

บทที่ 3

ขั้นตอนการวิจัย

การศึกษาระบบการขึ้นเทอร์ริงสารซิลิกอนคาร์ไบด์ ประกอบด้วยขั้นตอนที่สำคัญ 3
ขั้นตอน คือ

1. การเลือกวัตถุดิบและการวิเคราะห์สมบัติ
2. การศึกษากระบวนการเตรียมชิ้นงาน
3. วิเคราะห์และทดสอบชิ้นงานที่เตรียมได้

3.1 การเลือกวัตถุดิบและการวิเคราะห์สมบัติ

สารเคมีที่ใช้ ได้แก่ พงเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 เป็นผงละเอียด ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.15 ไมครอน มีสีเขียวย ความถ่วงจำเพาะเป็น 3.21 ผลิตโดยบริษัท Onoda Cement Co.,Ltd. ประเทศญี่ปุ่น ส่วนตัวเติมคือผงโบรอน ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999 เป็นผงละเอียด ความถ่วงจำเพาะเป็น 2.34 ผลิตโดย Aldrich Chemical Company Inc. พงอะลูมิน่า ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999 เป็นผงละเอียด มีสีขาว ความถ่วงจำเพาะเป็น 3.99 ผลิตโดย Aldrich Chemical Company, Inc. พงคาร์บอน ความบริสุทธิ์ 99.9995% เป็นผงละเอียด มีสีดำ ความถ่วงจำเพาะเป็น 1.8-2.1 ขนาดเฉลี่ย 1 ไมครอน ผลิตโดย Johnson Matthey Catalog Company.

ก่อนกระบวนการขึ้นเทอร์ริง วัตถุดิบต่างๆ ได้ผ่านการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ดังนี้

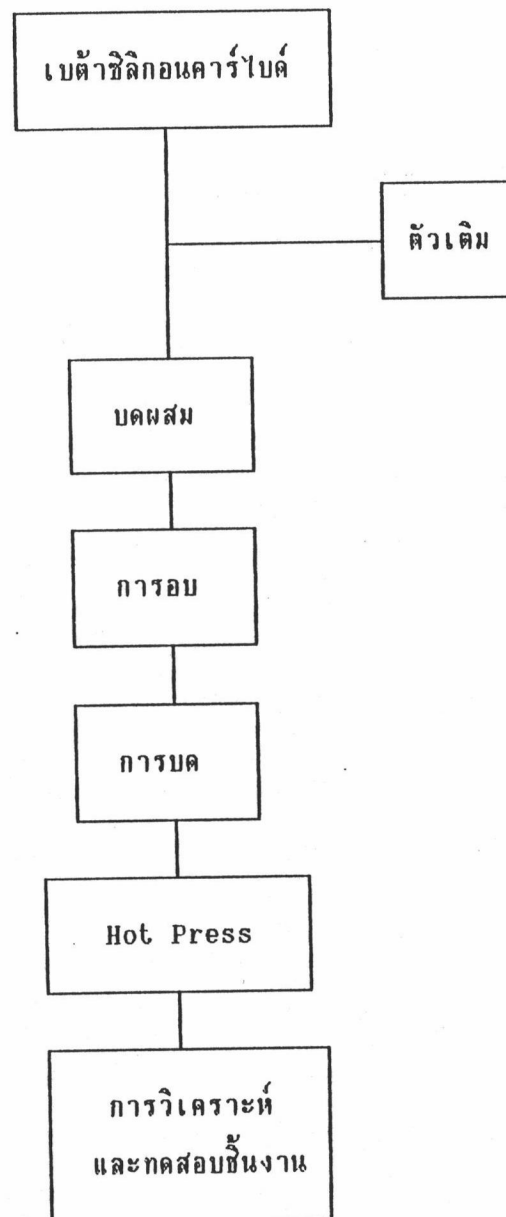
ศึกษาขนาดอนุภาค ขนาดของอนุภาคของวัตถุดิบวัดโดยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyser รุ่น SA-CP3 ผลิตโดยบริษัท SHIMADZU CORPORATION ดังรูปที่ 53 ในภาคผนวก นำสารมาทำให้กระจายตัว โดยใช้สารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต เป็น dispersing agent และกวนโดย Magnetic Stirrer ให้เกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แล้วนำไปวัดขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค โดยหาค่าเฉลี่ยจากการวัด 5 ครั้ง

ศึกษาจุลโครงสร้าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope, SEM) ผลิตโดยบริษัท TEOL รุ่น JSM - T 330 A ดังรูปที่ 60 ในภาคผนวก เตรียมชิ้นตัวอย่าง โดยโรยผงบนแท่นรอง (sample holder) ซึ่งทาด้วย Carbon paint ให้ผงกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แล้วเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อทำให้เกิดสถานะภาพนำไฟฟ้า ให้ผิวเคลือบนาน 3 นาที เพื่อให้ได้ความหนาของทอง 200° A แล้วจึงนำมาศึกษาโครงสร้าง

ศึกษาโครงสร้างผลึก โดยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น XD-610 ผลิตโดยบริษัท SHIMADZU CORPORATION ดังรูปที่ 61 ในภาคผนวก ศึกษาโดยอัดสารตัวอย่างให้แน่นบน plate (sample holder) แล้วนำไปวัดโดยใช้ช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ $10-80^{\circ}$ ตั้งความกว้างของ step การวัด 0.05 deg/step ศึกษาโครงสร้างจาก X - Ray Diffraction Pattern ที่บันทึกได้

3.2 ศึกษากระบวนการเตรียมชิ้นงาน

การเตรียมชิ้นงาน โดยกระบวนการขึ้นเทอร์ริง ประกอบด้วยการผสมตัวเติม, การบด, การอบ, การขึ้นรูป และการเผาที่อุณหภูมิสูง ดังแผนภูมิรูปที่ 3



