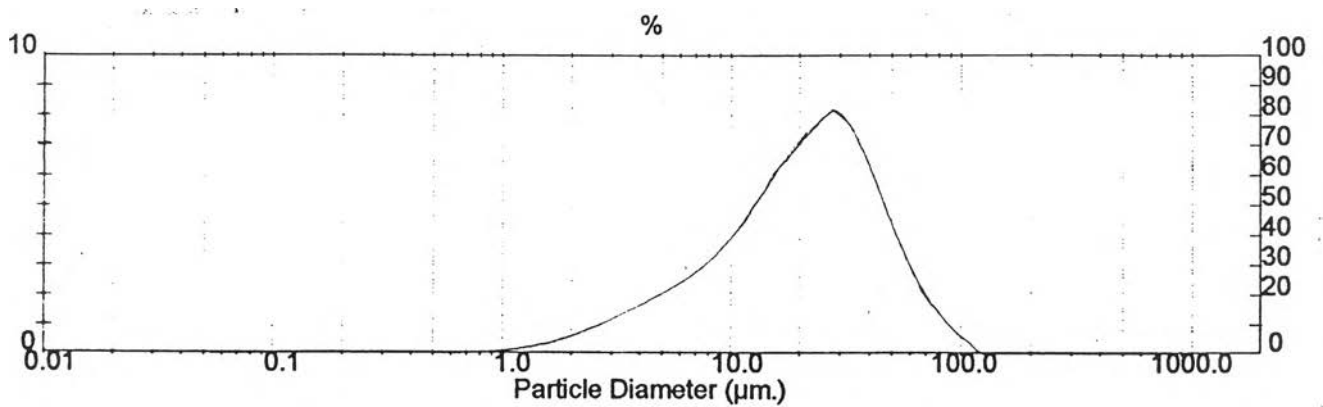
ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมหลักของ silicon metal ตรวจสอบโดย X-ray flourescent (XRF)

ตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ (% by wt.)				
	Si	Al	Ca	Fe	W
ผง Si metal	99.11	0.14	0.47	0.17	0.10

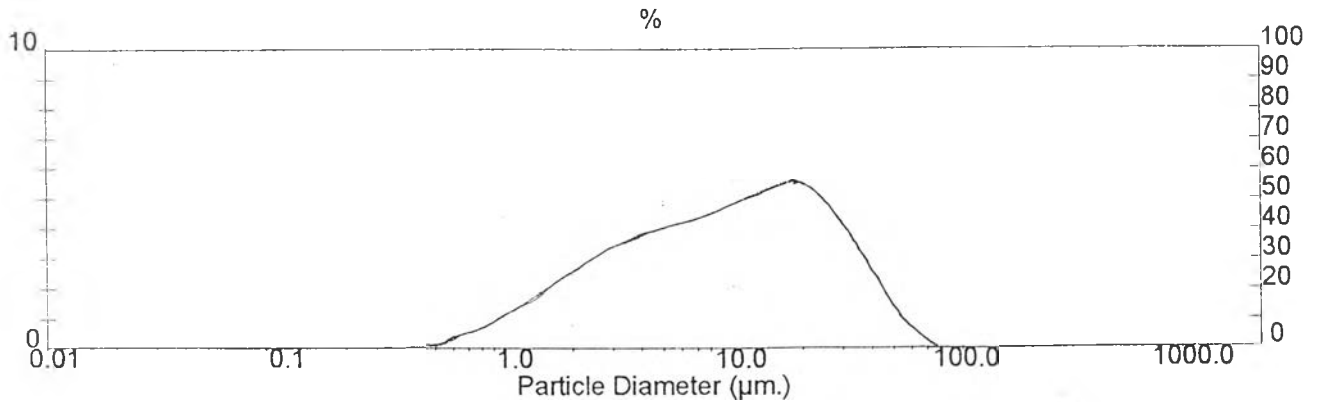
Trace element : Na, Mg, K, Ti, Cr, Mn



รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะผง silicon metal จากกล้อง SEM ที่ผ่าน sieve ขนาด 325 mesh



