



การปรับปรุงค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน
ของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา เพื่อใช้เป็นถ้วยเผาพลอย
Improved thermal shock resistance of zirconia – alumina composites
for gemstone heat-treatment crucible.

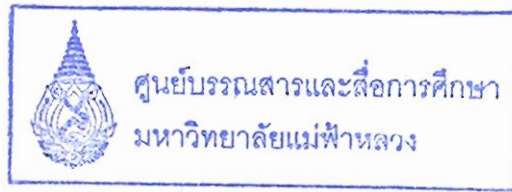
วิโรจน์ ยอดวุฒิ

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
สาขาวัสดุศาสตร์

มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

2548

© ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง



การปรับปรุงค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน
ของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา เพื่อใช้เป็นถ้วยเผาพลอย

Improved thermal shock resistance of zirconia – alumina composites
for gemstone heat-treatment crucible.

วิโรจน์ ยอดวุฒิ

วิทยานิพนธ์นี้เสนอต่อมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงเพื่อเป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวัสดุศาสตร์

มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

2548

©ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

การปรับปรุงค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน
ของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา เพื่อใช้เป็นถ้วยเผาพลอย

วิโรจน์ ยอดวุฒิ

วิทยานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวัสดุศาสตร์
2548

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(อาจารย์ ดร. ดรณี วัฒนศิริเวช)

.....กรรมการ
(อาจารย์ ดร. สุธี วัฒนศิริเวช)

.....กรรมการ
(อาจารย์ ดร. อภินันท์ นันทิยา)

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้ สำเร็จลงได้ด้วยความรู้และความช่วยเหลือจาก อาจารย์ ดร. สุธี และอาจารย์ ดร. ดรุณี วัฒนศิริเวช ผู้ซึ่งกรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษา และตรวจแก้ไขจนวิทยานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ ดร. อภินันท์ นันทิยา ที่กรุณาเป็นกรรมการสอบ พร้อมทั้งให้ข้อเสนอแนะและข้อแก้ไขต่าง ๆ เพื่อให้งานวิจัยมีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอกราบขอบพระคุณ ผ.ศ. ดร. ธรณินทร์ ไชยเรืองศรี ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ขอขอบคุณ คุณสมศักดิ์ วัฒนหงษ์ศิริ ประธานกรรมการ บริษัทสมศักดิ์ซัพพลาย จำกัด คุณเกียรติพงษ์ ได้การ คุณฉันทนีย์ ขวัญยืน คุณสว่าง เก่งเกรียงไกร ส่วนงานเจ้าหน้าที่ฝ่ายช่างเทคนิค และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงที่ให้ความช่วยเหลือทางด้านการวิเคราะห์ทดสอบจนกระทั่งวิทยานิพนธ์สำเร็จด้วยดี

ขอขอบคุณ พี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ สาขาวัสดุศาสตร์ และเทคโนโลยีอุตสาหกรรมเซรามิก ที่ให้ความสนับสนุน และความช่วยเหลือในทุกๆ ด้าน

ขอบคุณครอบครัวยอดเยี่ยม ครอบครัวกันคำ ครอบครัวเฮงตระกูลญาติพี่น้องทุกคน ที่ให้ความไว้วางใจ การเอาใจใส่ และการช่วยเหลือ ให้งานวิจัยของผู้วิจัยสำเร็จลุล่วง

ท้ายที่สุดนี้ ผู้เขียนหวังเป็นอย่างยิ่งว่าผลของการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้จะเป็นประโยชน์ต่อองค์ธุรกิจที่เกี่ยวข้องและผู้ที่เกี่ยวข้องต่อไป หากมีสิ่งผิดพลาดหรือข้อบกพร่องประการใด ผู้เขียนขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

วิโรจน์ ยอดวุฒิ

ชื่อเรื่อง	การปรับปรุงค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา เพื่อใช้เป็นถ้วยเผาหลอม
ชื่อผู้เขียน	นายวิโรจน์ ยอดวุฒิ
หลักสูตร	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (สาขาวัสดุศาสตร์)
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร. สุธิ วัฒนศิริเวช

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาถ้วยเผาหลอมที่เตรียมจากวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา (ZTA) เพื่อให้มีความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดีขึ้น ในการเตรียมชิ้นทดสอบได้นำผงอะลูมินาขนาดอนุภาคเฉลี่ย 2.8 ไมครอนผสมเซอร์โคเนียแบบเตตระโกนอลที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.6 ไมครอน ในอัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 5, 10, 15, 20 และ 30 โดยน้ำหนัก นำมาอัดขึ้นรูปด้วยความดัน 65 MPa แล้วนำมาเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,500, 1,600 และ 1,700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งในการศึกษาองค์ประกอบทางเคมี และองค์ประกอบทางแร่ของชิ้นทดสอบใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซน (XRF) ร่วมกับเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (LM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ศึกษาสมบัติทางกายภาพทั้งก่อนเผาและหลังเผา ได้แก่ การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค การหดตัว ความหนาแน่น ความแข็งแรง และทำการทดสอบคุณสมบัติความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลันด้วยวิธีการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C554-93(1999) (ลดอุณหภูมิด้วยน้ำ) และ ASTM C-117-98 (ลดอุณหภูมิด้วยอากาศ) จากการศึกษาพบว่า ความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM C554-93(1999) ชิ้นทดสอบที่ผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก เผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส (ZTA-2017) สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้สูงสุดคือ $\Delta T_c = 400$ องศาเซลเซียส และจากการทดสอบโดยการลดอุณหภูมิด้วยอากาศพบว่า ถ้วยที่ทำจาก ZTA-2017 สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้มากกว่า 40 รอบ ในขณะที่ถ้วยเผาหลอมที่ทำจากอะลูมินาสามารถทนได้เพียง 6-7 รอบ สันนิษฐานว่ารอยแตกระดับจุลภาคเป็นสาเหตุหลักที่ทำหน้าที่กระจาย และขัดขวางรอยแตกที่เกิดจากการ

เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ส่งผลให้ถ้วยที่เตรียมจาก ZTA 2017 สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้สูง

คำสำคัญ : ถ้วยเผาพลอย/ อะลูมินาเพิ่มความเหนียวด้วยเซอร์โคเนีย (ZTA)/ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน / รอยแตกระดับจุลภาค



Title Improved thermal shock resistance of zirconia – alumina composites for gemstone heat-treatment crucible.

Author Mr. Wirote Yodwutti

Degree Master of Science Program (Materials Science)

Supervisor Dr. Suthee Wattanasiriwech

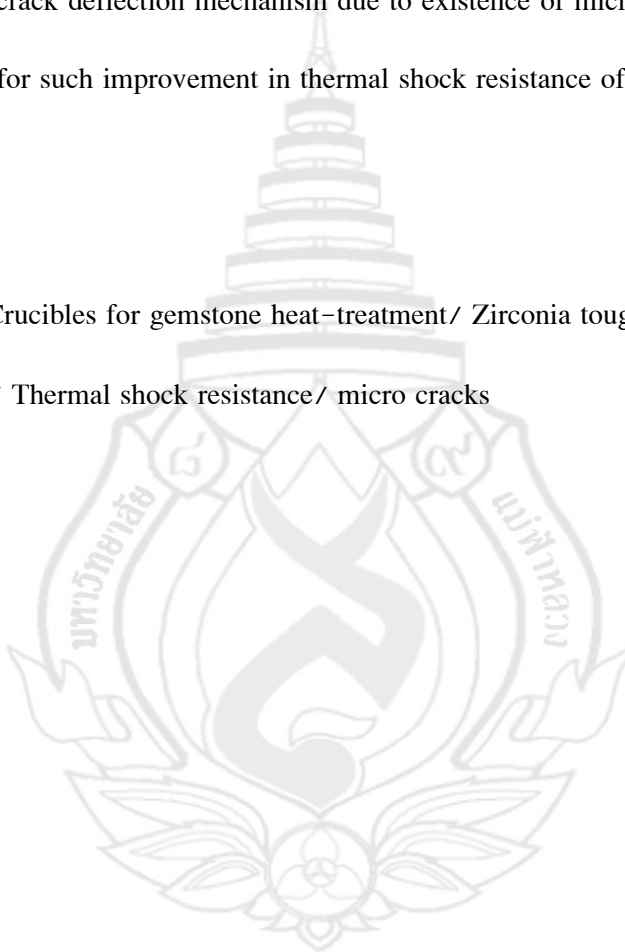
ABSTRACT

The objective of this research was to produce crucibles from zirconia-alumina composite (ZTA) with improved thermal shock resistance for gemstone heat-treatment. ZTA samples were prepared by mixing 5–30 wt% of 0.6 μm tetragonal zirconia powders with 2.8 μm alumina powder. The mixed powders were then pressed into pellet using hydraulic system at 65 MPa, and sintered at 1,500 1,600 and 1,700 °C for 4 hrs. Characterization of the ZTA samples were performed in a series as follows: chemical and phase analysis by X-ray fluorescence (XRF) and X-ray diffraction (XRD) techniques; microstructure investigation by a light microscope (LM) and scanning electron microscope (SEM). Physical properties such as particle size distribution, firing shrinkage, density, strength were determined either before or after sintering. Thermal shock resistance of the sintered samples was determined using two standard test methods: ASTM C554–93(1999) and ASTM C-117–98. It was found that the density and flexural strength of ZTA samples increased with increasing sintering temperature. According to ASTM-C554–

93(1999), the ZTA samples with 20 wt% zirconia sintered at 1,700 °C (ZTA-2017) exhibited the highest thermal shock resistance with a critical temperature change (ΔT_C) of 400 °C. Consequently, slip-casted crucibles ZTA-2017 could withstand more than 40 cycles of air-quenching, while a typical alumina crucibles failed at only 6–7 cycles. Crack branching and crack deflection mechanism due to existence of microcracks were believed to be responsible for such improvement in thermal shock resistance of the ZTA crucibles.

Keywords : Crucibles for gemstone heat-treatment/ Zirconia toughened alumina (ZTA)

/ Thermal shock resistance/ micro cracks



สารบัญ

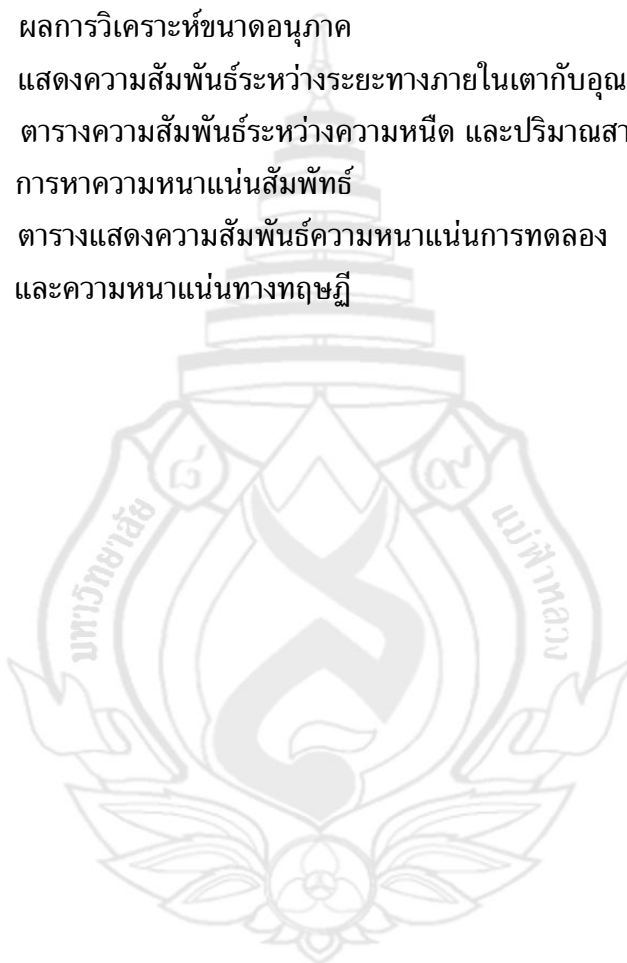
	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ฉ
สารบัญตาราง	ญ
สารบัญภาพ	ฎ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
2 ทบทวนเอกสาร	3
2.1 ผงเซรามิกที่ใช้ในการวิจัย	3
2.2 วัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่ใช้ในงานด้านวิศวกรรม	8
2.3 ความเค้นเนื่องจากความร้อน	12
2.4 ความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน	15
2.5 ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก	19
2.6 กระบวนการขึ้นรูปแบบหล่อของวัสดุอะลูมินา-เซอร์โคเนีย	24
3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	26
3.1 การเตรียมผงเซรามิก และขึ้นทดสอบ	26
3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และโครงสร้างจุลภาคของขึ้นทดสอบ	32
3.3 การเตรียมน้ำสลิป และการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีการหล่อ	38

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล	41
4.1 ผลการวิเคราะห์ผงเซรามิก	41
4.2 ผลของระยะเวลาบดกับการลดขนาดอนุภาค	44
4.3 ผลการอัดขึ้นรูปผงเซรามิก	46
4.4 ผลการหดตัวหลังการเผาซินเทอร์	46
4.5 ผลขั้นตอนการทดสอบหาความหนาแน่นสัมพัทธ์	48
4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของวัสดุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	50
4.7 ผลการทดสอบความแข็งแรง	54
4.8 ผลการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจับปล้นตามมาตรฐาน ASTM-C554-93 (1999)	57
4.9 ผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งในน้ำสลิป ZTA ต่อความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์	63
4.10 ผลการทดสอบความหนืดของน้ำสลิป	64
4.11 ผลการหล่อ และการเผาผลิตภัณฑ์	65
4.12 ผลการทดสอบการความทนทานต่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจับปล้นตามมาตรฐาน C-117-98	66
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	70
5.1 สรุปผลการทดลอง	71
5.2 ข้อเสนอแนะ	71
บรรณานุกรม	72