รูปที่ 3 แผนภูมิการซินเทอร์ริงสารซิลิกอนคาร์ไบด์

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าการเผาซินเทอร์ริง สารซิลิกอนคาร์ไบด์ต้องอาศัยตัวเติมช่วย จึงจะทำได้ ดังนั้นจึงต้องเลือกชนิดและปริมาณของตัวเติมที่ใช้ สำหรับในการวิจัยนี้ได้เลือกตัวเติม 2 ชนิด คือโบรอนผสมคาร์บอน และอะลูมิน่า โดยแปรค่าปริมาณที่ใช้ต่างๆ กัน ดังแสดงในตาราง ที่ 3 และ 4 เพื่อหาปริมาณค่าตัวเติมที่เหมาะสม การเลือกใช้ตัวเติมทั้งสองนี้ เนื่องจากสาร โบรอนจะช่วยลดพลังงานที่ขอบเกรนของซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการ Segregation ขณะที่คาร์บอน จะช่วยเพิ่มพลังงานพื้นผิว เนื่องจากการ Deoxidation ที่ผิวของซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งจะเป็น การกำจัดซิลิกอนอิสระที่เกาะผิวให้หลุดออกไป ส่วนอะลูมิน่าเป็นตัวช่วยให้ความเค้นแรงตัดโค้ง มากขึ้น

ตารางที่ 3 องค์ประกอบของสารตัวอย่างที่ใช้โบรอนและคาร์บอนเป็นตัวเติมในอัตราส่วน ระหว่างคาร์บอนต่อโบรอน เป็น 5 : 1 โมล

ตัวอย่าง	ปริมาณเบต้า ซิลิกอนคาร์ไบด์ (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)	ปริมาณตัวเติม (ร้อยละโดย น้ำหนัก)	ปริมาณโบรอน (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)	ปริมาณคาร์บอน (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)
SBC - 1	98.5	1.5	0.23	1.27
SBC - 2	98.0	2.0	0.30	1.70
SBC - 3	97.5	2.5	0.38	2.12
SBC - 4	97.0	3.0	0.46	2.54
SBC - 5	96.0	4.0	0.61	3.40

ตารางที่ 4 องค์ประกอบของสารตัวอย่างที่ใช้อะลูมิน่าเป็นตัวเติม

ตัวอย่าง	ปริมาณเบต้าซิลิกอน คาร์ไบด์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณตัวเติม (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณอะลูมิน่า (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
SA 1	99.0	1.0	1.0
SA 2	98.0	2.0	2.0
SA 3	97.0	3.0	3.0
SA 4	96.0	4.0	4.0
SA 5	95.0	5.0	5.0

3.2.1 การบดผสมตัวเติม

การเติมตัวเติมเพื่อช่วยในการขึ้นเทอร์ริง จำเป็นต้องผสมให้ตัวเติมกระจายตัว
สม่ำเสมอ ดังนั้นการบดผสมจึงเป็นขั้นตอนที่สำคัญ และต้องศึกษาเวลาในการบดผสมที่เหมาะสม
โดยศึกษาการกระจายตัวของตัวเติมว่ามีความสม่ำเสมอหรือไม่ สำหรับการทดลองนี้แบ่งเป็น
2 วิธีคือ การวัดการกระจายตัวของอะลูมิน่าในซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยวิธี NAA และการวัดการ
กระจายตัวของโบรอนในซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยวิธี PGNA

1. การศึกษาการกระจายตัวของอะลูมิเนียมในซิลิกอนคาร์ไบด์ โดย NAA

การวิเคราะห์การกระจายตัวของอะลูมิเนียม โดย NAA ได้รับความร่วมมือจากกองฟิสิกส์ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ(พปส.) ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง Multichannel Analyzer และ HP (Ge) Detector ผลิตโดย บริษัท Canberra ประกอบด้วยต้นกำเนิดรังสีนิวตรอน²⁴¹ Am/Be ซึ่งมีความแรงแรงรังสี 50 Ci หัววัดรังสีแถมมาแบบ HP (Ge) และ Multichannel Analyzer

ทดลองผสมสารซิลิกอนคาร์ไบด์และตัวเติมอะลูมิเนียม ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก โดยใช้เวลาในการบดผสมต่างๆ คือ 30, 45, และ 60 นาที บดผสมโดยใช้เครื่อง FRITSCH Planetary Mixer & Mill ดังรูปที่ 54 ในภาคผนวก ใช้หม้อบดทั้งสแตนคาร์ไบด์ และลูกบด 15 ลูก ดังรูปที่ 55 ในภาคผนวก เติมสารละลายเมธานอลเป็นตัวกลางในปริมาตร 70 มิลลิเมตร นำสารที่บดผสมเสร็จแล้วอบที่อุณหภูมิ 120° C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และนำมาบดด้วยโกร่ง สารที่บดผสมแล้วนำไปทำการกระจายตัวโดยทำ Random Sampling ตัวอย่างสารกลุ่มละ 3 ตัวอย่าง นำไปบรรจุใน Vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วปิดผนึกฝาด้วยความร้อน นำไปอบนิวตรอนจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู เมื่อเสร็จจึงวัดค่ารังสีแถมมาที่ตัวอย่างด้วยค่าแห่งพลังงาน 1.77 Mev ซึ่งเป็นค่าแห่งของ Al²⁸ เวลาที่ใช้ในการบด ซึ่งให้การกระจายตัวของตัวเติมที่สม่ำเสมอจะใช้เป็นเวลาที่ใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

2. การวัดการกระจายตัวของโบรอนในซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยวิธี PGNA

กรณีการเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งใช้โบรอนและคาร์บอนเป็นสารตัวเติม ทั้งโบรอนและคาร์บอนเมื่อรวมตัวกับนิวตรอนจะเกิดไอโซโทปที่มีช่วงชีวิตสั้นมาก เป็นสาเหตุทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์การกระจายตัวของทั้งโบรอนและคาร์บอน โดยวิธี NAA ได้ ในกรณีของโบรอนและคาร์บอน ดังนั้นจำเป็นต้องวัดรังสีที่เกิดขึ้น โดยวิธีที่ เรียกว่า Prompt Gamma Neutron Activation Analysis (PGNAA) เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ประกอบด้วยต้นกำเนิดนิวตรอน²⁴¹ Am/Be ขนาด 300 mc หัววัด Hyper Pure Germanium ผลิตโดยบริษัท Canberra และ Multichannel Analyzer

