บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

- Cold Isostatic Press
- Die Press: ยี่ห้อ ENERPACSE Model SEFI-20-1 Capacity 20 Ton, Stroke 200 mm
- Elevator Type Carbon Furnance Max.Temperature 2400^{o}C, Heat Rate Max. 15^{o}C/min., Chamber Capacity Size 1 ft^{3}
- เครื่องบด
- Dry Oven
- Electronic Balance
- Microhardness Test
- Rotary Vacuum
- Scan Electron Microscope
- Tensile Test Machine : ยี่ห้อ INSTRON Model 5583 Capacity 150 kN, Weight 1100lbs (500 kg).
- Grinder Machine

3.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 ผงเซรามิก (Ceramic Powders)

วัสดุที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

3.2.1.1 ซิลิคอนไนไตรด์ ความบริสุทธิ์ 99 % ขนาด –300 mesh ความหนาแน่นประมาณ 3.15 g/cm^{3}

3.2.1.2 แมกนีเซียมออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.9 % ขนาด –325 mesh ความหนาแน่นประมาณ 3.65 g/cm^{3}

3.2.1.3 อิทเทรียมออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.9 % ขนาด –325 mesh ความหนาแน่นประมาณ 4.93 g/cm^3

3.2.1.4 อะลูมิเนียมออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.7% ขนาด 0.5 ไมครอน ความหนาแน่นประมาณ 3.87 g/cm^3

เป็นผลิตภัณฑ์ของบริษัท Fine Chemical ประเทศญี่ปุ่น

3.2.2 เม็ดบด (Ball Milling Media)

วัสดุที่ใช้บดผสมผงคือ เซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร

3.2.3 ตัวกลางช่วยการกระจายตัว (Solution Midia)

ตัวกลางช่วยการกระจาย เมื่อบดผสมผลคือเอเทอร์นอล (Ethanal)

3.2.4 สารช่วยการเกาะยึด (Binder)

สารช่วยการเกาะยึด คือสารโพลิไวนิล อะซิเตรด (Polyvinyl Acetate, PVA)

3.3 ขั้นตอนการทดลอง (Procedures)

ขั้นตอนการทดลอง แบ่งเป็น 4 ขั้นตอน ดังรูปที่ 3.1

3.3.1 การเตรียมผง (Powder Preparation)

3.3.1.1การบดผสมผง คำนวณปริมาณน้ำหนักผงซิลิคอนไนไตรด์ผงอิทเทรียมออกไซด์ ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ ผงแมกนีเซียมออกไซด์ ตามสัดส่วนดังตารางที่ 3.1 บรรจุลงในกระบอกพลาสติก กับเม็ดบดซิลิคอนไนไตรด์ อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างผงกับเม็ดบด ประมาณ 1:1 และ Ethanal ประมาณ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เวลาที่ใช้ในการบดผสมประมาณ 72 ชั่วโมง