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก	76
ภาคผนวก ก ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค	77
ภาคผนวก ข แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางภายในเตากับอุณหภูมิ	78
ภาคผนวก ค ตารางความสัมพันธ์ระหว่างความหนืด และปริมาณสารช่วยกระจายตัว	79
ภาคผนวก ง การหาความหนาแน่นสัมพัทธ์	81
ภาคผนวก จ ตารางแสดงความสัมพันธ์ความหนาแน่นการทดลอง และความหนาแน่นทางทฤษฎี	83
ประวัติผู้เขียน	84



สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 สูตรเคมีและรูปผลึกของอะลูมินาชนิดต่าง ๆ	4
2.2 คุณสมบัติต่าง ๆ ของวัสดุ	9
3.1 รหัสย่อของขั้นตอนทดสอบ	31
3.2 นิยามคำศัพท์	32
4.1 ค่าการกระจายตัวของอนุภาคผงเซรามิกเริ่มต้น	42
4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงอะลูมินา	43
4.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเซอร์โคเนีย	43
4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของถ้วยเผาพลอยที่ผลิต และจำหน่ายในเชิงพาณิชย์	44
4.5 แสดงผลจำนวนชั่วโมงการบดด้วยเครื่องบดแบบสั่นต่อขนาดอนุภาค	45
4.6 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของขั้นตอนทดสอบหลังเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	47
4.7 แสดงผลการหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวของขั้นตอนทดสอบ (ZTA)	48
4.8 ผลการทดสอบความแข็งแรงของขั้นตอนทดสอบ	54
4.9 ความแข็งแรงของขั้นตอนทดสอบที่ผ่านการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉบับพลัน	58
4.10 ผลของการหาอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งต่อความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์	63
4.11 ปัญหาที่เกิดขึ้นกับผลิตภัณฑ์ และสาเหตุจากขั้นตอนการหล่อ และการเผาผลิตภัณฑ์	66
4.12 การทดสอบความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉบับพลันตามมาตรฐาน	67

สารบัญภาพ

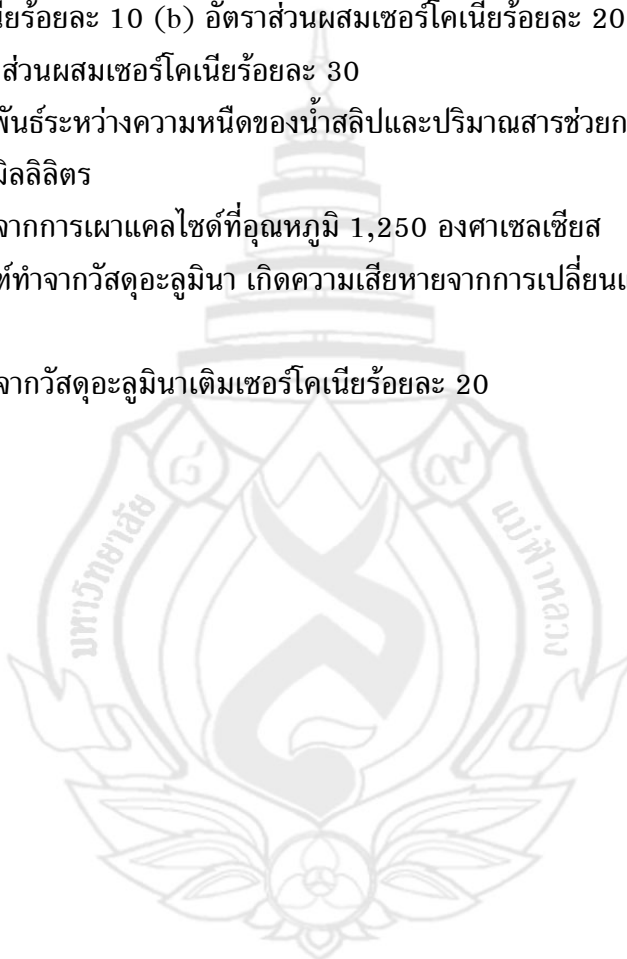
ภาพ	หน้า
2.1 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่างๆ	5
2.2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและโครงสร้างของเซอร์โคเนีย – ยึดเตรียมออกไซด์	7
2.3 แสดงผิววัสดุได้รับความร้อนที่ไม่เท่ากัน	12
2.4 การทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ	18
2.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น และความเครียด	20
2.6 กลไกการเพิ่มความเหนียวโดยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของวัสดุผสม อะลูมินา-เซอร์โคเนีย	21
2.7 (a) เริ่มเกิดรอยแตกเนื่องจากความเค้น	22
(b) ความเค้นขยายไปตามรอยแตกบริเวณรอบเกรน	22
2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย และความแข็งแรง	23
2.9 การทดสอบความแข็งแรงของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา	23
3.1 เครื่องบดแบบสั้น	27
3.2 แบบพิมพ์อัด	29
3.3 เครื่องอัดไฮดรอลิก	29
3.4 กราฟแสดงอัตราการให้ความร้อนของเตาเผา	30
3.5 เตาเผาไฟฟ้า 1,700 องศาเซลเซียส	30
3.6 ภาพตัด (Cross section) และแท่นกดแบบ Ball on Ring	35
3.7 เตาที่ใช้ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ	36
3.8 เตาเผาไฟฟ้าใช้สำหรับทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยอากาศ	38
3.9 พิมพ์หล่อปูนพลาสเตอร์แบบประกบ	39
3.10 ถังสุญญากาศสำหรับดูดฟองอากาศในน้ำสลิป	40
4.1 (a) อนุภาคของอะลูมินา	41
4.1 (b) อนุภาคของเซอร์โคเนีย	41
4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการบดและขนาดอนุภาค	45

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
4.3 ลักษณะชั้นทดสอบที่เตรียมการอัดขึ้นรูปผงเซรามิก	46
4.4 กราฟแสดงการหดตัวหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 1,500 1,600 1,700 องศาเซลเซียส และผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมเซอร์โคเนีย	47
4.5 กราฟแสดงความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นทดสอบที่อุณหภูมิ 1,500 1,600 1,700 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียเปอร์เซ็นต์ต่างๆ	49
4.6 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชั้นทดสอบ 2015, 2016 และ 2017	50
4.7 ลักษณะจุลภาคของอะลูมินาที่ไม่เติมเซอร์โคเนียเผาขึ้นที่อุณหภูมิต่างๆ	51
4.8 แสดงลักษณะการกระจายตัวของผลึกเซอร์โคเนียในชั้นทดสอบ 2017 ด้วยเทคนิค BSE	52
4.9 แสดงลักษณะการกระจายตัวของผลึกเซอร์โคเนีย ด้วยเทคนิค BSE	53
(a) ชั้นทดสอบที่ 1017	53
(b) ชั้นทดสอบที่ 2017	53
4.10 ผลการทดสอบความแข็งแรงของชั้นทดสอบก่อนทำการทดลองโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน	55
4.11 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชั้นทดสอบ 2017 และ 517	56
4.12 แสดงการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของชั้นทดสอบที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส	59
4.13 รอยแตกผ่านอนุภาคเซอร์โคเนีย ชั้นทดสอบ 2017	60
4.14 แสดงลักษณะการเกิดรอยแตกในแต่ละชั้นทดสอบที่ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	61

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
4.15 ภาพจำลองกลไกการต่อต้านรอยแตกระดับจุลภาค (a) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 10 (b) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 20 (c) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 30	62
4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดของน้ำสลิปและปริมาณสารช่วยกระจายตัวในแต่ละมิลลิลิตร	64
4.17 ถ้วยที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส	65
4.18 ผลิตภัณฑ์ทำจากวัสดุอะลูมินา เกิดความเสียหายจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน	68
4.19 ถ้วยที่ทำจากวัสดุอะลูมินาเติมเซอร์โคเนียร้อยละ 20	68



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ปัจจุบันเศรษฐกิจของเมืองไทยได้กลับมาสู่สภาวะที่ดีขึ้น ส่วนหนึ่งมาจากการที่ภาครัฐให้การส่งเสริมภาคอุตสาหกรรมขนาดกลางและขนาดเล็ก หรือโครงการหนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์ ซึ่งหนึ่งในอุตสาหกรรมขนาดกลางและขนาดเล็กที่สามารถส่งออกทำรายได้ให้แก่ประเทศ คือ อุตสาหกรรมอัญมณี โดยเฉพาะพลอยซึ่งเป็นที่ยอมรับของต่างประเทศ จากข้อมูลของกรมศุลกากรระบุว่าสถิติการส่งออกภายในปี 2546 นับตั้งแต่ เดือนมกราคม – ธันวาคม ประเทศไทยสามารถส่งออกสินค้าประเภทอัญมณี เป็นมูลค่า 45,800 ล้านบาท โดยแนวโน้มในปี 2547 ประเทศไทยจะสามารถส่งออกอัญมณีเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง

หากกล่าวถึงอุตสาหกรรมพลอยนอกจากการออกแบบและการเจียรไน ซึ่งเป็นกรรมวิธีเพิ่มมูลค่าให้กับพลอยแล้ว ยังมีการเผาพลอยหรือการหุงพลอยซึ่งเป็นอีกวิธีการหนึ่งที่ยอมรับปฏิบัติกันในปัจจุบัน จากการสัมภาษณ์ผู้ประกอบการที่เกี่ยวข้องกับการเผาพลอย (สมศักดิ์, 2547) ได้กล่าวว่าวัตถุประสงค์ของการเผาพลอยคือ เพื่อกำจัดตำหนิเส้นไหม และเพื่อให้สีของพลอยสวยงามขึ้น โดยเริ่มจากการนำเอาพลอยดิบที่ได้จากเหมืองพลอย มาเผาภายในเตาเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1600 – 1900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 75 – 100 ชั่วโมง ซึ่งจะขึ้นอยู่กับประเภทของพลอยและประสบการณ์ของผู้เผา สีพลอยขึ้นอยู่กับธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมี ตัวอย่างเช่น ธาตุโครเมียมให้สีแดง ธาตุเหล็กให้สีเหลือง เป็นต้น ในพลอยดิบมักมีธาตุดังกล่าวอยู่รวมกันเป็นจุดเข้มเฉพาะบางบริเวณในเนื้อพลอยเมื่อได้รับความร้อนจะทำให้ธาตุแพร่กระจายอย่างสม่ำเสมอทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความใสสะอาด และมีสีที่สวยงดงามขึ้น

ปัจจุบันมีสถานประกอบการเกี่ยวกับการเผาพลอยเป็นจำนวนมากกระจายอยู่ตามจังหวัดที่มีอุตสาหกรรมบ่อพลอย เช่น จันทบุรี ตราด ราชบุรี เป็นต้น โดยผู้ประกอบการส่วนใหญ่ประสบปัญหาต้นทุนที่สูงอยู่ตลอดเวลา ต้นทุนในการผลิตส่วนหนึ่งมาจากถ่านเผาพลอยสำหรับใช้เผาที่ต้องมีการสั่งนำเข้าจากต่างประเทศเช่น ถ่านสำหรับเผาพลอยนำเข้ามาจากประเทศไต้หวันขนาดความสูง 56 มิลลิเมตรและมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดของปากถ่าน 47.5 มิลลิเมตร ราคา 925 บาท ต่อถ่าน หากนำเข้ามาจากประเทศเยอรมนีขนาดเดียวกันจะมีราคาสูงกว่า 2,000

บาท และจะมีราคาสูงขึ้นไปอีกหากมีขนาดใหญ่ขึ้น ในปี 2546 มีการนำเข้าถั่วฝักยาวปลอมเป็นมูลค่าถึง 124 ล้านบาท (กรมศุลกากร, 2546)

โดยทั่วไปถั่วฝักยาวปลอมสามารถทนอุณหภูมิได้มากกว่า 1,650 องศาเซลเซียส โดยมีอะลูมินาเป็นส่วนประกอบประมาณ 90 - 98 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก แต่อะลูมินาเป็นวัสดุที่สามารถทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ไม่เกิน 200 องศาเซลเซียส เท่านั้น ทำให้บ่อยครั้งผู้ประกอบการพบปัญหาในการใช้งานถั่วฝักยาวปลอมที่ทำจากอะลูมินาคือการแตกร้าวจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน เนื่องจากช่วงเวลาเผาผลาญช่วงเผาผลาญมักจะนำเข้าถั่วฝักยาวปลอมออกจากเตาทันทีเมื่อครบกำหนดเวลาดำหนดเวลาเผาแม้ว่าอุณหภูมิของถั่วฝักยาวจะยังสูงมากก็ตาม ทำให้ถั่วฝักยาวปลอมมีอายุการใช้งานโดยประมาณไม่เกิน 10 ครั้ง ด้วยเหตุนี้ผู้ประกอบการจึงมีความต้องการถั่วฝักยาวปลอมที่สามารถทนอุณหภูมิสูง และทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี