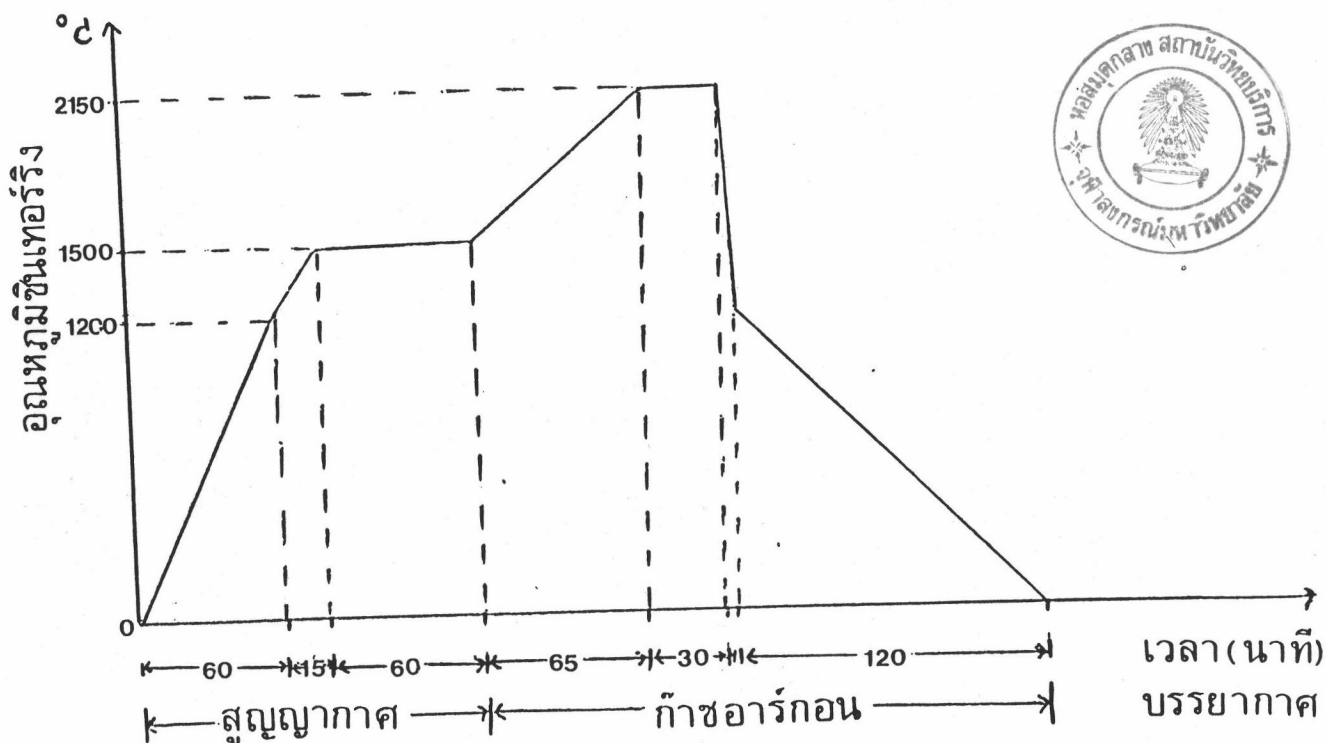
ทดลองผสมสารซิลิกอนคาร์ไบด์ และตัวเติมโบรอนและคาร์บอนตามขั้นตอนเดียวกับการใช้ตัวเติมอะลูมิน่า ยกเว้นปริมาณตัวเติมต่างกัน สารที่ผ่านการบดผสมแล้วนำมาทำ random sampling 3 ตัวอย่างต่อกลุ่มเช่นเดียวกัน ซึ่งน้ำหนักสารตัวอย่างละ 500 มิลลิกรัม นำมาอบรังสี แล้วนำมาวัดค่ารังสีแกมมาที่สารคายออกมา ในกรณีของโบรอนจำเป็นต้องเตรียมสารมาตรฐานขึ้นเอง การเตรียมสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอนของโบรอน โดยเตรียมจากทราย (SiO_2) เพื่อเป็นแหล่งของซิลิกอนและกรดบอริก (H_3BO_3) เพื่อเป็นแหล่งโบรอน โดยมีความเข้มข้นของโบรอนในปริมาณที่แน่นอนด้วยค่าต่างๆ กันตั้งแต่ร้อยละ 0.01 ถึง 1.0 สารมาตรฐานที่เตรียมได้นี้ นำไปวัดปริมาณรังสีโดยวิธี Prompt Gamma - Ray ในสภาวะเดียวกันกับสารตัวอย่าง นำค่าที่วัดได้จากสารมาตรฐานมาเขียนกราฟระหว่างความเข้มข้นของโบรอนกับพลังงานที่ใช้ เป็นกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบความเข้มข้นกับรังสีของสารตัวอย่างที่วัดได้ เพื่อหาปริมาณของโบรอนในสารตัวอย่าง

การวัดขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างที่บดผสม สารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการผสมตัวเติม และก่อนนำไปขึ้นรูปจะต้องศึกษาขนาดอนุภาคเสียก่อนว่าเหมาะสมที่นำไปใช้งานหรือไม่ โดยการนำเอาสารที่บดผสมแล้วมาวัดขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาคโดยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyser

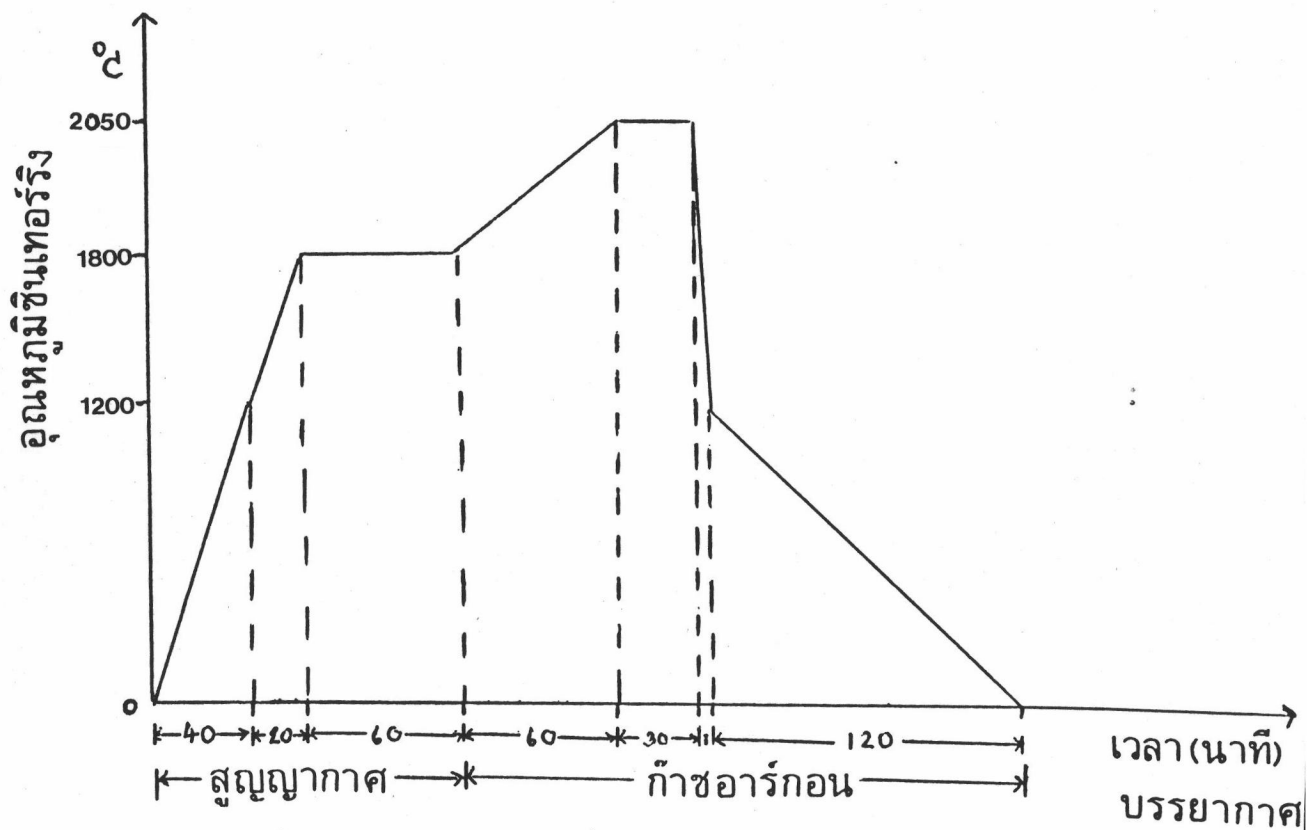
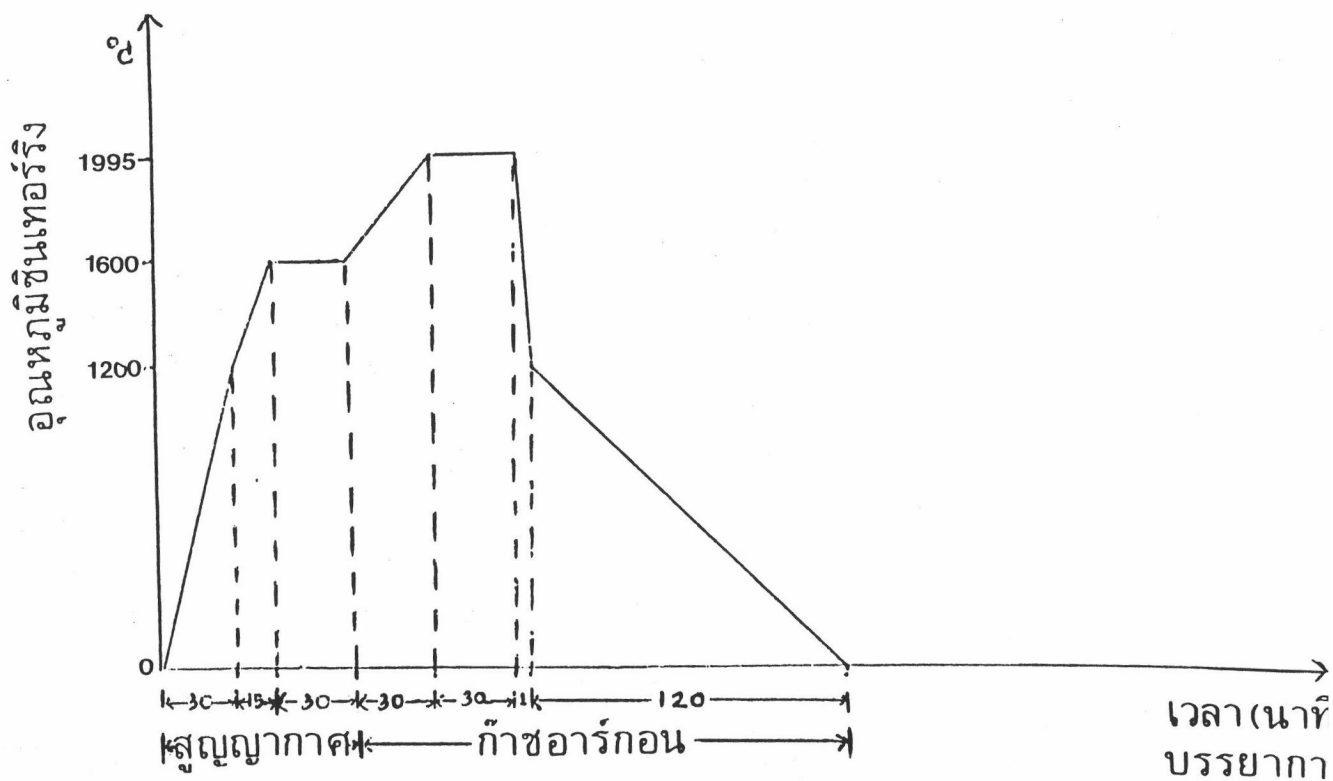
3.2.2 การขึ้นรูปชิ้นงานและเผาขึ้นเทอร์ริงโดย Hot Press

การขึ้นรูปและกระบวนการเผาขึ้นเทอร์ริงสารซิลิกอนคาร์ไบด์ ในงานวิจัยนี้ใช้วิธี Hot Press โดยเครื่อง Hot Press รุ่น High - Multi 500 FV PHP-R-5 FRET-25 ผลิตโดยบริษัท FUJIDEMPA KOGYO ดังรูปที่ 56 ในภาคผนวก เป็นการอัดขึ้นรูปชิ้นงานและให้ความร้อนไปพร้อมๆ กัน เพื่อให้สารเกิดการเชื่อมตัวจับกัน การใช้แรงดันมาช่วยทำให้ลดอุณหภูมิในการขึ้นเทอร์ริง เนื่องจากแรงดันจากไฮดรอลิกสามารถทำให้อนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์กับสารที่เป็นตัวเติม และสารซิลิกอนคาร์ไบด์เองอยู่ใกล้ชิดกันมากขึ้น เป็นการส่งเสริมให้เกิดขึ้นเทอร์ริงได้ง่ายขึ้น

สารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการบดผสมกับตัวเติมเรียบร้อยแล้วนำมาผ่านกระบวนการ Hot Press โดยซึ่งสารมา 44.25 กรัม ใส่ในแม่พิมพ์คาร์บอน ดังรูปที่ 57 ซึ่งทาดด้วยโบรอนไนไตรด์เพื่อไม่ให้ชิ้นงานติดแม่พิมพ์ และเลือกใช้สภาวะในการอัดและเผาสภาวะที่สำคัญคือ Profile ในการเผา ซึ่งประกอบด้วยอัตราการให้ความร้อน อุณหภูมิสูงสุด และเวลาช่วงที่รักษาอุณหภูมิสูงสุด ซึ่งองค์ประกอบเหล่านี้จะถูกแปรค่าเพื่อให้ได้ Profile ที่เหมาะสมในการเผา ในการวิจัยนี้ชิ้นต้นได้เลือก Profile การเผา 2 Profile ดังแสดง Profile a ในรูปที่ 4(a) เป็น Profile ที่เผาที่อุณหภูมิสูง Profile b ในรูปที่ 4(b) เป็น Profile ที่เผาที่อุณหภูมิต่ำ สำหรับตัวเติมโบรอนและคาร์บอน ส่วนตัวเติมอะลูมิน่าที่มีจุดหลอมตัวสูง เลือกใช้ Profile a ซึ่งเผาที่อุณหภูมิสูง และเลือกใช้ Profile c ที่อุณหภูมิสูงกว่า Profile b ดังแสดงใน รูปที่ 4(c)



รูปที่ 4 Profile ที่ใช้ในการ Hot Press
 a) Profile ที่มีอุณหภูมิสูงสุดเป็น 2,150° C



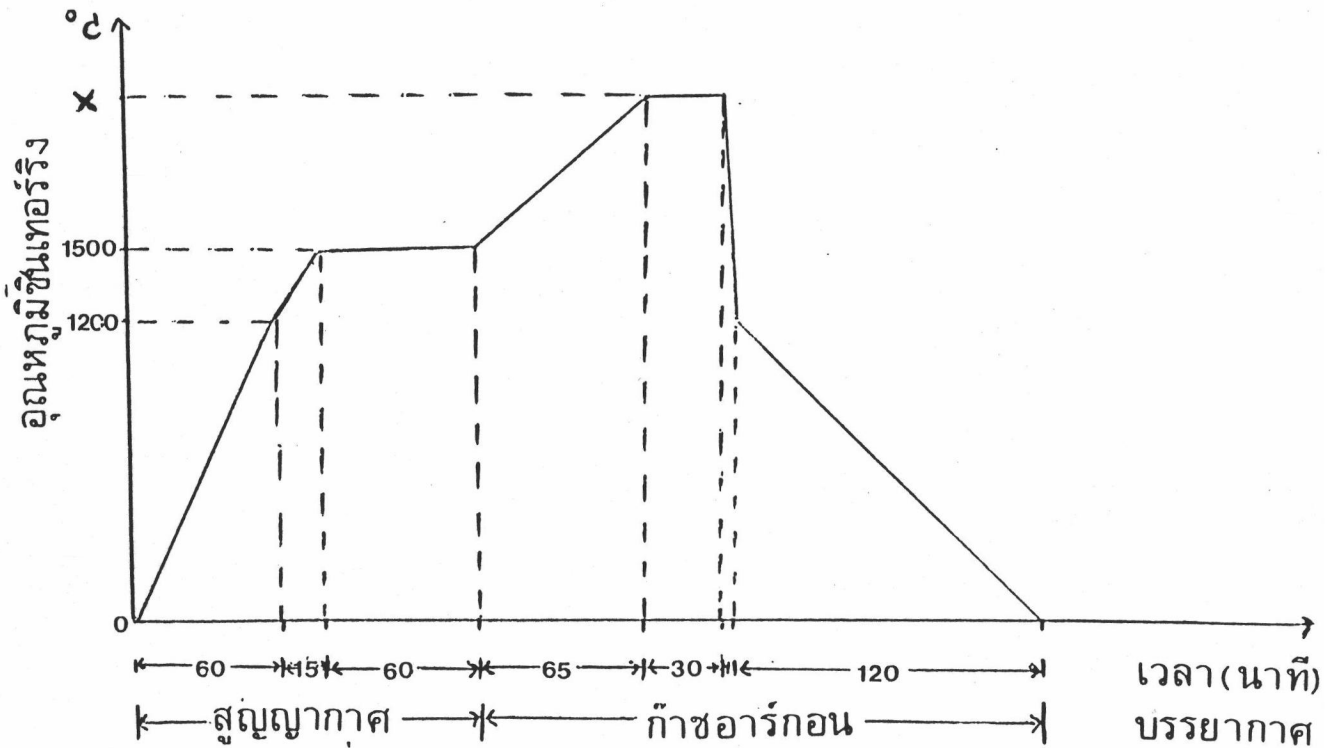
รูปที่ 4 (ต่อ) Profile ที่ใช้ในการ Hot Press
 b) Profile ที่มีอุณหภูมิสูงสุดเป็น 1,995° C
 c) Profile ที่มีอุณหภูมิสูงสุดเป็น 2,050° C

ขั้นตอนในการขึ้นเทอร์ริงด้วย Profile a ประกอบด้วยการให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึง $1,200^{\circ}\text{C}$ ถึง $1,500^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 15 นาที จากนั้นรักษาอุณหภูมิไว้เป็นเวลา 60 นาทีในบรรยากาศที่เป็นสุญญากาศ เพื่อกำจัดซิลิกอนไดออกไซด์ที่อาจเกาะที่ผิวของสารให้เกิดการสลายตัวกลายเป็นออกซิเจน และซิลิกอนออกไซด์อย่างสมบูรณ์ แล้วจึงใส่ก๊าซอาร์กอนเข้าไปในบรรยากาศในเตาจะเปลี่ยนเป็นบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย จากนั้นให้ความร้อนจากอุณหภูมิ $1,500^{\circ}\text{C}$ ถึง $2,150^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 60 นาที อัตราการให้ความร้อนประมาณ 10°C ต่อนาที และรักษาอุณหภูมิไว้ที่ $2,150^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นให้อุณหภูมิลดลง สำหรับความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปสารตัวอย่างประมาณ 5 ตัน จะดำเนินไปพร้อมกับการให้ความร้อน