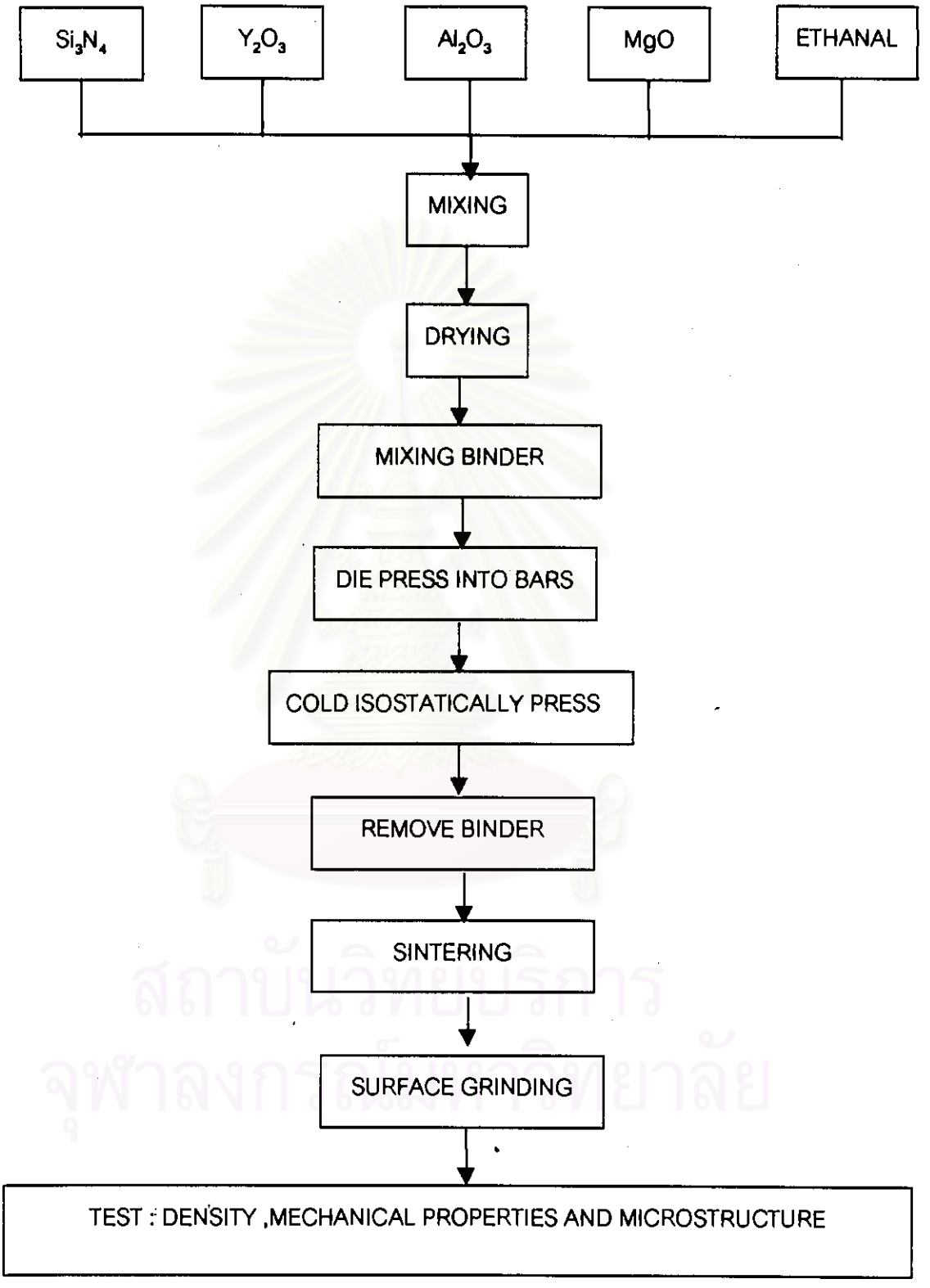
3.3.1.2 การอบแห้ง อบแห้งผงที่ผ่านการบดผสมที่อุณหภูมิ 100 $^{\circ}$C ประมาณ 24 ชั่วโมง

3.3.1.3 การผสม Binderชั่งผง Binder ประมาณ1 wt% ของน้ำหนักผงผสมจากนั้นเทลงในน้ำแล้วนำไปต้มที่อุณหภูมิประมาณ 100 $^{\circ}$C กวนให้ผง Binder ละลายเข้ากันจนหมด แล้วนำไปผสมกับผงผสมบรรจุลงในกระบอกพลาสติกกับเม็ดบดซิลิคอนไนไตรด์ ทำการบดผสม Binder ประมาณ 20 นาที และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิประมาณ 70-80 $^{\circ}$C ประมาณ 24 ชั่วโมง

พนมมิตรตรง สุดรัมมวิทยาลัย
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารตั้งต้น / ลำดับที่	Si_3N_4 (กรัม)	MgO (กรัม)	Al_2O_3 (กรัม)	Y_2O_3 (กรัม)
1	85	3	0	12
2	85	3	2.4	9.6
3	85	3	4.8	7.2
4	85	3	7.2	4.8
5	85	2	0	13
6	85	2	2.6	10.4
7	85	2	5.2	7.8
8	85	2	7.8	5.2
9	85	1	0	14
10	85	1	2.8	11.2
11	85	1	5.6	8.4
12	85	1	8.4	5.6