จากการทบทวนข้อมูลวิจัยเบื้องต้น พบว่าการนำเซอร์โคเนียผสมกับอะลูมินาในอัตราส่วนต่างๆ สามารถเพิ่มความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ระหว่าง 500 - 1,150 องศาเซลเซียส (Becher, 1981) แต่ในงานวิจัยไม่ได้ระบุถึงผลของขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย และอะลูมินาที่ใช้ วิธีการขึ้นรูป วิธีการเผา และไม่ได้อธิบายถึงกลไกในการปรับปรุงประสิทธิภาพในการทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ทำให้ผู้วิจัยเกิดแนวความคิดที่จะเตรียมวัสดุระหว่างเซอร์โคเนียกับอะลูมินา และศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปัจจัยในการเตรียมตัวอย่าง โครงสร้างจุลภาค และสมบัติในด้านความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน เพื่อนำผลที่ได้มาขึ้นรูปผลิตภัณฑ์สำหรับการเผาผลาญที่ดียิ่งขึ้นต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการขึ้นเทอร์ และอัตราส่วนผสม ที่มีต่อค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลันของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา
2. เพื่อเตรียมถั่วฝักยาวปลอมจากวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา ที่มีค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงกว่าถั่วฝักยาวชนิดอะลูมินา

บทที่ 2

ทบทวนเอกสาร

2.1 ผงเซรามิกที่ใช้ในการวิจัย

2.1.1 อะลูมินา (Al_2O_3)

อะลูมินา เป็นเซรามิกชนิดหนึ่งที่มีความสำคัญมากในงานอุตสาหกรรมเซรามิก โดยเฉพาะในอุตสาหกรรมไฟน์เซรามิก (Fine ceramics) โดยใช้เป็นวัตถุดิบหลักหลักในการผลิตวัสดุทนไฟ สิ่งขัดถู ชิ้นส่วนเครื่องยนต์ กระจกยานอวกาศ หลอดไฟชนิดใช้แรงดันสูง และชิ้นส่วนต่างๆ ทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ เมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงจะมีคุณสมบัติเป็นตัวต้านทานไฟฟ้า (ศศิธร, 2544)

อะลูมินาที่ใช้ในงานอุตสาหกรรมจัดแบ่งตามผลึกได้เป็น 3 รูปแบบด้วยกันคือ แอลฟาอะลูมินา แกมมาอะลูมินา และเบตาอะลูมินา

1. แอลฟาอะลูมินา (α) เป็นอะลูมินาที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ พบในรูปของแร่คอร์ันดัม ใช้เป็นวัสดุขัดถู และอัญมณีเช่น ทับทิม พลอย แอลฟาอะลูมินาเป็นรูปแบบที่มีความหนาแน่นสูงที่สุด ไม่ละลายน้ำ ทนทานต่อสารเคมีเกือบทุกชนิด

2. แกมมาอะลูมินา (γ) เป็นอะลูมินาชนิดที่เกิดจากการใช้อะลูมินาไฮดรอกไซด์ทำให้เกิด ปฏิกิริยาดีไฮเดรชันในอุณหภูมิต่ำที่ประมาณ 500 องศาเซลเซียส แต่เมื่อได้รับอุณหภูมิสูงขึ้นถึง 1,150-1,200 องศาเซลเซียส ก็จะเปลี่ยนรูปแบบเป็นแอลฟาอะลูมินา

3. เบตาอะลูมินา (β) เป็นอะลูมินาชนิดที่สังเคราะห์ขึ้นจากการใช้ แอลฟาอะลูมินา ผสมกับโซเดียมออกไซด์ ในอัตราส่วนอะลูมินา 11 ส่วน โซเดียมออกไซด์ 1 ส่วน ($11 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \text{Na}_2\text{O}$) หรือ อะลูมินา 12 ส่วน กับโซเดียมออกไซด์ 1 ส่วน ($12 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \text{Na}_2\text{O}$) แล้วผ่านการแคลไซต์ ที่ประมาณ 1,150-1,200 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.1 สูตรเคมีและรูปผลึกของอะลูมินาชนิดต่างๆ

สูตรทางเคมี	ชื่อแร่	ระบบผลึก	
		ระบบอังกฤษ	ระบบอเมริกา
Al_2O_3	คอร์ันดัม	α	α
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	ไดอะสปอร์	α	β
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	ยิบไซต์	γ	α
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	เบย์ไรท์	α	β

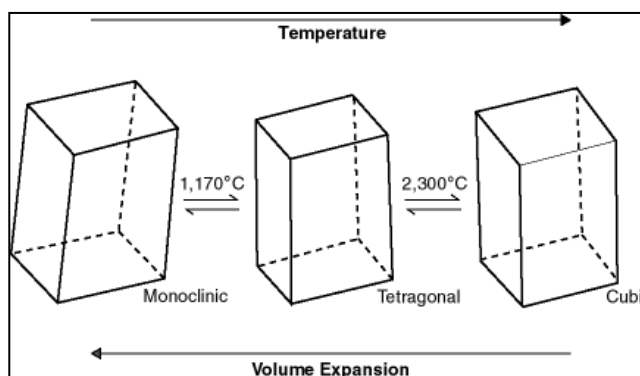
แหล่งสารประกอบแร่ที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตอะลูมินา ได้แก่ แร่บอกไซต์ (Bauxite) เป็นแร่ที่ประกอบด้วยอะลูมินาอยู่ในช่วงร้อยละ 60-80 โดยน้ำหนัก สารประกอบอะลูมินาที่มีอยู่ในแร่บอกไซต์อยู่ในรูปของยิบไซต์ (Gibbsite) และไดอะสปอร์ (Diaspore) การสกัดแร่บอกไซต์โดยทั่วไปทำโดย รู้จักกันในชื่อกระบวนการเบเยอร์ ซึ่งเป็นวิธีการแยกบอกไซต์ ที่ประหยัดที่สุดในปัจจุบัน

2.1.2 เซอร์โคเนีย (Zirconia หรือ Zirconium oxide: ZrO_2)

เซอร์โคเนียเป็นออกไซด์ที่สำคัญตัวหนึ่งที่ได้จากแร่เซอร์คอน ($\text{ZrO}_2 \cdot \text{SiO}_2$ หรือ ZrSiO_4) แร่เซอร์คอนเป็นแร่ซิลิเกตตัวแรกที่ตกผลึกจากหินหลอมเหลว จึงพบได้ทั่วไปในหินอัคนี โดยมากมักพบในหินแกรนิตและหินไซอิไนท์ แร่เซอร์คอนที่กำเนิดในลักษณะนี้ จะมีรูปผลึกขนาดใหญ่ จัดเป็นหินรัตนชาติชนิดหนึ่งเรียกว่า “เพทาย” มีสีต่างๆ ทำให้มีชื่อเรียกแตกต่างกันออกไปตามสีที่ปรากฏ เช่น สีเหลืองหรือสีควันไฟเรียกว่า Jargon เป็นต้น (เพ็ญใจ, 2539)

เซอร์โคเนียบริสุทธิ์มีลักษณะเป็นผลึกสีขาว มีโครงสร้างผลึก 3 แบบคือ โมโนคลินิก (Monoclinic) เตตระโกนอล (Tetragonal) และคิวบิก (Cubic) รูปที่ 2.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ และโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย ในสถานะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนกระทั่งถึงจุดหลอมเหลว

โมโนคลินิก $\longleftrightarrow$ 1,170 °C $\longleftrightarrow$ เตตระโกนอล $\longleftrightarrow$ 2,300 °C $\longleftrightarrow$ คิวบิก $\longleftrightarrow$ 2,710 °C $\longleftrightarrow$ หลอมเหลว



รูปที่ 2.1 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่างๆ (Werke, 2005)

โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก จะเสถียรที่อุณหภูมิห้องจนถึง 1,170 องศาเซลเซียส โดยประมาณ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างไปเป็นเตตระโกนอล การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกนี้ขึ้นกับอุณหภูมิไม่ขึ้นกับเวลา การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากเตตระโกนอล ไปเป็นคิวบิก เกิดที่อุณหภูมิประมาณ 2,300 องศาเซลเซียส แล้วจึงหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 2,710 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกนี้ เป็นแบบผันกลับได้ (Reversible transformation)

- โมโนคลินิก เซอร์โคเนีย

โครงสร้างแบบโมโนคลินิกเซอร์โคเนีย มีความยาวด้าน $a \neq b \neq c$ และมุมภายใน $\alpha \neq \beta = \gamma = 90^\circ$ เซลล์หน่วยมีปริมาตรประมาณ $138.35 \text{ \AA}^3$ หรือมากกว่าเตตระโกนอลประมาณ 3-5 เปอร์เซ็นต์

- เตตระโกนอล เซอร์โคเนีย

โครงสร้างแบบเตตระโกนอลเซอร์โคเนีย มีความยาวของด้าน $a = b \neq c$ และมุมภายใน $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ เซลล์หน่วยจะมีปริมาตรประมาณ $134.33 \text{ \AA}^3$

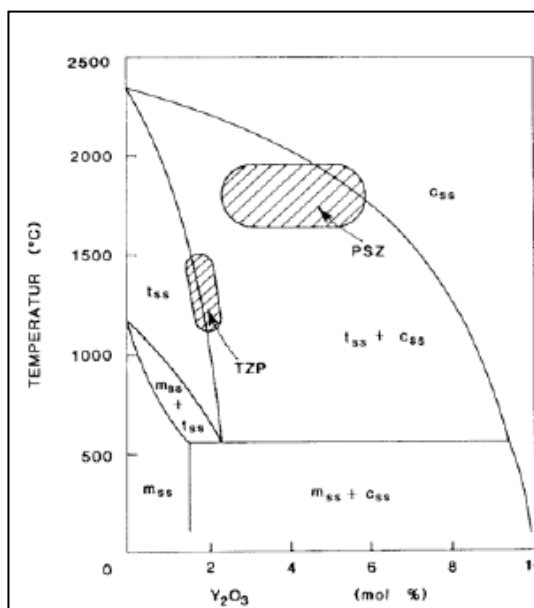
- คิวบิก เซอร์โคเนีย

โครงสร้างแบบคิวบิกเซอร์โคเนีย มีความยาวของด้าน $a = b = c$ และมีมุมภายใน $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ เซลล์หน่วยจะมีปริมาตรประมาณ $126.8 \text{ \AA}^3$

2.1.3. เซอร์โคเนียแบบกึ่งเสถียร และแบบเสถียร (Partially และ Fully stabilized zirconia powder)

เซอร์โคเนียบริสุทธิ์ไม่นิยมใช้ในงานวัสดุวิศวกรรมเนื่องจากมีความแข็งแรงต่ำการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนียจากเตตระโกนอลเป็นโมโนคลินิกมีผลทำให้เกิดการขยายตัวของปริมาตรผลึก ส่งผลให้วัสดุเซอร์โคเนียบริสุทธิ์แตกร้าวในช่วงที่เย็นตัว

วิธีการที่ทำให้เซอร์โคเนียคงรูปเป็นผลิตภัณฑ์ได้ที่อุณหภูมิห้องทำได้โดยการเติมสารช่วยเสถียร (Stabilizing oxide) เช่น แคลเซียมออกไซด์, แมกนีเซียมออกไซด์, ยิตเรียมออกไซด์ และอื่นๆ ในทางปฏิบัตินิยมเติมยิตเรียมไนเตรต (Yttrium nitrate solution) ลงไปในเซอร์โคเนีย แล้วเผาแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส ทำให้ยิตเรียมไนเตรตสลายตัวและอนุภาคเล็กๆ ของยิตเรียมออกไซด์ไปอยู่ที่ผิวของเซอร์โคเนีย จากนั้นนำผงเซรามิกที่ได้ไปอัดแล้วนึ่งอนุภาคให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,600 องศาเซลเซียส เมื่อนำออกไซด์หรือสารประกอบดังกล่าวรวมกับเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิสูง จะเกิดการรวมตัวกันเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) และมีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์อย่างถาวร แม้จะลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง เซอร์โคเนียชนิดนี้เรียกว่า “Stabilized zirconia” ความเสถียรของเซอร์โคเนียขึ้นอยู่กับตัวแปรสองชนิด คือ ชนิด และปริมาณของสารช่วยเสถียรที่เติมลงไป ในกรณี que เติมสารช่วยเสถียรลงไปปริมาณมากเพียงพอ (10-15 โมลเปอร์เซ็นต์ของยิตเรียมออกไซด์ หรือ 8-20 โมลเปอร์เซ็นต์ของแคลเซียมออกไซด์, สตรอนเซียมออกไซด์) เซอร์โคเนียจะมีโครงสร้างผลึกทั้งหมดเป็นแบบคิวบิกเรียกว่า “Fully stabilized zirconia (FSZ)” แต่ถ้าเติมสารช่วยเสถียร (0.5-8 โมลเปอร์เซ็นต์ของยิตเรียมออกไซด์ หรือ 2-10 โมลเปอร์เซ็นต์ ของแคลเซียมออกไซด์, แมกนีเซียมออกไซด์, สตรอนเซียมออกไซด์) เซอร์โคเนียจะมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล แต่อาจพบผลึกแบบคิวบิก หรือ โมโนคลินิกปะปนอยู่ด้วยเรียกเซอร์โคเนียชนิดนี้ว่า Partially stabilized zirconia (PSZ) สำหรับเซอร์โคเนียที่เติม 2-3 โมลเปอร์เซ็นต์ของยิตเรียมออกไซด์ หรือ ซีเรียมออกไซด์ผลึกแบบเตตระโกนอลมีขนาดผลึกเล็กประมาณ 1-5 ไมครอน เรียกว่า “Tetragonal zirconia polycrystal (TZP)” สำหรับการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย เมื่อมีการเติมสารประกอบแรร์เอิร์ธออกไซด์ (Rare-earth oxide) หรืออัลคาไลน์เอิร์ธออกไซด์ (Alkaline-earth oxide) เช่น ยิตเรียมออกไซด์ ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ แสดงในรูป 2.2



รูปที่ 2.2 แผนภูมิของเซอร์โคเนีย – ยึดเตรียมออกไซด์ (Kapitel, n.d.)