ส่วนขั้นตอนการขึ้นเทอร์ริงด้วย Profile b แตกต่างจาก Profile แรก คืออัตราเพิ่มของอุณหภูมิจะเร็วขึ้น และลดอุณหภูมิสูงสุดในการขึ้นเทอร์ริงลง ในช่วงแรกให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึง $1,200^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 30 นาที และให้ความร้อนเพิ่มจาก $1,200^{\circ}\text{C}$ ถึง $1,600^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 15 นาที รักษาอุณหภูมิไว้ที่ $1,600^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที ในบรรยากาศสุญญากาศเพื่อกำจัดซิลิกอนไดออกไซด์เช่นเดียวกับ Profile แรก จากนั้นเปลี่ยนบรรยากาศการเผาจากสุญญากาศเป็นก๊าซเฉื่อยแล้วเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ $1,600^{\circ}\text{C}$ จนถึง $1,995^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 30 นาที อัตราการให้ความร้อนประมาณ 13°C ต่อนาที และรักษาอุณหภูมิที่ $1,995^{\circ}\text{C}$ นาน 30 นาที จากนั้นให้อุณหภูมิลดลง และใช้ความดันตลอดการขึ้นเทอร์ริงเช่นเดียวกับ Profile แรก คือ 5 ตัน และให้พร้อมกับการให้ความร้อน

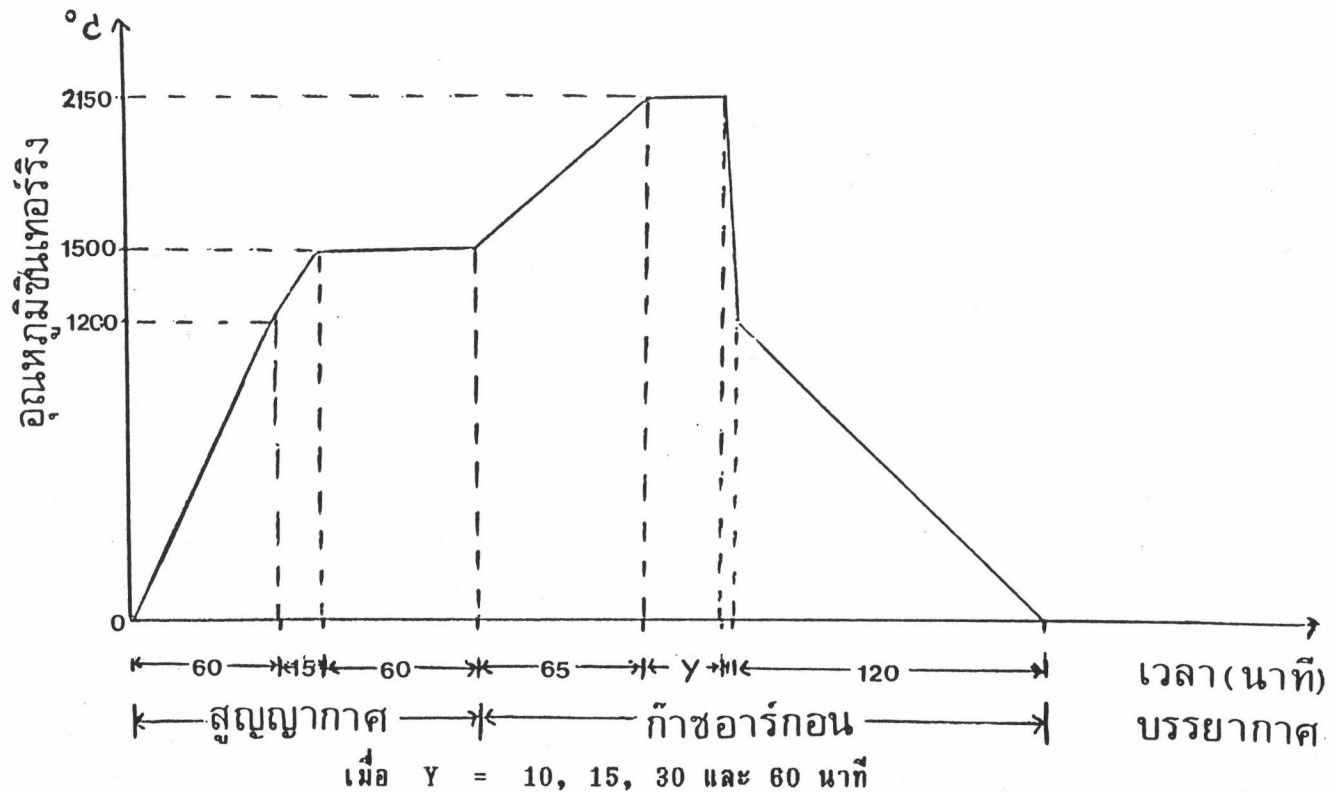
ส่วนขั้นตอนการขึ้นเทอร์ริงด้วย Profile c ต่างกับ Profile แรก คือลดอุณหภูมิสูงสุดในการขึ้นเทอร์ริงลงและเพิ่มอุณหภูมิในการไล่ซิลิกอนออกไซด์สูงขึ้น ในช่วงแรกให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึง $1,200^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 40 นาที และให้ความร้อนเพิ่มจาก $1,200^{\circ}\text{C}$ ถึง $1,800^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 20 นาที รักษาอุณหภูมิไว้ที่ $1,800^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที ในบรรยากาศสุญญากาศเพื่อไล่สารซิลิกอนออกไซด์ที่ผิวออก จากนั้นเปลี่ยนบรรยากาศการเผาจากสุญญากาศเป็นก๊าซเฉื่อย แล้วเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ $1,800^{\circ}\text{C}$ ถึง $2,050^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลา 60 นาทีและรักษาอุณหภูมิที่ $2,050^{\circ}\text{C}$ นาน 30 นาที จากนั้นลดอุณหภูมิลงและใช้ความดันตลอดการขึ้นเทอร์ริงเช่นเดียวกับ Profile แรกคือ 5 ตัน และให้พร้อมกับการให้ความร้อน

