

การเตรียมเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษเจียรระโนคิวบิกเซอร์โคเนีย



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2564  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF DENSE ZIRCONIA CERAMICS FROM CUBIC ZIRCONIA CUTTING SCRAP



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 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษ เจียรในควิกเซอร์โคเนีย
โดย	น.ส.ณัชชา ปาลวัฒน์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์

---

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ  
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)	
.....	กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.วันทนี พุกกะคุปต์)	
.....	กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิรัฐ ธีรภาพิเศษพงษ์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.จรัสพร มงคลจิต)	

ณัชชา ปาลวัฒน์ : การเตรียมเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษเจียรไนคิวบิกเซอร์โคเนีย. ( PREPARATION OF DENSE ZIRCONIA CERAMICS FROM CUBIC ZIRCONIA CUTTING SCRAP) อ.ที่ปรึกษาหลัก : ผศ. ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์

ในแต่ละปีอุตสาหกรรมเจียรไนเครื่องประดับคิวบิกเซอร์โคเนียในประเทศไทยมีปริมาณเศษเจียรไนคิวบิกเซอร์โคเนียปริมาณมากหลายร้อยตันถูกทิ้งอย่างสูญเปล่า จึงเกิดแนวคิดในการศึกษาวิจัยเพื่อพัฒนากระบวนการผลิตเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงโดยใช้เศษเจียรไนคิวบิกเซอร์โคเนียจากอุตสาหกรรมเป็นวัตถุดิบหลักในการทดลอง ร่วมกับการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตเพื่อช่วยทำให้โครงสร้างเกิดเฟสของเหลวในขั้นตอนการเผาผนึก โดยทำการเตรียมตัวอย่างจากการนำเศษเจียรไนมาผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่มาจากขั้นตอนการผลิตเครื่องประดับ ก่อนนำไปทำการบดผสมกับแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก บดผสมเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปที่มีความดัน 50 MPa เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 mm และนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง และแบ่งการศึกษาเป็นการเปรียบเทียบการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่ไม่มีการใช้เติมสารตัวเติม และการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวที่มีการเติมสารตัวเติมช่วยในการเผาผนึก โดยจากผลการทดลองพบว่าเงื่อนไขที่ดีที่สุดคือ ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการบดผสมกับสารตัวเติมในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเผาผนึกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าได้ค่าความหนาแน่นสูงถึง 5.27 g/cm<sup>3</sup> ค่าการดูดซึมน้ำร้อยละ 0.12 และมีค่าความแข็ง 6.72 GPa ดังนั้นจึงทำการเลือกเงื่อนไขมาเตรียมเป็นชิ้นงานแท่งสี่เหลี่ยมขนาด 60x10x5 mm เพื่อนำไปทดสอบความแข็งแรงด้วยเทคนิค 3-point bending จากผลการทดสอบพบว่าค่าความต้านทานแรงดัดมีค่าเท่ากับ 90.66 MPa ซึ่งผลจากงานวิจัยนี้ชี้ให้เห็นว่าการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตช่วยให้เกิดเฟสของเหลวในกระบวนการเผาผนึกที่ส่งผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติทางกลของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูง

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ลายมือชื่อนิสิต .....

ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

# # 6370060123 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: Cubic zirconia cutting scrap, Ceramic recycling, Zirconia ceramics,  
Sintering behavior

Natcha Palawat : PREPARATION OF DENSE ZIRCONIA CERAMICS FROM CUBIC  
ZIRCONIA CUTTING SCRAP. Advisor: Asst. Prof. THANAKORN WASANAPIARNPONG,  
Ph.D.

Several tons of cubic zirconia cutting scrap are wasted from the jewelry cutting industry each year in Thailand. This research was studied to develop the dense zirconia ceramics using the cubic zirconia cutting scrap as a main raw material and adding calcium dihydrogen phosphate (CaP) as a liquid phase sintering additive. The specimens were prepared by calcining at 1000 °C for 1 hour to remove impurities from cutting process before mixing with 5 and 10 wt% of CaP by ball milling with zirconia ball in a plastic bottle for 24 and 48 hrs. Then, the mixed powders were uniaxially hydraulic pressed at 50 MPa to get disc-shape specimens with 20 mm diameter and sintered at 1650 °C for 1, 2 and 4 hrs. This research was divided into 2 parts which are solid state sintering without using an additive and liquid phase sintering with an additive. The best condition was a 10 wt% of CaP mixed by ball milling for 24 hrs and sintered at 1650 °C for 2 hrs. High bulk density of 5.27 g/cm<sup>3</sup>, low water absorption of 0.12% and high hardness of 6.72 GPa were obtained. With this selected condition, powders were prepared into rectangular-shape specimens with dimension of 60x10x5 mm for 3-point bending test. Flexural strength of 90.66 MPa was obtained. The results above indicated that liquid phase from CaP was occurred and affected to microstructure and mechanical properties of dense zirconia ceramics.

Field of Study: Ceramic Technology

Student's Signature .....

Academic Year: 2021

Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ของข้าพเจ้าจะมีโอกาสสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี หากปราศจากความช่วยเหลือจากบุคคลหลาย ๆ ท่านที่คอยสนับสนุนและให้คำปรึกษา ตลอดจนสำเร็จลุล่วงด้วยดี ดังต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่คอยให้ความรู้ ให้คำแนะนำ ให้คำปรึกษา และคอยช่วยเหลือแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในระหว่างการทำงานวิจัยในครั้งนี้ ตลอดจนการคอยช่วยเหลือดูแลตรวจสอบเล่มวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณทุนจากคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการสนับสนุนค่าเล่าเรียน ระดับปริญญาโทมหาบัณฑิต ตลอดระยะเวลา 2 ปี (4 ภาคการศึกษา)

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่และคณาจารย์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คอยให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ชี้แนะองค์ความรู้ต่าง ๆ เกี่ยวกับวัสดุศาสตร์และการทำงานวิจัยให้กับข้าพเจ้าตลอดช่วงระยะเวลา 2 ปีที่ผ่านมา

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ ในสาขาเทคโนโลยีเซรามิกทุกคน ที่คอยรับฟัง คอยช่วยเหลือ และคอยให้กำลังใจสนับสนุนในทุก ๆ ด้านตลอดระยะเวลาที่ผ่านมา

และสุดท้ายนี้ขอขอบคุณครอบครัวที่คอยให้กำลังใจ และการสนับสนุนทางด้านการศึกษา และด้านอื่น ๆ ตลอดมาจนจบจนประสบความสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ณัชชา ปาลวัฒน์

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา .....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย .....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	3
2.1 เซอร์โคเนีย.....	3
2.2 สารตัวเติมและสารละลายเชื่อมประสาน.....	7
2.2.1 แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Calcium dihydrogenphosphate).....	7
2.2.2 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly vinyl alcohol).....	9
2.3 กระบวนการขึ้นรูปเซรามิกเซอร์โคเนีย.....	10
2.4 กระบวนการเผาผนึก .....	11
2.4.1 การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง .....	11
2.4.2 การเผาผนึกแบบเฟสของเหลว .....	13
2.5 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14

บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	22
3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง .....	22
3.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง .....	23
3.2.1 วัสดุอุปกรณ์ .....	23
3.2.2 เครื่องมือสำหรับการขึ้นรูปชิ้นงาน .....	23
3.3 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย .....	24
3.4 แผนผังการทดลอง .....	26
3.5 เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์สมบัติของชิ้นงาน .....	27
3.5.1 การวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส .....	27
3.5.2 การวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมี .....	27
3.5.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาค.....	28
3.5.4 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค.....	29
3.5.5 การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏ .....	30
3.5.6 การทดสอบค่าความหนาแน่น.....	31
3.5.7 การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียว .....	31
3.5.8 การทดสอบค่าความต้านทานแรงดัด .....	32
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานวิจัย.....	34
4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย.....	34
4.1.1 ผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส และองค์ประกอบทางเคมี .....	34
4.1.2 ผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาค .....	35
4.1.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาค .....	38
4.2 ผลการทดสอบสมบัติของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย.....	40
4.2.1 ผลการทดสอบค่าความหนาแน่น.....	40
4.2.2 ผลการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏ.....	42



4.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย .....	47
4.2.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย .....	52
4.2.5 ผลการทดสอบค่าความต้านทานแรงดัด ค่าความแข็ง และค่าความเหนียว .....	55
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ .....	58
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	58
5.1.1 ผลของการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง .....	58
5.1.2 ผลของการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว .....	58
5.2 ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม .....	59
บรรณานุกรม.....	60
ภาคผนวก.....	64
ภาคผนวก ก อุปกรณ์การทดลอง.....	64
ภาคผนวก ข ผลการทดลอง.....	66
ประวัติผู้เขียน.....	69

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 รายละเอียดชื่อและที่มาของวัตถุดิบและสารเคมี.....	22
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของเศษเจียรระโนควิบิกเซอร์โคเนีย.....	35
ตารางที่ 4.2 การกระจายขนาดของผงตัวอย่างเศษเจียรระโนควิบิกเซอร์โคเนีย .....	36
ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	50
ตารางที่ 4.4 ขนาดเกรนเฉลี่ยของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ที่ผ่านการบดผสมสารตัวเติม แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaP) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง.....	52
ตารางที่ 4.5 ค่าความต้านทานแรงดัด ค่าความแข็ง และค่าความเหนียว.....	56
ตารางที่ ข.1 ค่าความถ่วงจำเพาะของเศษเจียรระโนควิบิกเซอร์โคเนีย (Specific gravity) โดยการใช้ Pycnometer.....	66
ตารางที่ ข.2 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (Bulk density) ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส .....	66
ตารางที่ ข.3 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส .....	67
ตารางที่ ข.4 ค่าความพรุนตัวปรากฏ (Apparent porosity) ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส .....	68

## สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 การเปลี่ยนแปลงทางเฟส (Phase transformation) ของ Zirconia .....	4
รูปที่ 2.2 การเปลี่ยนแปลงปริมาณของเฟสโมโนคลินิกและเตตระโกนอลของเซอร์โคเนียบริสุทธิ์เมื่อระบบเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ .....	5
รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของ Ytria Stabilized Zirconia (YSZ).....	5
รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางจุลภาคของเซอร์โคเนีย (a) zirconia toughened alumina, (b) Mg partially stabilized zirconia และ (c) Y stabilized tetragonal zirconia polycrystal .....	6
รูปที่ 2.5 ตัวอย่างสีของควิบิกเซอร์โคเนียผลึกเดี่ยว .....	7
รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางโมเลกุลของแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต .....	7
รูปที่ 2.7 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ CaO และ P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	8
รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางโมเลกุลของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ .....	9
รูปที่ 2.9 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ที่ปริมาณ PVA ที่แตกต่างกัน .....	10
รูปที่ 2.10 ขั้นตอนในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial die pressing).....	11
รูปที่ 2.11 ภาพจำลองกลไกการถ่ายโอนสสารของอนุภาค (Matter transported) .....	12
รูปที่ 2.12 แผนผังแสดงกระบวนการขยายขนาดและกระบวนการเชื่อมแน่นของอนุภาค .....	12
รูปที่ 2.13 ขั้นตอนกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว (Liquid phase sintering) .....	14
รูปที่ 2.14 โครงสร้างทางจุลภาคของผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการที่แตกต่างกัน (a) TZ-8Y (Hydrolysis), (b) MELox 8Y (Chemical precipitation) และ (c) YSZ-HT (Liquid phase method).....	15
รูปที่ 2.15 ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุตัวอย่างแต่ละชนิดที่อุณหภูมิการเผาผนึกต่าง ๆ..	15
รูปที่ 2.16 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์จากการขึ้นรูปชิ้นงานด้วย เทคนิค Uniaxially Hydraulic Pressing .....	16
รูปที่ 2.17 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์จากการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิค CIP (DP) .....	16

รูปที่ 2.18 โครงสร้างทางจุลภาค (a-c) ชั้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้เติมสารตัวเติม (d-f) ชั้นงานอะลูมินาที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (g-i) ชั้นงานอะลูมินาเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก..... 17

รูปที่ 2.19 (a) องค์ประกอบทางเฟสของชั้นงานตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก ที่แสดงการเกิดเฟสควิบิกและเฟสเตตระโกนอลของเซอร์โคเนีย และ (b) ภาพขยายตำแหน่ง 2-theta ที่ 28 - 32, 33 - 38 และ 70 - 78 องศา..... 18

รูปที่ 2.20 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $ZrO_2 - Y_2O_3$  ..... 19

รูปที่ 2.21 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - CaO - P_2O_5$ ..... 20

รูปที่ 2.22 ค่าความจุความร้อนของ Zirconia ( $ZrO_2$ ) (a) ช่วงอุณหภูมิ 0 - 350 เคลวิน และ (b) ช่วงอุณหภูมิ 0 - 1000 เคลวิน ..... 21

รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมชั้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ..... 26

รูปที่ 3.2 (a) เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) และ (b) เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer ..... 27

รูปที่ 3.3 หลักการวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิคการกระเจิงของแสงเลเซอร์ (Laser light scattering)..... 28

รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (Dynamic laser light scattering)..... 28

รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... 29

รูปที่ 3.6 (a) เครื่องทำระบบสุญญากาศ และ (b) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัลไฟฟ้า สำหรับการทดสอบอาร์คิมิดีส..... 30

รูปที่ 3.7 ลักษณะของรอยกดและรอยแตกจากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส..... 32

รูปที่ 3.8 เทคนิคการทดสอบความต้านทานแรงดัดด้วยเครื่อง 3-point bending machine..... 33

รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย..... 34

รูปที่ 4.2 ภาพขยายองค์ประกอบทางเฟสของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนียในตำแหน่ง 2-theta ที่ (a) 28 - 32 องศา และ (b) 33 - 38 องศา..... 35

รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย ..... 36

รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ ..... 37

รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง..... 38

รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบด เป็นเวลา 48 ชั่วโมง..... 38

รูปที่ 4.7 โครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกำลังขยาย 2000 เท่า ของ (a) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนีย (b) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ (c) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนีย ที่ผ่านการบด 24 ชั่วโมง และ (d) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบด 48 ชั่วโมง ..... 39

รูปที่ 4.8 โครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกำลังขยาย 2000 เท่า ของเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการบดผสมเป็นเวลา (a-b) 24 ชั่วโมง และ (c-d) 48 ชั่วโมง ..... 40

รูปที่ 4.9 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบ สถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง ..... 41

รูปที่ 4.10 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง..... 42

รูปที่ 4.11 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบ สถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง ..... 43

รูปที่ 4.12 ค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบ สถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง..... 44

รูปที่ 4.13 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง..... 45

รูปที่ 4.14 ค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียม ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง..... 46
- รูปที่ 4.15 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย ที่ผ่านการเผาผนึกแบบ สถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 2000 และ 5000 เท่า ของ (a) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ (b) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (c) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ..... 48
- รูปที่ 4.16 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่เปรียบเทียบกับอัตราส่วนของ การผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ผ่านการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และ ผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ของ (a) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย (b) การบด ผสมสารตัวเติม CaP ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (c) การบดผสมสารตัวเติม CaP ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ..... 49
- รูปที่ 4.17 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมสารตัวเติม แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaP) ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (a-b) 1 ชั่วโมง (c-d) 2 ชั่วโมง และ (e-f) 4 ชั่วโมง ..... 51
- รูปที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสม สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 53
- รูปที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสม สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่าน การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง..... 54
- รูปที่ 4.20 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - P_2O_5$  <sup>[42]</sup> ..... 55
- รูปที่ 4.21 ลักษณะของรอยกุดและรอยแตกจากเทคนิคการกัดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส ด้วยกำลังขยาย 5 เท่า ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกแบบ สถานะของแข็งที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และ ผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ..... 57
- รูปที่ 4.22 ลักษณะของรอยกุดและรอยแตกจากเทคนิคการกัดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส ด้วยกำลังขยาย 5 เท่า ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว ที่ผ่านการบด

ผสมสารตัวเติม CaP ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	57
รูปที่ ก.1 แม่พิมพ์ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (a) ลักษณะทรงกระบอกขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร และ (b) ลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมขนาด กว้าง 9.6 มิลลิเมตร ยาว 59.6 มิลลิเมตร.....	64
รูปที่ ก.2 เครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (Uniaxially hydraulic press).....	64
รูปที่ ก.3 เครื่องกลึงบด (Rotary Ball milling).....	65
รูปที่ ก.4 เครื่องกลั่นสารระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator).....	65



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เซอร์โคเนีย (Zirconia,  $ZrO_2$ ) เป็นหนึ่งในวัสดุเซรามิกที่มีความสำคัญ เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีค่าการนำความร้อนต่ำ มีค่าคงที่ Dielectric สูง มีความเหนียวสูง เป็นวัสดุที่เฉื่อยต่อสารเคมี และสามารถทนการกัดกร่อนได้ดี จึงส่งผลให้วัสดุนี้มีสมบัติที่ดีในหลากหลายด้าน ไม่ว่าจะเป็นสมบัติทางความร้อน (Thermal properties) สมบัติการเป็นฉนวนไฟฟ้า (Dielectric properties) สมบัติทางกล (Mechanical properties) สมบัติทางเคมี (Chemical properties) และสมบัติความสามารถในการเข้ากันได้กับร่างกายของมนุษย์ (Biocompatibility) จึงนิยมนำมาประยุกต์ใช้ในงานต่าง ๆ มากมาย เช่น การประยุกต์ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็งอุณหภูมิสูง (High Temperature Fuel Cells) การใช้เป็นกลไกเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุเซรามิก (Ceramics Toughening) การนำมาใช้เป็นกระดูกเทียม (Bone Prosthetics) โดยเซอร์โคเนียจะเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกหลัก 3 ชนิดที่มีความเสถียรแตกต่างกันในแต่ละช่วงอุณหภูมิ ได้แก่ โครงสร้างโมโนคลินิก (Monoclinic) ที่มีความเสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1170 องศาเซลเซียส โครงสร้างเตตระโกนอล (Tetragonal) ที่มีความเสถียรที่ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1170-2370 องศาเซลเซียส และโครงสร้างคิวบิก (Cubic) ที่มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูงกว่า 2370-2680 องศาเซลเซียส ในสภาวะความดันปกติ<sup>[1]</sup> ซึ่งโครงสร้างคิวบิกนั้นเป็นโครงสร้างที่มีระบบผลึกแบบ Isometric จึงเป็นโครงสร้างที่มีสมบัติที่ดีในหลากหลายด้าน แต่เนื่องด้วยข้อจำกัดของโครงสร้างที่มีความเสถียรในสภาวะที่อุณหภูมิสูง จึงจำเป็นที่ทำให้เกิดการพัฒนาสังเคราะห์วัสดุชนิดนี้ขึ้นโดยการเติมองค์ประกอบออกไซด์เพื่อสร้างช่องว่างของออกซิเจนภายในโครงสร้างของผลึก เพื่อทำให้โครงสร้างผลึกแบบคิวบิกของเซอร์โคเนียนั้นเกิดการแพร่ของช่องว่างออกซิเจน (Oxygen vacancy diffusion) ในโครงสร้างระดับจุลภาคของสารประกอบเซอร์โคเนีย เพื่อให้สามารถคงอยู่และมีความเสถียรได้ในสภาวะอุณหภูมิห้อง<sup>[2]</sup> ซึ่งการคงอยู่และความเสถียรของโครงสร้างนั้นจะขึ้นกับปริมาณของสารออกไซด์ที่เติมลงในโครงสร้าง โดยส่วนใหญ่จะนิยมสังเคราะห์ขึ้นโดยการเติมองค์ประกอบของ Yttrium oxide ( $Y_2O_3$ ) หรือที่รู้จักกันในชื่อของ Yttria Stabilized Zirconia

ปัจจุบันอุตสาหกรรมการเจียระไนคิวบิกเซอร์โคเนียชนิดผลึกเดี่ยวที่ตั้งอยู่ในประเทศไทยมีเศษผงจากการเจียระไนเป็นปริมาณมากหลายร้อยตันถูกทิ้งอย่างสูญเปล่า เพื่อลดปัญหาความสูญเปล่าที่เกิดขึ้นนั้น จึงมีความสนใจที่จะนำวัสดุดังกล่าวกลับมาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยทำการศึกษาวิจัยการนำเศษผงเจียระไนคิวบิกเซอร์โคเนียมาทำให้มีความสะอาดบริสุทธิ์ และนำไปขึ้น



รูปเป็นวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีความหนาแน่น และความแข็งแรงสูง เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่สามารถนำไปใช้งานในด้านอื่น ๆ ต่อไปได้ เช่น การนำไปผลิตเป็นโถงบดสารเซรามิกเซอร์โคเนีย เพื่อให้สามารถนำเศษวัสดุชนิดนี้กลับไปใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด และทำการศึกษาผลของการเติมสารประกอบกลุ่มฟอสเฟตที่มีสมบัติการละลายน้ำที่ดี และมีจุดหลอมเหลวต่ำที่จะมาเป็นตัวช่วยในการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว เพื่อลดพลังงานและอุณหภูมิในการเผาผนึก แต่ยังคงความสามารถในการเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงานในกระบวนการเผาผนึก

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาและพัฒนากระบวนการผลิตเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียและผลของสารตัวเติมช่วยเผาผนึกต่อสมบัติต่าง ๆ

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษาผลของเวลาในการบดลดขนาดอนุภาค และเวลาที่ใช้ในการเผาผนึก ที่มีผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน
- 2) ศึกษาผลของการเติมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่ช่วยในการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว
- 3) ศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงาน ได้แก่ ความหนาแน่น ปริมาณการดูดซึมน้ำ ความพรุนตัว องค์ประกอบทางเฟส องค์ประกอบทางเคมี ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากเศษเจียรไนที่มีความหนาแน่น และความแข็งแรงสูง

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

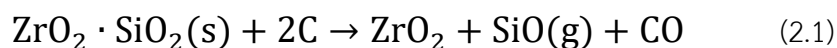
#### 2.1 เซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนีย หรือ เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ ( $ZrO_2$ ) คือออกไซด์ของโลหะเซอร์โคเนียม ที่สามารถพบได้ในแร่ธรรมชาติทั่วไป มักพบอยู่ในหินอัคนี เช่น หินชีสต์ (schist) หินไนส์ (gneiss) หินแกรนิต (granites) และ หินไซยาไนต์ (syenite) ต่อมาในปี 1892 ในการสำรวจแหล่งแร่ค้นพบว่า แร่ baddeleyite มีองค์ประกอบของเซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 80 - 98 เป็นแร่ที่มีสิ่งเจือปนประกอบไปด้วยผลึกขนาดเล็กของซิลิกาและเหล็ก อีกทั้งเซอร์โคเนียยังสามารถพบได้จากเซอร์คอน หรือเซอร์โคเนียมอโทซิลิเกต ( $ZrSiO_4$ ) ที่สามารถพบได้ในทรายชายหาดในหลากหลายพื้นที่ทั่วโลก ในออกไซด์บริสุทธิ์มักพบองค์ประกอบของแฮฟเนีย หรือแฮฟเนียมออกไซด์ ( $HfO_2$ ) ในเฟสโมโนคลินิก (Monoclinic) จากกระบวนการตกตะกอนและกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal)

ในประเทศไทยมีการพบแร่เซอร์คอนส่วนใหญ่เป็นแร่พลอยในบริเวณการทำเหมืองแร่ดีบุกในจังหวัดภูเก็ต พังงา ระนอง และกาญจนบุรี แต่การพบแร่เซอร์คอนโดยตรงที่เพียง 2 แหล่งคือ เหมืองที่จังหวัดประจวบคีรีขันธ์ และบางปี<sup>[3]</sup>

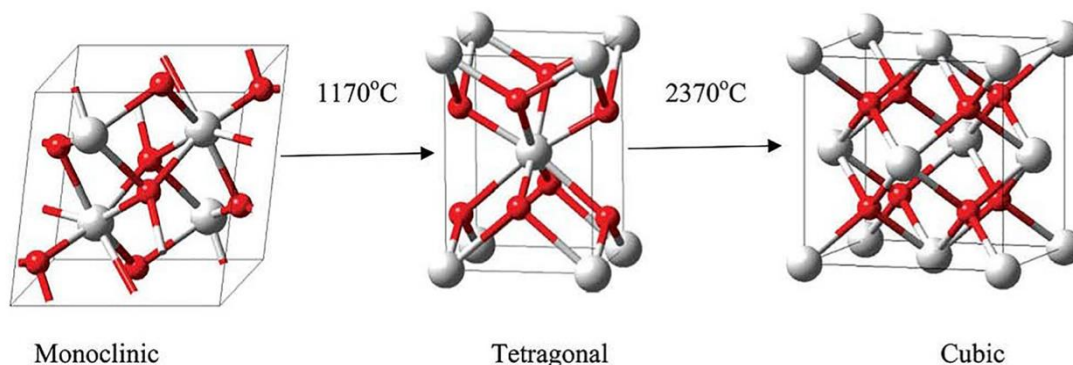
การสังเคราะห์เซอร์โคเนียสามารถทำได้โดยการแยกองค์ประกอบของซิลิกาออกจากแร่เซอร์คอนด้วยกระบวนการทางเคมีหรือกระบวนการทางความร้อน วิธีที่นิยมที่สุดในการสังเคราะห์เซอร์โคเนียคือการอาร์คด้วยไฟฟ้าในเตาอาร์ค โดยการนำผงแร่เซอร์คอนผสมกับถ่านโค้ก และให้ความร้อนอุณหภูมิสูงกว่า 2000 องศาเซลเซียส เพื่อให้ซิลิกาเกิดการแยกตัวออกจากเซอร์คอนและเข้าทำปฏิกิริยากับถ่านโค้ก เกิดเป็นแก๊สซิลิคอนมอนออกไซด์ ( $SiO$ ) ดังสมการที่ 2.1