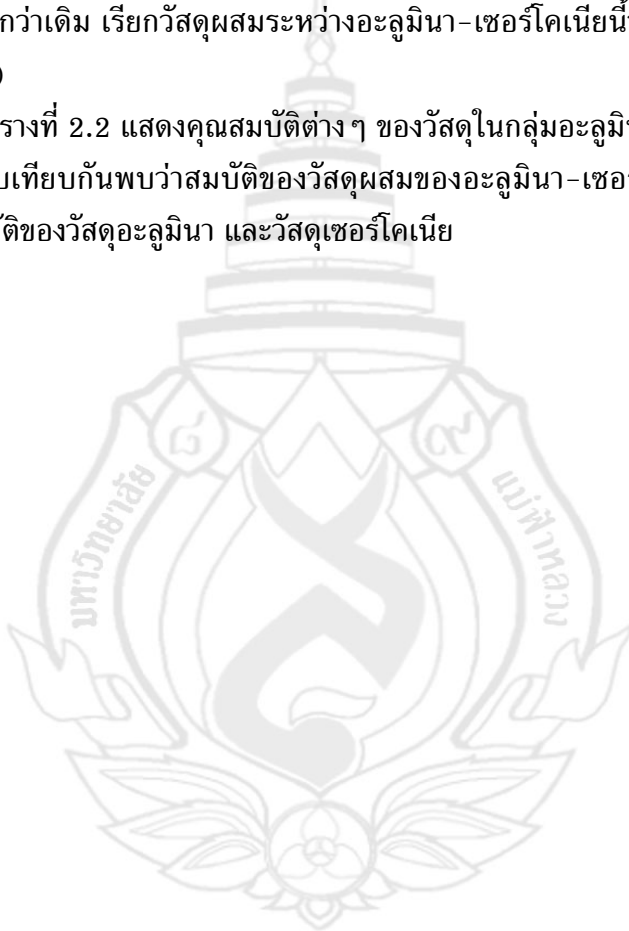
2.1.4. การประยุกต์ใช้งานเซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนียเป็นวัสดุที่มีความสำคัญอย่างมาก โดยเฉพาะในการผลิตเซอร์โคเนียชนิด กึ่งเสถียร และแบบเสถียร เนื่องจากวัสดุทั้งสองชนิดนี้มีสมบัติเด่นคือ มีจุดหลอมเหลวสูง ทนอุณหภูมิได้ดี ทนสภาวะออกซิเดชัน และรีดักชัน มีความแข็ง และมีความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกสูง มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ และมีค่าการนำความร้อนต่ำ เป็นต้น ดังนั้นจึงสามารถนำเซอร์โคเนียมาใช้ประโยชน์ต่างๆ ได้มากมาย คือใช้งานด้านวัสดุทนไฟ เช่น ใช้ทำถ้วยทนไฟ เป้าหลอมโลหะ ฉนวนกันความร้อนสำหรับเตาหลอมชนิด High frequency induction furnace ใช้ทำสารขัด วัสดุทนไฟเอซีเอส (AZS: Alumina-zirconia-silica base refractory) ใช้งานด้านอุตสาหกรรมแก้ว ใช้เป็นสารประกอบภายในแก้วเพื่อลดการขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน เพิ่มความทนทานต่อการกัดกร่อนของสารเคมี คิวบิกเซอร์โคเนีย ใช้เป็นเพชรเทียม ใช้ทำเม็ดเซรามิกสำหรับใช้ในด้านการแพทย์ ใช้เป็นสารเพิ่มความทึบแสง และสีเคลือบเงาสำหรับผลิตภัณฑ์เซรามิก ใช้เป็นชิ้นส่วนเซรามิกสำหรับเครื่องยนต์ดีเซล เครื่องยนต์ไอพ่น กระบอกสูบ ฝาสูบ ลิ้นและวาล์ว ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์เช่น ใช้ทำหัวตัวออกซิเจนสำหรับระบบไอเสียของเครื่องยนต์เพื่อควบคุมระบบการเผาไหม้ของเชื้อเพลิง ใช้ทำตัวเก็บประจุชนิดเซรามิก และอื่นๆ

2. 2 วัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่ใช้ในงานด้านวิศวกรรม

เมื่อมีการนำวัสดุอะลูมินามาใช้งานในด้านวิศวกรรมคุณสมบัติบางอย่างของอะลูมินาอาจไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ได้ ต้องมีการปรับปรุงคุณสมบัติโดยการเติมด้วยวัสดุบางชนิดเช่น ซิลิกา นิเกิล ทองแดง เป็นวิธีการหนึ่งในการปรับปรุงคุณสมบัติของอะลูมินาให้เป็นไปตามต้องการ นอกจากนี้ยังมีการผสมเซอร์โคเนียลงไปในอะลูมินา เพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก ความแข็งแรง ทนต่อการกัดกร่อน และการขีดถู เพิ่มอายุการใช้งานที่ยาวนานขึ้นมากกว่าเดิม เรียกว่าวัสดุผสมระหว่างอะลูมินา-เซอร์โคเนียนี้ว่า Zirconia toughened alumina (ZTA)

ตารางที่ 2.2 แสดงคุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุในกลุ่มอะลูมินา เซอร์โคเนีย และ ZTA เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับพบว่าสมบัติของวัสดุผสมของอะลูมินา-เซอร์โคเนียส่วนใหญ่กำลังอยู่ระหว่างคุณสมบัติของวัสดุอะลูมินา และวัสดุเซอร์โคเนีย



ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุ

คุณสมบัติทางกายภาพ (Physical Properties)	มาตรฐานใช้ ทดสอบ	หน่วย	อะลูมินา	เซอร์โค เนีย	อะลูมินา 85%- เซอร์ โคเนีย15%*
ความหนาแน่น	ASTM C20	g/cm^3	3.97	6.1	4.1
ความแข็ง	ASTM- E384-89	$H_v (\text{kg/mm}^2)$	1,200	800	1,750
ความแข็ง ลี	- -	Moh's scale -	9 ขาว	6.5 ขาว	8.8 ขาว
คุณสมบัติเชิงกล (Mechanical Properties)					
ความแข็งแรง(แรงกด)	ASTM C773	MPa	2,620	2,500	760
ความแข็งแรง(แรงดึง)	ACMA Test #4	MPa	260-300	248	-
โมดูลัสของยัง	ASTM C848	GPa	393	207	310
อัตราส่วนพัชอง	ASTM C818		0.27	0.32	0.26
ความต้านทานต่อการ ขยายตัวของรอยแตก	-	$\text{MPa} \times \text{m}^{1/2}$	4.5	13	5.0-7.0
คุณสมบัติทางความร้อน (Thermal Properties)					
ความต้านทานการเปลี่ยน แปลงอุณหภูมิฉับพลัน	-	$\Delta T (^{\circ}\text{C})$	200	280-360	325
การนำความร้อน	ASTM C408	W/m-K at 25°C	35	2.7	23
สัมประสิทธิ์การขยายตัว เนื่องจากความร้อน	ASTM C372	$\text{mm/mm}^{\circ}\text{C}$ ($25 \sim 1000^{\circ}\text{C}$)	8.4	11	10.3
ความร้อนจำเพาะ	ASTM C351	$\text{cal/g}^{\circ}\text{C}$ at 25°C	0.21	0.1	-
จุดหลอมตัว	-	$^{\circ}\text{C}$	2,050	2,700	-

(<http://65.108.128.37/pub/prodsvc/alumina-.php>, 2547 : ระบบออนไลน์)

หมายเหตุ ที่มา* (<http://www.astromet.com/zirconia-alumina-zta96.htm>, n.d. : ระบบออนไลน์)

2.2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนียในงานวิศวกรรม

สำหรับในงานวิจัยนี้มุ่งจุดประสงค์เพื่อพัฒนาคุณสมบัติด้านความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันเป็นสำคัญ จึงได้รวบรวมงานวิจัยของบุคคลต่างๆ ที่เกี่ยวข้องมานำเสนอดังนี้

Lange (1982) ได้ศึกษาความแข็งแรง และความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย โดยวิธีการทดลองได้เปลี่ยนแปลงจำนวนโมลของยิตเรียมออกไซด์ที่เติมในเซอร์โคเนียเป็น 0, 2 และ 7.5 โมลเปอร์เซ็นต์ และเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมระหว่างอะลูมินา-เซอร์โคเนีย อัดขึ้นรูปให้มีลักษณะทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร เเผแคลไซด์ที่ 400 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง เเผซินเทอร์ที่ 1,400 1,500 และ 1,600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการทดสอบหาความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกด้วยการกดเพื่อหาขนาดของรอยกด และความยาวของรอยแตกที่เกิดจากมุมของรอยกด นำไปคำนวณด้วยสมการของ Evan และ Charles ได้ค่า K_{IC} สูงสุด $8.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ที่ 2 โมลยิตเรียมออกไซด์ อัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนีย 45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเเผที่ 1,600 องศาเซลเซียส ขึ้นต่อมาทดสอบความแข็งแรงโดยตัดขึ้นทดสอบให้เป็นแท่งขนาดหน้าตัด 3.2×3.2 ตารางมิลลิเมตร เมื่อสิ้นสุดการทดสอบพบว่าเซอร์โคเนียที่เจือ ยิตเรียมออกไซด์ 2 โมลเปอร์เซ็นต์ ในอัตราส่วนผสมร้อยละ 30 ได้ค่าความแข็งแรงคือ 900 MPa

Lee (1994) ได้ศึกษาสมบัติวัสดุผสมระหว่างอะลูมินา และ เซอร์โคเนียที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม ในอัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก และเเผซินเทอร์ที่ 1,650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้วัดความแข็งแรงได้ 818 MPa ส่วนค่าความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกมีค่าเท่ากับ $4.72 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

Zhou และคณะ (1992) ศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยเลือกเซอร์โคเนียชนิดผสมยิตเรียมออกไซด์ 6 โมลเปอร์เซ็นต์ ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย 0.05-0.1 ไมครอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ไฟเบอร์ขนาดอนุภาคหนา 0.1-1 ไมครอน กว้าง 30-50 ไมครอน ทำการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมของซิลิกอนคาร์ไบด์ ตั้งแต่ 2.5, 5, 7.5 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ผสมให้เข้ากันด้วยเมธานอลในหม้อบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร หนา 8 มิลลิเมตร เเผซินเทอร์ที่ 1,600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที นำมาวัดความแข็งแรง และความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก (K_{IC}) ผลที่ได้คือ อัตราส่วนผสมของซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดย

น้ำหนัก มีค่าความแข็ง Hv (Vickers hardness) คือ 17.2 GPa ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก $5.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$

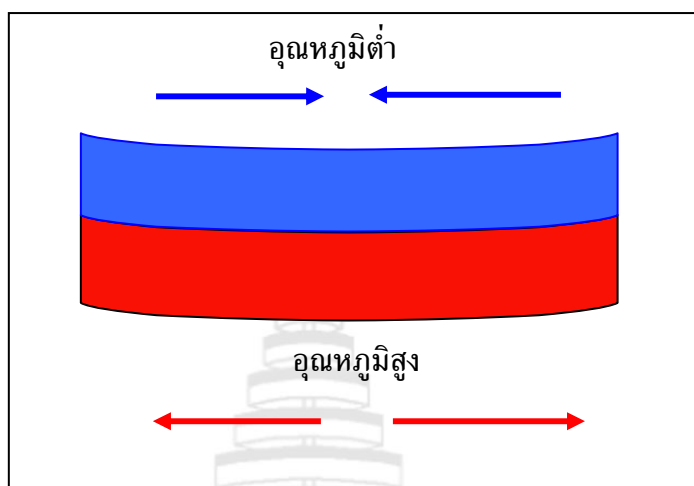
Smuk และคณะ (2002) ศึกษาการเตรียม ZTA เพื่อนำไปทำไบมอดลิ่งโลหะ โดยใช้อะลูมินาผสมกับเซอร์โคเนียที่เตรียมเตรียมออกไซด์ 5.3 โมลเปอร์เซ็นต์ (TZP) หรือผสมกับเซอร์โคเนียที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกในอัตราส่วน 20 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไบมอดลิ่ง ZTA ไปทดสอบด้วยเครื่องกลึงที่ความเร็วรอบ 400 รอบต่อนาที ความเร็วตัด 0.16 รอบต่อนาที อัตราในการป้อน 1.9 มิลลิเมตรต่อรอบ พบว่า ZTA ที่มีส่วนผสมของ TZP 30 เปอร์เซ็นต์ มีความแข็ง และแข็งแรงสูงสุด สำหรับ ZTA ที่มีส่วนผสมของ TZP 20 เปอร์เซ็นต์ มีความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก ต้านทานการเสียดสีสูงสุด และทดสอบอายุการใช้งานได้สูงสุดที่ 18.6 นาที

Ceilia และคณะ (2004) ศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนียโครงสร้างแบบเตตระโกนอล เปรียบเทียบกับคุณสมบัติต่าง ๆ ของอะลูมินาเพียงอย่างเดียว โดยการเลือกวัสดุอะลูมินา และเซอร์โคเนีย ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (d_{50}) ที่ 0.44 และ 0.19 นาโนเมตร ผสมกันด้วยเอทานอลในหม้อบดด้วยอัตราส่วนอย่างละ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำมาอบจนแห้งอัดเป็นชิ้นทดสอบขนาด $5 \times 6 \times 80$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร นำไปเผาแคลไซต์ด้วยอัตราการให้ความร้อน 6 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึง 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเผาซินเทอร์ที่ 1,500 และ 1,600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองคือ ชิ้นทดสอบเผาที่ 1,600 องศาเซลเซียส มีความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกเป็น $7.49 \text{ MPa.m}^{1/2}$ เพิ่มขึ้น 29 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับอะลูมินาที่ยังไม่มีการผสม