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนโดยน้ำหนักของผง Si_3N_4 : Y_2O_3 : Al_2O_3 : MgO

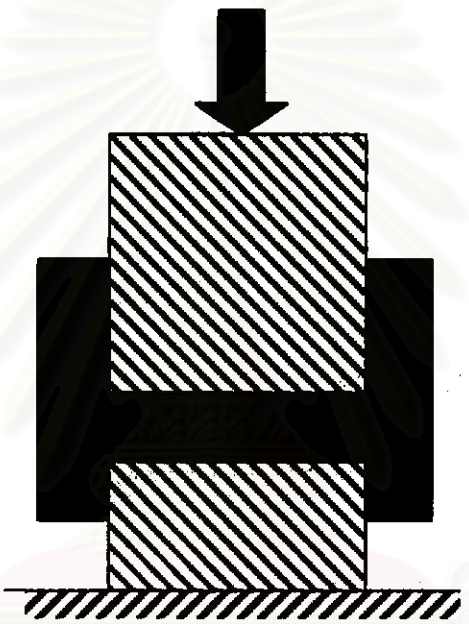


รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทดลอง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.2 การอัดขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่าง ผงผสมซิลิคอนไนไตรด์

3.3.2.1อัดขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์ (Die Pressing) อัดขึ้นรูปผงผสม เป็นแท่งขนาดประมาณ 50x8x6 มิลลิเมตร ใน Tool Steel Die ที่ความดันประมาณ 36 MPa ขนาดของชิ้นงานตัวอย่าง ภายหลังการขึ้นรูปมีความยาวประมาณ 50.20-50.30 มม. ความกว้าง 6.08-6.14 มม. ความสูง 8.2-8.5 มม. รูปที่ 3.2 แสดงภาพวาดในการอัดขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์



รูปที่ 3.2 แสดงภาพวาดในการอัดขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์

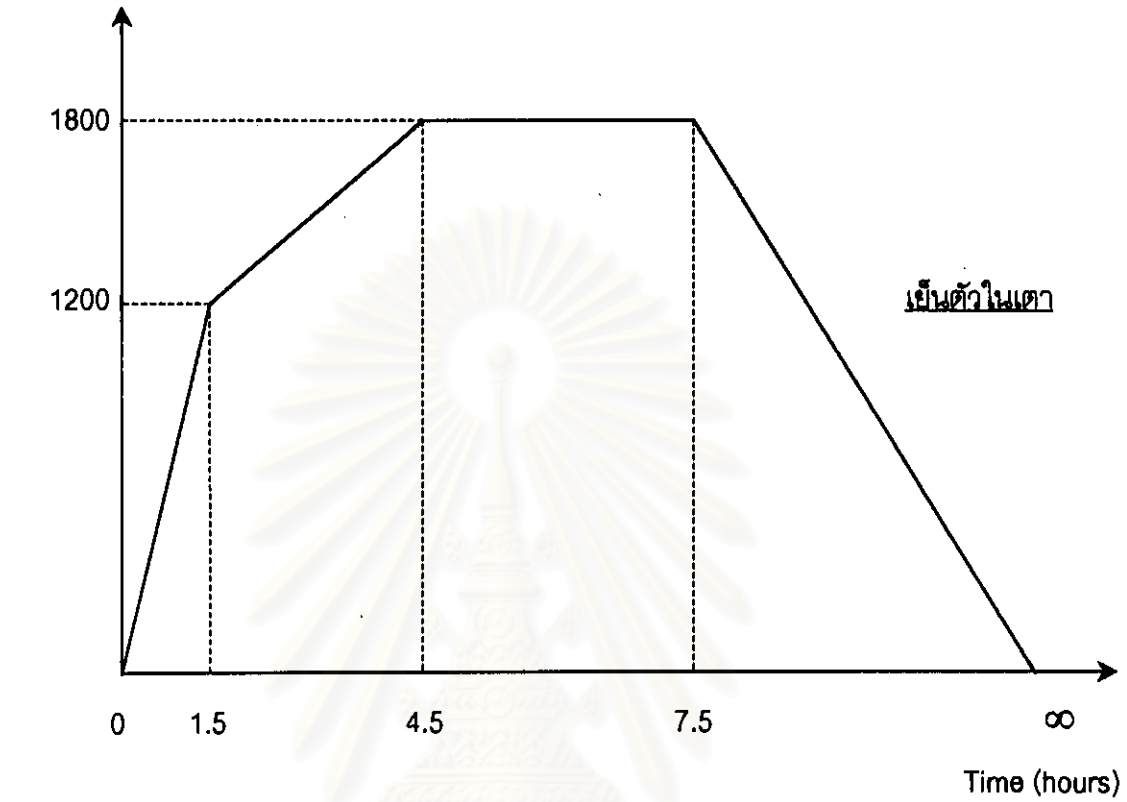
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.2.2 อัดขึ้นรูปเย็น แบบทุกทิศทาง (Cold Isostatic Pressing) นำผงที่อัดเสร็จแล้วทำกระบวนการสุญญากาศในถุงยาง และนำเข้าเครื่องอัดขึ้นรูปเย็นแบบทุกทิศทาง ที่ความดัน 250 MPa (37 kpsi) ขนาดของชิ้นงานภายหลังการขึ้นรูปเย็นแบบทุกทิศทาง มีความยาวประมาณ 45.5-46 มม. ความกว้าง 5.50-5.60 มม. ความสูง 7.9-8.2 มม. รูป 3.3 แสดงภาพวาดการอัดขึ้นรูปแบบทุกทิศทาง