ที่อุณหภูมิ 2000 องศาเซลเซียส

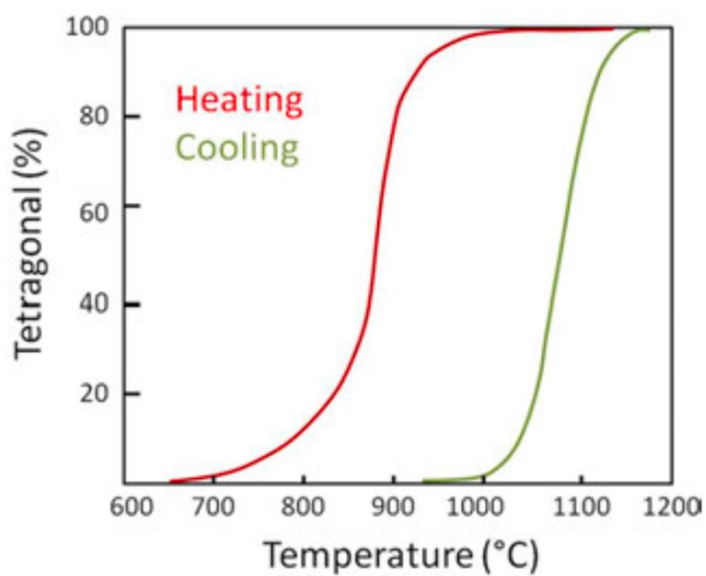


โดยเฟสโมโนคลินิกของเซอร์โคเนียจะมีความเสถียรที่สภาวะอุณหภูมิห้อง แต่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างเป็นเฟสเตตระโกนอล (Tetragonal) ได้หากระบบถูกให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิที่สูงมากกว่า 1170 องศาเซลเซียส และเมื่อระบบถูกให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 2370 องศาเซลเซียส โครงสร้างจะเกิดการเปลี่ยนแปลงสู่เฟสคิวบิก (Cubic) ที่มีระบบโครงสร้างผลึกแบบสมมาตร ดังรูปที่ 2.1 จึงทำให้การใช้งานเซอร์โคเนียบริสุทธิ์มีข้อควรระวังเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลง

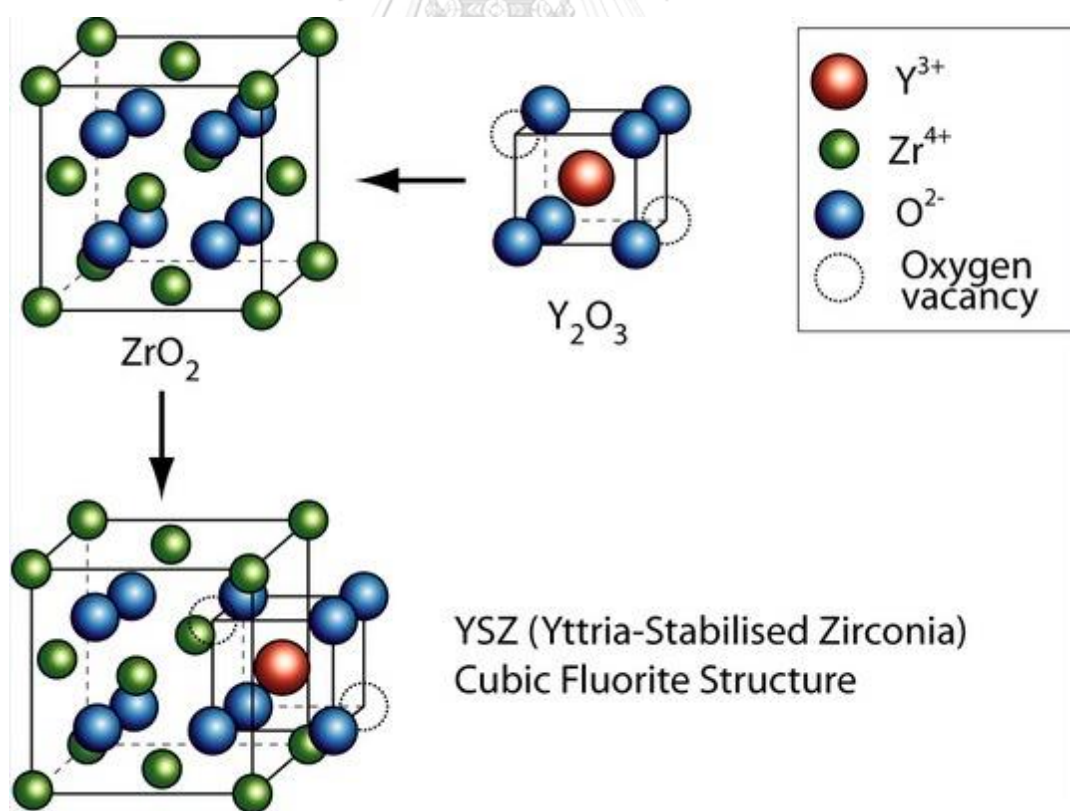
ของเฟสโมโนคลินิกและเตตระโกนอลที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาณประมาณร้อยละ 4 - 5 ดังรูปที่ 2.2 และนำไปสู่การเกิดความเสียหายกับชิ้นงาน การนำเซอร์โคเนียมาใช้ในงานด้านต่าง ๆ จึงนิยมทำการเติมองค์ประกอบจำพวกออกไซด์ ยกตัวอย่างเช่น MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> หรือออกไซด์อื่น ๆ เข้าไปในโครงสร้างของเซอร์โคเนีย โดยมีจุดประสงค์เพื่อทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียเกิดความเสถียรจากการที่ไอออนของโลหะในองค์ประกอบของออกไซด์จะเกิดการเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของไอออนเดิมในโครงสร้างเซอร์โคเนียและทำให้เกิดช่องว่างของออกซิเจน (Oxygen vacancy) ขึ้นในระบบ ดังสมการที่ 2.2 และรูปที่ 2.3 ซึ่งช่องว่างของออกซิเจนจะส่งผลทำให้เกิดกลไกการแพร่ของช่องว่างออกซิเจน (Oxygen vacancy diffusion) และทำให้โครงสร้างเกิดความเสถียรและสามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างของเฟสโมโนคลินิกและเตตระโกนอลที่อาจจะส่งผลให้ชิ้นงานได้รับความเสียหายจากการขยายตัวของโครงสร้างเมื่อชิ้นงานอยู่ในสภาวะที่เย็นตัวลงสู่อุณหภูมิห้อง<sup>[4]</sup> ซึ่งการเจือสารตัวเติมแต่ละชนิดลงในโครงสร้างของเซอร์โคเนียนั้นก็จะส่งผลทำให้โครงสร้างทางจุลภาคแตกต่างกันตามชนิดของสารตัวเติม ดังรูปที่ 2.4



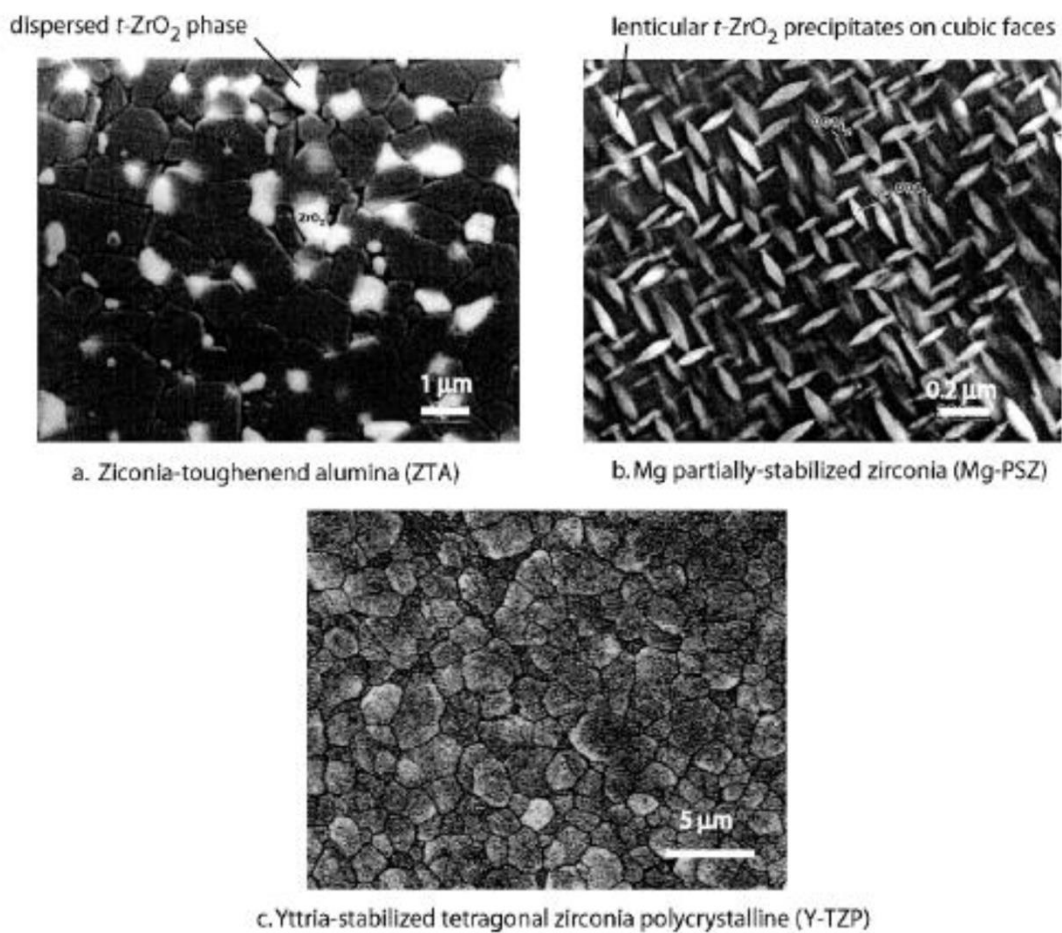
รูปที่ 2.1 การเปลี่ยนแปลงทางเฟส (Phase transformation) ของ Zirconia<sup>[5]</sup>



รูปที่ 2.2 การเปลี่ยนแปลงปริมาณของเฟสโมโนคลินิกและเตตระโกนอลของเซอร์โคเนียบริสุทธิ์เมื่อระบบเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ<sup>[4]</sup>



รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของ Yttria Stabilized Zirconia (YSZ)<sup>[6]</sup>



รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางจุลภาคของเซอร์โคเนีย (a) zirconia toughened alumina, (b) Mg partially stabilized zirconia และ (c) Y stabilized tetragonal zirconia polycrystal<sup>[7]</sup>

โดยเศษเจี๋ยระไนคิวบิกเซอร์โคเนียในงานวิจัยนี้ได้รับการอนุเคราะห์มาจากโรงงานเจี๋ยระไนคิวบิกเซอร์โคเนีย ของบริษัท สวารอฟสกี เจมสโตนส์ (ประเทศไทย) จำกัด ซึ่งเป็นเศษเจี๋ยระไนที่ได้จากผลึกเดี่ยวของคิวบิกเซอร์โคเนียที่ทำการสังเคราะห์ปลูกผลึกขึ้น และได้รับการยอมรับว่าเป็นเพชรสังเคราะห์ที่เหมือนเพชรแท้แต่มีราคาที่ย่อมเยากว่า โดยการสังเคราะห์เพชรชนิดนี้สามารถทำให้เกิดสีได้ด้วยการเจือไอออนของธาตุเข้าไปในระบบ เพื่อให้เพชรสังเคราะห์เกิดสีที่แตกต่างกัน<sup>[7]</sup> ดังรูปที่

2.5

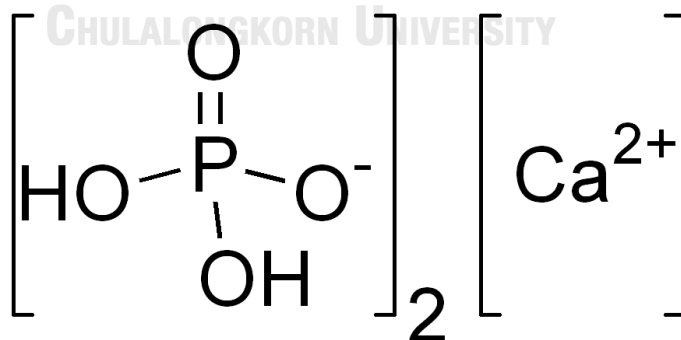


รูปที่ 2.5 ตัวอย่างสีของคิวบิกเซอร์โคเนียผลึกเดี่ยว<sup>[8]</sup>

## 2.2 สารตัวเติมและสารละลายเชื่อมประสาน

### 2.2.1 แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Calcium dihydrogenphosphate)

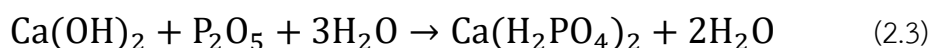
แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต หรือ โมโนแคลเซียมฟอสเฟต มีโครงสร้างผลึกแบบไตรคลินิก (triclinic) มีสูตรทางเคมีคือ  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  น้ำหนักโมเลกุล 252.09 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น  $2.22 \text{ g/cm}^3$  และเริ่มมีการสูญเสียน้ำในผลึกที่อุณหภูมิ 109 องศาเซลเซียส และมีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.6<sup>รูปที่ 2.6</sup> โครงสร้างทางโมเลกุลของแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต<sup>[9]</sup>



รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางโมเลกุลของแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต<sup>[9]</sup>

การสังเคราะห์แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตบริสุทธิ์สามารถทำได้โดยเทคนิคการตกผลึกจากสารละลายที่มีกรดฟอสฟอริกปริมาณมากจนเกินไป และเมื่อเกิดการตกตะกอนเป็นแคลเซียม

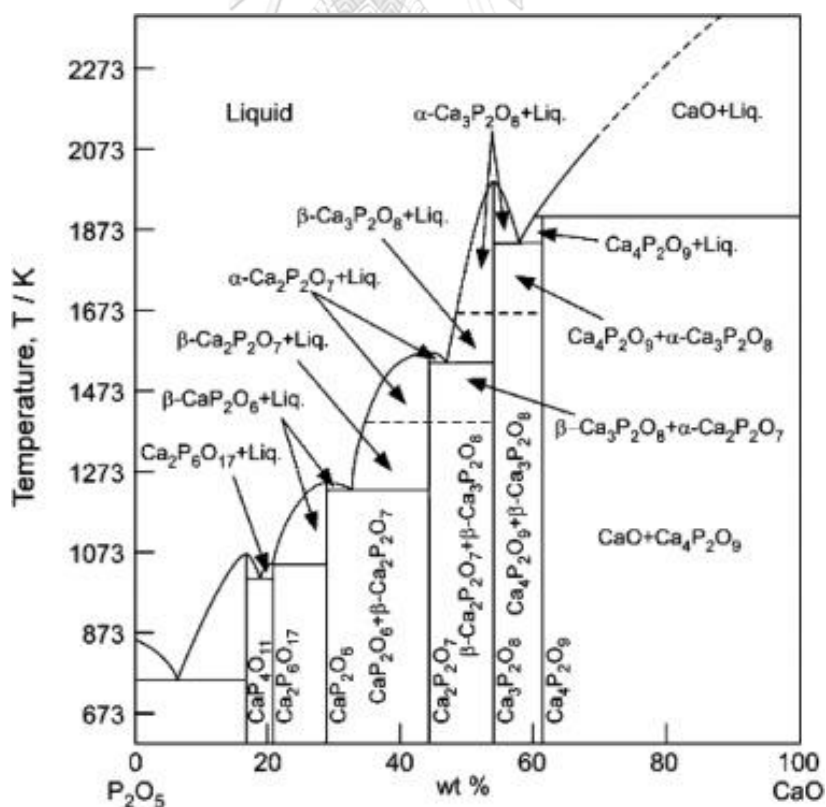
ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต จึงทำให้มีปริมาณของ  $P_2O_5$  ในสารละลายเพิ่มขึ้น โดยมีสมการทางเคมี ดังสมการที่ 2.3



โดยผลึกของแคลเซียมฟอสเฟตจะเกิดการก่อตัวจากปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส และในกระบวนการ post treatment ที่อุณหภูมิ 200 - 220 องศาเซลเซียส ผลึกจะเกิดเป็นชั้นเคลือบแก้วที่มีความเสถียรกับน้ำ (anhydrous coated calcium phosphate, ACCP)

โมโนแคลเซียมฟอสเฟตส่วนใหญ่จะถูกนำไปใช้เป็นปุ๋ยในงานด้านการเกษตร เป็นสารที่ช่วยให้ขึ้นฟู (leavening agent) ในอุตสาหกรรมอาหาร หรือการนำไปใช้เป็นสารหน่วงการก่อตัว (setting retarder) ของยิปซัมพลาสติกอร์<sup>[10]</sup>

ภายหลังจากการสูญเสียน้ำในโครงสร้างแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต เหลือเป็นโครงสร้างของ  $CaP_2O_6$  เมื่อเปรียบเทียบกับแผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $CaO - P_2O_5$ <sup>[11]</sup> ดังรูปที่ 2.7 พบว่า  $CaP_2O_6$  จะมีการเกิดเฟสของเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 1200 องศาเซลเซียส

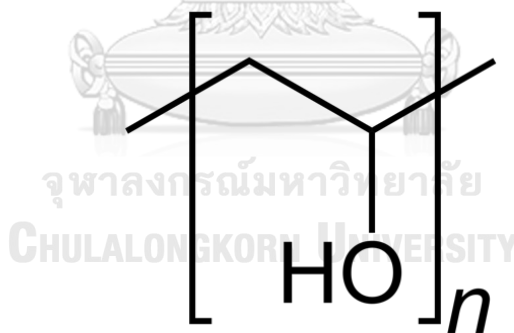


รูปที่ 2.7 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $CaO$  และ  $P_2O_5$ <sup>[11]</sup>

## 2.2.2 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly vinyl alcohol)

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ หรือ PVA มีสูตรโมเลกุล คือ  $C_2H_4O$  หรือ  $[-CH(OH)CH_2-]$  มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.8 มีลักษณะเป็นผงหรือแกรนูลสีขาวออกเหลือง โดยมีตัวแปรสำคัญที่มีอิทธิพลต่อสมบัติทางกายภาพคือปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ หรือพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization) และปฏิกิริยาที่น้ำเข้าไปสลายพันธะในโครงสร้าง หรือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) โดยส่วนใหญ่จะทำให้การแบ่งชนิดของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ออกเป็น 2 กลุ่ม จากระดับการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของหมู่ acetyl ในโครงสร้าง คือ ร้อยละ 98 โดยโมล และร้อยละ 87 - 89 โดยโมล โดยทั้ง 2 กลุ่ม จะมีระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันตั้งแต่ 500 ถึง 2500

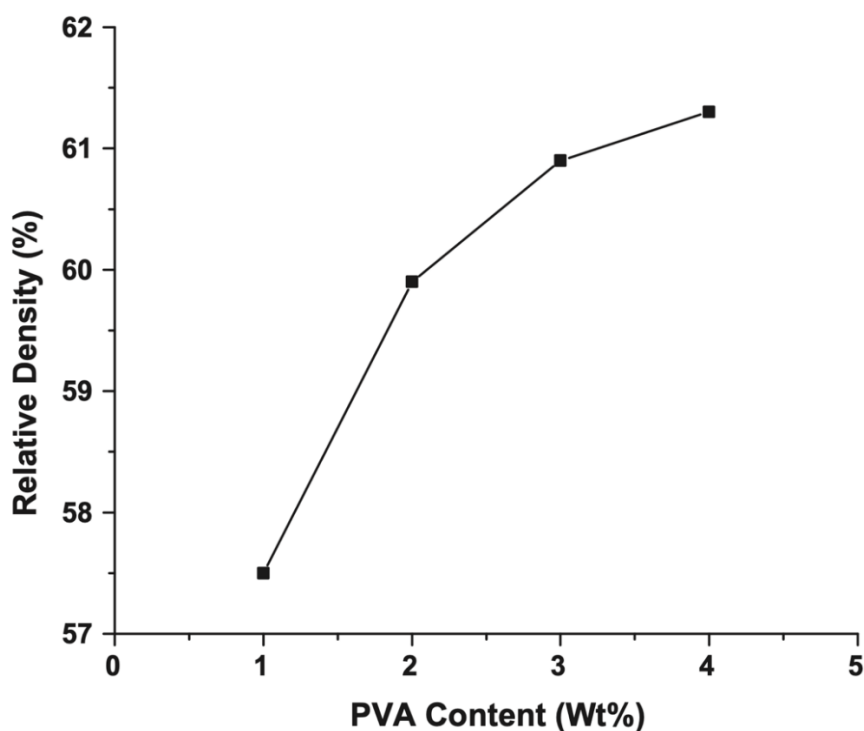
จุดหลอมเหลว (Melting point) และอุณหภูมิสภาพแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) ของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ไม่เพียงขึ้นอยู่กับปริมาณและการกระจายตัวของหมู่ acetyl แต่ยังมีปัจจัยในเรื่องของการจัดเรียงตัวของหมู่แทนที่ในโมเลกุลของพอลิเมอร์ (Tacticity) และปริมาณของน้ำในโครงสร้างเข้ามาเกี่ยวข้อง โดยจะพบว่าพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ถูกสลายพันธะอย่างสมบูรณ์ (Fully saponified) จะมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 228 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิ  $T_g$  เท่ากับ 85 องศาเซลเซียส<sup>[12-14]</sup>



รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางโมเลกุลของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์<sup>[15]</sup>

จากการศึกษาของ Nampi และคณะ<sup>[16]</sup> พบว่าการใช้ Poly vinyl alcohol (PVA) เป็นตัวเชื่อมประสาน (binder) ในการขึ้นรูปอนุภาคอะลูมินาด้วยเทคนิคการอัดแบบทิศทางเดียว ที่สามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสได้ ดังรูปที่ 2.9 แต่การใส่ปริมาณ PVA เข้าสู่ระบบมากเกินไปอาจทำให้อนุภาคเกิดการเกาะตัวกัน และส่งผลทำให้ความสามารถในการกระจายตัวต่ำลง ในการใช้ตัวเชื่อมประสานชนิดนี้ในปริมาณมาก จึงควรมีการใช้ร่วมกับสารหล่อลื่น (lubricant) เพื่อให้ลดการยึดติดกันของอนุภาค



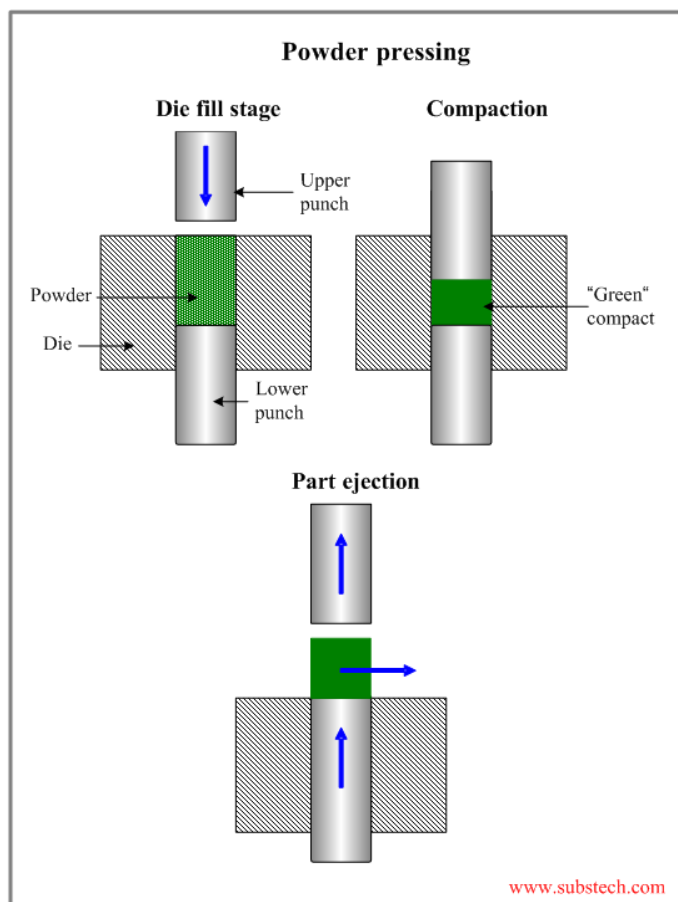


รูปที่ 2.9 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ที่ปริมาณ PVA ที่แตกต่างกัน<sup>[16]</sup>

### 2.3 กระบวนการขึ้นรูปเซรามิกเซอร์โคเนีย

กระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียในงานวิจัยนี้ ทำการขึ้นรูปโดยใช้เทคนิคการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial die pressing) ที่เป็นกระบวนการอัดผงวัสดุโดยใช้ความดันในทิศทางเดียวในการอัดผงวัสดุระหว่างหัวแม่พิมพ์ (Die) บน (Upper punch) และล่าง (lower punch) นิยมใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานที่ไม่มีความซับซ้อน โดยจะแบ่งขั้นตอนในการขึ้นรูปออกเป็น 3 ขั้นตอน ดังรูปที่ 2.10 ได้แก่

- 1) Die filling หรือ Die fill stage คือ การเติมผงวัสดุลงในช่องว่างของแม่พิมพ์
- 2) Compaction คือ การอัดผงวัสดุ โดยการที่หัวแม่พิมพ์ด้านบนกดอัดผงวัสดุลงมาด้วยความดันที่กำหนด
- 3) Green compact part ejection and removal คือ การนำชิ้นงานดิบ (Green body) ออกจากแม่พิมพ์



รูปที่ 2.10 ขั้นตอนในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว (Uniaxial die pressing)<sup>[17]</sup>

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

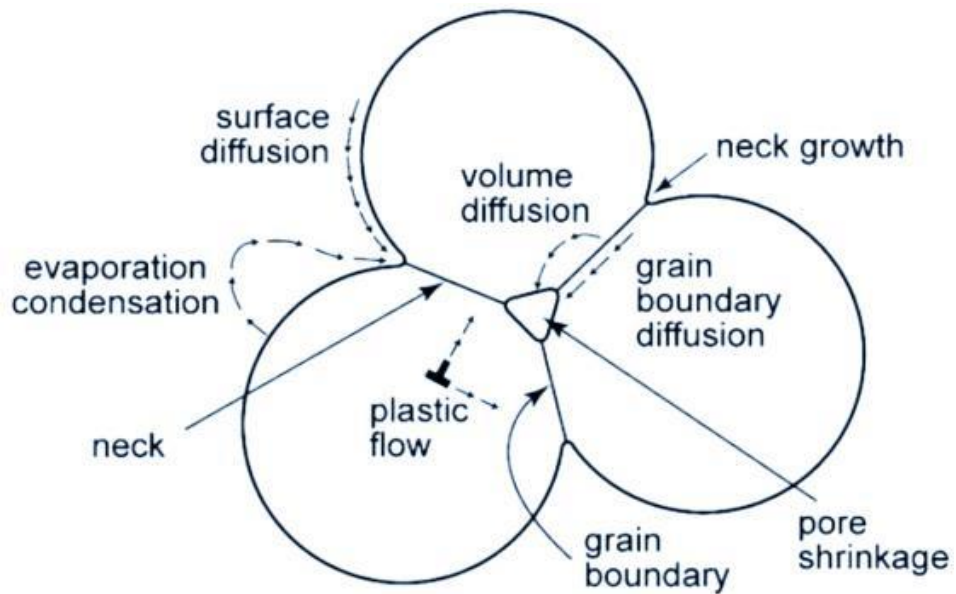
## 2.4 กระบวนการเผาผนึก

กระบวนการเผาผนึก (Sintering) แบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง (Solid - state sintering) และการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว (Liquid phase sintering) ดังนี้