Shulman และคณะ (n.d.) ได้ทำการศึกษาความแข็งแรง ความแข็ง และความทนทานต่อการโค้งงอของวัสดุผสมอะลูมินา และเซอร์โคเนีย โดยเปรียบเทียบระหว่างผงของวัสดุผสมที่มีจำหน่าย และจากห้องปฏิบัติการ แบ่งเป็นอย่างละ 2 ตัวอย่าง คืออัตราส่วน 15 และ 20 เปอร์เซ็นต์ สำหรับในส่วนของวัสดุที่มีขายและ 20 และ 40 เปอร์เซ็นต์เซอร์โคเนียโดยน้ำหนัก สำหรับในส่วนของการทดลอง โดยทดสอบคุณสมบัติทั้ง 3 ทดสอบตัวอย่างละ 25 ชิ้น เตรียมเป็นชิ้นทดสอบขนาดกว้าง 3 มิลลิเมตร ยาว 25 มิลลิเมตรหนา 4 มิลลิเมตร เผาขึ้นรูปที่ 1,550 องศาเซลเซียส ผลที่ได้จากการทดสอบคือ ในชิ้นทดสอบที่เตรียมโดยมีอัตราส่วน 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซอร์โคเนียที่มาจากห้องปฏิบัติการ มีความแข็งแรง ความแข็ง และความทนทานต่อการโค้งงอสูงสุดในตัวอย่างที่นำมาทดสอบ

โดยสรุปจากงานวิจัยต่างๆ พบว่า ZTA มีคุณสมบัติเด่นในด้านการต้านทานรอยแตก ความแข็งแรง ต้านทานการเสียดสี การกัดกร่อน และค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน โดยขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ เช่นอัตราส่วนผสม ขนาดอนุภาค และอุณหภูมิที่เผาซินเทอร์ เป็นต้น

2.3 ความเค้นเนื่องจากความร้อน (Thermal stress)



รูปที่ 2.3 แสดงผิววัสดุได้รับความร้อนที่ไม่เท่ากัน

จากรูปที่ 2.3 เมื่อผิวแต่ละด้านของผลิตภัณฑ์ได้รับความร้อนที่เท่ากัน การโค้งงอของผลิตภัณฑ์ย่อมน้อยหรืออาจจะไม่เกิด แต่ถ้าหากผิวของผลิตภัณฑ์ได้รับความร้อนเพียงด้านใดด้านหนึ่ง โดยมากมักจะเกิดขึ้นกับการที่ผลิตภัณฑ์ที่ต้องใช้งานในลักษณะที่ต้องมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ด้านที่ได้รับความร้อนมีการขยายตัวเกิดความเค้นดึงขึ้น ส่วนด้านที่ไม่ได้รับความร้อน หรือมีอุณหภูมิความร้อนที่ต่ำกว่าจะเกิดความเค้นอัด จะสังเกตได้จากแกนสะเทิน (Neutral axis) มีความโค้งงอ หากความโค้งงอมีมากย่อมหมายความว่าอุณหภูมิที่แตกต่างกันมาก ถ้าหากมากเกินไปวัสดุจะทนทานได้ ส่งผลให้เกิดการแตกหักเสียหายของผลิตภัณฑ์ได้ แต่ถ้าหากวัสดุที่ใช้ทำผลิตภัณฑ์มีคุณสมบัติต่างๆ ที่ดี อาจช่วยลดความเสียหายที่จะเกิดกับผลิตภัณฑ์ได้ (Keim, 2001)

สำหรับงานวิจัยนี้ได้เตรียมวัสดุผสมอะลูมินา และเซอร์โคเนีย ขึ้นเพื่อให้มีความสามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่สูงขึ้นกว่าวัสดุเดิม และเพิ่มอายุการใช้งานมากขึ้น ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการคำนึงถึงคุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุดังนี้คือ ความแข็งแรงต่อนแรงกด (Compressive strength) การนำความร้อน (Thermal conductivity) สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Coefficient of thermal expansion) และ โมดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of elasticity) ที่มีผลต่อการเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

2.3.1 ความแข็งแรง (Strength)

ความแข็งแรง หมายถึงความสามารถในการรับแรง ในขณะที่เกิดความเค้นขึ้นภายในวัสดุ การศึกษาเกี่ยวกับความแข็งแรงของวัสดุ เกี่ยวกับแรงภายในวัสดุกับการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง และขนาดของวัสดุนั้นหรืออาจกล่าวได้ว่าความแข็งแรง คือความสามารถที่จะต้านทานแรงที่มากระทำโดยไม่เกิดการแตกหักนั่นเอง

แรงที่เกิดขึ้นภายในของวัสดุที่พยายามต้านทานแรงภายนอก ที่มากระทำเพื่อไม่ให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาด และรูปร่าง เรียกว่าความเค้น วัดเป็นแรงต่อหน่วยพื้นที่ ส่วนอัตราส่วนระหว่างความยาวของวัสดุ ที่เปลี่ยนแปลงไปต่อความยาวเดิมก่อนถูกแรงมากระทำ เรียกว่า ความเครียด การวัดความแข็งแรงได้จากการหาค่าความเค้นสูงสุดที่ทำให้เกิดการแตกหักหรือออกมาในรูปของค่าโมดูลัสของการแตกหัก (Modulus of rupture) หน่วยที่ใช้คือ ปอนด์ต่อตารางฟุต (lb/ft^2) หรือ นิวตันต่อตารางเมตร (N/m^2) หรือ ปาสคาล (Pascal (Pa)) นอกจากนี้หน่วยของความแข็งแรง อาจเป็น ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (lb/in^2) หรือ psi โดยที่ 1 psi มีค่าเท่ากับ 6.895 กิโลนิวตัน ต่อตารางเมตร (kN/m^2)

2.3.2 การนำความร้อน (Thermal conductivity)

ปกติความร้อนจะไหลผ่านวัสดุจากจุดที่มีอุณหภูมิสูงไปยังที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า การถ่ายเทความร้อนในของแข็งที่เรียกว่า “การนำความร้อน” วัสดุแต่ละชนิดจะมีความสามารถในการนำความร้อนได้แตกต่างกัน คุณสมบัติที่เป็นตัววัดความสามารถในการนำความร้อนของวัสดุ คือ ค่าการนำความร้อน (K^*) จากกฎการนำความร้อนของ Fourier ซึ่งกล่าวไว้ว่า อัตราการส่งผ่านพลังงานความร้อนผ่านวัสดุตัวกลาง (วัสดุ ซึ่งมักจะหมายถึงกรณีที่เป็นของแข็ง) จะแปรผันตรงกับค่าความชันของอุณหภูมิ (Temperature gradient หรือ อัตราผลต่างของอุณหภูมิต่อระยะทางหนึ่งหน่วย) ในทิศทางของการส่งผ่านพลังงานนั้น และแปรผันตรงกับพื้นที่หน้าตัดที่พลังงานความร้อนนั้นไหลผ่านด้วย ค่าคงที่ของการแปรผันนี้คือค่า K^* นั่นเอง จากนั้นเราจะได้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ 2.1 คือ

$$Q = \frac{KA(t_1 - t_2)}{L} \quad (2.1)$$

เมื่อ	Q	=	ปริมาณความร้อนที่ไหลผ่านต่อหนึ่งหน่วยเวลา (Btu/hr หรือ W)
	K*	=	ค่าการนำความร้อน (Btu/hr-ft-°F หรือ W/m-K)
	A	=	พื้นที่หน้าตัดของวัสดุที่ความร้อนไหลผ่าน (ft ² หรือ m ²)
	t ₁	=	อุณหภูมิด้านที่ร้อนของวัสดุ (°F หรือ K)
	t ₂	=	อุณหภูมิด้านที่เย็นของวัสดุ (°F หรือ K)
	L	=	ความหนาของวัสดุ (ft หรือ m)

ค่าของ K* จะเปลี่ยนไปตามชนิดของวัสดุและอุณหภูมิ วัสดุที่มีค่า K* สูงจะมีการนำความร้อนที่ดี และสามารถลดความแตกต่างของอุณหภูมิภายในตัวมันเองได้เร็วกว่าวัสดุที่มีความสามารถในการนำความร้อนต่ำ ในวัสดุกลุ่มโลหะค่า K* จะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ส่วนในวัสดุเซรามิกมีแนวโน้มที่ค่า K* สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

2.3.3 สัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อน (Coefficient of thermal expansion)

วัสดุจะขยายตัวเมื่อร้อนและหดตัวเมื่อเย็น ถึงแม้ว่าค่าการหดหรือขยายตัวจากความร้อนไม่สูงนัก แต่ก็ทำให้เกิดความเค้นขึ้นภายในวัสดุได้โดยเฉพาะวัสดุที่เป็นเซรามิกและถ้าความเค้นนี้มีมากพอ ก็อาจทำให้เกิดการเสียหายได้ เนื่องจากเซรามิกวัสดุที่แข็งแรงแต่เปราะไม่สามารถเปลี่ยนแปลงขนาดหรือโค้งงอไปตามความเค้นเนื่องจากความร้อน

สัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนเป็นตัวแปรที่บอกว่าวัสดุจะขยายตัวมากน้อยเพียงใดเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งค่านี้จะเท่ากับความยาวที่เพิ่มขึ้นหรือลดลง ต่อความยาวเริ่มต้นต่ออุณหภูมิหนึ่งองศา และมีหน่วยเป็น in/in/°F หรือ cm/cm/°C

2.3.4 โมดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of elasticity)

ค่าอัตราส่วนระหว่างความเค้น กับความยาวที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยความยาวเดิม ซึ่งจะได้ความสัมพันธ์ตามสมการ 2.2 อัตราส่วนนี้เรียกว่าค่าโมดูลัสความยืดหยุ่น (E) มีหน่วยเป็น MPa

$$E = \frac{\text{Stress}}{\text{Strain}} \quad (2.2)$$

หากวัสดุได้รับความเค้น และวัสดุนั้นมีค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่นต่ำก็จะสามารถทนความเค้นได้สูงเพราะสามารถโค้งงอได้มาก หากวัสดุมีค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่นต่ำ ทำให้วัสดุเมื่อเกิดความเค้นจะเกิดการโค้งงอได้น้อยทำให้เกิดความเสียหาย ความเค้นที่ทำให้เกิดความเค้นในงานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นคือ ความเค้นเนื่องเกิดจากความร้อนอันเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

2.4 ความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน (Thermal shock resistance)

จากรายงานวิจัยต่างๆ ที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.2 และ 2.3 ได้อธิบายว่าผลของความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิผิวด้านนอก และผิวด้านใน เมื่อเกิดเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ทำให้ผลิตภัณฑ์ชนิดนั้นเกิดการขยายตัวเนื่องด้วยความร้อน และปัจจัยต่างๆ ที่ได้กล่าวมาแล้วนี้มีผลต่อการที่วัสดุจะแตกเสียหายหรือยังคงสรุปเดิมได้ การพัฒนาวัสดุให้มีความสามารถต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดี วัสดุชนิดนั้นจะต้องมีความแข็งแรงเชิงกลที่สูงสามารถทนทานต่อการกระทำด้วยความเค้นจากความร้อนได้ดี หากพิจารณาอิทธิพลของปัจจัยต่างๆ ร่วมกัน สามารถกำหนดตัวชี้วัดความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน (R) ได้ตามสมการที่ 2.3

$$R = \frac{\sigma' K^*}{E \alpha} \quad (2.3)$$

- เมื่อ R = ตัวชี้วัดความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน
 σ' = ความแข็งแรงเชิงกลของวัสดุ
 K^* = การนำความร้อน
 E = โมดูลัสความยืดหยุ่น
 α = สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ปัจจัยที่กล่าวมาทำให้เข้าใจว่า ความแข็งแรงเชิงกลของวัสดุย่อมต้องมีค่าสูงกว่าค่าความเค้นภายในเนื้อวัสดุที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน จึงจะทำให้วัสดุชนิดนั้นมีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดี และควรมีการนำความร้อนที่ดีเพื่อให้การกระจายความร้อนเป็นไปอย่างรวดเร็ว และสามารถลดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่ผิวด้านนอกและด้านในได้ ในส่วนวัสดุที่มีค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่น และสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนยังมีค่าน้อย ความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันก็จะสูง

ในกรณีของสมการ 2.3 ได้นิยาม (σ') หมายถึงความแข็งแรงของวัสดุ (Strength) แต่ในกรณีที่วัสดุได้รับความเค้นอันเนื่องมาจากความร้อนที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ได้ให้นิยาม (σ'') หมายถึงความเค้นจากความร้อน (Thermal stress) ซึ่งอธิบายด้วยสมการ 2.4 (Richerson, 1992) คือ

$$\sigma'' = \frac{E\alpha \Delta T}{1-V} \quad (2.4)$$

เมื่อ	σ''	=	ความเค้นจากความร้อน
	E	=	โมดูลัสของความยืดหยุ่น
	α	=	สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน
	ΔT	=	ความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิ
	V	=	อัตราส่วนพัชของ