รูปที่ 3.3 แสดงภาพวาดการอัดขึ้นรูปทุกทิศทาง

3.3.2.3 การเผาขจัดสารช่วยการเกาะยึด (Remove Binder) เผาสารช่วยการเกาะยึดในบรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 600 ^{o}C เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง (อัตราการไหลของ $N_2 \approx 3$ ลิตรต่อนาที)

3.3.2.4 การซินเทอร์ (Sintering) นำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปและผ่านการเผาขจัดสารเกาะยึด หมกในผงโบรอนไนไตรด์ (BN) เผาในเตาไฟฟ้าสุญญากาศบรรยากาศไนโตรเจนที่ความดัน 0.1 MPa (อัตราการไหลของ $N_2 \approx 1.5$ ลิตรต่อนาที) ที่อุณหภูมิ 1800 ^{o}C เวลา 3 ชั่วโมง รูปที่ 3.4 แสดงภาพวาดแผนภูมิของเวลาและอุณหภูมิที่ทำการซินเทอร์



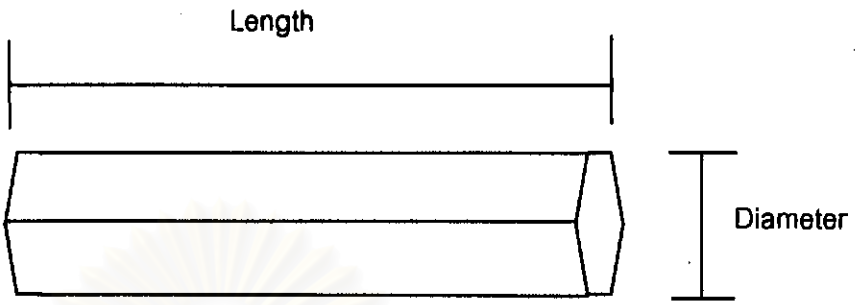
รูปที่ 3.4 แสดงภาพวาดไดอะแกรมของเวลาและอุณหภูมิที่ทำการซินเทอร์

3.4 การทดสอบ (Testing)

3.4.1 การทดสอบความหนาแน่น(Bulk Density) การทดสอบวิธี Water Immersion

3.4.2 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคโดยนำชิ้นงานขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, 1200 ให้เรียบ แล้วนำไปขัดเงา (Polishing) ด้วยผงเพชร(Diamond Paste : Buchler) ขนาด 3 และ 1 ตามลำดับ หลังจากนั้นทำการกัดผิว (Etching) ด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หลอมเหลว ความเข้มข้น 100 % เวลาที่ใช้ในการกัดผิวประมาณ 15 -20 วินาที ถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 3500 เท่า วัดขนาดเกรน β - Si_3N_4 โดยวิธีการลากเส้นทะแยงมุม และเส้นกึ่งกลางภาพถ่าย วัดขนาดเกรนแล้วหาค่า Aspect Ratio ดังรูปที่3.5 จากนั้นนำค่าที่ได้ไปแจกแจงความถี่เพื่อสร้างความถี่สะสมหาค่าเฉลี่ยที่ความถี่สะสม 50 เปอร์เซ็นต์