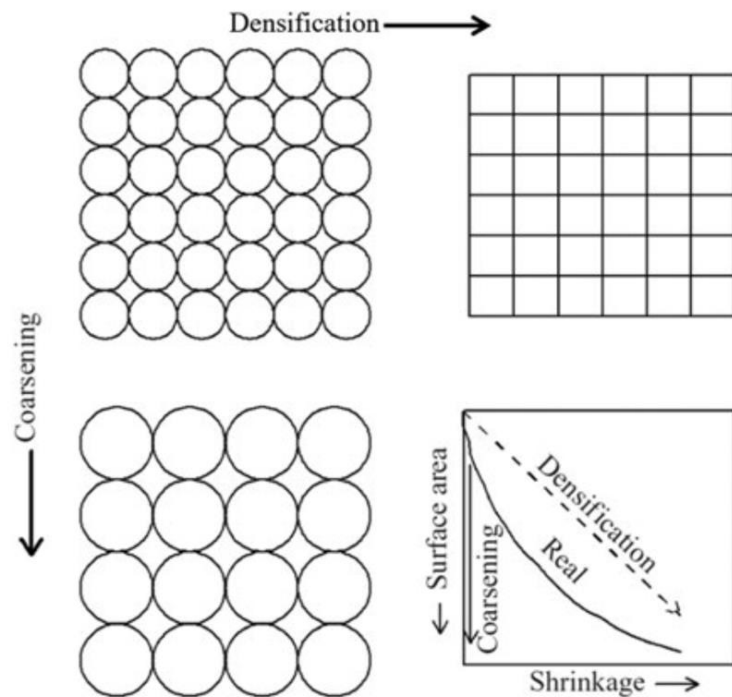
### 2.4.1 การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง

การเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง หรือ Solid - state sintering คือ การเชื่อมพันธะของอนุภาคและการเพิ่มความหนาแน่นให้กับอนุภาคด้วยกระบวนการทางความร้อนที่มีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของวัสดุ โดยแบ่งขั้นตอนการเผาผนึกออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ ช่วงต้น (Initial stage) ช่วงกลาง (intermediate stage) และช่วงสุดท้าย (final stage) โดยในช่วงต้นจะถูกจำลองให้เห็นภาพโดยง่ายด้วยอนุภาคทรงกลม ดังรูปที่ 2.11 โดยมีสมมติฐานพื้นฐานว่าสสารจะเกิดการถ่ายโอนจากพื้นที่ที่มีค่าความต่างศักย์ทางเคมีสูงไปยังพื้นที่ที่มีค่าความศักย์ทางเคมีต่ำกว่าดังลูกศรที่แสดงในรูป

ส่งผลทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น (Coarsening) และเกิดการเชื่อมแน่นที่ทำให้โครงสร้างมีความหนาแน่นเพิ่มสูงขึ้น (Densification) ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.11 ภาพจำลองกลไกการถ่ายโอนสสารของอนุภาค (Matter transported)<sup>[18]</sup>



รูปที่ 2.12 แผนผังแสดงกระบวนการขยายขนาดและกระบวนการเชื่อมแน่นของอนุภาค<sup>[19]</sup>

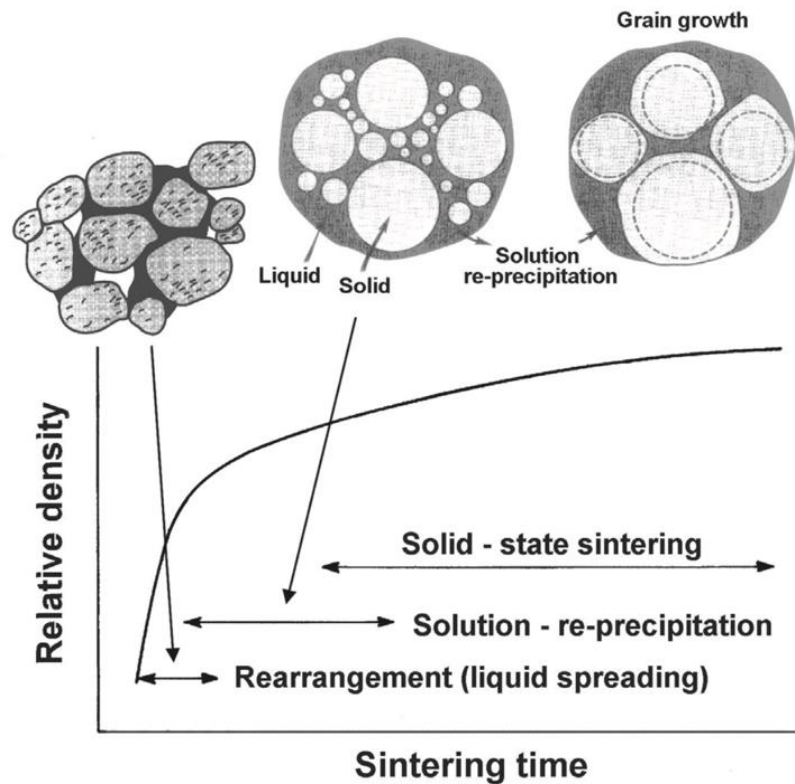
ในช่วงกลางของการเผาผนึกการโตของส่วนที่เชื่อมกันของอนุภาค หรือ neck growth จะเริ่มไล่โครงสร้างที่เป็นรูพรุนออกจากระบบตามรอยของขอบเกรนหรือส่วนรอยต่อของอนุภาค และส่งผลให้โครงสร้างเริ่มเกิดการหดตัว (Shrinkage)

ในช่วงสุดท้ายของกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง เมื่อโครงสร้างเกิดการหดตัวจนรูพรุนในบริเวณของขอบเกรนไม่สามารถถูกกำจัดออกจากระบบได้ รูพรุนที่เหลือในโครงสร้างก็จะถูกกักเอาไว้ในระบบ (Isolated pores) ในขั้นตอนนี้จึงควรคำนึงและเข้าใจถึงกระบวนการกำจัดรูพรุนออกจากโครงสร้างเพื่อให้ระบบสามารถกำจัดรูพรุนในโครงสร้างออกจากระบบให้สมบูรณ์<sup>[19]</sup>

#### 2.4.2 การเผาผนึกแบบเฟสของเหลว

การเผาผนึกแบบเฟสของเหลว หรือ Liquid phase sintering (LPS) คือ การเผาผนึกโดยใช้ข้อดีของของเหลวที่มีจุดหลอมเหลวต่ำมาช่วยเร่งกระบวนการเผาผนึก ซึ่งในระบบนี้จะมีเฟส 2 ชนิด คือ เฟสของอนุภาคและเฟสของของเหลว โดยเฟสของเหลวจะเกิดการหลอมไปเคลือบอยู่บนผิวของอนุภาค ซึ่งแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่ม คือ เฟสของเหลวที่อยู่เพียงชั่วคราวในขั้นตอนการเผาผนึกเริ่มต้น (Transient liquid phase sintering) และเฟสของเหลวที่เกิดการทำปฏิกิริยากับผิวของอนุภาคและเกิดเป็นสารประกอบใหม่คงไว้ในโครงสร้าง (Persistent liquid phase sintering)

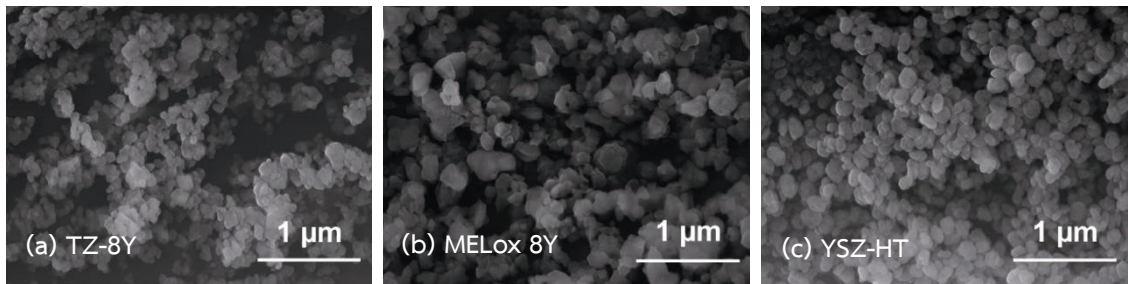
โดยขั้นตอนของกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวนั้น จะถูกแบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอนหลัก คือ การจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาค (Rearrangement), การตกผลึกใหม่ของสารละลาย (Solution reprecipitation) และการสร้างพันธะใหม่ของอนุภาคของแข็ง (Solid phase bonding หรือ Coalescence) ดังแสดงในรูปที่ 2.13<sup>[20]</sup>



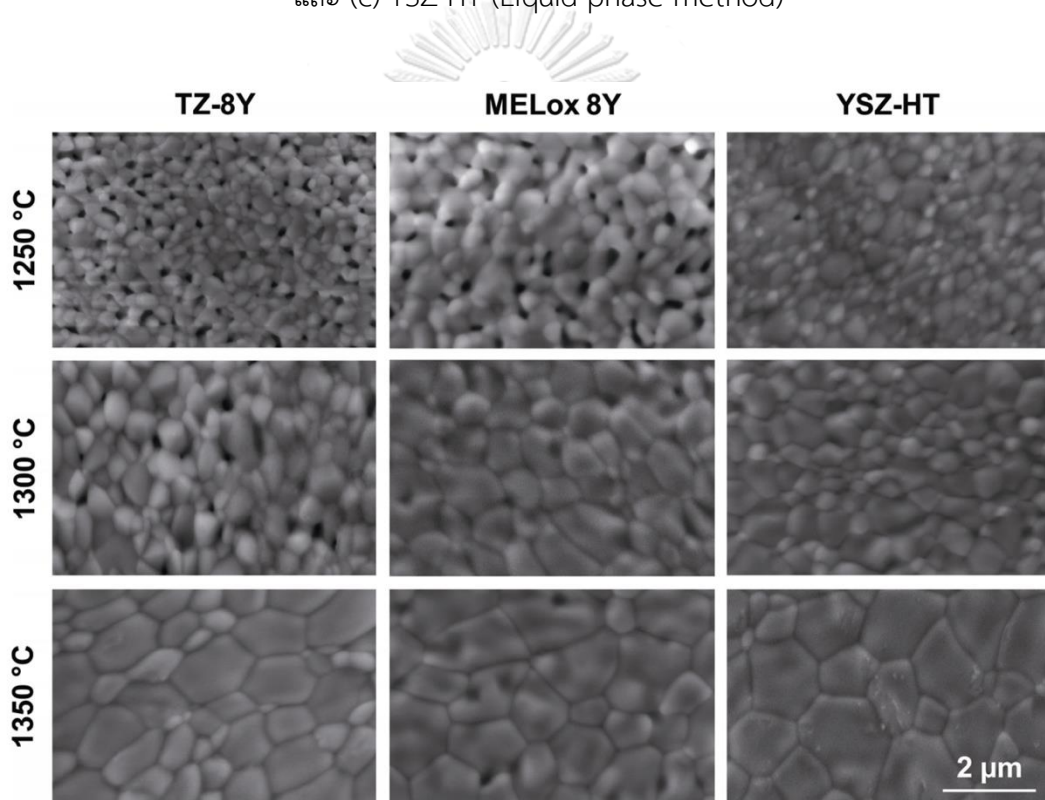
รูปที่ 2.13 ขั้นตอนกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว (Liquid phase sintering)<sup>[20]</sup>

## 2.5 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการศึกษางานวิจัยต่าง ๆ พบว่าในปัจจุบันการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนีย นั้น ส่วนใหญ่เป็นเพียงการศึกษาที่เตรียมขึ้นจากผง Yttria Stabilized Zirconia ทางการค้าที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการทางเคมีต่าง ๆ เช่น การศึกษาของ Panthi และคณะ<sup>[21]</sup> ที่ทำการศึกษาเปรียบเทียบคุณลักษณะและสมบัติของผงวัสดุ YSZ ที่มีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกัน แต่ได้มาจากการสังเคราะห์ขึ้นด้วยกระบวนการที่ต่างกัน 3 วิธี ได้แก่ Hydrolysis, Chemical precipitation และ Liquid phase method ซึ่งส่งผลทำให้ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคที่ได้จากแต่ละกระบวนการนั้นมีขนาดและรูปร่างที่ต่างกัน ดังรูปที่ 2.14 ทำให้สมบัติของชิ้นงานที่ได้ ในส่วนของความหนาแน่น ปริมาณรูพรุนภายใน โครงสร้างภายใน รวมไปถึงความแข็งแรงของชิ้นงานมีความแตกต่างกัน ดังรูปที่ 2.15



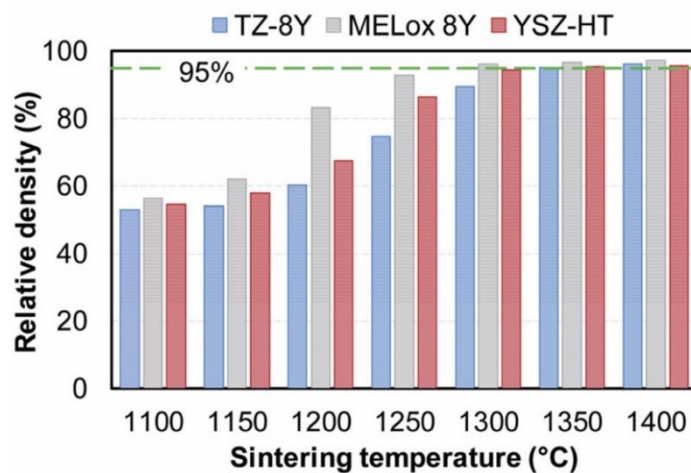
รูปที่ 2.14 โครงสร้างทางจุลภาคของผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการที่แตกต่างกัน  
 (a) TZ-8Y (Hydrolysis), (b) MELox 8Y (Chemical precipitation)  
 และ (c) YSZ-HT (Liquid phase method)<sup>[21]</sup>



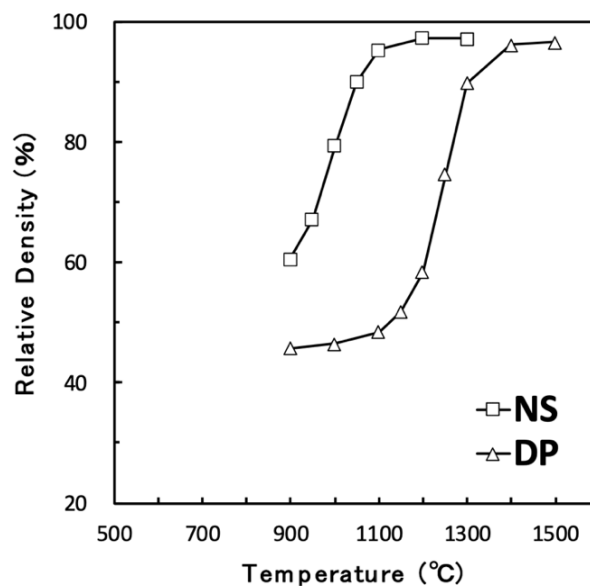
รูปที่ 2.15 ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุตัวอย่างแต่ละชนิดที่อุณหภูมิการเผาผนึกต่าง ๆ<sup>[21]</sup>

โดยในการศึกษาวิจัยนิยมใช้เทคนิคการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียด้วยวิธี Hydraulic Pressing ที่สามารถทำได้ง่าย ดังเช่น การศึกษาของ Panthi และคณะ และการศึกษาของ Uwanyuze และคณะ<sup>[22]</sup> ที่ทำการอัดขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิค Uniaxial hydraulic pressing และนำชิ้นงานไปผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 - 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 - 5 ชั่วโมง นอกเหนือจากการขึ้นรูปด้วยเทคนิค Hydraulic Pressing แล้ว ยังมีการศึกษาของ Yoshida

และคณะ<sup>[23]</sup> ที่ทำการอัดขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิค Cold isostatically pressing (CIP) โดยนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการอัดแบบ Die Pressing (DP) ก่อนนำมาเข้าสู่เทคนิคการอัดแบบ CIP และนำชิ้นงานตัวอย่างที่ได้ไปผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 900 - 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งจากการศึกษาเปรียบเทียบผลงานวิจัยของการขึ้นรูปทั้ง 2 วิธีนั้น ให้ผลการทดสอบสมบัติความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่มีค่าที่ใกล้เคียงกัน (มากกว่าร้อยละ 95) ดังรูปที่ 2.16 และรูปที่ 2.17

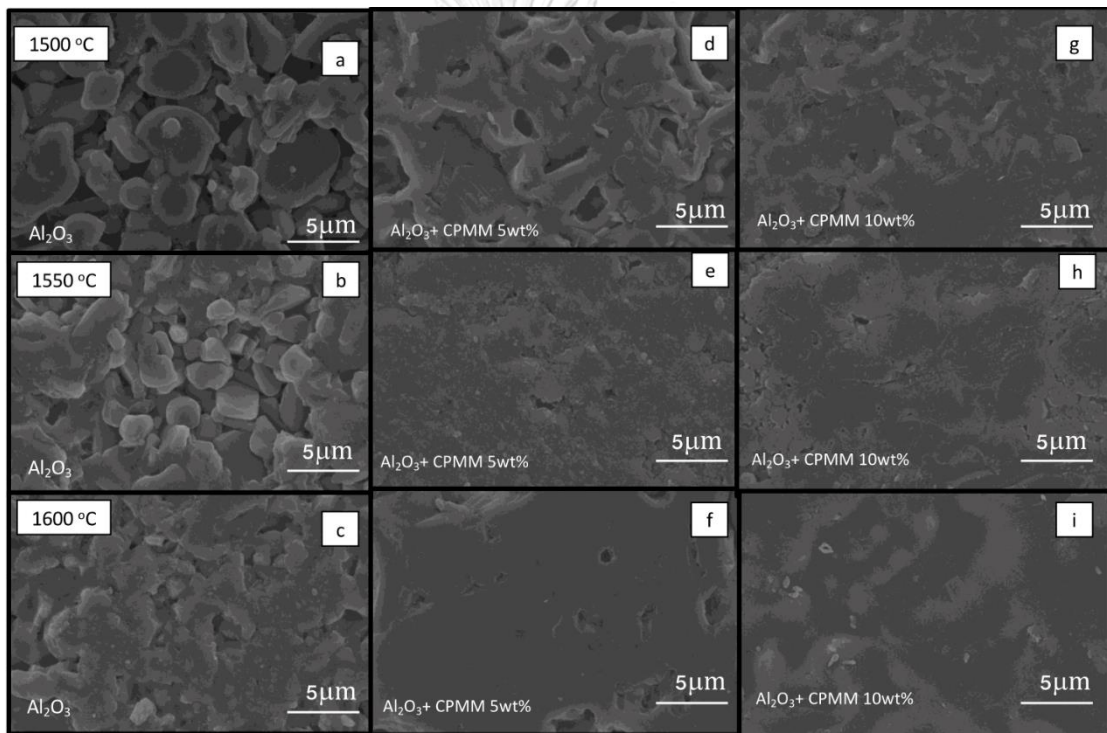


รูปที่ 2.16 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์จากการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิค Uniaxially Hydraulic Pressing<sup>[21]</sup>



รูปที่ 2.17 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์จากการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิค CIP (DP)<sup>[23]</sup>

จากการศึกษาการใช้สารตัวเติมที่มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวต่ำเพื่อช่วยในการทำให้โครงสร้างเกิดองค์ประกอบของเฟสของเหลว (Liquid phase) ในระหว่างการเผาที่ส่งผลทำให้ระบบเกิดเฟสของเหลวระหว่างอนุภาคที่ทำให้อนุภาคสามารถเกิดการจัดเรียงตัวใหม่และส่งผลทำให้โครงสร้างสามารถเพิ่มความหนาแน่นสูงได้ในอุณหภูมิที่ต่ำลง ซึ่งงานวิจัยของ ชญานิชญ์<sup>[24]</sup> พบว่าสารตัวเติมกลุ่มฟอสเฟต เช่น กรดฟอสฟอริก สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตบางตัวมีสมบัติการละลายน้ำที่ดี ที่สามารถทำให้โครงสร้างของวัสดุเกิดเฟสของเหลวในขณะการเผานี้กเนื่องจากจุดหลอมเหลวที่ต่ำของสารตัวเติม และเป็นสารตัวเติมที่สามารถบดผสมกับผงวัสดุให้มีความเข้ากันได้ง่ายและสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.18

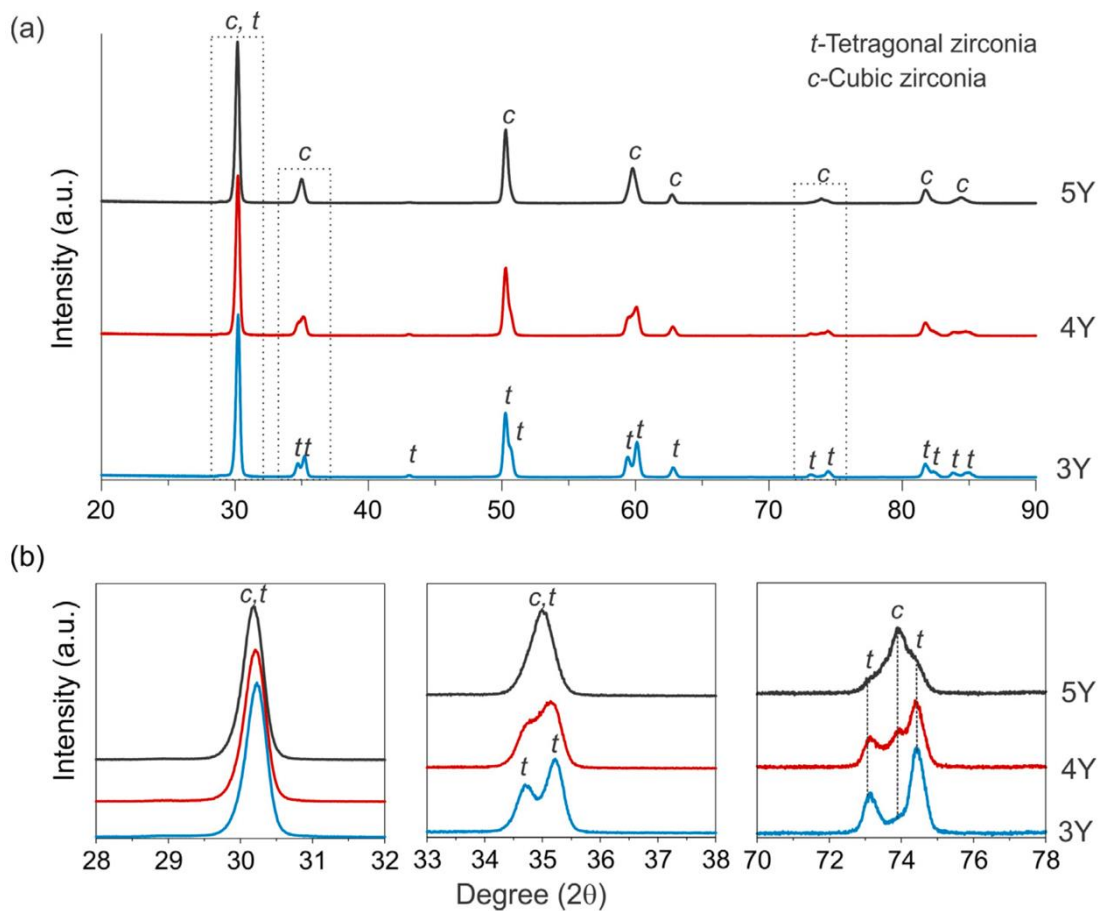


รูปที่ 2.18 โครงสร้างทางจุลภาค (a-c) ชิ้นงานอะลูมินาที่ไม่ได้เติมสารตัวเติม (d-f) ชิ้นงานอะลูมินาที่เติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (g-i) ชิ้นงานอะลูมินาเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนเบสิกโมโนไฮเดรตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก<sup>[24]</sup>

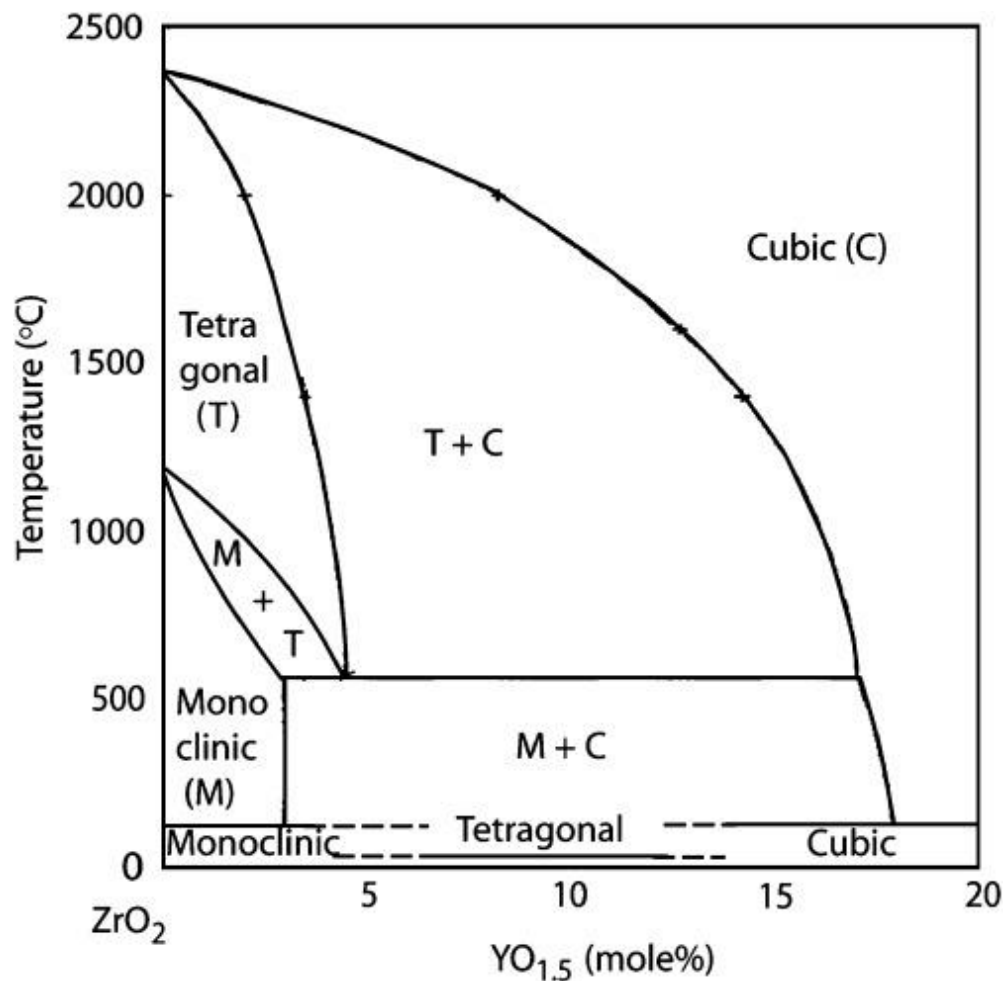
จากการศึกษาของ Zhang และคณะ<sup>[25]</sup> ที่ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการขึ้นรูปจากผงเซอร์โคเนียทางการค้าที่มีปริมาณของอิทเทรียเพิ่มความเสถียรให้กับเฟสในโครงสร้างของเซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 3, 4 และ 5 โดยโมล และผ่านการเผานี้กที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ามีการเกิดขึ้นร่วมกันของเฟส