รูปที่ 3.2 แสดงการกระจายขนาดของผง silicon metal ขนาดเฉลี่ย 25.13 ไมครอน



รูปที่ 3.3 แสดงการกระจายขนาดของผง silicon metal ขนาดเฉลี่ย 13.27 ไมครอน

3.2.2 สารช่วยเกาะยึด (Binder)

สารละลายโพลีไวนิลอะซิเตด (PVA) ความเข้มข้น 2% โดยมวลต่อปริมาตร

3.2.3 ก๊าซที่ใช้ควบคุมบรรยากาศในเตา

- ระหว่างการเผาผนึก ใช้ก๊าซอาร์กอนบริสุทธิ์ 99.9%

- ระหว่างการไนไตรเดชัน ใช้ก๊าซไนโตรเจนและไฮโดรเจน ในอัตราส่วน 95:5
common grade

3.3 ขั้นตอนในการทดลอง

3.3.1 วิธีการเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง

วิธีการบดและผสมผง

3.3.1.1 ทบ silicon metal จนได้ก้อนขนาดเล็กประมาณ 1 mm

3.3.1.2 บด silicon metal ที่ได้ด้วยเครื่อง Disc grinding mill ชั่งผงครั้งละ 50 g โดยบดครั้งละประมาณ 5 นาที

3.3.1.3 ร่อนผงด้วยตะแกรงของ Retsch ตามมาตรฐาน ASTM E.11 ขนาด 200 และ 325 mesh ตามลำดับ จนได้ผง Si ขนาดเล็กกว่า 45 µm

3.3.1.4 ละลาย PVA ในน้ำ ที่อุณหภูมิ 80°C ให้ได้ความเข้มข้น 2% โดยมวล/ปริมาตร

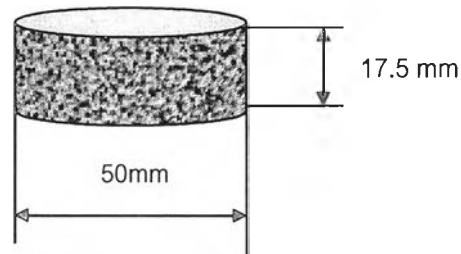
3.3.1.5 สเปรย์ PVA เป็นฝอยละเอียดลงบนผงซิลิคอน คนผสมให้ทั่ว แล้วนำไปอบไล่ความชื้นในเตาอบ ที่อุณหภูมิ 60°C ประมาณ 45 นาที

3.3.1.6 นำผงที่ผ่านการผสม PVA มาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 mesh

วิธีการอัดขึ้นรูปซิลิคอน

3.3.1.7 นำผงที่ผสม PVA แล้วมาทำการอัดด้วยไฮดรอลิกแบบแนวเดียว (uniaxial press) ใน stainless steel die รูปทรงกระบอกขนาดขึ้นงานประมาณ $\phi 50 \times 17.5$ mm โดยใช้ความดัน 60 kg/cm^2 ทำการขึ้นรูปซิลิคอนครั้งละ 50 g โดยทำการอัดขึ้นรูป 10 ชั้น

3.3.1.8 นำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป แล้วไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