$$Aspect\ ratio = \frac{Length\ \beta - Si_3N_4}{Diameter\ \beta - Si_3N_4}$$



รูปที่ 3.5 แสดงภาพวาดการวิเคราะห์หา Aspect Ratio ของ β - Si_3N_4

3.4.3 การหา Young's Modulus

3.4.3.1 การหา Young's Modulus แบบการวัด Displacement of Loading Point โดยนำชิ้นงานทดสอบแบบ Three Point Bending สร้างเส้นโค้งความสัมพันธ์ระหว่าง Load กับ Displacement (y_m) นำชิ้นงานที่มีความหนามากกว่า 4.5 เท่าของชิ้นงานทดสอบ สร้างเส้นโค้งสัมพันธ์ระหว่าง Load กับ Displacement (y_c) เพื่อทำการ Correcting หาค่า Displacement (y_b)ที่แท้จริงของชิ้นงาน

โดยค่า y_b หาจาก y_c- y_m ที่ Load เดียวกัน ดังรูปที่ 3.6 ค่า Elastic Modulus คำณวนจากสมการ

$$E_{b3} = \frac{l_3(P_2 - P_1)}{4wt^3(y_{b2} - y_{b1})}$$

เมื่อ

E_{b3} = Elastic modulus จาก Three Point Bending ,Nm^2

P = Load , N

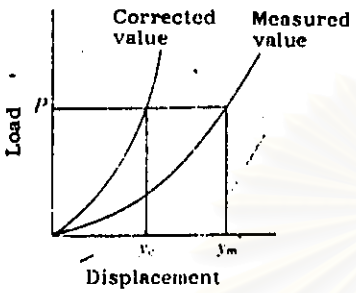
l = ระยะทางระหว่าง Backup Rolls , m

w = ความกว้างชิ้นงาน , m

t = ความหนาชิ้นงาน , m

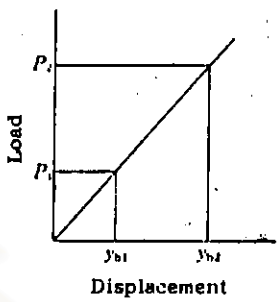
y_b = Displacement หลังจาก Correction , m

(a) Correcting Method of Measured Value



(a)

(b) Load-Displacement Diagram after Correction



(b)

รูปที่ 3.6 แสดง Load Displacement Diagram และ วิธี Correction (a) Correcting Method of Measured Value (b) Load Displacement Diagram after Correction

3.4.3.2 การหา Young's Modulus แบบ Wire Strain Gauge โดยนำชิ้นงานทดสอบติด Wire Strain Gauge ไว้ที่ด้านล่างตรงกลางและ ขนานกับความยาวของชิ้นงาน ทดสอบแบบ Three Point Bending บันทึกค่าLoad และ ระยะยืด (ε_s) ค่า Elastic Modulus คำนวณจากสมการ