คิวบิกและเตตระโกนอลของเซอร์โคเนียในพีคตำแหน่ง 2-theta ที่ 28 - 32, 33 - 38 และ 70 - 78 องศา ดังรูปที่ 2.19 และเมื่อสังเกตเปรียบเทียบของค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่างที่มีปริมาณอิตเทรียร้อยละ 5 และ 3 โดยโมล จะพบว่าปริมาณของอิตเทรียที่เพิ่มขึ้นในระบบนั้นสามารถเพิ่มความเสถียรและมีปริมาณของเฟสคิวบิกมากขึ้น และทำให้องค์ประกอบของเฟสเตตระโกนอลมีปริมาณน้อยลง ซึ่งสอดคล้องกับเฟสไดอะแกรมของระบบ  $ZrO_2 - Y_2O_3$  จากการศึกษาของ Witz และคณะ<sup>[26]</sup> ดังรูปที่ 2.20

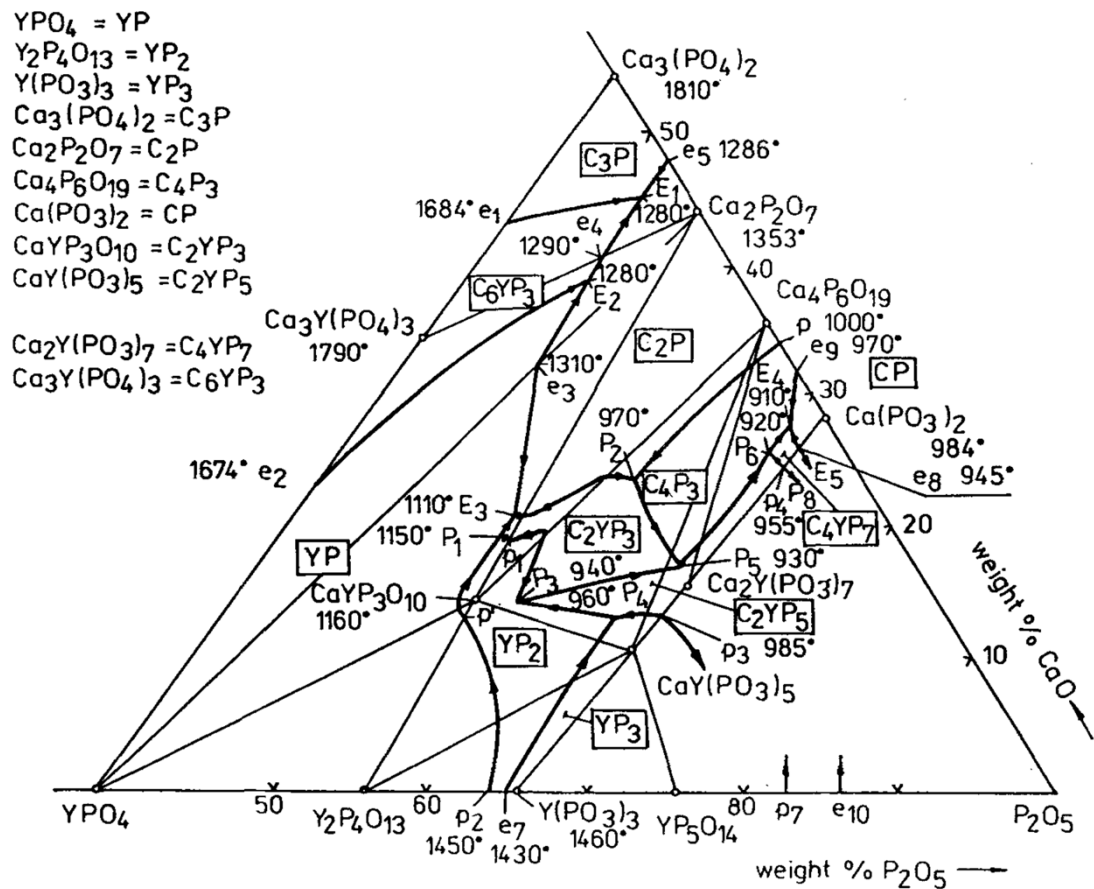


รูปที่ 2.19 (a) องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก ที่แสดงการเกิดเฟสคิวบิกและเฟสเตตระโกนอลของเซอร์โคเนีย และ (b) ภาพขยายตำแหน่ง 2-theta ที่ 28 - 32, 33 - 38 และ 70 - 78 องศา<sup>[25]</sup>



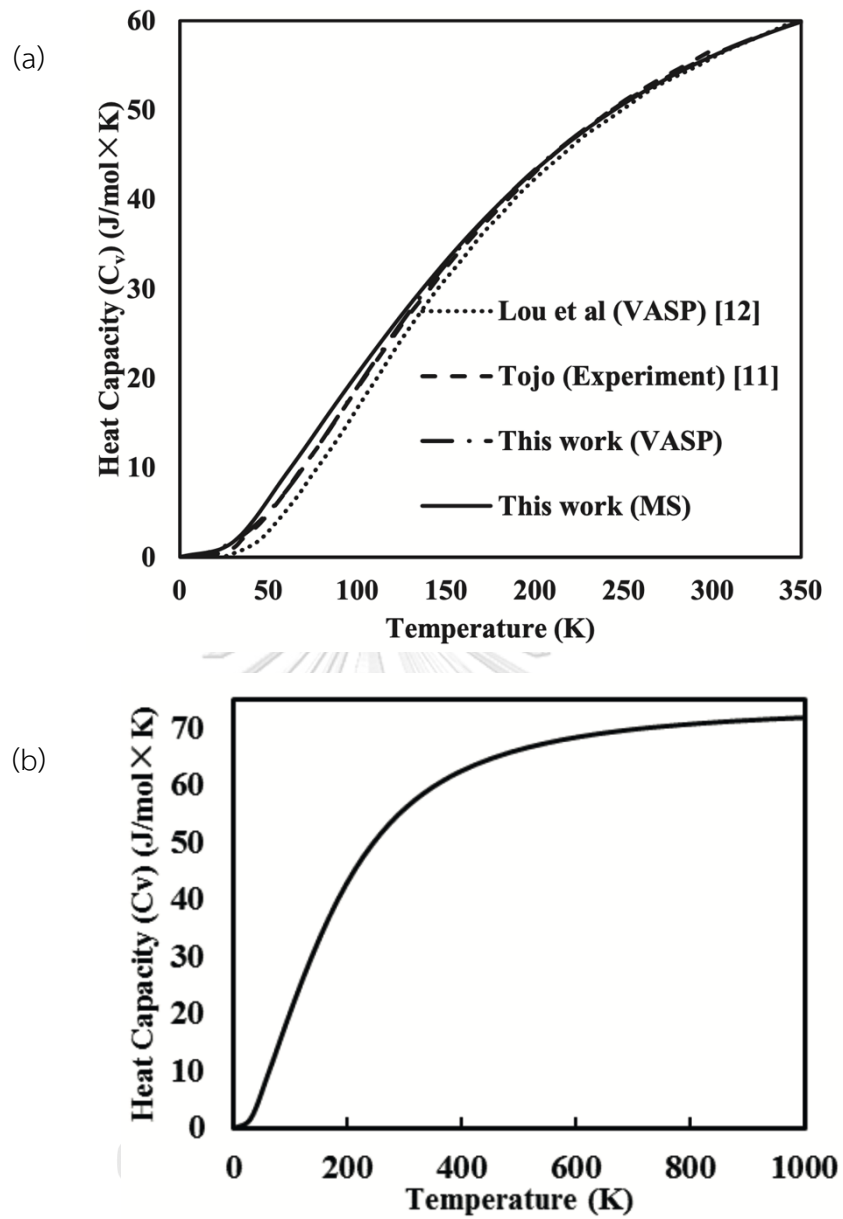
รูปที่ 2.20 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $ZrO_2 - Y_2O_3$  [26]

ในการศึกษาแผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - CaO - P_2O_5$  ดังรูปที่ 2.21 ของ Szuszkiewicz และคณะ<sup>[27]</sup> แสดงให้เห็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างองค์ประกอบของอิทเทรีย และ แคลเซียมฟอสเฟต ที่ส่งผลทำให้เกิดเป็นเฟสต่าง ๆ ในแต่ละสภาวะอุณหภูมิ พบว่าระบบมีการเกิดสารประกอบทวิภาคที่มีองค์ประกอบของธาตุ 2 ธาตุ (Binary compound) จำนวน 9 ชนิด และ สารประกอบไตรภาคที่มีองค์ประกอบของธาตุ 3 ธาตุ (Ternary compound) จำนวน 4 ชนิด ที่เกิดขึ้นจากการตกผลึกจากเฟสของเหลว โดยมีช่วงอุณหภูมิของการตกผลึกที่ค่อนข้างกว้างตั้งแต่ ประมาณ 700 องศาเซลเซียส ในตัวอย่างที่มีปริมาณ  $P_2O_5$  สูง ถึงอุณหภูมิสูงกว่า 2000 องศาเซลเซียส ในตัวอย่างที่มีปริมาณ  $Y_2O_3$  สูง



รูปที่ 2.21 แผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - CaO - P_2O_5$ <sup>[27]</sup>

จากการศึกษาของ Gavrichev และคณะ<sup>[28]</sup> ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนของ Xenotime หรือ  $YPO_4$  ที่ทำการทดสอบด้วยเทคนิค adiabatic calorimetry ที่ช่วงอุณหภูมิ 4.78 - 348.07 เคลวิน พบว่าค่าความจุความร้อน ค่า entropy และค่าการเปลี่ยนแปลง enthalpy ของเฟส Xenotime นี้ มีค่าประมาณ  $99.27 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$ ,  $93.86 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$  และ  $15.944 \text{ kJmol}^{-1}$  ตามลำดับ ซึ่งชี้ให้เห็นว่าเฟส Xenotime นั้นเป็นสารประกอบที่มีสมบัติความทนความร้อนสูง เมื่อเปรียบเทียบกับค่าความจุความร้อนของเซอร์โคเนีย (zirconia) จากการศึกษานี้ของ Zhang และคณะ<sup>[29]</sup> ที่ช่วงอุณหภูมิเดียวกัน พบว่าเซอร์โคเนียมีค่าความจุความร้อนประมาณ  $60 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$  ดังรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 ค่าความจุความร้อนของ Zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ) (a) ช่วงอุณหภูมิ 0 - 350 เคลวิน และ (b) ช่วงอุณหภูมิ 0 - 1000 เคลวิน<sup>[29]</sup>

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาและพัฒนากระบวนการผลิตเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียและผลของสารตัวเติมต่อสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงาน โดยเน้นการศึกษาเพื่อนำเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียกลับมาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด และศึกษาผลของการเกิดเฟสของเหลวในกระบวนการเผาผนึกต่อสมบัติต่าง ๆ จากการเติมสารประกอบแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตลงในโครงสร้างของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

#### 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดชื่อและที่มาของวัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมี	ชื่อทางการค้า	รายละเอียด	แหล่งที่มา
เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย	-	-	บริษัท สวารอฟสกี เจมสโตนส์ (ประเทศไทย) จำกัด
แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต	Riedel-de Haën 04223 Calciumbis- (dihydrogen phosphate) chem pure	- สูตรเคมี : $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - มวลโมเลกุล 252.07 กรัมต่อโมล	Riedel-de Haën., Germany
พอลิไวนิลแอลกอฮอล์	Wako pure chemicals 165-16315 Poly(vinyl alcohol) 500, Completely Hydrolyzed	- สูตรเคมี : [-CH(OH)CH <sub>2</sub> -] - น้ำหนักโมเลกุล 500	Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japan

## 3.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

### 3.2.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) ขวดพลาสติก Polyethylene (PE) สำหรับการบดสาร ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- 2) ลูกบดเซอร์โคเนีย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 และ 10 มิลลิเมตร
- 3) ซ้อนตักสาร
- 4) โกร่งบดสารซิลิกอนคาร์ไบด์
- 5) ตะแกรงสำหรับร่อนสาร ขนาด 100 เมช
- 6) ไม้พาย
- 7) เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper)
- 8) ผ้าซามัวร์
- 9) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัลไฟฟ้า ทศนิยม 2 ตำแหน่ง
- 10) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัลไฟฟ้า สำหรับการทดสอบอาร์คิมิดีส (Archimedes test equipment) ทศนิยม 3 ตำแหน่ง
- 11) เครื่อง Castable Vacuum System เครื่องหมายการค้า Buehler
- 12) แผ่นขัดเพชร เบอร์ #600, #1500, #2000 และ #3000
- 13) ผงขัดเพชร ขนาด 6 ไมครอน, 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน

### 3.2.2 เครื่องมือสำหรับการขึ้นรูปชิ้นงาน

- 1) เครื่องอัดไฮโดรลิกแบบทิศทางเดียว รุ่น NT-100H เครื่องหมายการค้า NPA
- 2) แม่พิมพ์ขึ้นรูปชิ้นงานเม็ดกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร
- 3) แม่พิมพ์ขึ้นรูปชิ้นงานแท่งสี่เหลี่ยมขนาดกว้าง 9.6 มิลลิเมตร ยาว 59.6 มิลลิเมตร
- 4) ตู้อบไฟฟ้า อุณหภูมิสูงสุด 300 องศาเซลเซียส รุ่น UN75 เครื่องหมายการค้า Memmert
- 5) เตาเผาไฟฟ้า อุณหภูมิสูงสุด 1700 องศาเซลเซียส รุ่น Vecstar XF1 Chamber furnace + Shimax MAC3D controller
- 6) เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (Rotary evaporator) เครื่องหมายการค้า Heidolph รุ่น Laborota 4000 efficient
- 7) เครื่องขัดชิ้นงาน (Polisher) รุ่น FS-C3 (Ø200) เครื่องหมายการค้า PLATO

### 3.3 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

- นำเศษผงเจียรระไนคิวบิกเซอร์โคเนียมาทำการล้างกำจัดสิ่งเจือปนอื่น ๆ และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดองค์ประกอบของสารหล่อลื่น สารหล่อเย็นที่อาจมีการปนเปื้อนจากกระบวนการเจียรระไนในอุตสาหกรรม และทำการแบ่งกลุ่มการทดลอง ดังนี้

**กลุ่มที่ 1** เศษผงเจียรระไนคิวบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

**กลุ่มที่ 2** เศษผงเจียรระไนคิวบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ร่วมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ที่ทำการบดผสมเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง

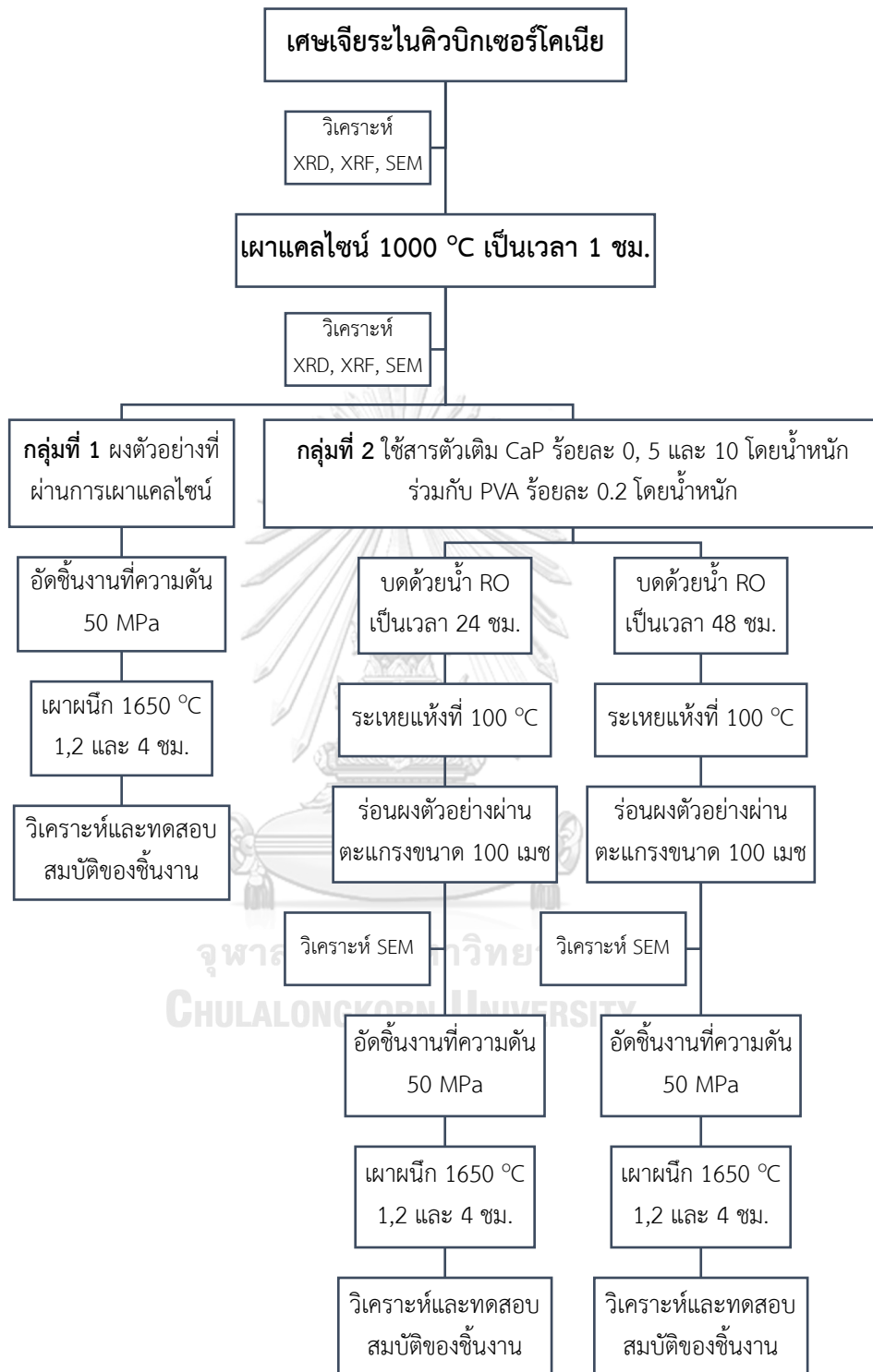
- ทำการบดส่วนผสมกลุ่มที่ 2 ในอัตราส่วนผงอนุภาคต่อน้ำ RO 1:1 โดยน้ำหนัก ครั้งละ 250 กรัม ด้วยลูกบดเซอร์โคเนียขนาด 5 มิลลิเมตร จำนวน 530 กรัม และขนาด 10 มิลลิเมตร จำนวน 400 กรัม ในขวดบดพลาสติก (PE) ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- นำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดมาระเหยแห้งกำจัดส่วนประกอบของน้ำที่ใช้ในการบดด้วยเครื่องกลั่นระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator) จากนั้นนำผงตัวอย่างมาทำการบดด้วยโกร่งบดสารซิลิคอนคาร์ไบด์ ก่อนนำมาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 mesh
- จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติของผงตัวอย่างที่ได้จากแต่ละกลุ่มการทดลอง ดังนี้
  - องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer (XRF)
  - องค์ประกอบทางเฟส ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)
  - การกระจายขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง Mastersizer 2000
  - ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)
- นำผงตัวอย่างไปทำการขึ้นรูปชิ้นงานแต่ละกลุ่มเป็นลักษณะทรงกระบอกโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 20 มิลลิเมตร และมีความหนาประมาณ 5 มิลลิเมตร ด้วยเทคนิคการอัดผงแห้งแบบทิศทางเดียว ที่ความดัน 50 MPa และนำชิ้นงานตัวอย่างที่ได้ไปผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส (อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที) เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง
- เลือกสูตรและเงื่อนไขการเผาที่เหมาะสมที่ได้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานสูง ทดลองอัดขึ้นรูปเป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 60 มิลลิเมตร และมีความหนาประมาณ 5 มิลลิเมตร แล้วเผาด้วยเงื่อนไขที่เลือกไว้ สำหรับการทดสอบความแข็งแรงจากความต้านทานแรงดัดด้วยเทคนิค 3-point bending

- 7) ทำการวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ดังนี้
- ความหนาแน่น ค่าการดูดซึมน้ำ ค่าความพรุนตัวปรากฏ ด้วยชุดทดสอบอาร์คิมิดีส
  - ความแข็ง และความเหนียว ด้วยเครื่อง Vickers Hardness Indentation tester
  - ความแข็งแรง ด้วยเทคนิค 3-Points Bending
  - องค์ประกอบทางเฟส ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)
  - ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)
- 8) วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง





### 3.4 แผนผังการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง

### 3.5 เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์สมบัติของชิ้นงาน

#### 3.5.1 การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเฟส

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเฟสนำมาใช้เพื่อศึกษาองค์ประกอบทางเฟสของเศษเจียรระไน คิวบิกเซอร์โคเนีย ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) เมื่อตกกระทบผ่านชั้นต่าง ๆ ของอะตอมหรือโมเลกุลภายในของผลึกสารตัวอย่างนั้น ๆ ที่มีรูปแบบเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด จากนั้นทำการเก็บค่ามุมที่วัดได้จากการเลี้ยวเบน (diffraction angle) และทำการพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้าง (identification) ของสารตัวอย่าง สำหรับงานวิจัยนี้ทำการศึกษาจากการแผ่รังสีของ Cu-K $\alpha$  ( $\lambda=1.54060$  Å) ในช่วงมุม  $2\theta$  ตั้งแต่ 5 - 80 องศา โดยเครื่องจากบริษัท Bruker รุ่น D8 Discover<sup>[30, 31]</sup>

#### 3.5.2 การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมี

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีนำมาใช้เพื่อศึกษาวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีของเศษเจียรระไนคิวบิกเซอร์โคเนีย โดยใช้เทคนิคการเรืองรังสี ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (WDXRF) จากบริษัท Bruker รุ่น S8 Tiger และทำการวัดการเรืองรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะเฉพาะของธาตุแต่ละชนิดที่ปล่อยออกมาจากอะตอมที่อยู่ในสภาวะถูกกระตุ้น<sup>[32]</sup>



(a)

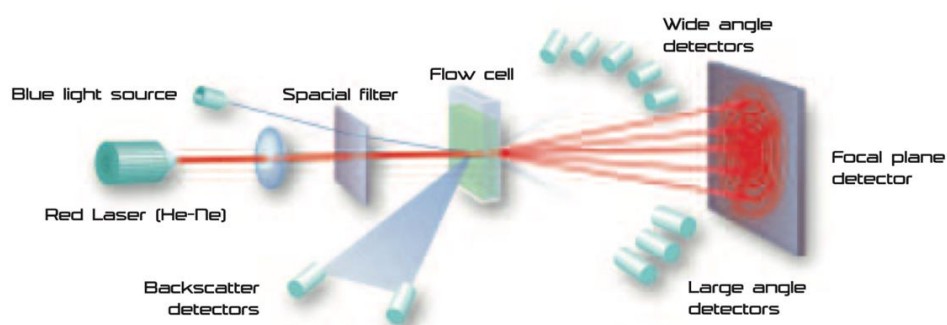


(b)

รูปที่ 3.2 (a) เครื่อง X-ray diffractometer (XRD)<sup>[30]</sup>  
และ (b) เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer<sup>[32]</sup>

### 3.5.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาค

การวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคนำมาใช้เพื่อศึกษาการกระจายตัวและขนาดเฉลี่ยของอนุภาค ที่ทำการศึกษาด้วยเทคนิคการกระเจิงของแสงเลเซอร์เมื่อแสงเกิดการตกกระทบกับอนุภาค ดังรูปที่ 3.3 โดยทำการศึกษาด้วยเครื่อง Dynamic laser light scattering techniques รุ่น Mastersizer 2000 ผลิตโดยบริษัท Malvern Instruments Corp.