รูปที่ 3.4 แสดงรูปทรงขึ้นทดสอบที่ได้จากการ hydraulic press

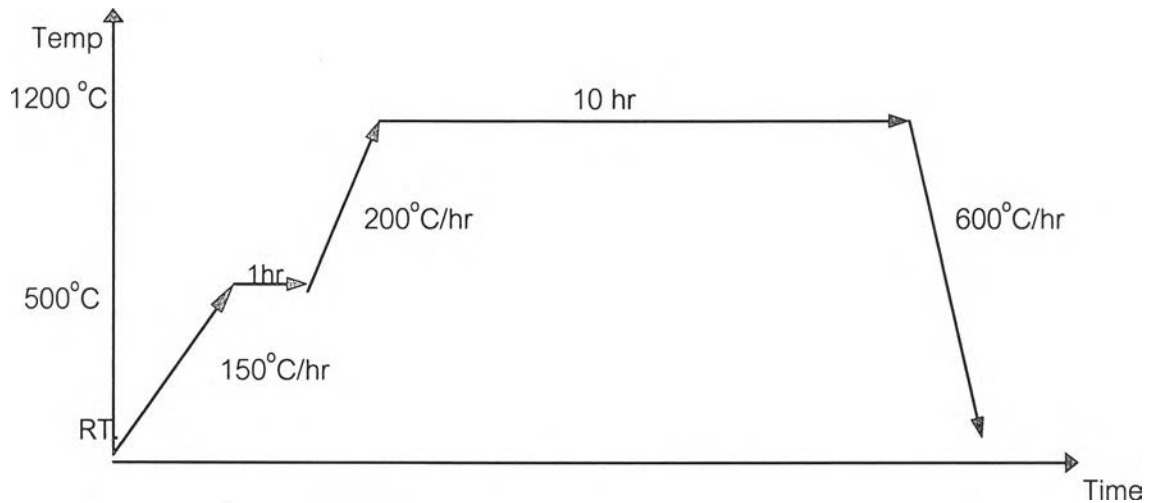
3.3.2 การเผาผนึกขั้นต้น (Pre-sintering)

นำชิ้นงานเข้าเตา High Temperature Furnace HT 1600 ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยใช้ flow rate 10 l/hr ทำการ flushing ด้วยก๊าซอาร์กอนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ควบคุมอุณหภูมิอัตราการให้ความร้อน และเวลา ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงการ heat treatment สำหรับการ Pre-sintering silicon compact

Heating Step	Heating rate ($^\circ\text{C/hr}$)	Temperature ($^\circ\text{C}$)	Dwell time (hr)
Calcination & binder removal	150	500	1
Pre-sintering	200	1200*	10
Cooling	600	35	0

* [Kuljira and Benya, 1998]



รูปที่ 3.5 แสดงแผนภาพกระบวนการ heat treatment silicon compact

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นขั้นต้น

3.3.3.1 วิธีการวัดความหนาแน่นของชิ้นทดสอบด้วย Ultrapycnometer

3.3.3.1.1 ทำการ calibrate เครื่องโดย calibrate Vcell และ Vadded

3.3.3.1.2 ตรวจสอบความหนาแน่นโดยใช้ก๊าซอาร์กอน ทำการผ่านก๊าซเป็นเวลา 10 นาที ทำการตรวจสอบ 5 ครั้งต่อ 1 ตัวอย่าง

3.3.3.2 ตรวจวัดค่าโมดูลัสของยัง (Young 's modulus) ด้วย Grindosonic

(ASTM C 1259-94)

3.3.3.2.1 ตัดชิ้นงานเป็นแท่งสี่เหลี่ยมกว้าง 5 mm ยาว 15 mm หนา 2 mm.

3.3.3.2.2 ทดสอบหาค่า Young 's modulus ด้วยเครื่อง Grindosonic โดยทำการทดสอบชิ้นงานละ 10 ครั้ง บันทึก fundamental resonant frequency , f_r (Hz) แล้วหาค่าเฉลี่ย และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.3.3.2.3 นำค่าเฉลี่ยความถี่ของแต่ละชิ้น และข้อมูลมาคำนวณหาค่า Young 's modulus ตามสมการที่ 3.1 แล้วหาค่าเฉลี่ย และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$E = 0.9465(mf_r^2/b)(L^3/t^3)T, \quad [3.1]$$

E = Young 's modulus (Pa)

m = น้ำหนักชิ้นงาน (g)

b = ความกว้างของชิ้นงาน (mm)

L = ความยาวของชิ้นงาน (mm)

t = ความหนาของชิ้นงาน (mm)

f_r = fundamental resonant frequency (Hz)

T_1 = correction factor สำหรับ fundamental flexural mode

μ = Poisson's ratio ของซิลิคอน = 0.17

$$T_1 = 1 + 6.585 (1 + 0.0752 \mu + 0.8109 \mu^2) (t/L)^2 - 0.868 (t/L)^4 - \left[\frac{8.340 (1 + 0.2023 \mu + 2.173 \mu^2) (t/L)^4}{1.000 + 6.338 (1 + 0.1408 \mu + 1.536 \mu^2) (t/L)^2} \right] \quad [3.2]$$

3.3.3.3 วิธีการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope)

3.3.3.3.1 ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมกว้าง 5 mm ยาว 15 mm หนา 2 mm.