เมื่อเปรียบเทียบ Profile ทั้งสองที่ใช้ในการ Hot Press ซิลิกอนคาร์ไบด์ผสม ตัวเติมโบรอนและคาร์บอน และเลือก Profile ที่ดีกว่าแล้วจึงทดลองต่อโดยการแปรค่าเวลา ในการรักษาช่วงอุณหภูมิสูงสุด และอุณหภูมิสูงสุด เพื่อให้ Profile ที่เหมาะสมขึ้น ดังแสดงใน รูปที่ 5 และ 6 ในการเผา Hot Press ได้ดำเนินการโดยการแปรค่าเวลาช่วงรักษาอุณหภูมิ สูงสุดให้เป็น Y ใน Profile รูปที่ 6 เมื่อ Y เท่ากับ 10, 15, 30 และ 60 นาที ตามลำดับ และใช้อุณหภูมิเวลาในช่วงอื่นๆ และความดันเช่นเดียวกับ Profile a เลือกใช้ปริมาณตัวเติม ช่วงที่ดีที่สุดมาทำการทดลองนี้ คือสูตร SBC - 3 ปริมาณตัวเติมร้อยละ 2.5 โดยน้ำหนัก ส่วนในการแปรค่าอุณหภูมิสูงสุดในการ Hot Press ให้เป็น X ดังแสดงใน Profile รูปที่ 5 เมื่อ X เท่ากับ 1,995°C, 2,050°C และ 2,150°C ตามลำดับ และใช้เวลาอุณหภูมิช่วงอื่นๆ และความดันเช่นเดียวกับ Profile a เลือกใช้ปริมาณตัวเติมเช่นเดียวกับการศึกษาช่วงที่รักษา อุณหภูมิสูงสุด



เมื่อ X = 1995, 2050 และ 2150 °C

รูปที่ 5 Profile ที่ใช้ในการเผาโดยแปรค่าอุณหภูมิสูงสุดในการซินเทอร์ริงด้วย Hot Press



รูปที่ 6 Profile ที่ใช้ในการเผาโดยการแปรค่าเวลาที่ช่วงรักษาอุณหภูมิสูงสุดในการขึ้นเทอร์ริงด้วย Hot Press

3.3 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติชิ้นงานที่เตรียมได้

3.3.1 ความหนาแน่น (Density)

ชิ้นงานหลังผ่านการ Hot Press แล้วทำความสะอาดด้วยแอลกอฮอล์ และกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เพื่อกำจัดซิลิกอนออกไซด์ที่ผิวชิ้นงาน และนำมาวัดค่าความหนาแน่นโดยวิธีการแทนที่น้ำ โดยใช้เครื่อง Analytical Balance รุ่น METTLER AM 100 ใช้ร่วมกับ Density Determination KITME - 33340 ผลิตโดยบริษัท Diethlem & Co.,Ltd. ซึ่งนำหนักในอากาศ และนำชิ้นงานมาต้มในน้ำกลั่น 5 ชั่วโมง ทั้งแช่ไว้ในน้ำอีก 24 ชั่วโมง เพื่อให้ น้ำเข้าไปแทนที่อากาศตามรูพรุน แล้วจึงชั่งน้ำหนักในน้ำ หลังจากนั้นชั่งน้ำที่ผิวของชิ้นงานให้แห้ง แล้วนำมาชั่งน้ำหนักอีกครั้งหนึ่ง ค่าที่วัดได้ทั้งหมดนำมาคำนวณหาค่า Bulk Density (BD) ตามสมการที่ 4 ค่าความหนาแน่นที่ได้คิดจากค่าเฉลี่ยการทดสอบชิ้นงาน 10 ครั้ง

$$BD = \frac{W}{M-S} \dots\dots\dots (4)$$



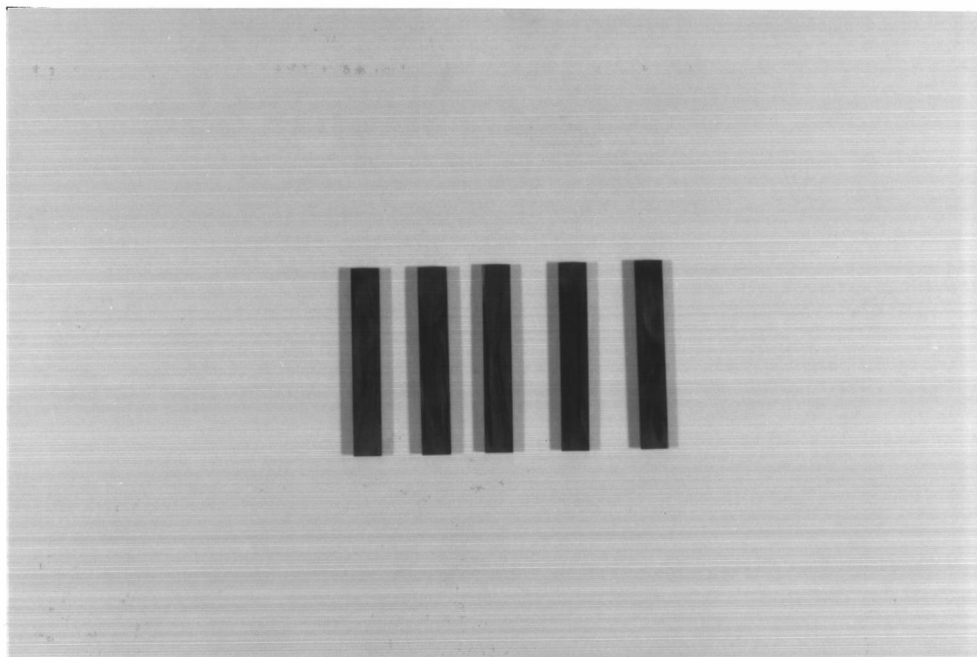
- เมื่อ BD = Bulk Density (กรัม/ซม.³)
 W = น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศ (กรัม)
 M = น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศหลังซับน้ำที่ผิว (กรัม)
 S = น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำหลังจากผ่านการต้ม (กรัม)

3.3.2 ความเค้นแรงดัดโค้ง (Bending Strength)