จากสมการที่ 2.4 พบว่าความเค้นที่เกิดจากความร้อนจะมีค่าสูง เมื่อค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่น ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน และความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่เกิดขึ้น จะต้องมีความสูง โดยเฉพาะความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่เกิดขึ้นหากมีความแตกต่างที่มาก ก็จะส่งผลต่อความเค้นเนื่องจากความร้อนนั้นจะมีค่าที่สูงขึ้น หรืออาจเรียกอุณหภูมิที่แตกต่าง ที่ทำให้ชิ้นทดสอบหรือผลิตภัณฑ์เกิดการแตกเสียหาย (ΔT) หรือค่า R ว่าเป็นค่าของความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน สามารถเขียนสมการ 2.5

$$R = \Delta T = \frac{\sigma'' (1-V)}{E\alpha} \quad (2.5)$$

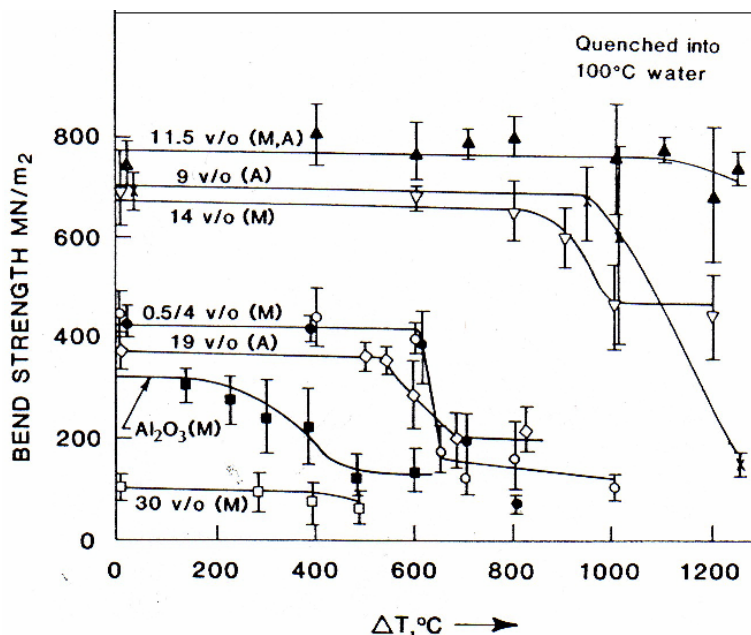
ค่า R คือค่าที่บอกถึงความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน สำหรับการทำให้ชิ้นทดสอบเริ่มมีการแตก (Fracture initiation) โดยความเค้นเนื่องจากความร้อน ซึ่งมี

เนื่องจากการส่งผ่านความร้อนในเนื้อวัตถุต้องเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ (Steady heat flow) จากสูตรการคำนวณ R จะมีหน่วยเป็นองศาเซลเซียส โดยการคำนวณที่กล่าวมานี้จะสามารถนำมาเป็นวิธีหนึ่งเพื่อการประเมินค่าความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

2.4.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการทดสอบความทนทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

ศศิธร (2541) ได้ผลิตเบ้าหลอมจากอะลูมินา ซึ่งเตรียมโดยนำอะลูมินา ผสมกับแมกนีเซียม ใช้แอมโมเนียมอะคริเลท ช่วยในการกระจายตัว หล่อในพิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 7 เซนติเมตร สูง 6.5 เซนติเมตร นำมาเผาในแบบบรรยากาศสมบูรณ์ (Oxidation atmosphere) ที่ 1,700 องศาเซลเซียส โดยผลิตภัณฑ์ที่ให้ผลดีที่สุดคืออัตราส่วนผสมของอะลูมินา 99.5 เปอร์เซ็นต์ แมกนีเซียม 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ความแข็งแรงที่ 120 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ทดสอบด้วยวิธีลดอุณหภูมิด้วยน้ำพบว่าทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้สูงสุด 200 องศาเซลเซียส ให้ผลที่สอดคล้องกับ Mouro และ Danking (1999) ศึกษาการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของอะลูมินาโดยได้ทำการทดสอบด้วยการลดอุณหภูมิด้วยน้ำที่มีอุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส แบ่งอุณหภูมิการทดสอบต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ที่ 20, 100, 200 300, 400, 500 องศาเซลเซียส ผลที่ได้คือความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของอะลูมินาจะอยู่ในช่วง 100 – 200 องศาเซลเซียส

สัมพันธ์ (2545) ได้ทำการศึกษาวัสดุที่สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน โดยใช้วัสดุผสมระหว่างอะลูมินาและคอร์เดียไรท์ ในอัตราส่วนของคอร์เดียไรท์ตั้งแต่ 5, 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างกันจากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่าการอัดขึ้นรูปเป็นแท่งขนาด 2.56 x 15.36 เซนติเมตร ที่แรงกด 37 MPa เผาที่อุณหภูมิ 1,650 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของคอร์เดียไรท์ที่ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ความแข็งแรงเชิงกล 106.85 MPa ทดสอบด้วยวิธีการลดอุณหภูมิด้วยอากาศ พบว่าสามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้สูงสุด 6 รอบ โดยสามารถสังเกตรอยแตกของชิ้นทดสอบด้วยตาเปล่า



รูปที่ 2.4 การทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ (Becher, 1981)

จากรูปที่ 2.4 Becher (1981) ได้ทำการศึกษาสมบัติความทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของ ZTA โครงสร้างแบบโมโนคลินิก ด้วยการทดสอบแบบลดอุณหภูมิด้วยน้ำซึ่งมีอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส โดยเตรียม ZTA ที่มีอัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนียโครงสร้างแบบโมโนคลินิกในอัตราส่วนตั้งแต่ร้อยละ 4 ถึง 30 โดยปริมาตร ผลที่ได้จากการทดลองคือ อะลูมินาที่ผสมด้วยเซอร์โคเนียอัตราส่วนร้อยละ 11.5 สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันถึง 1,150 องศาเซลเซียส

Collin และ Rowcliffe (2000) ได้ศึกษาการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันในวัสดุเปราะ โดยแบ่งวัสดุเป็น 4 ตัวอย่างคือ 1. อะลูมินาที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5 ไมครอน 2. อะลูมินาผสมซิลิกอนคาร์ไบด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก 3. ไททาเนียม เบอร์ CT-530 4. เหล็กเครื่องมือ เบอร์ ASP-2060 ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำนำมาเปรียบเทียบค่าต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันในวัสดุต่างๆ พบว่าเหล็กเครื่องมือมีค่าต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงสุดที่ 400 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นวัสดุที่ไม่เก็บความร้อนและคายความร้อนได้เร็ว ส่วนวัสดุอะลูมินาและวัสดุอะลูมินาผสมซิลิกอนคาร์ไบด์มีค่าต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันอยู่ที่ 140 และ 160 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ถึงแม้วัสดุทั้งสองจะมีค่าความจุความร้อนที่สูง แต่การขยายตัวทางความร้อนและค่าการนำความร้อนที่ต่ำ ทำให้ไม่สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้สูง

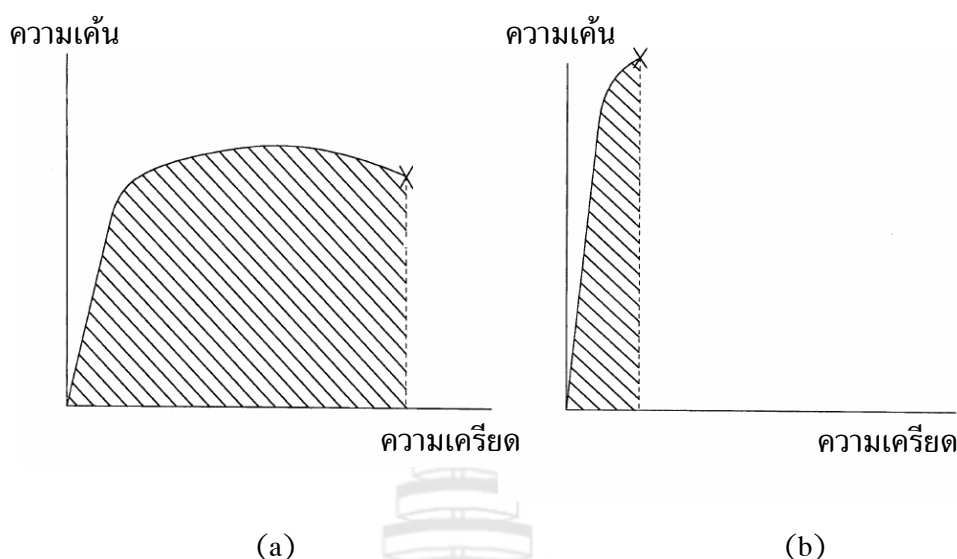
Casellas (2003) และคณะ ศึกษาเวลาของการอบ (Heat treatment) ของอะลูมินาที่เติมเซอร์โคเนียเจือยิตเตรียมออกไซด์ 3 โมลเปอร์เซ็นต์ ในอัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนักเปรียบเทียบกับอะลูมินาบริสุทธิ์ หลังจากที่มีการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แท่งขึ้นทดสอบมีขนาด 5 x 8 x 45 มิลลิเมตร ด้วยการเปลี่ยนแปลงเวลาการอบที่ อุณหภูมิ 1,600 องศาเซลเซียส ตั้งแต่ 0.5, 1, 5, 10, 15 และ 30 ชั่วโมง พบว่าจากการทดลอง ZTA ให้ค่าความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกสูงสุดประมาณ $4.8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ที่ชั่วโมงการอบ 30 ชั่วโมง ส่วนอะลูมินามีค่าดังกล่าวประมาณ $4.3 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ที่ชั่วโมงการอบ 30 ชั่วโมง

Akel (2003) ศึกษาคุณสมบัติเชิงกล และการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันระหว่างวัสดุผสมอะลูมินา-มัลไลต์-เซอร์โคเนีย กับวัสดุผสมอะลูมินา-มัลไลต์ ให้นิยามชื่อวัสดุชนิดแรกว่า AZM และชนิดที่ 2 ว่า AM ตัวอย่างมีลักษณะเป็นแท่งขนาด 150 x 10 x 15 มิลลิเมตร พบว่าค่าความแข็งแรงคือ AZM ได้สูงสุด 16.5 MPa ส่วน AM ได้สูงสุด 6.8 MPa ค่าความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก AZM สูงสุด $1.2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ AM ได้ $0.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ และอากาศ ทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิ 0-1,400 องศาเซลเซียส พบว่า AZM มีค่าต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงกว่า AM สำหรับการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันในอากาศ AZM สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ถึง 1,400 องศาเซลเซียส และทดสอบจำนวนรอบสามารถทนได้ถึง 40 รอบที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส โดยค่าความแข็งแรงไม่ลดลง แต่มีข้อสังเกตคือ วัสดุมีค่าความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกที่ต่ำมาก แต่ให้ค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูง สันนิษฐานว่าขึ้นทดสอบอาจมีรูพรุนจำนวนมาก ซึ่งสังเกตได้จากความแข็งแรงที่ต่ำ

2.5 ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก (Crack propagation resistance)

ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกคือค่าพลังงานที่มีความสามารถของวัสดุที่จะดูดซับพลังงานไว้ได้โดยไม่เกิดการแตกหัก หรืออาจขยายความว่า ขณะที่วัสดุเกิดการแตกหักเนื้อวัสดุจะแยกเป็นสองส่วนด้วยแรงกระทำภายนอก โดยเกิดรอยแตกขยายตัวผ่านวัสดุนั้นๆ จะมีแรงยึดเหนี่ยวทางเคมี (Chemical bond) ยึดเหนี่ยวอะตอมบริเวณผิวทั้งสองไว้ไม่ให้รอยแตกขยายตัวออกไป ค่าพลังงานนั้นเรียกว่า “ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก”

รูปที่ 2.5 แสดงให้เห็นถึงข้อแตกต่างระหว่างวัสดุเหนียวที่มีความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกสูง และวัสดุเปราะที่มีความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกต่ำ



รูปที่ 2.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียด (a) วัสดุเหนียว และ (b) วัสดุเปราะ

ในงานวิศวกรรมเซรามิกยังมีการออกแบบโครงสร้างจุลภาค โดยอาศัยกลไกอื่นๆ ที่ทำให้เกิดความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกเพิ่มขึ้นในวัสดุที่เปราะ ได้แบ่งเป็น 2 แบบ ดังนี้ (สุธี, 2541)

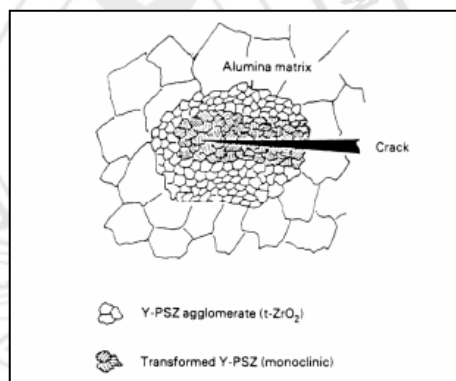
กลไกแบบที่ 1 เป็นกระบวนการลดความเค้นภายในเนื้อวัสดุบริเวณตอนปลายสุดของรอยแตกโดยอาศัยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของวัสดุ (Phase transformation mechanism) หรืออาศัยรอยแตกระดับจุลภาคจำนวนมากๆ ช่วยดัก และกระจายความเค้นจากรอยแตกหลัก (Microcrack toughening mechanism) เป็นต้น สำหรับวัสดุหนึ่งๆ อาจมีกระบวนการที่กล่าวมาแล้วแบบใดแบบหนึ่งหรือเกิดขึ้นควบคู่กันทั้งสองแบบ