3.3.3.3.2 ขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 320, 500, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ

3.3.3.3.3 กัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นเป็นเวลา 20 วินาที

3.3.3.3.4 ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง ถ่ายรูปผลการทดลอง

3.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกลของชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นชั้นต้น

3.3.4.1 วิธีการวัดความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ (Microvickers Hardness) (JIS R 1610)

3.3.4.1.1 ทำการ sputtering ด้วยทองโดยใช้กระแสไฟฟ้า 15 A เป็นเวลา 60 วินาที

3.3.4.1.2 ทดสอบความแข็งของชิ้นงาน silicon compact ที่ผ่านการเผาขึ้นชั้นต้น ด้วยเครื่อง Micro Hardness Tester MHT-10 โดยใช้แรงกด 100 กรัม เป็นเวลา 10 วินาที คำนวณความแข็งของแต่ละจุดแล้วหาค่าเฉลี่ยความแข็ง

3.3.4.1.3 คำนวณค่าความแข็งโดยใช้สมการ

$$HV = 1.8544 P/(2D)^2 \quad [3.3]$$

โดยที่

HV = ค่าความแข็งของชิ้นงานแบบ Vickers (N/mm^2)

$2D$ = ค่าความยาวเฉลี่ยของ Diagonal (mm)

P = แรงที่ใช้กด (N)

3.3.4.2 วิธีการวัดค่าความแข็งแรงต่อการอัด (Compressive Strength)

- 3.3.4.2.1 ตัดชิ้นงานเป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดกว้าง 16 mm ยาว 30 mm หนา 2 mm จำนวน 5 ชิ้น [Moore,1945]
- 3.3.4.2.2 ทดสอบความแข็งแรงต่อการอัดด้วยเครื่อง Instron 4502 ความเร็วในการทดสอบ 0.045 m/m.min
- 3.3.4.2.3 คำนวณค่าความแข็งแรงต่อการอัดโดยใช้สูตร

$$\sigma_{com} = P / A \quad [3.4]$$

โดยที่ σ_{com} = Compressive strength (MPa)
 P = Max load (N)
 A = Cross-section area (mm²)

3.3.5 การตรวจสอบความสามารถในการเจาะกลึง (Machinability)

3.3.5.1 วิธีการเจาะรู (Drilling) ขึ้นทดสอบและการตรวจสอบผลการเจาะรู

- 3.3.5.1.1 นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกชิ้นต้นมาเจาะรูด้วยดอกสว่าน ที่ทำจากเหล็กชุบแข็ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3, 4 และ 5 mm
- 3.3.5.1.2 ปรับเปลี่ยนความเร็วรอบ (speed) ในการหมุนของดอกสว่าน ตั้งแต่ 1150, 685 และ 480 รอบต่อนาที (rpm)
- 3.3.5.1.3 ปรับเปลี่ยนอัตราเร็วในการป้อน (feed) ดอกสว่าน ตั้งแต่ 0.08, 0.16, 0.24 และ 0.35 เมตรต่อนาที (m/min)
- 3.3.5.1.4 สังเกตลักษณะที่ได้จากการเจาะ วัดความเรียบรูเจาะ ถ่ายภาพรูเจาะประกอบ
- 3.3.5.1.5 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ของขนาดรูเจาะ, ความเร็วรอบในการเจาะและอัตราเร็วในการป้อนดอกสว่านกับความสามารถในการเจาะรูของชิ้นงาน silicon compact (speed/feed diagram) ที่ผ่านการเผาผนึกชิ้นต้น
- 3.3.5.1.6 คำนวณอัตราการขจัดวัสดุออก (Material Removal Rate , MRR) จากสูตร

$$MRR = \pi D^2 / 4 \text{ fr } N \quad [3.5]$$

เมื่อ $D =$ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางดอกสว่าน (mm)