$$E_{b3} = \frac{3l(P_2 - P_1)}{2wt^2(\varepsilon_{s1} - \varepsilon_{s2})}$$

เมื่อ

E_{b3} = Elastic modulus จาก Three Point Bending ,Nm^2

P = Load , N

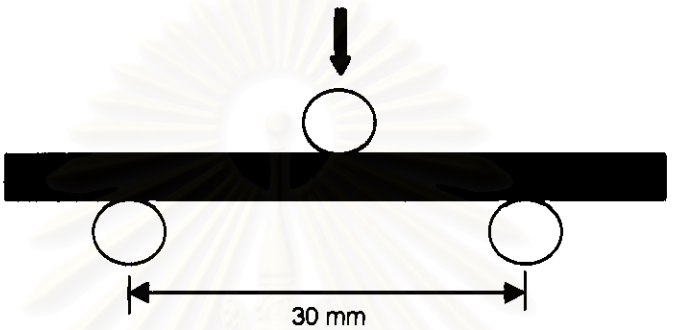
l = ระยะทางระหว่าง Backup Rolls , m

w = ความกว้างชิ้นงาน , m

t = ความหนาชิ้นงาน , m

ε_s = ค่า Strain ที่วัดได้จาก Strain Gauge , m

3.4.4 การทดสอบความต้านทานต่อการดัด (Flexural Strength) โดยนำเซรามิกซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการเผา ขัดผิวให้เรียบด้วยล้อเจียรเพชรเบอร์ 300 ให้ได้ขนาดด้านกว้าง 4 $^{\pm 0.1}$ มม. ด้านหนา 3 $^{\pm 0.1}$ มม. โดยที่ความขนานไม่เกิน 0.02 มม. ขัดด้วยผงเพชรขนาด 6 ไมครอน การทดสอบเป็นแบบ Three Point Bending เครื่อง INSTRON ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงการทดสอบแบบ Three Point Bending

3.4.5 การทดสอบความแข็ง (Hardness)วิธีการหาค่าความแข็งจะใช้แบบ Vickers Hardness Testing (HV) ที่มีลักษณะเป็น Regular Pyramidal มีมุมที่ผิวหน้า 136 ^{0} โดยใช้ ภาระ 20 กิโลกรัม ทำการวัด 5 จุดต่อ 1 ชิ้นงานตัวอย่าง รูปที่ 3.8 แสดงภาพวาดของรอยกด สมการที่ใช้คำนวณคือ

$$HV = 0.1891\ F/d^2$$

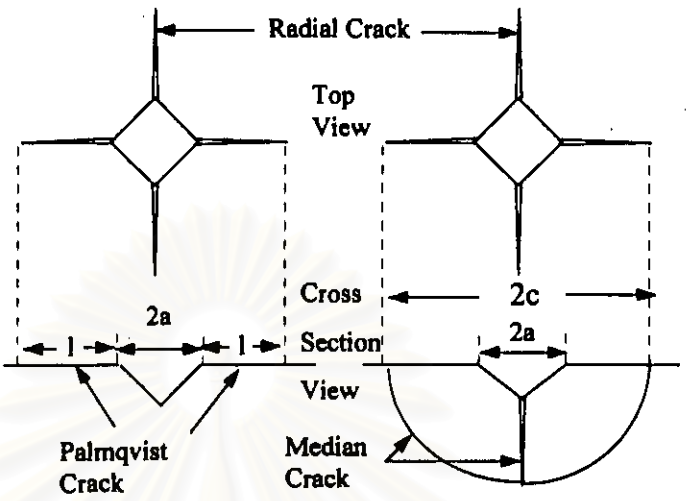
โดยที่

HV : Vicker's Hardness , $N.m^{-2}$

F : ภาระที่ใช้ทดสอบ (N)

.d : ความยาวเฉลี่ยของรอยกดในแนวทะแยงมุม , m

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.8 แสดงภาพวาดของรอยกด

3.4.6 การหาค่า Fracture Toughness (K_{IC})การประมาณค่า K_{IC} ด้วยวิธี Indentation Fracture โดยการประมาณจากรอยแตกที่เกิดขึ้นเนื่องจากการกดแบบ Vicker's Test ดังรูปที่ 3.8 Holding Time ของการกดประมาณ 20 วินาที ภาระที่ใช้ 20 กิโลกรัม จำนวนของรอยกด 5 จุดต่อ 1 Composition ต่อ 1 ภาระที่ใช้กด ความสัมพันธ์ที่ใช้ในการคำนวณคือ

$$K_{IC} = 0.016 \, (E/HV)^{1/2} . \, (P/C^{3/2})$$

โดยที่

K_{IC} : ค่า Fracture Toughness (Pa . $m^{1/2}$)

E : Modulus of Elasticity (Pa)

HV : Vicker's Hardness (Pa)

P : ภาระที่ใช้ในการกด (N)

C : ค่าความยาวเฉลี่ยครึ่งหนึ่งของความยาวรอยแตก (m)