รูปที่ 3.3 หลักการวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิคการกระเจิงของแสงเลเซอร์ (Laser light scattering)<sup>[33]</sup>



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (Dynamic laser light scattering)

### 3.5.4 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค

การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคนำมาใช้เพื่อศึกษาลักษณะของอนุภาคเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนียและศึกษาลักษณะโครงสร้างพื้นผิวการเชื่อมกันระหว่างอนุภาคของชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการเผาผนึก โดยมีขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานก่อนนำไปวิเคราะห์ ดังนี้

- 1) ทำการขัดชิ้นงานที่ต้องการศึกษาด้วยแผ่นขัดเพชรเบอร์ 600, 1500 2000 และ 3000 จากนั้นขัดชิ้นงานด้วยผงขัดเพชรขนาด 6 ไมครอน, 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน
- 2) ทำการเผา Thermal etching ชิ้นงาน ที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
- 3) ส่งตัวอย่างไปทำการเคลือบทอง ก่อนนำไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) เครื่องหมายการค้า JEOL รุ่น JSM-6610LV<sup>[34]</sup>
- 4) นำภาพที่ได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียมาทำการคำนวณขนาดเกรนเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ ) ด้วยโปรแกรม ImageJ

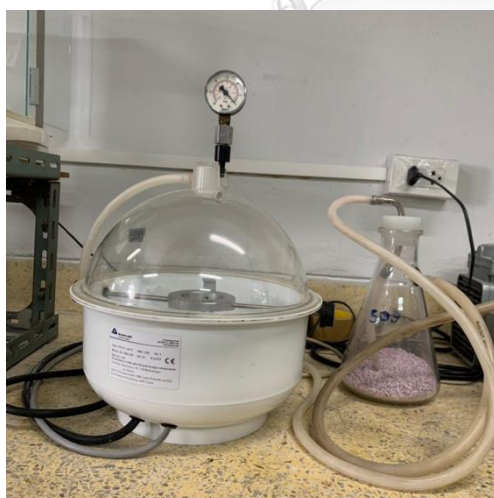


รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด<sup>[34]</sup>

### 3.5.5 การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏ

การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงาน สามารถทำการวิเคราะห์ได้โดยการใช้ชุดทดสอบอาร์คิมิดีส (Archimedes test) ที่ใช้เทคนิคการแทนที่น้ำในการทดสอบ ตามมาตรฐาน ASTM C373-16<sup>[35]</sup> โดยมีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งน้ำหนักของชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการเผาผนึกด้วยเครื่องชั่งแบบดิจิทัลไฟฟ้า ทศนิยม 3 ตำแหน่ง และทำการบันทึกค่าเป็นน้ำหนักแห้งของชิ้นงาน ( $W_{dry}$ ) มีหน่วยเป็น กรัม (g)
- 2) จากนั้นนำชิ้นงาน และน้ำกลั่น (DI water) ใส่ในเครื่อง Castable Vacuum System และทำการปรับให้ชิ้นงานและน้ำกลั่นอยู่ในสภาวะสุญญากาศเป็นเวลาประมาณ 40 นาที
- 3) เมื่อระบบอยู่ในสภาวะสุญญากาศ ทำการเทน้ำกลั่นลงบนชิ้นงาน และทำการแช่ชิ้นงานทิ้งไว้เป็นเวลา 20 นาที
- 4) ทำการปิดระบบสุญญากาศ และนำชิ้นงานขึ้นมาชั่งน้ำหนักส่วนเกินออกด้วยผ้าซามัวร์ และทำการชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งแบบดิจิทัลไฟฟ้า ทศนิยม 3 ตำแหน่ง ด้วยเครื่องมือดังรูปที่ 3.6 และทำการจดบันทึกน้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศ ( $W_{sat}$ ) และน้ำหนักของชิ้นงานที่แขวนในน้ำ ( $W_{sus}$ ) มีหน่วยเป็น กรัม (g)



(a)



(b)

รูปที่ 3.6 (a) เครื่องทำระบบสุญญากาศ และ (b) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัลไฟฟ้า สำหรับการทดสอบอาร์คิมิดีส

5) ทำการแทนค่าที่บันทึก ลงในสมการที่ 3.1 และ 3.2 ดังนี้

$$\% \text{ ค่าการดูดซึมน้ำ} = \frac{W_{\text{sat}} - W_{\text{dry}}}{W_{\text{dry}}} \times 100 \quad (3.1)$$

$$\% \text{ ค่าความพรุนตัวปรากฏ} = \frac{W_{\text{sat}} - W_{\text{dry}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \times 100 \quad (3.2)$$

### 3.5.6 การทดสอบค่าความหนาแน่น

การทดสอบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานสามารถทดสอบได้โดยการใช้เทคนิคแทนที่น้ำด้วยชุดทดสอบอาร์คิมิดีส (Archimedes) เช่นเดียวกับการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำและค่าความพรุนตัวปรากฏ ในหัวข้อที่ 3.4.5 และคำนวณค่าความหนาแน่นได้ด้วยสมการที่ 3.3 ดังนี้

$$\text{ค่าความหนาแน่น (g/cm}^3\text{)} = \frac{W_{\text{dry}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \quad (3.3)$$

### 3.5.7 การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียว

ค่าความแข็งและค่าความเหนียวสามารถทดสอบและคำนวณได้จากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส (Vickers indentation test) บนพื้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านการขัดด้วยแผ่นขัดเพชรเพื่อให้ผิวของชิ้นงานมีความเรียบก่อนนำมาศึกษาวัดขนาดของรอยกดและรอยแตกดังแสดงในรูปที่ 3.7 ด้วยเครื่อง Vickers hardness tester รุ่น HV-50A และทำการคำนวณค่าความแข็งได้ด้วยสมการที่ 3.4 และค่าความเหนียวของวัสดุสามารถคำนวณได้ด้วยระบบ Radial median crack จากสมการของ Anstis ดังสมการที่ 3.5<sup>[36, 37]</sup> ดังนี้

$$H_v = 1.8544 \left( \frac{P}{d^2} \right) \quad (3.4)$$

$$K_{IC} = 0.016 \left( \frac{P}{C_0^{3/2}} \right) \left( \frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \quad (3.5)$$

เมื่อ

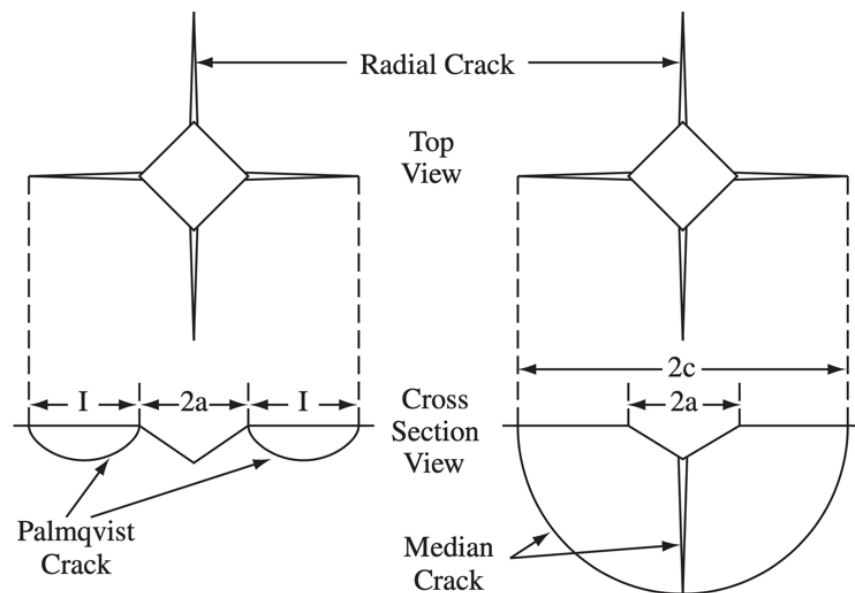
$H_v$  คือ ค่าความแข็ง มีหน่วยเป็น กิโลกรัมแรงต่อตารางมิลลิเมตร ( $\text{kgf/mm}^2$ ) (หรือ จิกกะпасคัล GPa)

$P$  คือ แรงกดชิ้นงานทดสอบด้วยหัวเพชรวิกเกอร์ส มีค่าเท่ากับ 10 กิโลกรัมแรง (kgf) (หรือ 98.07 นิวตัน N)

$d$  คือ ขนาดของรอยกดเฉลี่ย มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร (mm)

$C_0$  คือ ความยาวของรอยแตกเฉลี่ยจากจุดศูนย์กลางของรอยกดจนถึงปลายของรอยแตก มีหน่วยเป็น เมตร (m)

E คือ ค่ามอดูลัสของยังก์ Young's Modulus มีหน่วยเป็น จิกกะพาสคัล (GPa)



รูปที่ 3.7 ลักษณะของรอยกดและรอยแตกจากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส์<sup>[36]</sup>

### 3.5.8 การทดสอบค่าความต้านทานแรงดัด

การทดสอบค่าความต้านทานแรงดัด หรือค่าความแข็งแรงสามารถทดสอบได้จากการเตรียมชิ้นงานเป็นแท่งสี่เหลี่ยม ที่ผ่านการขัดพื้นผิวของชิ้นงานด้วยแผ่นขัดเพชรเบอร์ 600, 1500, 2000 และ 3000 เพื่อให้ชิ้นงานมีความเรียบในทุก ๆ ด้าน ตามมาตรฐาน ISO 6872<sup>[38]</sup> เพื่อกำจัดตำหนิที่อาจส่งผลกระทบต่อค่าความแข็งแรงของชิ้นงาน จากนั้นทำการทดสอบด้วยเทคนิค 3-point bending ด้วยเครื่อง Universal testing machine ผลิตโดยบริษัท Instron รุ่น 5843 ดังแสดงในรูปที่ 3.8 และนำค่าที่ได้มาทำการคำนวณค่าความต้านทานแรงดัดด้วยสมการที่ 3.6 ดังนี้

$$\sigma = \frac{3Pl}{2wb^2} \quad (3.6)$$

เมื่อ

$\sigma$  คือ ค่าความต้านแรงดัด หรือ ค่าความแข็งแรง มีหน่วยเป็น เมกะพาสคัล (MPa)  
(หรือ กิโลกรัมแรงต่อตารางเซนติเมตร  $\text{kgf/cm}^2$ )

$P$  คือ แรงกดชิ้นงานทดสอบสูงสุดจนชิ้นงานแตกหัก มีหน่วยเป็น นิวตัน (N) (หรือ  
กิโลกรัมแรง  $\text{kgf}$ )

$l$  คือ ระยะของแท่งวางตัวอย่าง มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร (mm)

$w$  คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบ มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร (mm)

$b$  คือ ความหนาของชิ้นงานทดสอบ มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร (mm)



รูปที่ 3.8 เทคนิคการทดสอบความต้านทานแรงดัดด้วยเครื่อง 3-point bending machine<sup>[39]</sup>



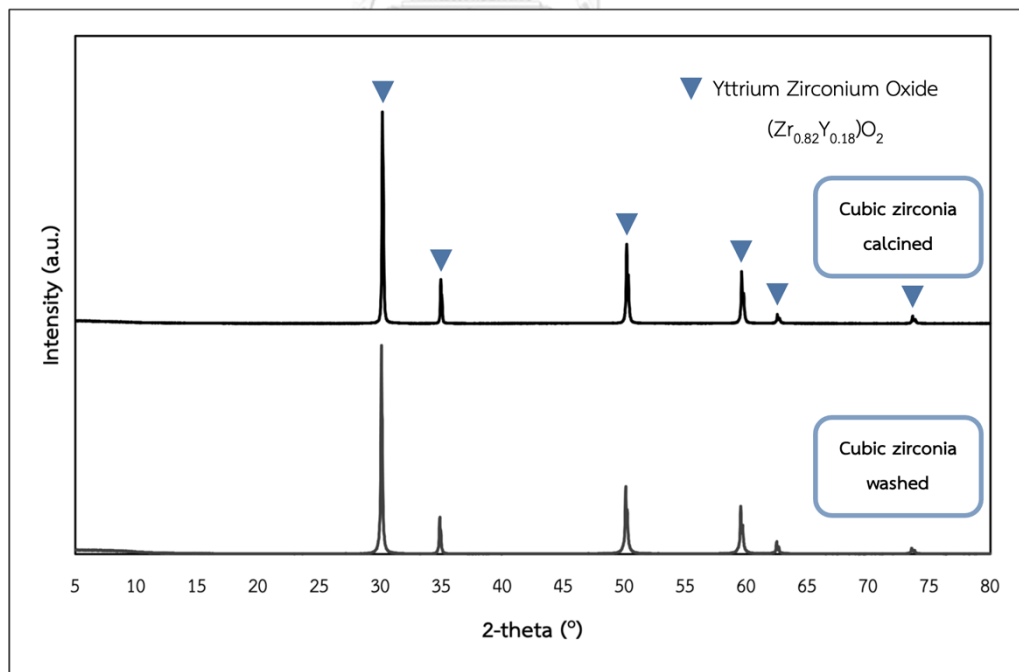
## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงานวิจัย

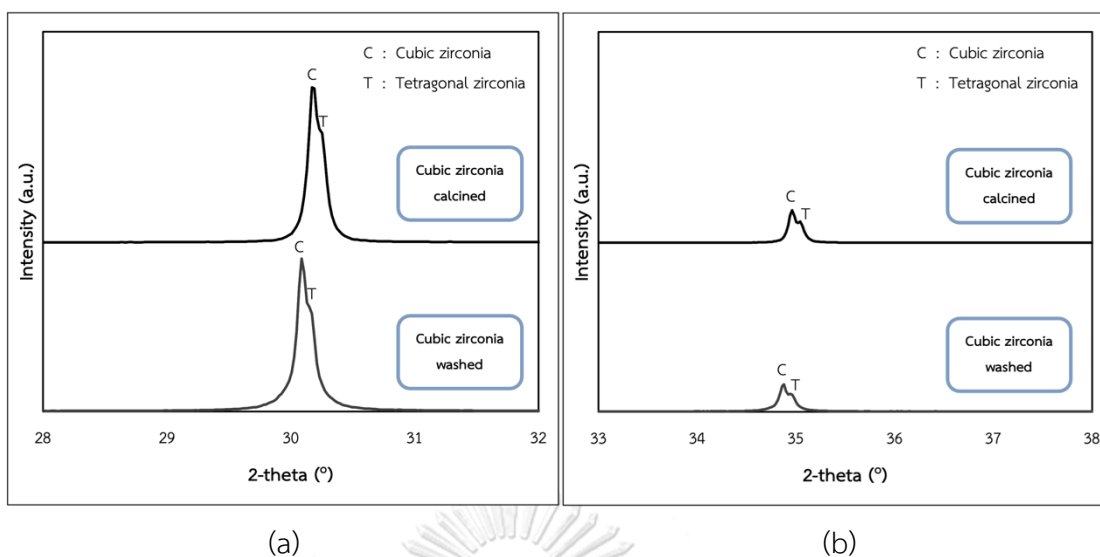
#### 4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย

##### 4.1.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส และองค์ประกอบทางเคมี

จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (XRD) ของอนุภาคเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ดังรูปที่ 4.1 และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี (XRF) ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer ดังตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่าเฟสหลักของผงตัวอย่างชนิดนี้ คือ เฟสควิบิกของเซอร์โคเนีย Yttrium Zirconium Oxide ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีของ Zirconia ( $ZrO_2$ ) ในปริมาณร้อยละ 78.07 โดยน้ำหนัก หรือร้อยละ 85.78 โดยโมล และ Yttria ( $Y_2O_3$ ) ในปริมาณร้อยละ 19.23 โดยน้ำหนัก หรือ ร้อยละ 11.53 โดยโมล อีกทั้งเมื่อทำการศึกษา ภาพขยายเปรียบเทียบกับการวิจัยของ Zhang และคณะ<sup>[25]</sup> ในตำแหน่ง 2-theta ที่ 28 - 32 และ 33 - 38 องศา ดังรูปที่ 4.2 พบว่าในผงตัวอย่างมีการปริมาณของเฟสเตตระโกนอลเกิดขึ้นร่วมกับเฟสควิบิกของเซอร์โคเนีย



รูปที่ 4.1 องค์ประกอบทางเฟสของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนีย



รูปที่ 4.2 ภาพขยายของค้ประกอบทางเฟสของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียในตำแหน่ง 2-theta ที่ (a) 28 - 32 องศา และ (b) 33 - 38 องศา

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย

เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย (Cubic zirconia washed)			เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย (เผาแคลไซน์) (Cubic zirconia calcined)		
ออกไซด์	ร้อยละ โดยน้ำหนัก	ร้อยละ โดยโมล	ออกไซด์	ร้อยละ โดยน้ำหนัก	ร้อยละ โดยโมล
ZrO <sub>2</sub>	78.20	85.71	ZrO <sub>2</sub>	78.07	85.78
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18.98	11.35	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19.23	11.53
HfO <sub>2</sub>	1.69	1.09	HfO <sub>2</sub>	1.67	1.07
NiO	0.13	0.23	NiO	0.13	0.23
CaO	0.24	0.59	TiO <sub>2</sub>	0.09	0.15
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.29	0.25	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.29	0.24
Others	0.47	0.78	Others	0.52	1.00

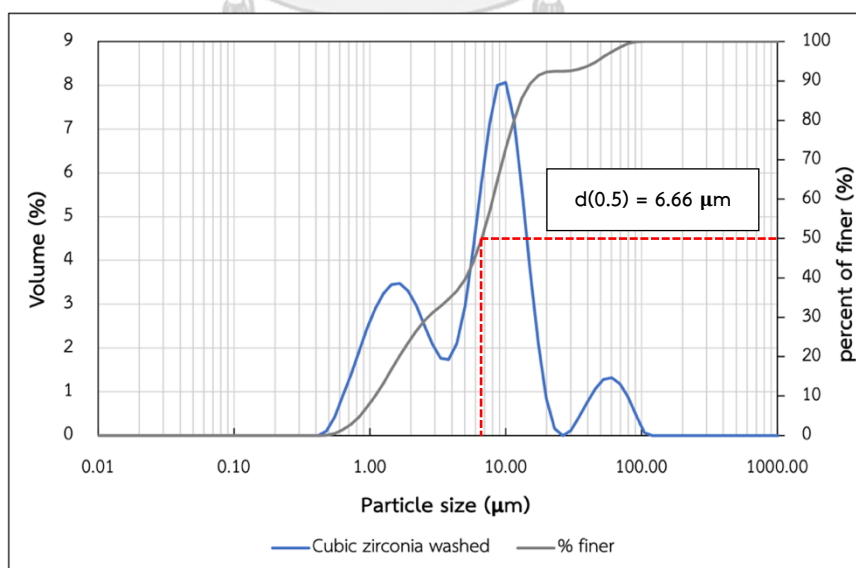
#### 4.1.2 ผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาค

จากผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย ดังตารางที่ 4.2 พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ย (d(0.5)) ของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีขนาดเท่ากับ 7.50 ไมครอน ซึ่งมีขนาดที่ใหญ่กว่าเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ไม่ผ่านการบวกรเผา

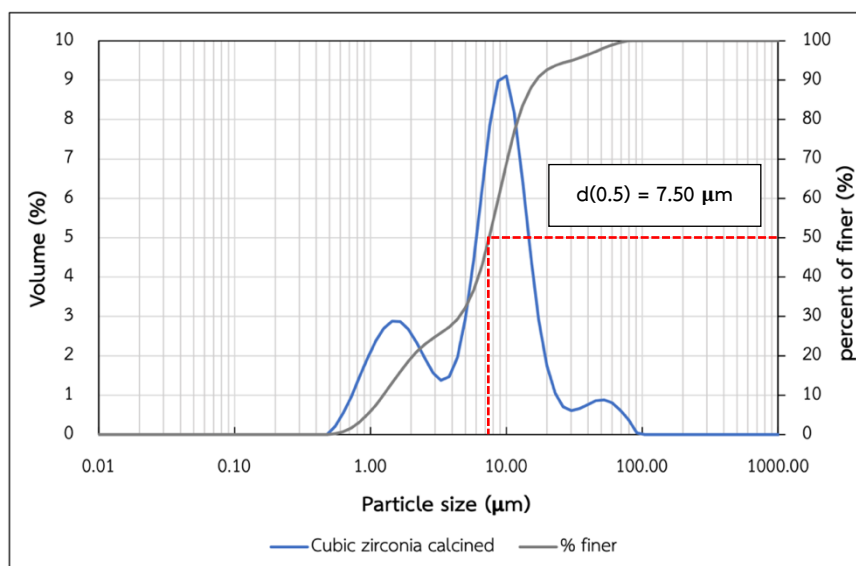
แคลไซน์ จึงสันนิษฐานว่าอนุภาคของเศษเจียรระไนควิบิกเมื่อนำไปผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ อนุภาคจะเกิดการเกาะตัวรวมกัน หรือที่เรียกว่าการเกิด Agglomeration จึงทำให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ที่วิเคราะห์จากการกระจายขนาดของอนุภาคมีขนาดที่ใหญ่มากกว่าอนุภาคเศษเจียรระไนควิบิก เซอร์โคเนียตั้งต้น ดังแสดงในรูปที่ 4.3 และรูปที่ 4.4

ตารางที่ 4.2 การกระจายขนาดของผงตัวอย่างเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนีย

ผงตัวอย่าง	d(0.1)	d(0.5)	d(0.9)
ผงตัวอย่าง เศษเจียรระไน	1.09	6.66	15.64
ผงตัวอย่างที่ผ่านการ เผาแคลไซน์	1.25	7.50	16.53
ผงตัวอย่างที่ผ่านการ บดลดขนาด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	0.98	2.98	9.89
ผงตัวอย่างที่ผ่านการ บดลดขนาด เป็นเวลา 48 ชั่วโมง	0.83	1.63	8.31

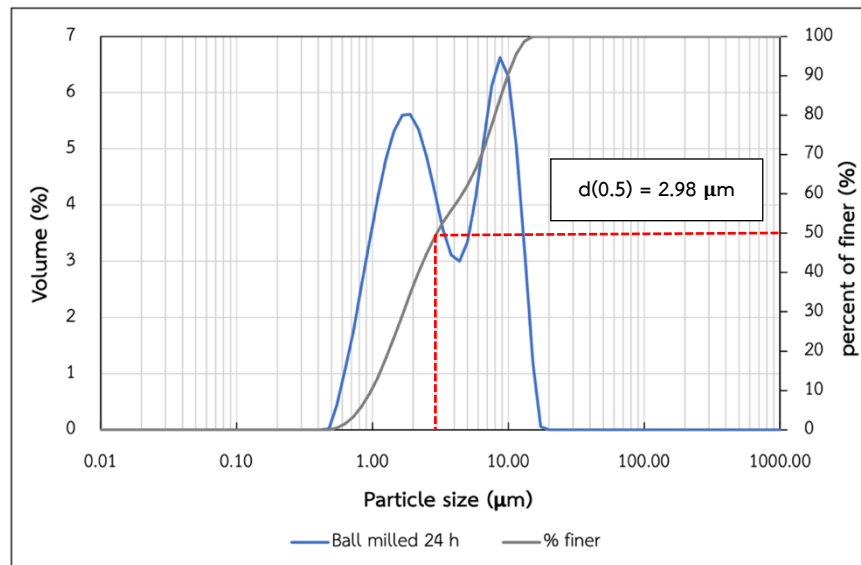


รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนีย

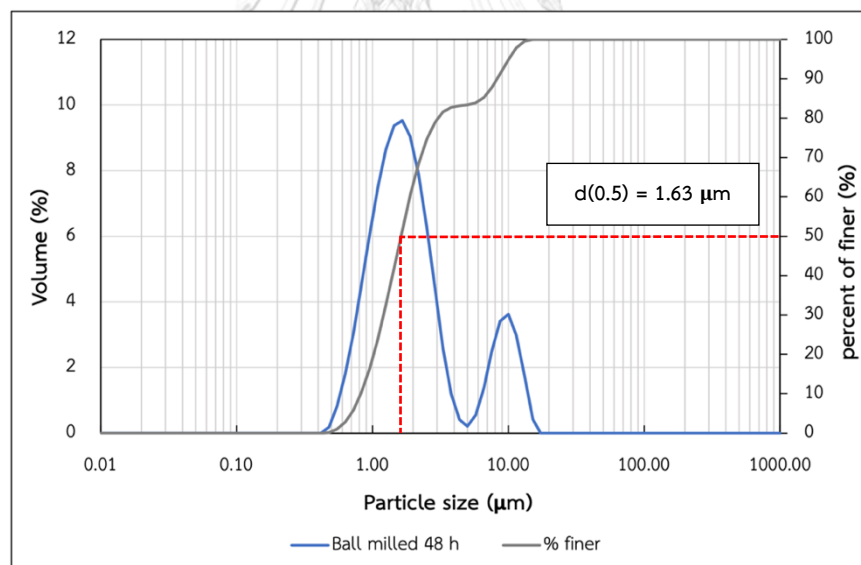


รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์

ในส่วนผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากการกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.5 และรูปที่ 4.6 พบว่าอนุภาคเกิดการกระจายตัวแบบสองฐานนิยม หรือ Bimodal distribution เนื่องจากกระบวนการบดลดขนาดอนุภาคด้วยลูกบด ซึ่งทำให้อนุภาคถูกแบ่งได้เป็นอนุภาคขนาดเล็กและอนุภาคขนาดใหญ่ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อทำการบดด้วยระยะเวลาที่นานขึ้นอนุภาคขนาดใหญ่มีแนวโน้มที่จะถูกบดลดขนาดจนเหลือปริมาณน้อยลง และทำให้ปริมาณอนุภาคขนาดเล็กมีปริมาณมากขึ้น ที่สามารถบ่งชี้ถึงประสิทธิภาพของการบด (Efficiency of ball milling) ที่สามารถลดขนาดอนุภาคจาก 7.50 ไมครอนที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ เหลือ 1.63 ไมครอนที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง



รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



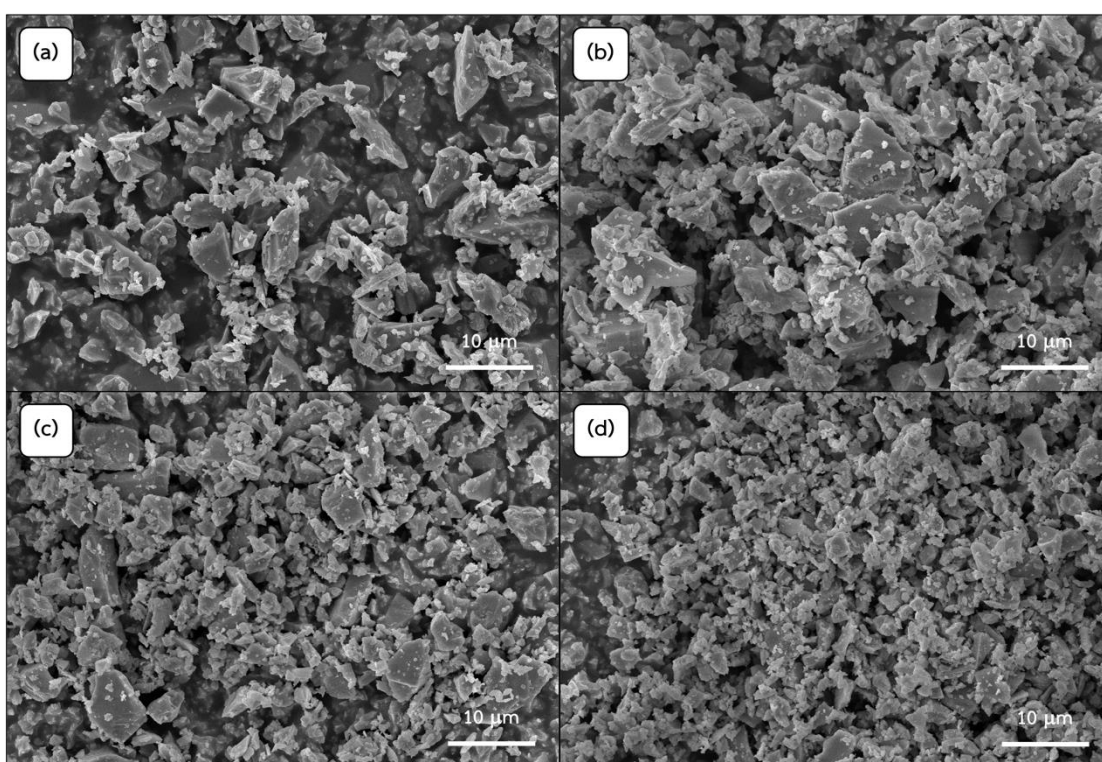
รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง

#### 4.1.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาค

จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาคเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย ดังรูปที่ 4.7 สามารถยืนยันได้ว่าเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์นั้นเกิดการเกาะ

รวมตัวกันขึ้นจริงดังที่กล่าวในผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคข้างต้น จึงเป็นผลทำให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาแคลไซน์มีขนาดใหญ่กว่าเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียปกติ ดังรูปที่ 4.7 (a) และ (b)

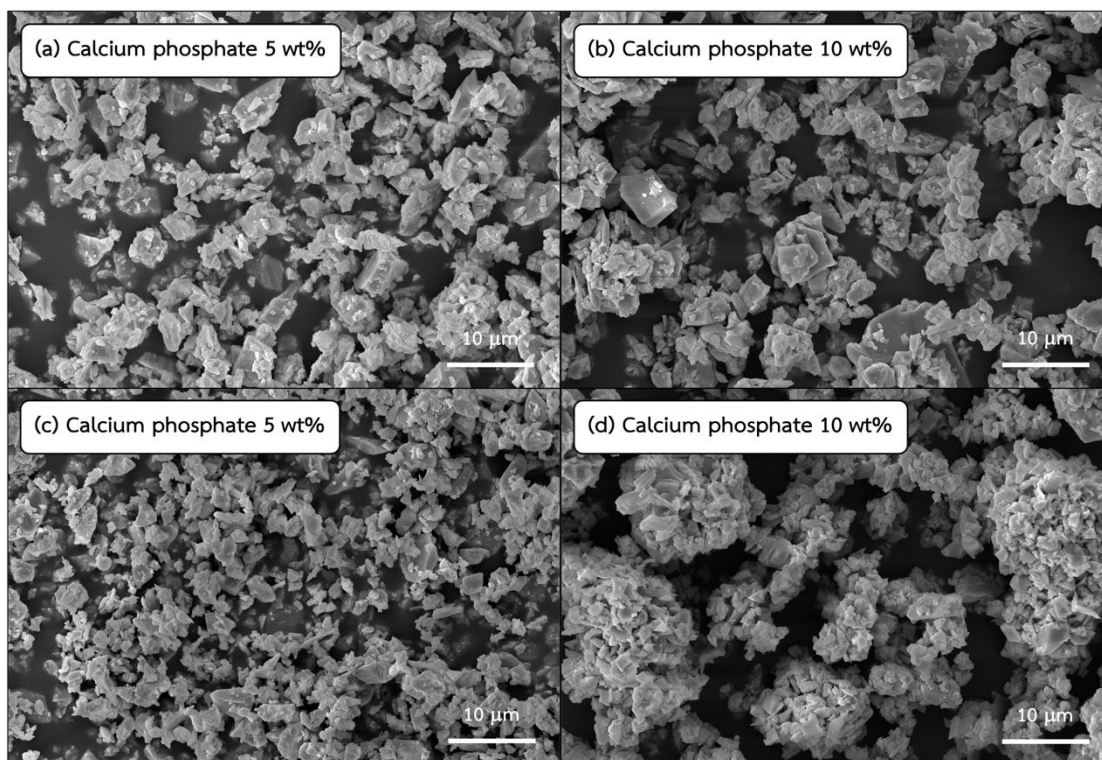
โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาคเศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.7 (c) และ (d) สามารถบ่งชี้ได้ถึงประสิทธิภาพในการบดลดขนาดที่แสดงให้เห็นว่าอนุภาคขนาดใหญ่ที่มีการพบในการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงนั้น มีปริมาณลดน้อยลงจนแทบไม่พบเมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาในการบดเป็น 48 ชั่วโมง



รูปที่ 4.7 โครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกำลังขยาย 2000 เท่า ของ (a) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนีย (b) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ (c) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบด 24 ชั่วโมง และ (d) เศษเจียรไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบด 48 ชั่วโมง

โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาคที่ทำการบดผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.8 พบว่าอนุภาคของเซอร์โคเนียเกิดการเกาะตัวกัน (agglomeration) อันเป็นผลเนื่องมาจากการเติมสารตัวเติมลงในระบบ จึงส่งผลทำให้ประสิทธิภาพของอนุภาคในการอัดขึ้นงานเพื่อให้มีความหนาแน่นสูง

(packing efficiency) ของชิ้นงานมีประสิทธิภาพต่ำลง ซึ่งส่งผลต่อสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงาน เซรามิกเซอร์โคเนีย



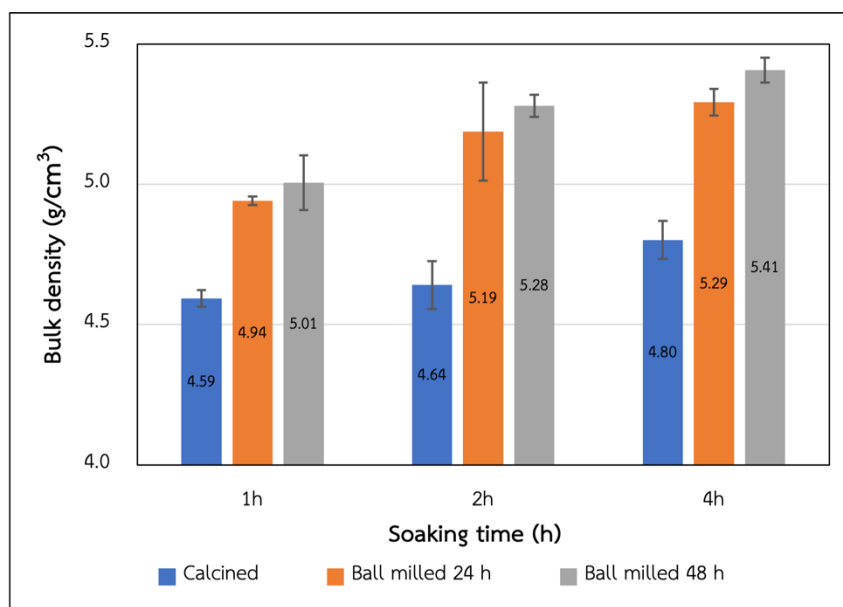
รูปที่ 4.8 โครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกำลังขยาย 2000 เท่า ของเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการบดผสมเป็นเวลา (a-b) 24 ชั่วโมง และ (c-d) 48 ชั่วโมง

## 4.2 ผลการทดสอบสมบัติของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

### 4.2.1 ผลการทดสอบค่าความหนาแน่น

เมื่อทำการพิจารณาผลการทดสอบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งโดยปราศจากการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต พบว่าค่าความหนาแน่นสูงสุดที่ได้ที่มีค่าเท่ากับ  $5.41 \text{ g/cm}^3$  หรือมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ประมาณร้อยละ 96.6 เมื่อทำการเทียบกับค่าความหนาแน่นของเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ที่มีค่าเท่ากับ  $5.6 \text{ g/cm}^3$  ซึ่งเป็นค่าความหนาแน่นที่ได้จากเงื่อนไขการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4

ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.9 ที่สอดคล้องกับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเศษเจียรระโนคิวบิกเซอร์โคเนียที่มีขนาดเล็ก จึงทำให้อนุภาคในโครงสร้างของชิ้นงานสามารถจัดเรียงตัวกันได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด

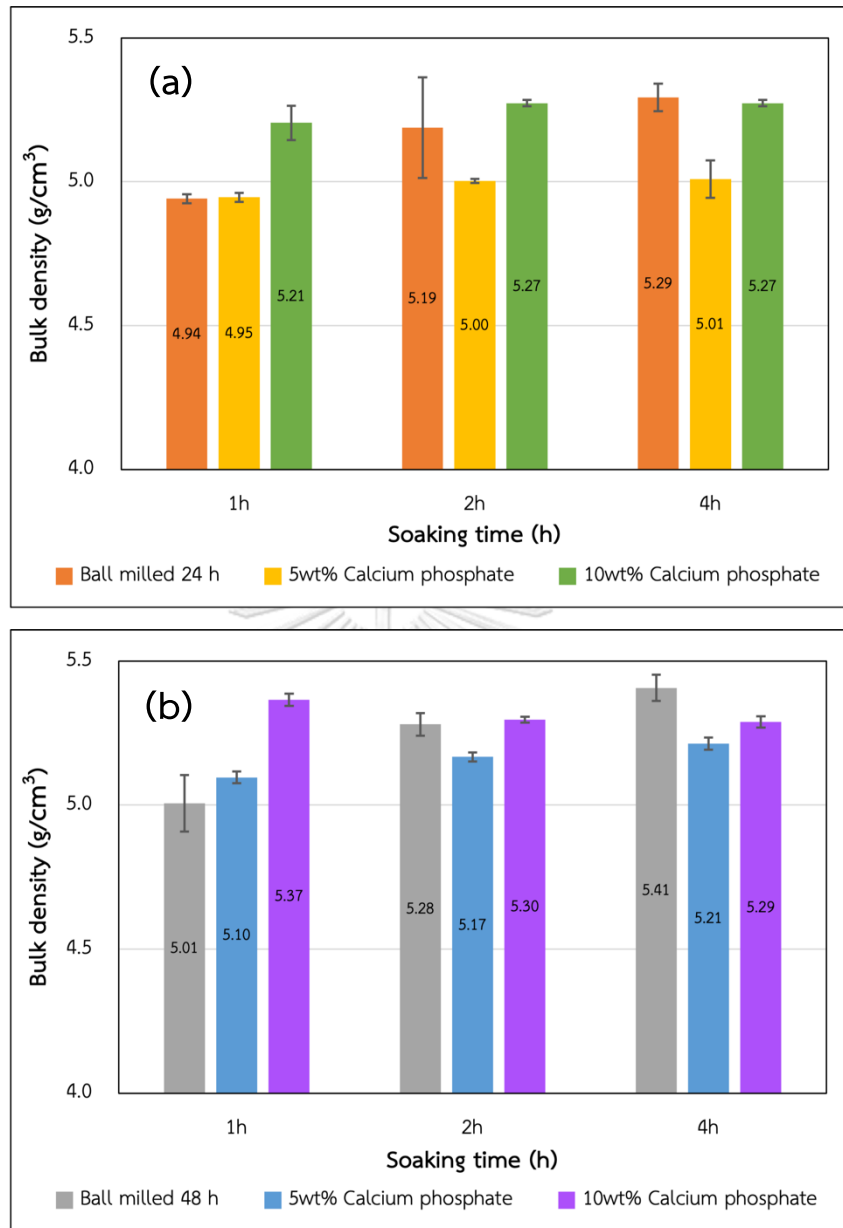


รูปที่ 4.9 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

สำหรับผลการศึกษาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบผลการทดลองจากปริมาณการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำมาเป็นใช้เฟสของเหลวในระบบเพื่อช่วยในการจัดเรียงตัวของอนุภาคในกระบวนการเผาผนึก และทำการบดลดขนาดเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง พบว่าการเติมแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮดรต ที่มีค่าความหนาแน่นเท่ากับ  $2.22 \text{ g/cm}^3$ <sup>[40]</sup> ซึ่งมีค่าน้อยกว่าค่าความหนาแน่นของเซอร์โคเนียที่มีค่าเท่ากับ  $5.6 \text{ g/cm}^3$ <sup>[41]</sup> นั้น เป็นผลทำให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียมีค่ามีค่าต่ำลง

เงื่อนไขที่ดีที่สุดจากการทดสอบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว คือ การบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่มีค่าความหนาแน่นของชิ้นงานประมาณ  $5.27 \text{ g/cm}^3$  ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับค่าความหนาแน่นที่ทำการบดผสมกับสารตัวเติมเป็นเวลา 48 ชั่วโมง หรือการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่มีค่าความหนาแน่นของชิ้นงานประมาณ  $5.27\text{-}5.30 \text{ g/cm}^3$  ดังรูปที่ 4.10



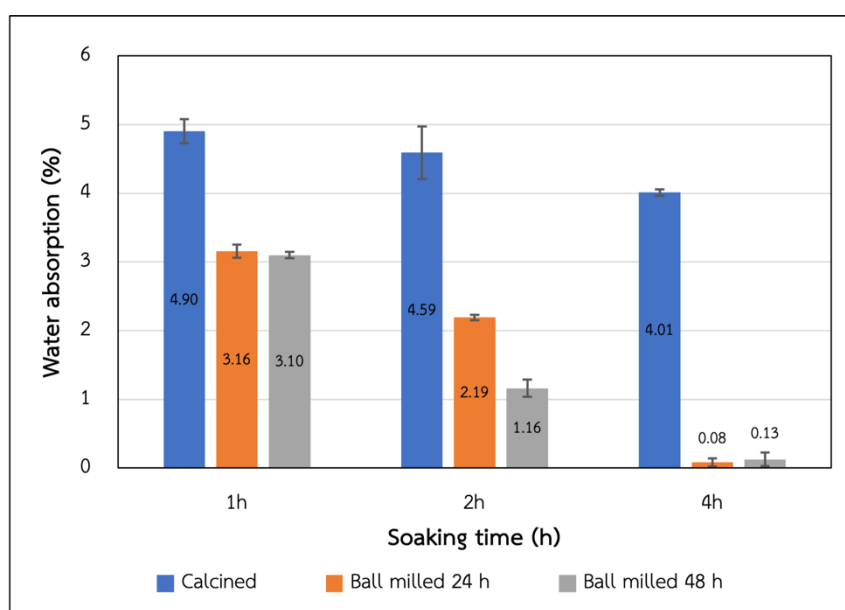


รูปที่ 4.10 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจน ฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

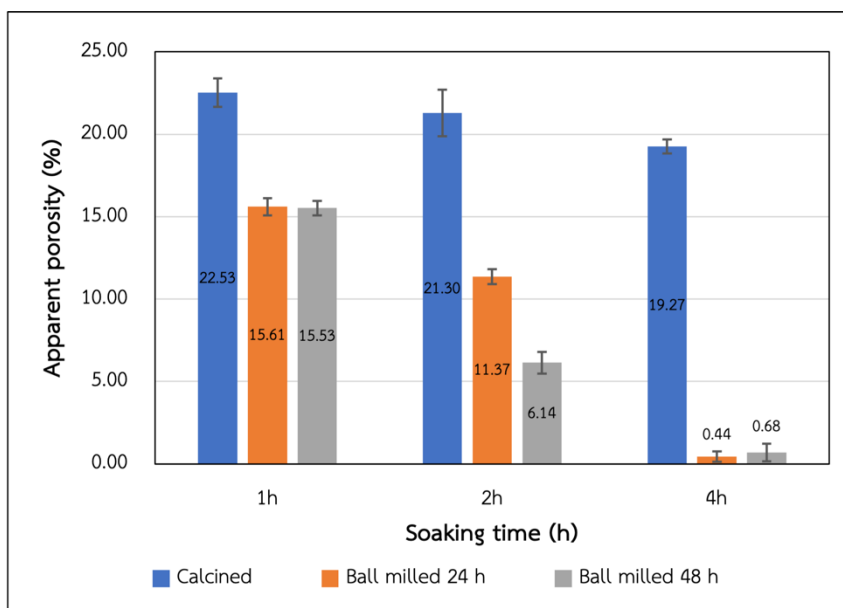
#### 4.2.2 ผลการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏ

เมื่อทำการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานเซรามิก เซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง พบว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงของทั้งเงื่อนไขการบดลดขนาดเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง มีความสามารถในการเผาผนึก (sintering ability) ที่สูงใกล้เคียงกัน โดยมีค่าการดูดซึมน้ำอยู่ที่ประมาณร้อยละ 0.08 และ 0.13 ตามลำดับ และมีค่าความพรุนตัวปรากฏประมาณร้อยละ 0.44 และ 0.68 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.11 และรูปที่ 4.12 ซึ่งเป็นค่าที่สามารถชี้ให้เห็นได้ถึงประสิทธิภาพสูงสุดในการเพิ่มความหนาแน่นของกระบวนการเผาผนึกในโครงสร้างของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียกลุ่มนี้จากการทำการทดลองเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง

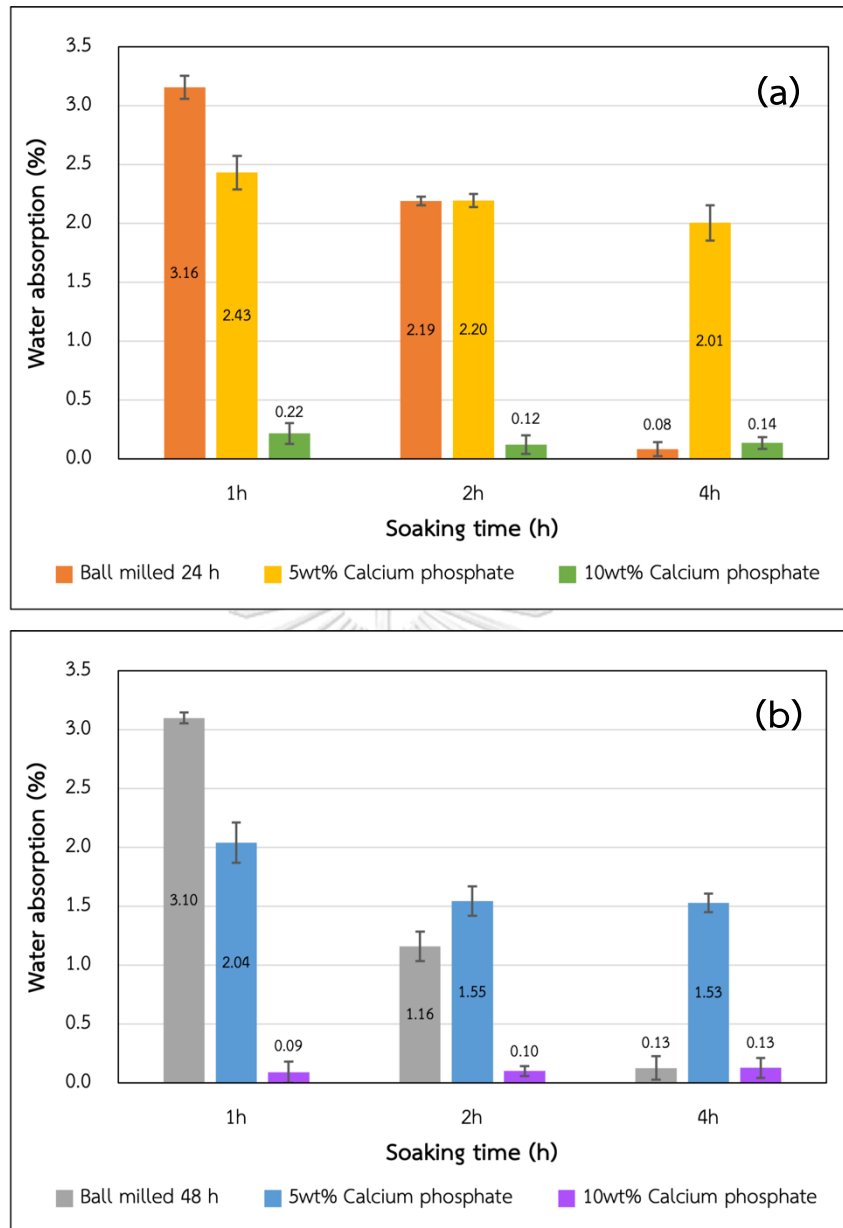


รูปที่ 4.11 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

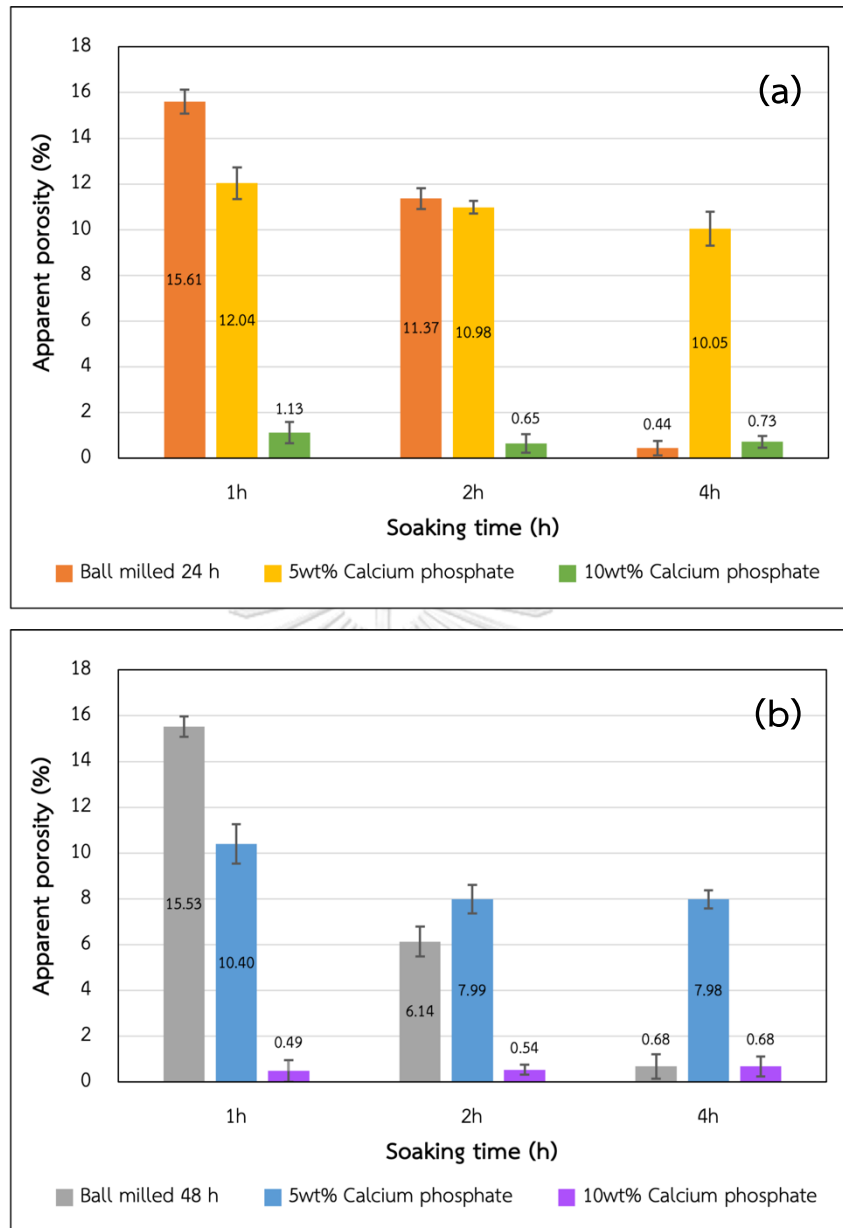


รูปที่ 4.12 ค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจากระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

ในการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ และค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว ดังรูปที่ 4.13 และรูปที่ 4.14 ที่ทำการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักนั้น สามารถช่วยทำให้ผลการทดสอบค่าการดูดซึมน้ำและค่าความพรุนตัวปรากฏลดลงอย่างชัดเจน และพบว่าเงื่อนไขการบดผสมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงนั้นเป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุดที่มีค่าการดูดซึมน้ำประมาณร้อยละ 0.12 และค่าความพรุนตัวปรากฏประมาณร้อยละ 0.65 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเป็นค่าที่ต่ำและมีความใกล้เคียงไม่มีความแตกต่างที่มีนัยสำคัญกับเงื่อนไขที่เพิ่มเวลาการบดเป็น 48 ชั่วโมง หรือเพิ่มระยะเวลาขึ้นไฟในกระบวนการเผาผนึกเป็น 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.13 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.14 ค่าความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียม ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (a) ทำการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (b) ทำการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

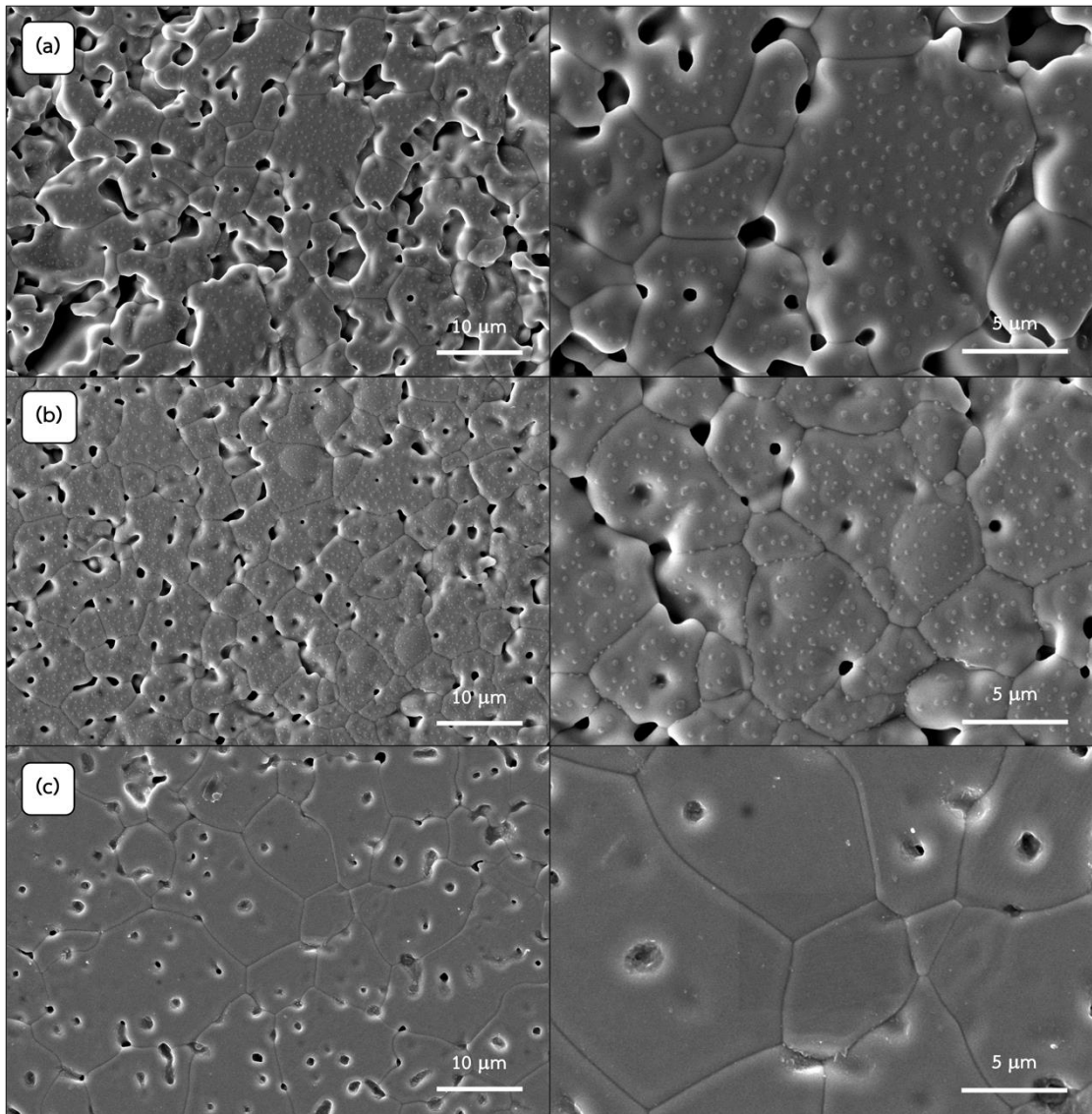
เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นและค่าความพรุนตัวปรากฏหลังการเผาผนึกที่ได้จาก งานวิจัยนี้กับงานวิจัยของ Uwanyuze และคณะ<sup>[22]</sup> ที่ขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียด้วยเทคนิค การอัดผงแห้งทิศทางเดียวเช่นเดียวกันของ Yttria stabilized zirconia ร้อยละ 3-6 โดยโมล ที่ผ่าน

การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 - 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่าผลค่าความหนาแน่นที่ทดสอบได้มีค่าน้อยกว่าของงานวิจัยอ้างอิงที่มีค่าประมาณ 5.8 - 6.0 g/cm<sup>3</sup> อันเป็นผลเนื่องมาจากขนาดของอนุภาคเศษเจียรระในคิวบิกเซอร์โคเนียในงานวิจัยนี้มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคของผงเซอร์โคเนียทางการค้า จึงทำให้ค่าความหนาแน่นที่ได้นั้นต่ำลง แต่ค่าความพรุนตัวปรากฏนั้นมีค่าที่ต่ำใกล้เคียงกับงานวิจัยอ้างอิง ซึ่งสามารถแสดงถึงประสิทธิภาพในการเผาผนึกสูงสุดในการเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

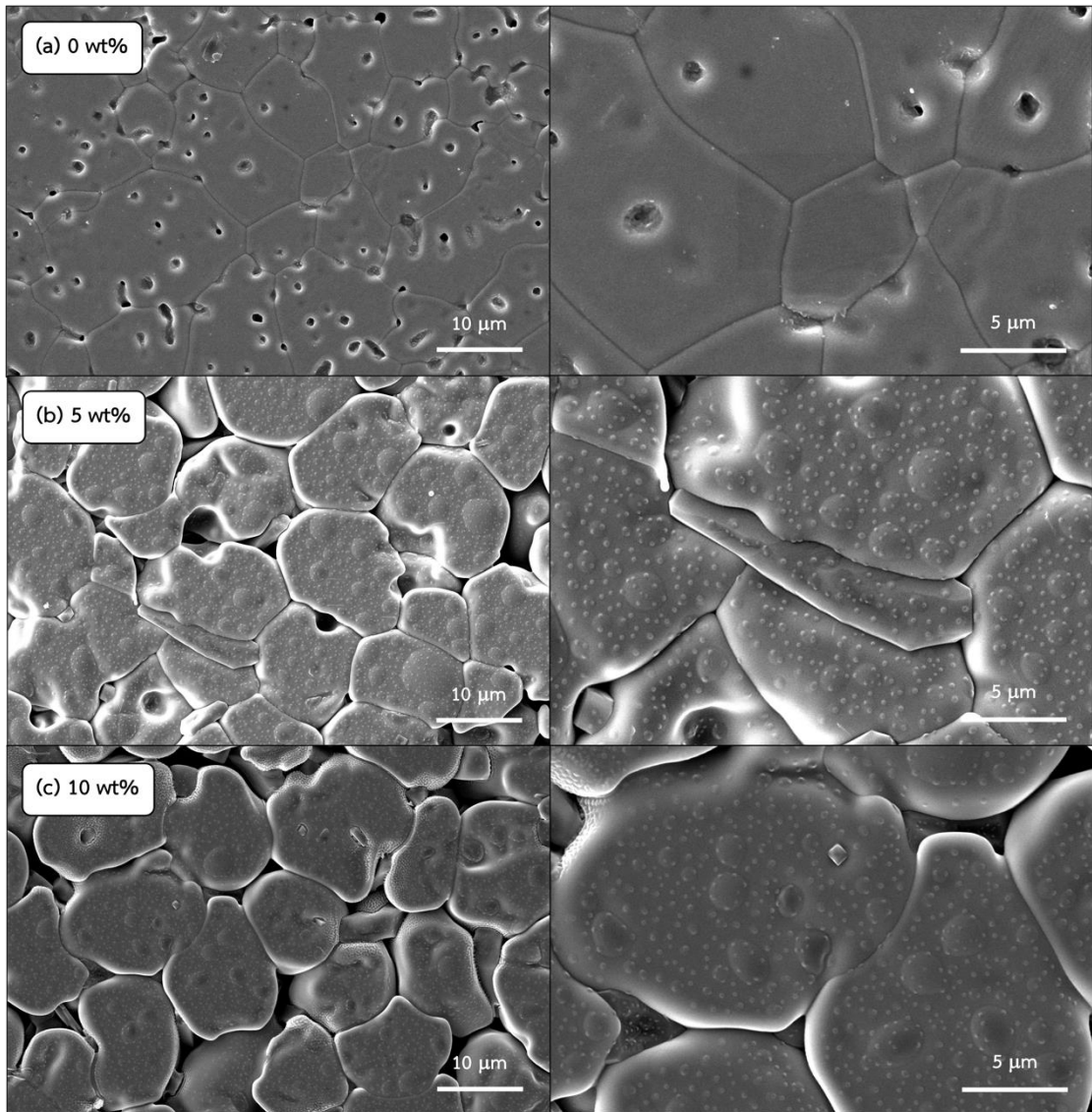
เมื่อพิจารณาโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการศึกษาเปรียบเทียบกับเวลาในการบดลดขนาดของอนุภาคที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งจากชิ้นงานตัวอย่างที่ทำการขึ้นรูปด้วยเศษเจียรระในคิวบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์และการบดลดขนาดเป็นเวลา 0, 24 และ 48 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.15 พบว่าปริมาณของรูพรุนในชิ้นงานมีปริมาณลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการบดลดขนาดของอนุภาค อนุภาคที่มีขนาดเล็กของชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง สามารถกระจายตัวและแทรกเข้าไปเติมเต็มในตำแหน่งช่องว่างของอนุภาคได้อย่างเต็มที่ จึงทำให้อนุภาคสามารถจัดเรียงตัวได้ดีและมีความหนาแน่นเพิ่มสูงขึ้น

ในการวิเคราะห์พื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ศึกษาเปรียบเทียบผลของการเติมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนักต่อโครงสร้างของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.16 พบว่าลักษณะของขอบเกรนเกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการละลายของสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในกระบวนการเผาผนึก จึงทำให้สังเกตเห็นได้ว่าจากเดิมที่ไม่มีการใช้สารตัวเติมขอบเกรนจะมีลักษณะเป็นเหลี่ยมเชื่อมกันระหว่างอนุภาค แต่เมื่อมีการใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตเข้าสู่ในระบบนั้นขอบเกรนจะเริ่มมีความโค้งมนมากขึ้นจากกระบวนการที่เฟสของเหลวที่เกิดการจัดเรียงอนุภาคใหม่และทำให้ผิวของอนุภาคบางส่วนเกิดการละลายร่วมกับเฟสของเหลวและเกิดการตกผลึกเป็นเฟสชนิดใหม่ขึ้นในระบบ อีกทั้งการใช้สารตัวเติมยังส่งผลทำให้เกรนของอนุภาคเกิดการโตและมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ดังตารางที่ 4.3



### CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 4.15 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย ที่ผ่านการเผาขึ้นแบบสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 2000 และ 5000 เท่า ของ (a) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ (b) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ (c) เศษเจียรระไนควิบิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง



CHULALONGKORN UNIVERSITY

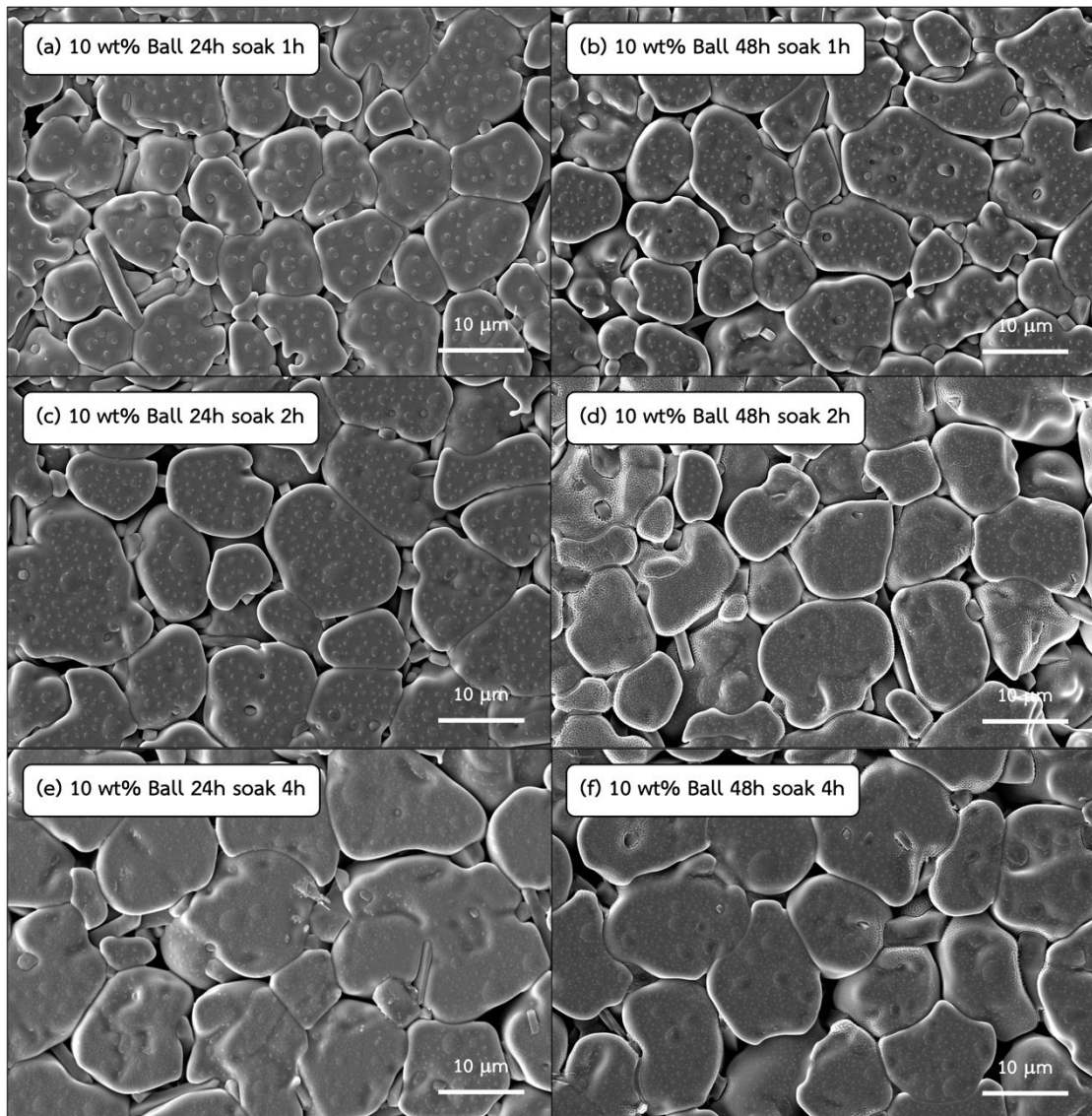
รูปที่ 4.16 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่เปรียบเทียบอัตราส่วนของ การผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ผ่านการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และ ผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ของ (a) เศษเจียรระไนคิวบิกเซอร์โคเนีย (b) การบด ผสมสารตัวเติม CaP ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (c) การบดผสมสารตัวเติม CaP ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก



ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ชิ้นงานตัวอย่าง	ขนาดเกรนเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )
ผงตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์	$6.08 \pm 2.71$
ผงตัวอย่างที่ผ่านการบดลดขนาด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	$5.65 \pm 1.95$
ผงตัวอย่างที่ผ่านการบดลดขนาด เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (0 wt%)	$9.43 \pm 4.53$
ผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมกับสารตัวเติม CaP ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (5 wt%)	$9.67 \pm 3.78$
ผงตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมกับสารตัวเติม CaP ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (10 wt%)	$10.75 \pm 3.50$

จากรูปที่ 4.17 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเพื่อเปรียบเทียบผลของระยะเวลาในการยีนไฟ (Soaking time) ของตัวอย่างที่ทำการผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ทำการบดผสมเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง ในระยะเวลาการยีนไฟต่าง ๆ แสดงให้เห็นว่าเกรนอนุภาคที่บดผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตทั้งการบดเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง หรือการเพิ่มระยะเวลาในการยีนไฟในกระบวนการเผาผนึกนั้น มีลักษณะและขนาดของเกรนที่ใกล้เคียงกัน โดยไม่มีความแตกต่างกันที่มีนัยสำคัญ ดังตารางที่ 4.4



CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 4.17 โครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaP) ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (a-b) 1 ชั่วโมง (c-d) 2 ชั่วโมง และ (e-f) 4 ชั่วโมง

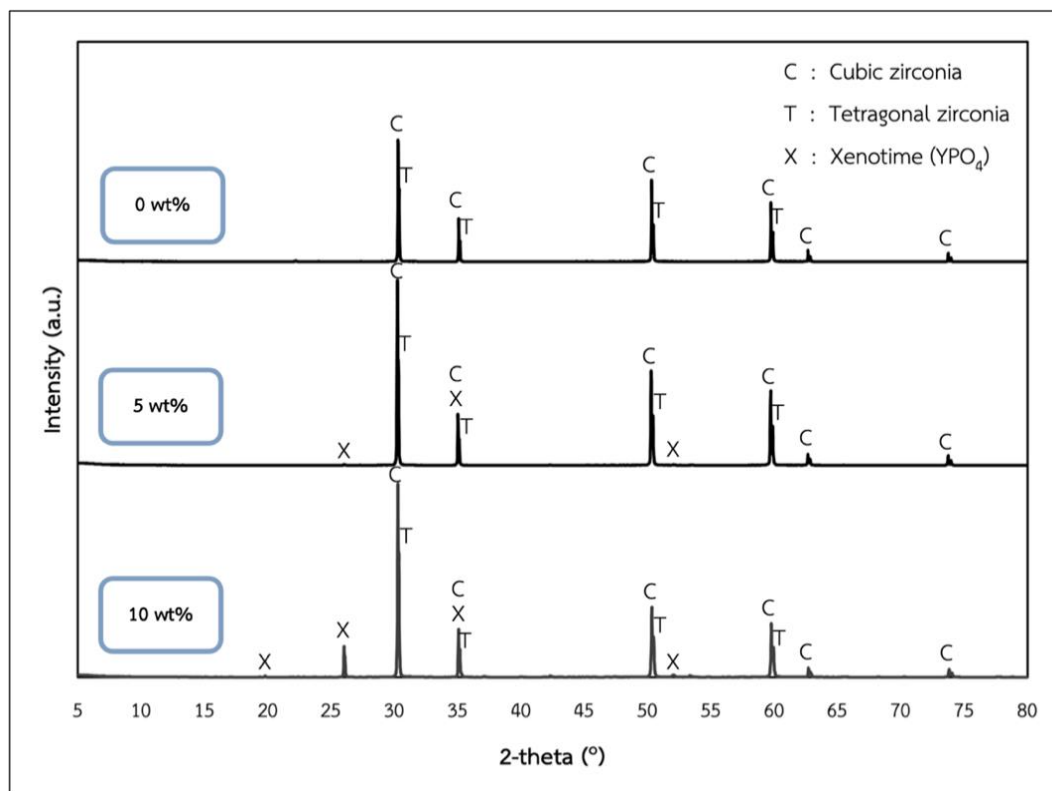
ตารางที่ 4.4 ขนาดเกรนเฉลี่ยของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่าง ที่ผ่านการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaP) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

บดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง		บดผสมเป็นเวลา 48 ชั่วโมง	
ชิ้นงานตัวอย่าง	ขนาดเกรนเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )	ชิ้นงานตัวอย่าง	ขนาดเกรนเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )
1 ชั่วโมง	$8.63 \pm 2.88$	1 ชั่วโมง	$8.57 \pm 2.91$
2 ชั่วโมง	$10.50 \pm 2.88$	2 ชั่วโมง	$8.53 \pm 3.19$
4 ชั่วโมง	$11.32 \pm 4.34$	4 ชั่วโมง	$10.75 \pm 3.50$

#### 4.2.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของพื้นผิวชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย

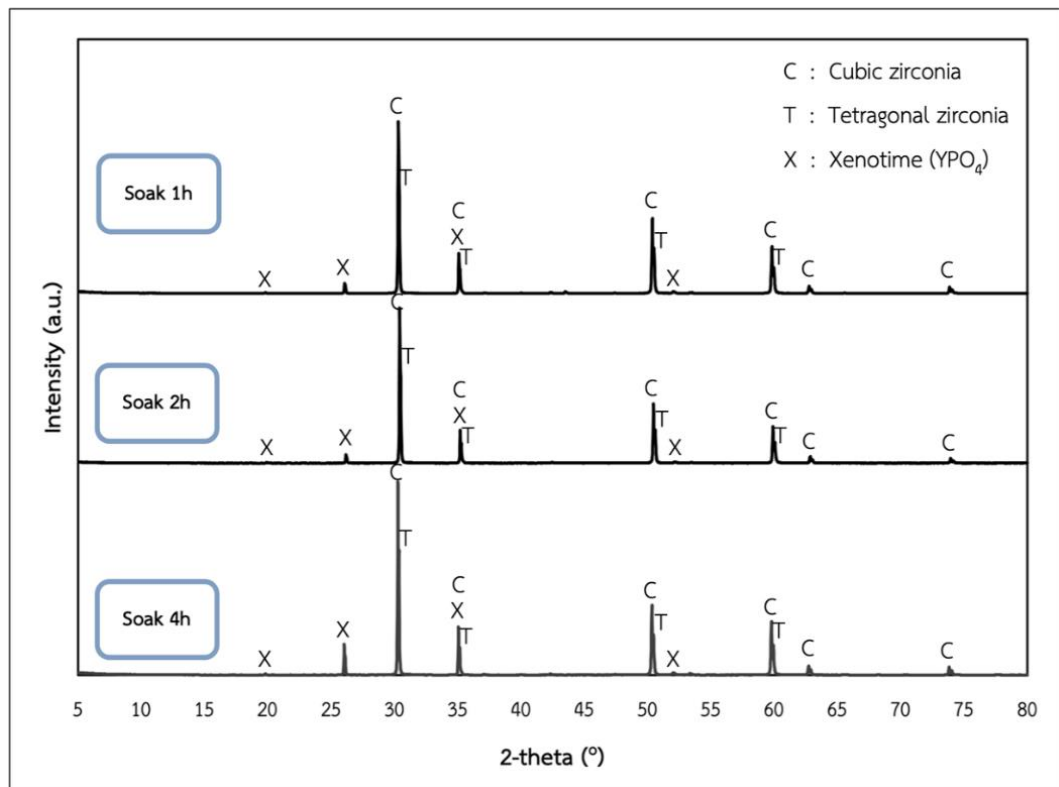
จากการพิจารณาผลการวิเคราะห์ที่ทำการเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าในทุก ๆ ตัวอย่างมีการบ่งชี้ให้เห็นถึงการเกิดขึ้นของเซอร์โคเนียที่มีเฟสคิวบิก ร่วมกับเซอร์โคเนียที่มีเฟสเตตระโกนอล ที่เป็นฟิสิกส์ที่ซ้อนทับกันในตำแหน่งของ Cubic zirconia ได้อย่างชัดเจนมากขึ้นจากการศึกษาองค์ประกอบทางเฟสของผงตัวอย่างเศษเจียรในคิวบิกเซอร์โคเนีย และองค์ประกอบของฟอสเฟตจากสารตัวเติมที่เกิดการแยกตัวออกมาจากสารประกอบแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตนั้น จะเข้าไปทำปฏิกิริยากับอิตเทรียม (Yttrium) ที่อยู่ในโครงสร้างของเซอร์โคเนียเพื่อช่วยคงความเสถียรของโครงสร้างคิวบิก และส่งผลทำให้เฟสของ Y - doped zirconia ที่มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกบางส่วนเกิดการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเฟสและโครงสร้าง (Phase transformation) เป็นเฟสของ Xenotime ( $\text{YPO}_4$ ) และเฟสของ Ca - doped zirconia ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลเกิดขึ้น ดังแสดงในสมการที่ 4.1 และรูปที่ 4.18 ที่สามารถสังเกตได้อย่างชัดเจนในตัวอย่างที่มีการเติมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ปรากฏพีคหลักในตำแหน่ง 2-theta ที่ 26 - 27 องศา





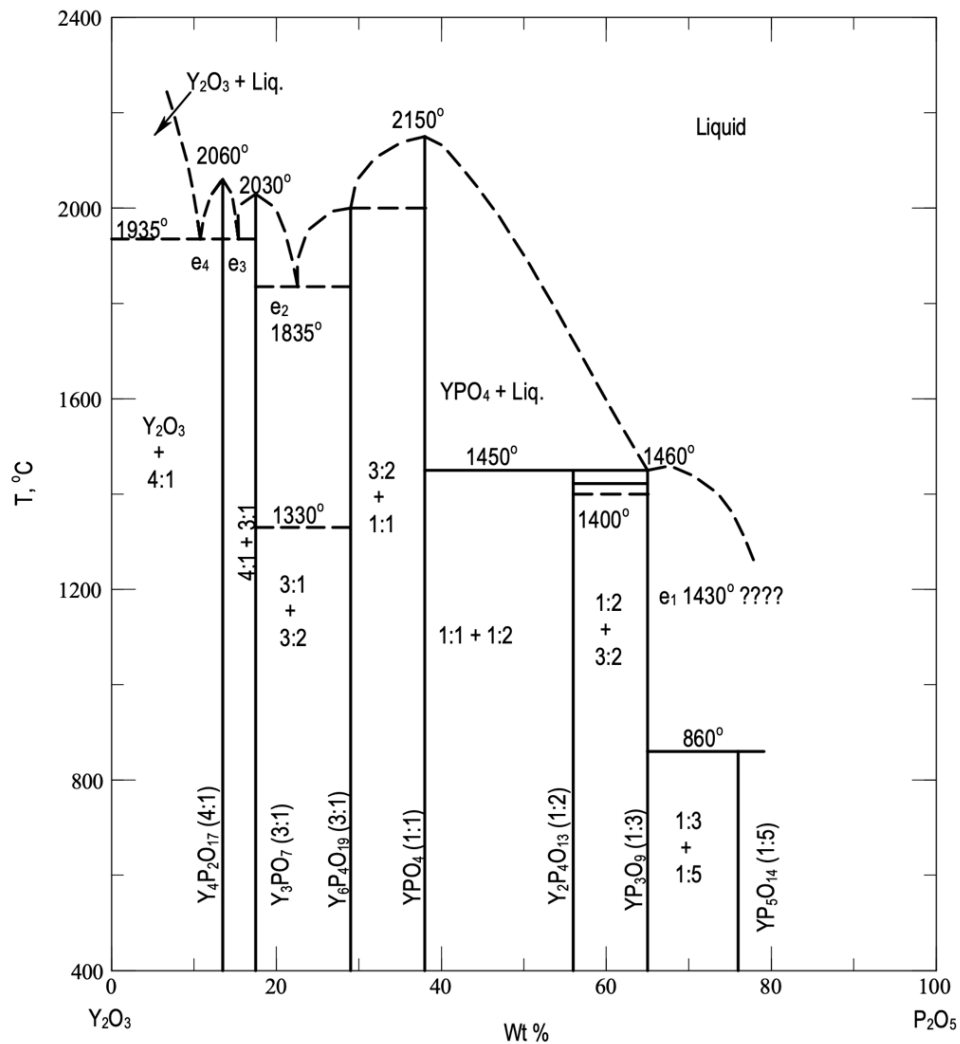
รูปที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อทำการศึกษาเปรียบเทียบองค์ประกอบของเฟส Xenotime (YPO<sub>4</sub>) ที่เกิดขึ้นในตัวอย่างที่ใช้สารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.19 พบว่าระยะเวลาในการยีนไฟ (soaking time) ที่เพิ่มมากขึ้นนั้น ส่งผลทำให้องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย มีการเกิดองค์ประกอบเฟสของ Xenotime (YPO<sub>4</sub>) มากขึ้น



รูปที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 2 และ 4 ชั่วโมง

จากการศึกษาแผนภาพไดอะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - P_2O_5$  ดังแสดงในรูปที่ 4.20 สามารถยืนยันได้ว่าที่สภาวะอุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส การเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตเข้าไปในโครงสร้างนั้น จะทำให้องค์ประกอบของฟอสเฟตจากแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตที่เกิดขึ้นเป็นเฟสของเหลวในโครงสร้างเกิดการแยกตัวออกจากแคลเซียมและเข้าทำปฏิกิริยากับองค์ประกอบของอิทเทรียมในเซอร์โคเนียเกิดเป็นเฟสของสารประกอบ Xenotime (YPO<sub>4</sub>)



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
รูปที่ 4.20 แผนภาพไต่อะแกรมของระบบ  $Y_2O_3 - P_2O_5$ <sup>[42]</sup>