$f_r =$ อัตราการป้อน (mm/rev)

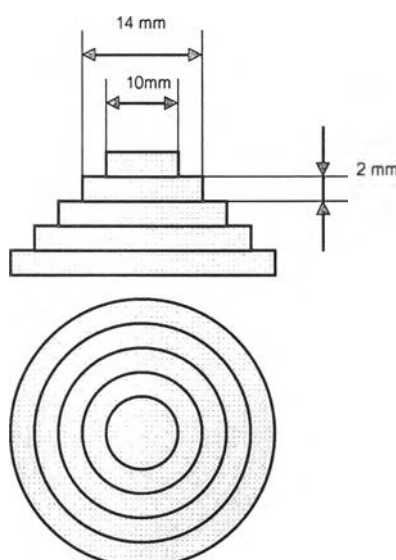
$N =$ ความเร็วรอบ (rpm)

3.3.5.1.7 คำนวณความเร็วตัด (rotation speed) จาก $V = \pi DN$ (mm/min)

3.3.5.1.8 หาแฟกเตอร์สำหรับการกลึงจาก MRR / V

3.3.5.2 วิธีการกลึง (Turning) ขึ้นทดสอบและการตรวจสอบการกลึง

3.3.5.2.1 กลึงชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นต้น ด้วยเครื่อง Machine tool plant-SLIVEN CU 500 M ให้มีดอกกลึงที่ทำจากเหล็ก high speed steel โดยกลึงปาดหน้าชิ้นงานเป็นชั้นๆ ให้ความสูงและกว้างชั้นละ 2 mm ดังรูป



รูปที่ 3.6 แสดงลักษณะของ Si compact ที่ผ่านการกลึงลักษณะชั้นบันได

3.3.5.2.2 ปรับเปลี่ยนความเร็วรอบ (speed) ในการหมุนของชิ้นงาน ตั้งแต่ 250, 315, 400 และ 500 รอบต่อนาที (rpm)

3.3.5.2.3 ปรับเปลี่ยนอัตราเร็วในการป้อน (feed) มีดอกกลึงตั้งแต่ 0.00741, 0.00855, 0.01010 0.01235, 0.01482, 0.01710, 0.02022 และ 0.02471 เมตรต่อนาที (m/min)

3.3.5.2.4 สังเกตและวัดความเรียบของผิวด้วยเครื่อง Dektak³ ST Surface Profiler ถ่ายภาพขอบของชิ้นงานด้วย กล้องถ่ายภาพและกล้องจุลทรรศน์แบบแสง

3.3.5.2.5 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ของความเร็วรอบในการหมุนชิ้นงาน และอัตราเร็วในการป้อนมีดอกกลึง กับความสามารถในการกลึงของชิ้นงาน (speed/feed diagram)

ที่ผ่านการเผาผืนี้ขึ้นต้น

3.3.5.2.6 คำนวณอัตราการขจัดวัสดุออก (Material Removal Rate) จากสูตร

$$MRR = \frac{\pi(D^2 - D1^2) \cdot fr \cdot N}{4} \quad [3.6]$$

4

เมื่อ D = เส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการกลึง (mm)

$D1$ = เส้นผ่านศูนย์กลางหลังการกลึง (mm)