ค่าความเค้นแรงดัดโค้งของชิ้นงานสำหรับงานวิจัยนี้ ทดสอบโดยวิธี 3 - point bending ใช้เครื่อง SHIMADZU UNIVERSAL TESTING MACHINE รุ่น DSS - 10T ผลิตโดยบริษัท SHIMADZU ดังรูปที่ 62 ในภาคผนวก ซึ่งประกอบด้วยจตุรรองรับ 2 จุด และมีน้ำหนักกดลงมาที่กึ่งกลางของชิ้นงานระหว่างจุด 2 จุด ชิ้นงานที่ผ่านการ Hot Press แล้วทำความสะอาดด้วยแอลกอฮอล์และกรด HF เพื่อกำจัดซิลิกอนออกไซด์ ตัดด้วยเครื่อง High Precision Machine ผลิตโดยบริษัท Berney Fabrique De Machine ประเทศสวิสเซอร์แลนด์ ดังรูปที่ 59 ในภาคผนวก ซึ่งเป็นเครื่องที่ตัดชิ้นงานได้ขนาดที่มีความแม่นยำสูง ขนาดของชิ้นงานที่ใช้ทดสอบคือ 27 x 4 x 2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 7 ในการวัดความเค้นแรงดัดโค้งนำชิ้นงานวางบนจตุรรองรับ 2 จุด ที่มีระยะห่าง 20 มิลลิเมตร ใช้น้ำหนักกด 100 กิโลกรัม ความเร็วของน้ำหนักกด 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที อ่านค่าแรงกดสูงสุดจากกราฟเป็น กิโลกรัม นำค่าที่ได้มาคำนวณค่าความเค้นแรงดัดโค้ง จากสูตรในสมการที่ 5 ค่าความเค้นแรงดัดโค้งที่ได้คิดจากค่าเฉลี่ยการทดสอบชิ้นตัวอย่าง 10 ชิ้น

$$\sigma_b = \frac{3LP}{2bh^2} \dots\dots\dots (5)$$

- เมื่อ σ_b = ค่าความเค้นแรงดัดโค้ง (kgf/mm^2)
P = แรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานหัก (kgf)
L = ระยะห่างระหว่างจุดรองรับที่กำหนดไว้ (มิลลิเมตร)
h = ความหนาของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)
b = ความกว้างของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)



รูปที่ 7 ตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ทดสอบความเค้นแรงดัดโค้ง

3.3.3 ความแข็ง (Hardness)

ค่าความแข็งของชิ้นงานสำหรับการวิจัยนี้วัดแบบ Vicker โดยใช้เครื่อง ISOSCAN Plus Micro - Hardness Testers ผลิตโดยบริษัท Officine Galileo Settore Automazione Industriale จากประเทศอิตาลี ดังรูปที่ 58 ในภาคผนวก ชิ้นงานที่ผ่านการ Hot Press และผ่านการทำความสะอาด ตัด และ Mount ด้วยเรซิน ด้วยแรงอัด 420 Psi ได้ชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 8 จากนั้นขัดด้วยผงขัดเพชรขนาด 9 ไมครอน, 6 ไมครอน, 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จนชิ้นงานมีผิวเป็นมันวาว แล้วทดสอบความแข็ง โดยใช้หัวกดเพชรรูป square diamond pyramid และมีมุมระหว่างด้านตรงข้ามเท่ากับ 136° น้ำหนักกดที่ใช้ 300 กรัม และคงที่น้ำหนักไว้เป็นเวลา 15 วินาที วัดเส้นทะแยงมุมของรอยกดทั้ง 2 ด้าน แล้วคิดค่าเฉลี่ย ค่าที่ได้นำมาคำนวณค่าความแข็ง (HV) จากสูตรที่ 6 ค่าความแข็งที่ได้คิดจากค่าเฉลี่ยการทดสอบตัวอย่าง 10 ชิ้น

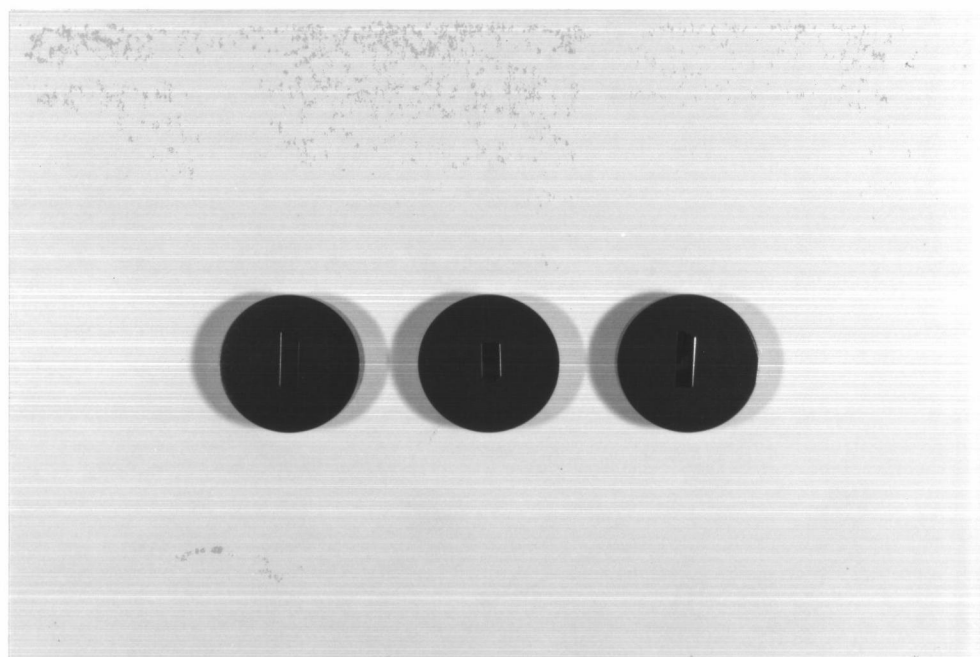
$$HV = \frac{2 \times 0.102 \times F \times \sin(136^\circ/2)}{d^2} \dots (6)$$

$$= 0.1892 \times \frac{F}{d^2}$$

เมื่อ

$$F = \text{น้ำหนักกดที่ใช้ (นิวตัน)}$$

$$d = \text{ค่าเส้นทะแยงมุม (มิลลิเมตร)}$$



รูปที่ 8 ตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ทดสอบความแข็ง

3.3.4 จุลโครงสร้างของชิ้นงาน

นำชิ้นงานที่ผ่านการ Hot Press และทำความสะอาดแล้ว นำมาศึกษาจุลโครงสร้าง โดยเครื่อง SEM

3.3.5 โครงสร้างผลึกของชิ้นงาน

นำชิ้นงานที่ผ่านการ Hot Press และทำความสะอาดแล้ว มาศึกษาโครงสร้าง โดยใช้เครื่อง XRD