#### 4.2.5 ผลการทดสอบค่าความต้านทานแรงดัด ค่าความแข็ง และค่าความเหนียว

ในการทดสอบสมบัติทางกล (Mechanical properties) ในส่วนของค่าความต้านทานแรงดัด ค่าความแข็ง และค่าความเหนียวของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียจะทำการศึกษาเลือกชิ้นงานจากเงื่อนไขที่มีสมบัติทางกายภาพค่าความหนาแน่น ค่าการดูดซึมน้ำและค่าความพรุนตัวปรากฏที่ดีที่สุดมาทำการศึกษาต่อ โดยแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือกลุ่มที่ทำการศึกษาด้วยการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่ใช้ตัวอย่างชิ้นงานที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมงและผ่านกระบวนการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และการศึกษาด้วยการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวที่ใช้ตัวอย่างที่ผ่านการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ค่าความต้านทานแรงดัด ค่าความแข็ง และค่าความเหนียว

สมบัติทางกล	ความต้านทานแรงดัด (MPa)	ความแข็ง (GPa)	ความเหนียว (MPa·m <sup>1/2</sup> )
การเผาผนึกแบบ สถานะของแข็ง	140.39 ± 12.66	10.26 ± 0.47	1.30 ± 0.27
การเผาผนึกแบบ เฟสของเหลว	90.66 ± 6.87	6.72 ± 0.39	N/A

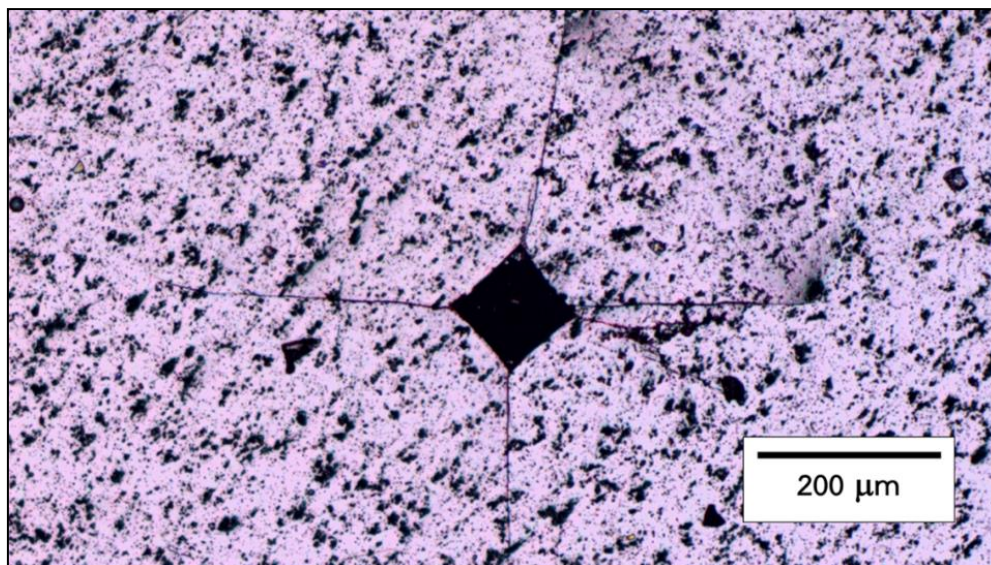
\* ตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบสมบัติทางกลของการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งคือชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

\* ตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบสมบัติทางกลของการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวคือชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ใช้ส่วนผสมตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

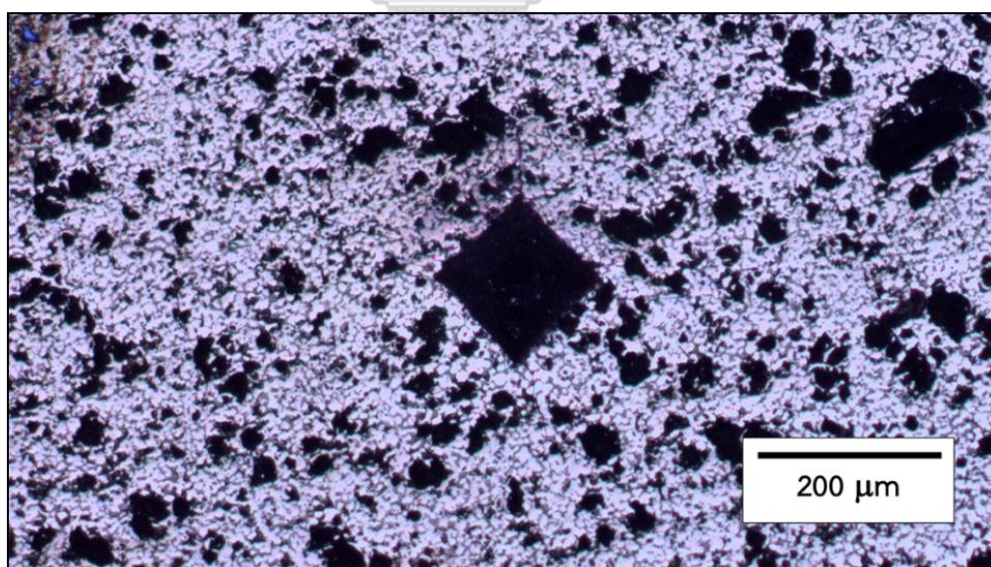
จากผลการทดสอบค่าความต้านทานแรงดัดของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียตัวอย่างพบว่าผลที่ทดสอบได้นั้นมีความสอดคล้องกับโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน ดังหัวข้อที่ 4.2.3 โดยการลดลงของค่าความต้านทานแรงดัดของชิ้นงานนั้นเป็นผลเกิดขึ้นเนื่องจากการโตขึ้นของเกรนอนุภาคและปริมาณรูพรุนภายในโครงสร้างที่เกิดขึ้นจากการสลายตัวของสารตัวเติมเมื่ออยู่ในสภาวะอุณหภูมิสูงและเหลือรูพรุนทิ้งไว้ในระบบจึงทำให้โครงสร้างมีความแข็งแรงต่ำลง

ซึ่งส่งผลเช่นเดียวกับการทดสอบค่าความแข็งและค่าความเหนียวของชิ้นงานที่ศึกษาจากลักษณะรอยกดและรอยแตกจากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์สที่มีผลการทดสอบดังรูปที่ 4.21 และรูปที่ 4.22 ซึ่งจากรูปที่แสดงนั้นค่าความเหนียวจะสามารถคำนวณได้จากขนาดของรอยแตก (crack tip) ซึ่งสามารถอ่านค่าได้ยากหากพื้นผิวของชิ้นงานมีความขรุขระ ดังแสดงในรูปที่ 4.22

เมื่อทำการศึกษาเปรียบเทียบกับสมบัติทางกลมาตรฐานของวัสดุเซอร์โคเนีย<sup>[43]</sup> พบว่าค่าที่ได้ นั้นเป็นเพียงค่าต่ำสุดของมาตรฐานของวัสดุเซอร์โคเนีย ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากขนาดอนุภาคพิเศษเจียรไนควิกเซอร์โคเนียในงานวิจัยนี้มีขนาดค่อนข้างใหญ่กว่าอนุภาคเซอร์โคเนียทางการค้าที่ใช้ทั่วไปที่ส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร เช่นเดียวกับการเปรียบเทียบกับงานวิจัยอ้างอิงของ Uwanyuze และคณะ<sup>[22]</sup> ที่ขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียได้ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีความต้านทานแรงดัด (biaxial flexural strength) ประมาณ 750 MPa และค่าความแข็งประมาณ 13.5 GPa ในทุก ๆ ตัวอย่างที่ทำการขึ้นรูปจาก Yttria stabilized zirconia ร้อยละ 3 - 5 โดยโมล ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูปที่ 4.21 ลักษณะของรอยกดและรอยแตกจากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส ด้วยกำลังขยาย 5 เท่า ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งที่ผ่านการบดลดขนาดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.22 ลักษณะของรอยกดและรอยแตกจากเทคนิคการกดด้วยหัวเพชรของวิกเกอร์ส ด้วยกำลังขยาย 5 เท่า ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวที่ผ่านการบดผสมสารตัวเติม CaP ในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการเตรียมวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียความหนาแน่นสูงจากเศษเจียรในควิบิกเซอร์โคเนียในงานวิจัยครั้งนี้ แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่

##### 5.1.1 ผลของการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง

จากผลการทดลองการเตรียมวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็งจากอนุภาคที่ผ่านการบดลดขนาดด้วยลูกบดเซอร์โคเนีย เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมงพบว่า

- 1) ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดในการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง ได้แก่ การบดเศษเจียรในควิบิกเซอร์โคเนียเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
- 2) ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียดังกล่าวมีค่าความหนาแน่นประมาณ  $5.41 \text{ g/cm}^3$  ค่าการดูดซึมน้ำประมาณร้อยละ 0.13 และค่าความพรุนตัวปรากฏประมาณร้อยละ 0.68
- 3) ลักษณะอนุภาคจากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานจะมีลักษณะของเกรนเป็นเหลี่ยมเชื่อมกับอนุภาคอื่น ๆ จากการโตขึ้นของเกรน มีปริมาณรูพรุนต่ำ
- 4) สมบัติทางกลของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเตรียมด้วยการบดลดขนาด เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงนั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดมีค่าประมาณ 140.39 MPa ค่าความแข็งประมาณ 10.26 GPa และมีค่าความเหนียวประมาณ  $1.30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

##### 5.1.2 ผลของการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว

จากผลการทดลองการเตรียมวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลวจากอนุภาคที่ทำการบดผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมงพบว่า

- 1) ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดในการศึกษาด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบเฟสของเหลว ได้แก่ ตัวอย่างอนุภาคกลุ่มที่ 4 ที่ทำการบดเศษเจียรในควิบิกเซอร์โคเนียผสมกับสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ร่วมกับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา

- 24 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 2) ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียดังกล่าวมีค่าความหนาแน่นประมาณ  $5.27 \text{ g/cm}^3$  ค่าการดูดซึมน้ำประมาณร้อยละ 0.12 และค่าความพรุนตัวปรากฏประมาณร้อยละ 0.65
  - 3) ลักษณะอนุภาคจากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงาน จะมีเกรนของอนุภาคลักษณะกลมมน เนื่องจากแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตเมื่อเกิดเป็นเฟสของเหลวในกระบวนการเผาผนึกจะส่งผลทำให้บริเวณขอบเกรนของอนุภาคเซอร์โคเนียเกิดการละลาย มีปริมาณรูพรุนภายในค่อนข้างสูงจากการสลายตัวของสารตัวเติมที่สถานะอุณหภูมิสูง
  - 4) สมบัติทางกลของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านการเตรียมด้วยการบดผสมสารตัวเติมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงนั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดมีค่าประมาณ 90.66 MPa ค่าความแข็งประมาณ 6.72 GPa

## 5.2 ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม

- 1) ควรใช้แผ่นหรือฐานรองที่สามารถทนความร้อนสูงได้มาวางไว้เพื่อป้องกันละอองปะทุจากวัสดุที่ทำให้กำเนิดความร้อนภายในเตา เช่น Molybdenum Silicide ตกลงบนชิ้นงานที่อาจส่งผลทำให้เกิดปฏิกิริยากับสารตัวเติมแคลเซียมฟอสเฟตและทำให้ชิ้นงานเกิดการเปลี่ยนเฟส<sup>[44]</sup>
- 2) เปลี่ยนการใช้น้ำ RO เป็นการใช้อีทานอล (Ethanol) เพื่อลดการเกิดการเกาะตัวกันของอนุภาค (hard agglomerate) ในกระบวนการกลั่นระเหย และเปลี่ยนการใช้ตัวเชื่อมประสานจาก PVA เป็น PVB ที่มีสมบัติความสามารถในการละลายในเอทานอล
- 3) ทดลองศึกษาปัจจัยของสารตัวเติมจากการเตรียมแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตจากการใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกแทนการใช้แคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตทางการค้า เพื่อแก้ปัญหาการละลายน้ำที่ไม่ดีของแคลเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ 2 กรัม ต่อ 100 มิลลิลิตร<sup>[40]</sup>
- 4) ใช้การคำนวณค่าความเหนียวด้วยเทคนิคอื่นแทนการคำนวณจากขนาดของรอยแตกจากการกดด้วยหัววิกเกอร์ส เช่น Notch toughness test
- 5) ทดลองศึกษาพฤติกรรมกรรมการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำลง เช่น 1550 และ 1600 องศาเซลเซียส

## บรรณานุกรม

1. Wang, W., et al., *Mechanical and thermodynamic properties of ZrO<sub>2</sub> under high-pressure phase transition: A first-principles study*. Journal of Alloys and Compounds, 2015. **622**: p. 504-512.
2. Cousland, G.P., et al., *Mechanical properties of zirconia, doped and undoped yttria-stabilized cubic zirconia from first-principles*. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2018. **122**: p. 51-71.
3. กรมทรัพยากรธรณี. เซอร์คอน. 2550 [accessed 2022, 27 June]; Available from: [http://www.dmr.go.th/ewt\\_news.php](http://www.dmr.go.th/ewt_news.php).
4. Leriche, A., F. Cambier, and H. Reveron, *Zirconia Ceramics, Structure and Properties*. 2021.
5. Khodaii, J., et al., *Influence of grinding parameters on phase transformation, surface roughness, and grinding cost of bioceramic partially stabilized zirconia (PSZ) using diamond grinding wheel*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2019. **105**(11): p. 4715-4729.
6. *Yttria-stabilized zirconia*. [accessed 2022, 2 June]; Available from: [https://en.wikipedia.org/wiki/Yttria-stabilized\\_zirconia](https://en.wikipedia.org/wiki/Yttria-stabilized_zirconia).
7. ชนากร วาสนาเพียรพงศ์, เซรามิกส์ วัสดุขั้นสูงสำหรับงานวิศวกรรม. 2562, กรุงเทพมหานคร. 223.
8. *CUBIC ZIRCONIA COLORS*. [accessed 2022, 27 June]; Available from: <https://www.gemsngems.com/sample-kit/>.
9. *Monocalcium phosphate*. [accessed 2022, 2 June]; Available from: [https://en.wikipedia.org/wiki/Monocalcium\\_phosphate](https://en.wikipedia.org/wiki/Monocalcium_phosphate).
10. Schrödter, K., et al., *Phosphoric Acid and Phosphates*, in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 2008.
11. Agbeboh, N.I., et al., *Environmentally sustainable processes for the synthesis of hydroxyapatite*. Heliyon, 2020. **6**(4): p. e03765.
12. Hallensleben, M.L., *Polyvinyl Compounds, Others*, in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 2000.

13. เตือนเพ็ญ วณิชพิมลอนันต์, อุณหภูมิสภาพแก้วและอุณหภูมิหลอมเหลวในพอลิเมอร์. 2546.
14. จตุพร วุฒิกนกกาญจน์, บทที่ 8 ปฏิบัติการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยผ่านกลไกแบบควบแน่น. p. 103-128.
15. *Polyvinyl alcohol*. [accessed 2022, 2 June]; Available from: [https://en.wikipedia.org/wiki/Polyvinyl\\_alcohol](https://en.wikipedia.org/wiki/Polyvinyl_alcohol).
16. Nampi, P.P., et al., *The effect of polyvinyl alcohol as a binder and stearic acid as an internal lubricant in the formation, and subsequent sintering of spray-dried alumina*. *Ceramics International*, 2011. **37**(8): p. 3445-3450.
17. Kopeliovich, D.D. *Methods of shape forming ceramic powders*. [accessed 2022, 6 June]; Available from: [http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=methods\\_of\\_shape\\_forming\\_ceramic\\_powders](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=methods_of_shape_forming_ceramic_powders).
18. Averú, A., et al., *Comparative Study of the Diffusibility of a Nickel Alloy composed by Ni-Cr-Fe*. *International Journal of Engineering Research and Technology (IJERT)*, 2016. **5**: p. 290.
19. Blendell, J.E. and W. Rheinheimer, *Solid-State Sintering*, in *Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses*, M. Pomeroy, Editor. 2021, Elsevier: Oxford. p. 249-257.
20. Sarkar, J., *Chapter 4 - Sputtering Target Manufacturing*, in *Sputtering Materials for VLSI and Thin Film Devices*, J. Sarkar, Editor. 2014, William Andrew Publishing: Boston. p. 197-289.
21. Panthi, D., N. Hedayat, and Y. Du, *Densification behavior of yttria-stabilized zirconia powders for solid oxide fuel cell electrolytes*. *Journal of Advanced Ceramics*, 2018. **7**(4): p. 325-335.
22. Uwanyuze, R.S., et al., *Mechanical properties, translucency, and low temperature degradation (LTD) of yttria (3–6 mol%) stabilized zirconia*. *Ceramics International*, 2021. **47**(11): p. 15868-15874.
23. Yoshida, M., et al., *Effect of initial microstructure on the sintering behavior of cubic zirconia nano-particles*. *Materials Today: Proceedings*, 2019. **16**: p. 226-231.
24. ชญานิษฐ์ ศรีประดิษฐ์, "ผลของสารประกอบฟอสเฟตเป็นสารเติมแต่งเผาผนึกเฟสของเหลวต่อ

- สมบัติของเซรามิกอะลูมินา," วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก.จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2564.
25. Zhang, F., et al., *Trade-off between fracture resistance and translucency of zirconia and lithium-disilicate glass ceramics for monolithic restorations*. *Acta Biomaterialia*, 2019. **91**.
  26. Witz, G., et al., *Phase Evolution in Ytria -Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Studied by Rietveld Refinement of X-Ray Powder Diffraction Patterns*. *Journal of the American Ceramic Society*, 2007. **90**: p. 2935-2940.
  27. Szuszkiewicz, W., *The system  $Y_2O_3$ -CaO- $P_2O_5$* . *Journal of thermal analysis*, 1995. **43(1)**: p. 187-192.
  28. Gavrichev, K.S., et al., *Heat capacity and thermodynamic functions of xenotime  $YPO_4(c)$  at 0–1600 K*. *Geochemistry International*, 2010. **48(9)**: p. 932-939.
  29. Zhang, Y. and J. Zhang, *First Principles Study of Structural and Thermodynamic Properties of Zirconia*. *Materials Today: Proceedings*, 2014. **1(1)**: p. 44-54.
  30. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. *X-Ray Diffraction – XRD*. [accessed 2022, 31 May]; Available from: <https://strec.chula.ac.th/equipments-rates/x-ray-diffraction-xrd>.
  31. นุชนภา ตั้งบริบูรณ์, เซรามิกวิศวกรรม. 2556, สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
  32. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. *X-Ray Fluorescence Spectrometer (WDXRF) – XRF (WDXRF)*. [accessed 2022, 31 May]; Available from: <https://strec.chula.ac.th/equipments-rates/x-ray-fluorescence-spectrometer-wdxrf-xrf-wdxrf>.
  33. Malvern Instruments, *Mastersizer 2000 Integrated systems for particle sizing*. [accessed 2022, 30 May]; Available from: [www.malvern.co.uk/ms2000](http://www.malvern.co.uk/ms2000).
  34. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. *Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X-ray Spectrometer – SEM-EDS (6610LV)*. [accessed 2022, 31 May]; Available from: <https://strec.chula.ac.th/equipments-rates/scanning-electron-microscope-and-energy-dispersive-x-ray-spectrometer-sem-eds-6610lv>.
  35. ASTM International, *Standard Test Methods for Determination of Water*

- Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products*, in ASTM C373-16. 2016.
36. Strecker, K., S. Ribeiro, and M.-J. Hoffmann, *Fracture Toughness Measurements of LPS-SiC: A Comparison of the Indentation Technique and the SEVNB Method*. Materials Research-ibero-american Journal of Materials - MATER RES-IBERO-AM J MATER, 2005. **8**.
37. Danko Ćorić, L.C.u., Marijana Majić Renjo, *Statistical Analysis of Vickers Indentation Fracture Toughness of Y-TZP Ceramics*. TRANSACTIONS OF FAMENA XLI-2, 2017.
38. International Organization for Standardization, *Dentistry - Ceramic materials*, in ISO 6872:2008. 2008.
39. *THREE POINT BEND TEST FIXTURES*. [accessed 2022, 27 May]; Available from: <https://www.instron.com/th-th/products/testing-accessories/flexure-fixtures/three-point-bend-test-fixtures>.
40. *Calcium Phosphate Monobasic Monohydrate*. [accessed 2022, June 23]; Available from: <https://www.americanelements.com/calcium-phosphate-monobasic-monohydrate-10031-30-8>.
41. *Zirconium dioxide*. [accessed 2022, 23 June]; Available from: [https://en.wikipedia.org/wiki/Zirconium\\_dioxide](https://en.wikipedia.org/wiki/Zirconium_dioxide).
42. Yahiaoui, Z., *Synthèse et caractérisation des phosphores  $YPO_4$  dopés aux ions terres rares pour l'émission de la lumière blanche*. 2018.
43. *Zirconia -  $ZrO_2$ , Zirconium Dioxide*. [accessed 2022, March 28]; Available from: <https://www.azom.com/properties>.
44. M. Chládková\*, J.H., Z. Černošek. *P-01 Behavior of molybdenum in calcium phosphate glasses*. in *14th International Conference on Solid State Chemistry (SSC 2021)*. 2021. Slovak Republic.

ภาคผนวก  
ภาคผนวก ก  
อุปกรณ์การทดลอง



รูปที่ ก.1 แม่พิมพ์ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (a) ลักษณะทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร และ (b) ลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมขนาดกว้าง 9.6 มิลลิเมตร ยาว 59.6 มิลลิเมตร



รูปที่ ก.2 เครื่องอัดไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (Uniaxially hydraulic press)



รูปที่ ก.3 เครื่องกลึงบด (Rotary Ball milling)



รูปที่ ก.4 เครื่องกลั่นสารระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)



ภาคผนวก ข

ผลการทดลอง

ตารางที่ ข.1 ค่าความถ่วงจำเพาะของเศษเจียรระโนคิวบิกเซอร์โคเนีย (Specific gravity) โดยการใช้ Pycnometer

Specific gravity (Pycnometer)	เศษเจียรระโนคิวบิกเซอร์โคเนีย	
	ก่อนเผาแคลไซน์	หลังเผาแคลไซน์
1	5.625	5.721
2	5.311	5.635
3	4.879	5.846
4	5.218	5.511
5	5.515	5.787
ค่าเฉลี่ย	$5.31 \pm 0.29$	$5.70 \pm 0.13$

ตารางที่ ข.2 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (Bulk density) ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

ค่าความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ระยะเวลาการยีนไฟ (Soaking time)		
	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	4 ชั่วโมง
Calcined c-zirconia	$4.59 \pm 0.03$	$4.64 \pm 0.09$	$4.80 \pm 0.07$
C-zirconia ball milled 24 hours	$4.94 \pm 0.01$	$5.19 \pm 0.18$	$5.29 \pm 0.05$
C-zirconia ball milled 48 hours	$5.01 \pm 0.10$	$5.28 \pm 0.04$	$5.41 \pm 0.05$
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 24 hours	$4.95 \pm 0.02$	$5.00 \pm 0.01$	$5.01 \pm 0.07$
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 48 hours	$5.10 \pm 0.02$	$5.17 \pm 0.02$	$5.21 \pm 0.02$

C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 24 hours	$5.21 \pm 0.06$	$5.27 \pm 0.01$	$5.27 \pm 0.01$
C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 48 hours	$5.37 \pm 0.02$	$5.30 \pm 0.01$	$5.29 \pm 0.02$

ตารางที่ ข.3 ค่าการดูดซึมน้ำของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

ค่าการดูดซึมน้ำ (%)	ระยะเวลาการยีนไฟ (Soaking time)		
	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	4 ชั่วโมง
Calcined c-zirconia	$4.90 \pm 0.18$	$4.59 \pm 0.38$	$4.01 \pm 0.05$
C-zirconia ball milled 24 hours	$3.16 \pm 0.10$	$2.19 \pm 0.04$	$0.08 \pm 0.06$
C-zirconia ball milled 48 hours	$3.10 \pm 0.05$	$1.16 \pm 0.13$	$0.13 \pm 0.10$
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 24 hours	$2.43 \pm 0.14$	$2.20 \pm 0.06$	$2.01 \pm 0.15$
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 48 hours	$2.04 \pm 0.17$	$1.55 \pm 0.12$	$1.53 \pm 0.08$
C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 24 hours	$0.22 \pm 0.09$	$0.12 \pm 0.08$	$0.14 \pm 0.05$
C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 48 hours	$0.09 \pm 0.09$	$0.10 \pm 0.04$	$0.13 \pm 0.08$

ตารางที่ ข.4 ค่าความพรุนตัวปรากฏ (Apparent porosity) ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส

ความพรุนตัวปรากฏ (%)	ระยะเวลาการยีนไฟ (Soaking time)		
	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	4 ชั่วโมง
Calcined c-zirconia	22.53 ± 0.87	21.30 ± 1.41	19.27 ± 0.42
C-zirconia ball milled 24 hours	15.61 ± 0.52	11.37 ± 0.46	0.44 ± 0.31
C-zirconia ball milled 48 hours	15.53 ± 0.44	6.14 ± 0.65	0.68 ± 0.54
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 24 hours	12.04 ± 0.68	10.98 ± 0.28	10.05 ± 0.74
C-zirconia with 5 wt% CaP ball milled 48 hours	10.40 ± 0.86	7.99 ± 0.62	7.98 ± 0.39
C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 24 hours	1.13 ± 0.47	0.65 ± 0.41	0.73 ± 0.26
C-zirconia with 10 wt% CaP ball milled 48 hours	0.49 ± 0.48	0.54 ± 0.22	0.68 ± 0.43

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ณัชชา ปาลวัฒน์
วัน เดือน ปี เกิด	10 ตุลาคม 2540
สถานที่เกิด	จังหวัดอ่างทอง
วุฒิการศึกษา	2553 - 2558 มัธยมศึกษา โรงเรียนสาธิตมหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี จังหวัดลพบุรี 2559 - 2562 ปริญญาตรี แขนงวิชาเซรามิกและวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุ ศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ปัจจุบัน	4/18 ซอยวิภาวดีรังสิต 54 ถนนวิภาวดีรังสิต แขวงตลาดบางเขน เขตหลักสี่ กรุงเทพมหานครฯ 10210
ผลงานตีพิมพ์	การประชุมวิชาการ The Pure and Applied Chemistry International Conference 2022 (PACCON2022) นำเสนอผลงานในรูปแบบ Poster presentation ระหว่างวันที่ 30 มิถุนายน - 1 กรกฎาคม 2565 ณ หอประชุมเจ้าพระยาสุรวงษ์ไวยวัฒน์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้า คุณทหารลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร และได้รับการตีพิมพ์ในรูปแบบ E- Proceedings หน้าที่ 586 - 590 ในหัวข้อเรื่อง "PREPARATION OF ZIRCONIA CERAMICS FROM CUBIC ZIRCONIA CUTTING SCRAP"