3.3.5.2.7 คำนวณแฟกเตอร์จากการเจาะตั้งข้อ 3.3.5.1.7 และ 3.3.5.1.8

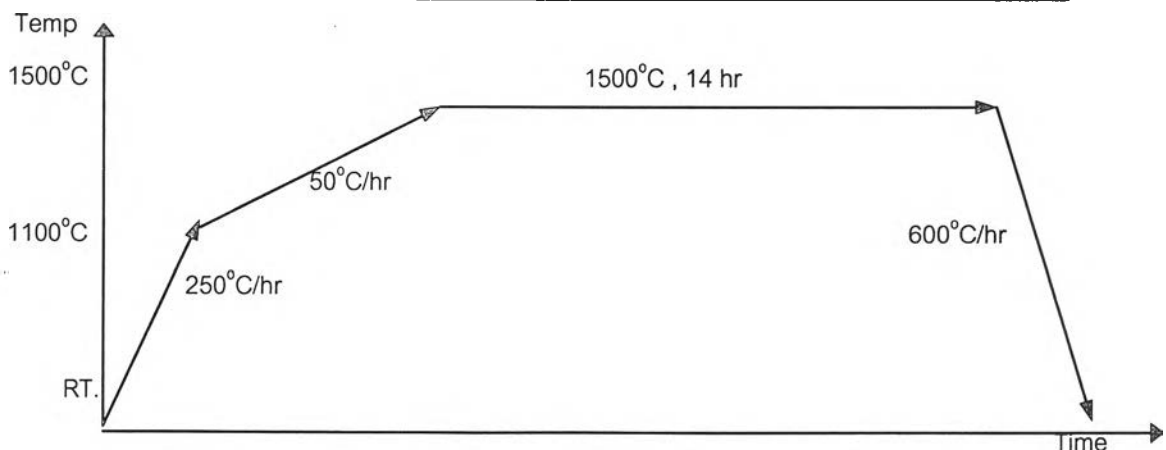
3.3.6 วิธีการทำไนไตรเดชั่น (Nitridation)

3.3.6.1 ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิการไนไตรเดชั่น 5 อุณหภูมิ ได้แก่ 1350, 1375 1400, 1450 และ 1500 °C โดยคงเวลาในการเผาไว้ 14 ชั่วโมง

3.3.6.2 นำชิ้นงานเข้าเตา High Temperature Furnace HT 1600 ที่อุณหภูมิต่างๆ ในบรรยากาศก๊าซ $N_2:H_2$ ในอัตราส่วน 95:5 โดยใช้ flow rate 10 l/hr ทำการ flushing ด้วยก๊าซ $N_2:H_2$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิ, อัตราการให้ความร้อน และเวลาดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงการ heat treatment สำหรับ Nitridation

Heating Step	Heating rate (°C/hr)	Temperature (°C)	Dwell time (hr)
Heating	250	1100	0
Nitriding	50	1350-1500	14
Cooling	600	35	0



รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงกระบวนการ Nitriding ชิ้นงานที่อุณหภูมิสูงสุด 1500°C

3.3.7 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรด์ชิ้น

3.3.7.1 วิธีการวัดความหนาแน่นของชิ้นทดสอบ

3.3.7.1.1 อบชิ้นงานที่ 110 °C ประมาณ 3 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนักในอากาศ = W_1

3.3.7.1.2 ต้มชิ้นงานในน้ำเดือดประมาณ 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนักในน้ำ = W_2

3.3.7.1.3 คีบชิ้นงานมาชั่งน้ำด้วยผ้าเปียก ภายใน 1 นาทีที่ชั่งน้ำหนักในอากาศ = W_3

3.3.7.1.4 คำนวณ

$$\text{ความหนาแน่นของทั้งชิ้นงาน (Bulk density)} = \frac{W_1 \times \rho_0}{W_3 - W_2} \quad [3.7]$$

โดย ρ_0 คือความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิที่ตรวจสอบ

3.3.7.1.5 บดผงซิลิคอนไนไตรด์ด้วยโกรังอลูมินา นำไปตรวจสอบด้วย ultrapynometer ดังหัวข้อ 3.3.3.1 เพื่อหาความหนาแน่นจริง (true density) และเปอร์เซ็นต์ของพรุนที่มีในชิ้นงาน (% porosity)

3.3.7.2 การวัดค่าโมดูลัสของยัง

3.3.7.2.1 ตัดชิ้นงานเป็นปริซึมสี่เหลี่ยมกว้าง 6 mm ยาว 30 mm หนา 4 mm.

3.3.7.2.2 ทดสอบหาค่าโมดูลัสของยังด้วยเครื่อง Grindosonic โดยทำการทดสอบชิ้นงานละ 10 ครั้ง บันทึก fundamental resonant frequency, f_r (Hz) แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.3.7.2.3 นำค่าเฉลี่ยความถี่ และข้อมูลมาคำนวณหาค่าโมดูลัสของยังตามสมการที่ 3.1

3.3.7.3 วิธีการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.3.7.3.1 เตรียมผิวชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์โดยขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 220, 320, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดด้วยผงเพชรขนาด 20, 6, 3 และ 1 ไมครอนตามลำดับ

3.3.7.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope) ที่กำลังขยาย 20 เท่า

3.3.7.3.3 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด Scanning Electron Microscope (SEM) ทำการ sputtering ด้วยทองที่กระแส 15 A เป็นเวลา 80 วินาที เพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า

3.3.7.3.4 ตรวจสอบผิวรอยแตกของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ จากการทดสอบความแข็งแรงต่อการอัดด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด ทำการ sputtering ด้วยทองเช่นเดียวกับข้อ 3.3.7.3.3 เพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า

3.3.8 การตรวจสอบสมบัติทางกลของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรต์

3.3.8.1 วิธีวัดค่าความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ส (microvickers hardness) (JIS R 1610)

3.3.8.1.1 ทดสอบความแข็งของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ ที่ผ่านการทำไนไตรต์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย Micro Hardness Tester MHT-10 โดยใช้น้ำหนัก 200 กรัม กดแช่ไว้ 10 วินาที ทดสอบชิ้นงานละ 10 จุด

3.3.8.1.2 คำนวณค่าความแข็งโดยใช้สมการที่ 3.3

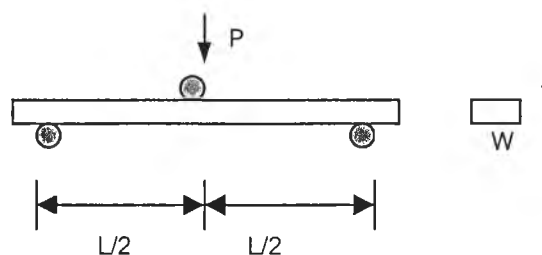
3.3.8.2 วิธีวัดค่าความแข็งแรงต่อการดัด (Flexural Strength)

3.3.8.2.1 ตัดชิ้นงาน RBSN เป็นแท่งทดสอบขนาด 3x5x25 mm ด้วยเครื่องตัด Struers Accutom-5 ใช้ใบตัด CBN ของ Struers 355 CA โดยใช้ความเร็วในการป้อนชิ้นงาน 0.01 mm/s

3.3.8.2.2 ขัดชิ้นทดสอบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 320, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดชิ้นงานด้วยผงเพชร (diamond paste) ขนาด 20, 6, 3 และ 1 μ m ตามลำดับ

3.3.8.2.3 ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000 ให้ชิ้นงานทำมุม 45° เพื่อลด stress concentration บริเวณขอบมุม

3.3.8.2.4 ทดสอบความแข็งแรงต่อการดัดแบบ Three - point bending ด้วยเครื่อง Instron 4502 โดยวางชิ้นทดสอบตามรูป ใช้ crosshead speed 0.045 mm/min ตามมาตรฐาน ASTM C 1161



รูปที่ 3.8 แสดงการทดสอบ Three-point bending

คำนวณตามสูตร
$$\sigma_{flex} = \frac{3 \times P \times L}{2 \times t^2 \times W} \quad [3.8]$$

โดยที่ σ_{flex} = Flexural Strength (MPa)
 P = Force required to rupture (N)
 L = Length of specimen span of fixture (mm)
 W = Width of specimen (mm)
 t = Thickness of specimen (mm)

3.3.9 การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมี

3.3.9.1 วิธีการตรวจสอบโครงสร้างเคมีด้วย X-ray Diffractometer

3.3.9.1.1 นำชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันในแต่ละอุณหภูมิ มาตัดตามขวางแล้วนำไปตรวจสอบด้วย XRD โดยใช้ step angle 0.04 deg. count time 1.0 sec ใช้ Cu target receiving slit 0.2°, beam slit 1.0° ตรวจสอบ peak ตั้งแต่มุม 10° ถึง 90°

3.3.9.1.2 ทำ peak search เทียบ peak กับ standard ที่มีอยู่

3.3.9.1.3 หา integrated intensity ของแต่ละ peak และคำนวณ relative integrated intensity

3.3.9.1.4 วิธีการสร้าง calibration curve ของ (α -Si₃N₄)- Silicon และการหาปริมาณ phase

3.3.9.1.4.1 ชั่งผงซิลิคอนบริสุทธิ์หนัก 0.012, 0.024, 0.036, 0.048, 0.060, 0.120, 0.180, 0.240, 0.300, 0.360, 0.420 และ 0.480 g และชั่งผง α -Si₃N₄ หนัก 0.588, 0.576, 0.564, 0.552, 0.540, 0.480, 0.420, 0.360, 0.300 และ 0.240 g

3.3.9.1.4.2 นำผงซิลิคอนและ α -Si₃N₄ มาผสมกันในอัตราส่วน Si : α -Si₃N₄ ดังตารางที่ 3.4 บดผงที่ผสมในโถรง ใส่ acetone เล็กน้อย นำผงที่ผสมใส่ใน holder slide แล้วทำผิวหน้าให้เรียบ

ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนของ Si : α -Si₃N₄ ที่ใช้ในการผสม

ส่วนผสม	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Silicon (wt%)	2	4	6	8	10	20	30	40	50	60	70	80
α -Si ₃ N ₄ (wt%)	98	96	94	92	90	80	70	60	50	40	30	20

- 3.3.9.1.4.3 ประมวลผล XRD โดยใช้ step angle 0.1 deg. count time 1.0 sec ใช้ Cu target receiving slit 0.2°, beam slit 1.0° ตรวจสอบตั้งแต่มุม 15° จนถึง 55°
- 3.3.9.1.4.4 ทำ peak search และ integrated intensity ของแต่ละ peak ในทุกๆ ส่วนผสม
- 3.3.9.1.4.5 หา Relative integrated intensity ของชิ้นงาน แล้วนำมาเขียนเป็นอัตราส่วนแต่ละส่วนผสม
- 3.3.9.1.4.6 plot ข้อมูลเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\frac{I_{Si(111)}}{I_{Si(111)} + I_{\alpha-Si_3N_4(101)}}$ และ weight fraction ของ Si จะได้ calibration curve ระหว่าง $\alpha-Si_3N_4$ และ silicon
- 3.3.9.1.4.7 นำข้อมูล Relative integrated intensity ของแต่ละชิ้นงาน มาเขียนเป็นอัตราส่วน $\frac{I_{Si(111)}}{I_{Si(111)} + I_{\alpha-Si_3N_4(101)}}$ แล้วเปรียบเทียบกับ Calibration Curve ที่ได้สร้างมาตรวจสอบปริมาณ phase ของ $\alpha-Si_3N_4$ และ Si ที่เหลืออยู่
- 3.3.9.2 ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย Nuclear Magnetic Resonance (NMR)
- 3.3.9.2.1 บดผงซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรด์ขั้นแต่ละอุณหภูมิ ผงซิลิคอนบริสุทธิ์ (pure Si) ผงแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ ($\alpha-Si_3N_4$) และผงซิลิคอนออกไซด์ (SiO_2) ตัวอย่างละประมาณ 2 กรัม
- 3.3.9.2.2 ใช้วิธี Magic-angle spinning (MAS) ทำการตรวจสอบพันธะที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่าง $^{29}Si-^{14}N$ และ Si-O โดยใช้ความถี่ 59.62 MHz เป็นเวลา 7 ชั่วโมง