กลไกแบบที่ 2 กลไกแบบนี้เป็นการใช้วัสดุที่มีลักษณะเป็น Fiber หรือ Whisker หรืออนุภาคของวัสดุอื่น ผสมผสานเข้ากับเนื้อเซรามิก เพื่อให้เกิดการเชื่อมต่อและเปลี่ยนแปลงทิศทางของรอยแตกเมื่อมีการขยายตัวผ่านชั้นทดสอบ และส่งผลให้ต้องใช้พลังงานเพิ่มขึ้น กลไกนี้อาจนับได้ว่าเป็นการเลียนแบบโครงสร้างจากวัสดุจากธรรมชาติ เช่น กระดูกของมนุษย์และโครงสร้างของไม้

สำหรับในวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย มีกลไกการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกอยู่ 2 ลักษณะคือการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกโดยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึก และการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกโดยการใช้อย่างแตกขนาดจุลภาค

2.5.1 กลไกการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกในวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนียอันเกิดจากการเปลี่ยนโครงสร้างผลึก (Transformation toughening mechanism of zirconia toughened alumina)

เมื่อเกิดรอยแตกที่กำลังขยายตัวในชั้นทดสอบเซอร์โคเนียแบบเตตระโกนอล ดังแสดงในรูปที่ 2.6 สนามความเค้นที่อยู่ด้านหน้าของปลายรอยแตกจะเหนี่ยวนำให้ผลึกเตตระโกนอลในบริเวณที่มีความเค้นเกิดการเปลี่ยนรูปเป็นโมโนคลินิก และนั่นหมายถึงการขยายตัวของเนื้อวัสดุบริเวณรอบ ๆ รอยแตก และเมื่อบริเวณนั้นเกิดการขยายตัวแต่บริเวณอื่นห่างออกไปจากรอยแตกไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง บริเวณรอบรอยแตกจึงอยู่ภายใต้ความเค้นแบบอัดที่ต้านการเจริญของรอยแตก การที่รอยแตกจะขยายตัวผ่านบริเวณนั้น ๆ จำต้องสูญเสียพลังงานส่วนหนึ่งเพื่อเอาชนะแรงอัดเสียก่อน ดังนั้นยังรอยแตกขยายตัวเพิ่มขึ้นเท่าใด พลังงานที่สูญเสียก็มากขึ้นตามขนาด จนกระทั่งรอยแตกไม่สามารถขยายตัวต่อไปได้อีกและถูกหยุดยั้งไว้บริเวณภายในเนื้อวัสดุเท่านั้น การแตกหักของชั้นทดสอบนี้จึงมีลักษณะที่ไม่ใช่แบบเปราะดังที่พบในเซรามิกอื่น ๆ อย่างไรก็ตามการควบคุมขนาด และปริมาณของผลึกแบบเตตระโกนอลในเนื้อของวัสดุคือสิ่งที่มีผลโดยตรงต่อการเพิ่มขึ้นของความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกของเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เพื่อให้เกิดการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกของเซรามิกโดยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกมากที่สุด วัสดุต้องประกอบด้วยผลึกของเตตระโกนอลแบบกึ่งเสถียรมากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้

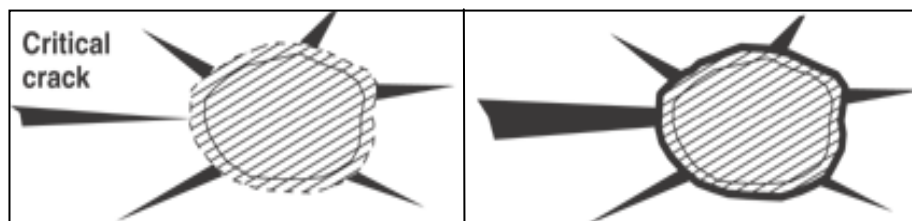


รูปที่ 2.6 กลไกการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกโดยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของวัสดุผสมอะลูมินา - เซอร์โคเนีย (Shulman, 2001)

2.5.2 กลไกการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกที่อาศัยรอยแตกระดับจุลภาค (Microcrack toughening mechanism)

วิธีการหนึ่งที่จะลดความเค้นที่เกิดขึ้นในบริเวณรอยแตกอันเนื่องมาจากความเค้นคือ การทำให้ภายในวัสดุเกิดรอยแตกที่เล็กระดับจุลภาค การเกิดรอยแตกระดับจุลภาคนั้นอาศัยความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเซอร์โคเนีย และอะลูมินา เมื่อทำการผสม

วัสดุทั้งสอง และเผาขึ้นเทอร์ชณะที่ลดอุณหภูมิลงมาผลึกของเซอร์โคเนียจะหดตัวมากกว่า เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนสูงกว่า และเมื่อถึงอุณหภูมิห้องจะทำให้เกิดช่องว่างหรือรอยแตกรอบๆ ผลึกเซอร์โคเนียหรือระหว่างขอบเกรนของเซอร์โคเนีย และอะลูมินา ดังรูปที่ 2.7 (a)



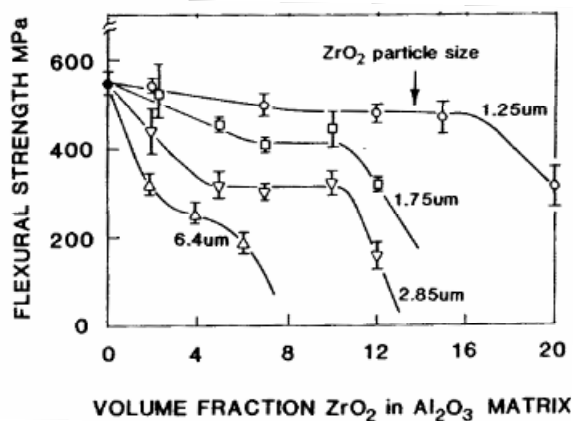
(a)

(b)

รูปที่ 2.7 (a) เริ่มเกิดรอยแตกเนื่องจากความเค้น (b) ความเค้นขยายไปตามรอยแตก บริเวณรอบเกรน (Kapitel, n.d.)

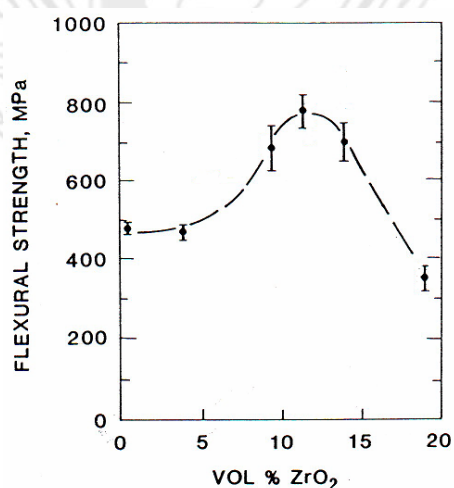
เมื่อเกิดรอยแตก (Major crack) ภายใต้สภาวะแรงดึงเกิดขึ้นทดสอบ ขยายตัวผ่านมาถึงบริเวณที่มีผลึกเซอร์โคเนียอยู่ รอยแตกนั้นจะเปลี่ยนทิศทาง และความเค้นที่อยู่ปลายสุดของรอยแตกนั้น จะกระทำกับบริเวณที่มากขึ้น เป็นผลให้เกิดการกระจายความเค้นในบริเวณที่เกิดรอยแตกระดับจุลภาค ดังรูปที่ 2.7 (b) และนั่นส่งผลให้ความเค้นภายในลดลง และหากมีกลไกในลักษณะนี้มากพอที่จะส่งผลทำให้วัสดุมีความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้มากขึ้น นอกจากนี้ยังมีปัจจัยอื่นที่จะส่งผลให้วัสดุผสมอะลูมินา – เซอร์โคเนีย มีความแข็งแรง และสามารถต้านทานรอยแตกได้เพิ่มขึ้น

Green (1989) ได้รวบรวมผลการศึกษาปัจจัยต่างๆ ของวัสดุผสมอะลูมินา – เซอร์โคเนีย เช่นการศึกษาเซอร์โคเนียที่เจือด้วยสารยิตเทรียมออกไซด์ในปริมาณ 2 กับ 3 โมลเปอร์เซ็นต์ ผสมกับอะลูมินา เพื่อเปรียบเทียบความแข็งแรง โดยเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนอะลูมินาจนถึงร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าความแข็งแรงของ 3 โมลเปอร์เซ็นต์ สูงกว่ากรณี 2 โมลเปอร์เซ็นต์ มีค่าความแข็งแรงสูงสุดคือ 2,350 MPa โดยอธิบายสาเหตุที่เกิดขึ้นได้คือ ปริมาณโครงสร้างแบบเตตระโกนอลในเซอร์โคเนียที่เจือด้วยสารยิตเทรียมออกไซด์ 3 โมลเปอร์เซ็นต์ มีมากกว่า 2 โมลเปอร์เซ็นต์ ทำให้เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเป็นโมนอกlinik ได้มากกว่า



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย และความแข็งแรง (Green, 1989)

รูปที่ 2.8 ผลข้อมูลการศึกษาขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียที่มีผลต่อความแข็งแรง โดยเลือกใช้นาโน 1.25, 1.75, 2.85, 6.4 ไมครอน และเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนเซอร์โคเนียที่เติมลงในอะลูมินาขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดด้วยความดัน 40 MPa เพาซินเทอร์ที่ 1,500 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย 1.25 ไมครอนให้ค่าความแข็งแรงสูงสุดเมื่อเทียบกับอนุภาคนาโนอื่น และให้ค่าความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกสูงสุดถึง $10 \text{ MPa} \times \text{m}^{1/2}$ โดยให้คำอธิบายว่าเกิดจากกลไกการต้านทานรอยแตกที่อาศัยรอยแตกระดับจุลภาคเป็นตัวเพิ่มคุณสมบัติเชิงกลต่างๆ นอกจากนี้ได้รวบรวมผลการศึกษาปัจจัยของขนาดอนุภาคเซอร์โคเนีย ต่อการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากเตตระโกนอลเป็นโมโนคลินิก ทำให้สรุปได้ว่า ผลึกเซอร์โคเนียที่สามารถเปลี่ยนโครงสร้างผลึกได้เมื่ออยู่ภายใต้ความเค้น ต้องมีขนาดอยู่ในช่วงระหว่าง 0.5–2 ไมครอน



รูปที่ 2.9 การทดสอบความแข็งแรงของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินา (Becher, 1981)

รูป 2.9 Becher (1981) ได้ทำการศึกษาความแข็งแรงของ ZTA ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน ผสมเซอร์โคเนียที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก พบว่าได้ความแข็งแรงสูงสุดถึงประมาณ 780 MPa ที่อัตราส่วนของเซอร์โคเนียประมาณร้อยละ 13 โดยปริมาตร Becher ได้ให้ข้อสันนิษฐานว่ากลไกการเพิ่มความแข็งแรงเกิดจากกลไกต่อต้านรอยแตกที่อาศัยรอยแตกระดับจุลภาค และการขวางกั้นรอยแตกที่เกิดจากการกระจายตัวของเซอร์โคเนียเป็นหลัก เนื่องจากเซอร์โคเนียที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ไม่มีกลไกการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากเตตระโกนอลไปเป็นแบบโมโนคลินิก

จากงานวิจัยต่าง ๆ สามารถสรุปผลของปัจจัยเบื้องต้นที่ส่งผลต่อคุณสมบัติเชิงกลในวัสดุผสมเซอร์โคเนีย-อะลูมินาได้คือ

1. อัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนียที่เติมลงในอะลูมินา
2. ขนาดอนุภาคเริ่มต้นของอะลูมินา และเซอร์โคเนีย
3. ปริมาตรของยิตเตรียมออกไซด์ที่เจือในเซอร์โคเนีย
4. กระบวนการขึ้นรูป
5. อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์

2.6. กระบวนการขึ้นรูปแบบหล่อของวัสดุอะลูมินา-เซอร์โคเนีย

Chang และคณะ (1991) ศึกษาลักษณะการจับตัวของอนุภาคในตัวอย่างที่หล่อขึ้นรูปจากน้ำสลิปอะลูมินา และวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย เพื่อหาความหนาแน่นในตัวอย่างลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมขนาด กว้าง 2.4 เซนติเมตร ยาว 15 เซนติเมตร สูง 2.4 เซนติเมตร เตรียมสลิปโดยใช้อัตราส่วนของของแข็งที่ 20 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ในส่วนของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ผสมในอัตรา ส่วนอะลูมินา : เซอร์โคเนีย เป็น 70 : 30 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ปรับ pH ด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) ให้น้ำสลิปมีค่าที่ pH 4 จากการทดสอบพบว่าถ้าใส่สารช่วยกระจายตัวหลังจากการหล่อได้ความหนาแน่นของตัวอย่างมีค่าสูงถึง 62.9 เปอร์เซ็นต์ สูงกว่าตัวอย่างที่ไม่มีการใช้สารช่วยกระจายตัว

Rowley และ Chu (2002) ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อความหนาแน่นของของแข็ง (Solid content) ในน้ำสลิปอะลูมินา โดยใช้ผงอะลูมินา Baikalex SM8 ขนาดอนุภาค 150 นาโนเมตร และผงอะลูมินา Baikalex CR6 ขนาดอนุภาค 250 นาโนเมตร ใช้สารช่วยยึดเกาะ Polyvinyl Alcohol และ Rhoplex B-60A ที่ 0.5 ถึง 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้สารช่วยกระจายตัว Darvan C และ Darvan 821 ที่ 0.1 ถึง 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้น้ำ

ปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย อัตราส่วนผสมทั้งหมดผสมให้เข้ากันด้วยหม้อบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เเผชินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งตั้งแต่ 50 ถึง 80 เปอร์เซ็นต์ พบว่าความหนาแน่นหลังเผาสูงสุดคือ 98.81 เปอร์เซ็นต์ ที่อัตราส่วนผสมของอะลูมินา Baikalox SM8 อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งที่ 70 เปอร์เซ็นต์ สารช่วยกระจายตัว Darvan C ที่ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สารช่วยยึดเกาะ Polyvinyl alcohol ที่ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เเผชินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,500 องศาเซลเซียส คงค้างอุณหภูมิที่ 1 ชั่วโมง

Hotta และคณะ (2005) ได้ศึกษาผลของขนาดของอนุภาคที่มีผลต่อความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกด้วยวิธีการหล่อด้วยการผสมอนุภาค 3 ขนาดคือ 38–45, 53–63 และ 75–90 ไมครอน เติมน้ำในน้ำสลิตที่มีอะลูมินา AL-160SG-4 ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 0.5 ไมครอนเป็นสารตั้งต้น ใช้สารช่วยกระจายตัว Ceruna D-305 ทำละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ที่ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งที่ 50 เปอร์เซ็นต์ บดด้วยหม้อบดขนาด 2 กิโลกรัม เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำน้ำสลิตมากำจัดอากาศเป็นเวลา 10 นาที หล่อด้วยแบบพิมพ์ขนาด 100 x 100 x 9 มิลลิเมตร นำมาเผชินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดสอบพบว่าความหนาแน่นสูงสุดคือ 3.96 g.m⁻³ ที่เติมอนุภาคขนาด 75–90 ไมครอน ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก (K_{IC}) สูงสุดคือ 3.8 MPa x m^{1/2} ที่เติมอนุภาคขนาด 38–45 ไมครอน

โดยสรุปปัจจัยต่าง ๆ ของกรรมวิธีขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อที่ส่งผลต่อความหนาแน่น ความแข็งแรง ความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก ในวัสดุเซรามิกที่ไม่มีความเหนียวในกลุ่มอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ได้แก่ดังนี้ ขนาดอนุภาคเริ่มต้นของวัตถุดิบ, อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็ง, ปริมาณของสารช่วยกระจายตัว, การปรับค่า pH, อุณหภูมิในการเผชินเทอร์ และจำนวนเวลาในการเผชินเทอร์

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้แบ่งวิธีการทดลองเป็น 3 ขั้นตอนคือ

3.1 การเตรียมผงเซรามิก และขึ้นทดสอบ

3.2 การวิเคราะห์ขึ้นทดสอบ

3.3 การเตรียมน้ำสลิป และการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีการหล่อ
มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 การเตรียมผงเซรามิก และขึ้นทดสอบ

3.1.1 ขั้นตอนวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงเซรามิก

ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิก แบ่งผงเซรามิกหลักเป็น 2 ชนิดคือ

ผงอะลูมินา (CA - 5M ของบริษัท อัมรินทร์เซรามิก จำกัด) และผงเซอร์โคเนีย (TZ - 3Y ของบริษัท Tosoh Zirconia ประเทศญี่ปุ่น) ทำการหาขนาดอนุภาคเริ่มต้นโดยเฉลี่ย ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyser บริษัท Malvern รุ่น Mastersizer 2000 ประเทศอังกฤษ) ด้วยการนำผงเซรามิกน้ำหนัก 5 กรัม ผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนที่ปริมาตร 600 มิลลิลิตร นอกจากนี้ยังวิเคราะห์เพื่อวัดขนาดอนุภาคผงเซรามิกด้วยการถ่ายรูปที่จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ส่วนการหาองค์ประกอบทางเคมีของผงเซรามิกเตรียมขึ้นทดสอบด้วยการอัดขึ้นรูปผงเซรามิกให้มีลักษณะทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร หนา 5 มิลลิเมตร ทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ชนิด และปริมาณธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence: XRF บริษัท Horiba รุ่น 500W ประเทศญี่ปุ่น)

3.1.2 ขั้นตอนการบดเพื่อลดขนาดอนุภาค

เนื่องจากผงอะลูมินา CA - 5M มีขนาดอนุภาคเริ่มต้นประมาณ 7.5 ไมครอน ต้องทำการลดขนาดอนุภาคด้วยวิธีการบดให้ได้ขนาดเฉลี่ยประมาณ 1 - 4 ไมครอน เพื่อให้มีขนาดเหมาะสมสำหรับการเผาซินเทอร์ (ปรีดา, 2547) ผู้วิจัยเลือกใช้เครื่องบดแบบสั่น (Vibrational mill) ดังรูปที่ 3.1 โดยนำผงอะลูมินาน้ำหนัก 200 กรัม น้ำปราศจากไอออน (Deionized water) 250 กรัม และลูกบดอะลูมินาประเภทความหนาแน่นสูง ขนาดเส้นผ่าน

ศูนย์กลางประมาณ 8 – 9 มิลลิเมตร ปริมาณ 250 กรัม ใส่ในหม้อบดแบบบดส้นขนาด 0.5 กิโลกรัมทำการบดโดยควบคุมจำนวนชั่วโมง ตั้งแต่ 1 – 3 ชั่วโมง เมื่อบดจนครบเวลาที่กำหนดทำการแยกเอาลูกบดออก นำน้ำสลิปไปอบในเตาที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงจนแห้งสนิท นำผงอะลูมินาที่แห้งมาบดด้วยโกร่งบดมือจนเป็นผง แล้วนำผงเซรามิกมาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 125 เมช จนได้ผงที่มีความละเอียด นำไปวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค เพื่อหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาคหลังจากการผ่านการบดในแต่ละชั่วโมง



รูปที่ 3.1 เครื่องบดแบบส้น

3.1.3 ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกผสมของอะลูมินาและเซอร์โคเนียสำหรับอัดขึ้นรูป

ผู้วิจัยได้กำหนดอัตราส่วนที่ผสมเซอร์โคเนียลงในอะลูมินาที่ปริมาณร้อยละ 5-30 โดยน้ำหนัก โดยเพิ่มครั้งละ 5 เปอร์เซ็นต์ การคำนวณหาน้ำหนักระหว่างอะลูมินากับเซอร์โคเนียใช้สมการที่ 3.1 และ 3.2 ดังต่อไปนี้

$$W_z = \frac{W_{\text{net}} \times \% (\text{ZrO}_2)}{100} \quad (3.1)$$

เมื่อ W_z = น้ำหนักเซอร์โคเนียที่ต้องใช้

W_{net} = น้ำหนักอะลูมินารวมน้ำหนักเซอร์โคเนีย

$\% (\text{ZrO}_2)$ = เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเซอร์โคเนีย

จากสมการ 3.1 เมื่อทราบน้ำหนักเซอร์โคเนีย แล้วนำมาคำนวณหาน้ำหนักอะลูมินาด้วยสมการ 3.2 คือ

$$W_a = W_{net} - W_z \quad (3.2)$$

เมื่อ W_a = น้ำหนักอะลูมินาที่ต้องใช้

นำผงเซรามิกทั้งสองมาซึ่งบนเครื่องซึ่งน้ำหนักชนิดดิจิทัลที่ให้ความละเอียดถึงทศนิยมสองตำแหน่ง นำส่วนผสมของอะลูมินา และเซอร์โคเนีย ผสมกันด้วยโกร่งบดมือ เป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้เกิดการกระจายระหว่างอนุภาคของอะลูมินา และเซอร์โคเนีย

3.1.4 ขั้นตอนการเตรียมผงสำหรับการอัด

เลือกใช้สารช่วยยึดเกาะเป็น Polyvinyl alcohol (PVA) (BF-17W บริษัท Technical ประเทศสหรัฐอเมริกา) ใช้สารช่วยยึดเกาะ 2 กรัม ใส่ลงในน้ำปราศจากไอออนปริมาณ 100 มิลลิลิตร นำมาให้ความร้อนด้วยเตาให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) ที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส หมุนกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กบนเตาให้ความร้อนจนกระทั่งสารช่วยยึดเกาะละลายจนหมด ลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้อง นำขวดที่มีฝาปิดสนิทบรรจุ

เทสารละลาย PVA ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ ที่เตรียมไว้ผสมลงไปในโกร่งที่มีผงอะลูมินา และเซอร์โคเนียในอัตราส่วนที่กำหนด โดยใช้สารละลาย PVA 20 มิลลิลิตร ต่อผงเซรามิก 100 กรัม มาผสมด้วยมือเป็นเวลาประมาณ 5 นาที นำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสประมาณ 4 ชั่วโมง หรือจนกว่าแห้งสนิท

หลังจากผ่านการอบ ผงเซรามิกมีลักษณะจับตัวกัน และติดกับโกร่ง ต้องทำการแกะออกจากโกร่ง และนำมาบดนำด้วยโกร่งบด นำผงที่ได้มาร้อนผ่านตะแกรงขนาดความละเอียด 125 เมช เพื่อคัดแยกอนุภาคหรือเศษ PVA ที่มีขนาดไม่เหมาะสมออกไป นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ป้องกันความชื้นก่อนที่จะทำการอัด

3.1.5 ขั้นตอนการอัดขึ้นรูปขั้นทดสอบ

ซึ่งผงเซรามิกที่เตรียมไว้จากขั้นตอนที่ผ่านมา โดยขึ้นทดสอบแต่ละขั้นมีน้ำหนักประมาณ 1 กรัม ยอมให้มีความผิดพลาดได้ไม่เกิน 0.2 กรัม เกล่งในแบบอัดชนิดทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม ลักษณะเป็นทรงกระบอกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร ความสูง 35 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.2 นำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกชนิดให้แรงอัดด้านเดียวทำงานด้วยการโยกด้วยมือ มีลักษณะแท่นล่างเคลื่อนที่ขึ้นสู่แท่นบนดังรูปที่ 3.3 ทำการอัดด้วยแรงอัด 65 MPa ยอมให้มีความผิดพลาดได้ไม่เกิน 5 MPa ทำการอัดค้างเป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นเลื่อนแท่นอัดลง ดันขึ้นทดสอบออกจากแบบพิมพ์ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกอีกครั้ง ให้ความหนาของชิ้นทดสอบประมาณ 2 มิลลิเมตร



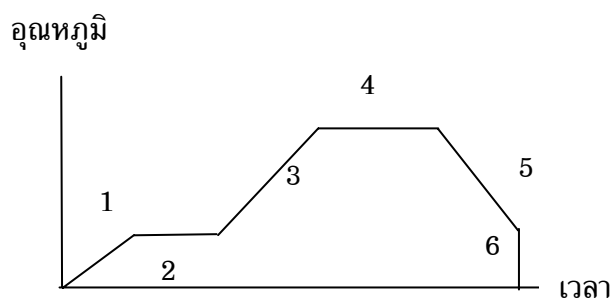
รูปที่ 3.2 แบบพิมพ์อัด



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดไฮดรอลิก

3.1.6 ขั้นตอนการเผาซินเทอร์

การเผาซินเทอร์ (Sintering) ในทางเซรามิกคือ การเพิ่มอุณหภูมิให้แก่ผลิตภัณฑ์เซรามิกในเตาภายใต้บรรยากาศที่เหมาะสม ทำให้อะตอมของเซรามิกมีการเคลื่อนไหว และเกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างอนุภาค อันเป็นผลมาจากการแพร่ของอะตอม ทำให้เซรามิกเมื่อผ่านการเผาซินเทอร์ จึงมีความแข็งแรงมากขึ้น ทางผู้วิจัยได้เลือกอุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ 3 อุณหภูมิคือ 1,500 1,600 และ 1,700 องศาเซลเซียส และได้ทำการกำหนดอัตราการให้ความร้อนในการเผาตามเงื่อนไขดังตามรูปที่ 3.4 โดยใช้เตาเผาชนิดไฟฟ้า ที่สามารถเผาได้สูงสุด 1,700 องศาเซลเซียส (บริษัทสมศักดิ์ ชัพพลาย จำกัด) ตามรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.4 กราฟแสดงอัตราการให้ความร้อนของเตาเผา

เมื่อ ช่วงที่ 1 ทำการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที ไปจนถึง อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส

ช่วงที่ 2 คงไว้ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อเผา สารช่วยยึดเกาะออก

ช่วงที่ 3 ทำการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ไปจนถึง 1,500 หรือ 1,600 หรือ 1,700 องศาเซลเซียส ตามต้องการ

ช่วงที่ 4 คงไว้ที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 240 นาที เพื่อให้เกิดการชินเทอร์

ช่วงที่ 5 ลดอุณหภูมิด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 200 องศาเซลเซียส

ช่วงที่ 6 จบกระบวนการเผาปล่อยให้มีการเย็นตัวตามปกติภายในเตา

หลังจากขั้นตอนทดสอบได้ผ่านการเผาชินเทอร์ นำขั้นตอนทดสอบมาใส่ถุงพลาสติก เพื่อการหลีกเลี่ยงความชื้น



รูปที่ 3.5 เตาเผาไฟฟ้า 1,700 องศาเซลเซียส

เพื่อให้่ายต่อการอธิบาย และเพื่อสื่อความหมายถึงส่วนผสม และอุณหภูมิ
 เผาซินเทอร์ ผู้วิจัยได้กำหนดรหัสย่อของชั้นทดสอบตามตาราง 3.1 และนิยามคำศัพท์ในการเรียก
 ขานตามตาราง 3.2

ตารางที่ 3.1 รหัสย่อของชั้นทดสอบ

รหัสย่อ	ปริมาณอะลูมินา (% wt)	ปริมาณเซอร์โคเนีย (% wt)	อุณหภูมิเผาซินเทอร์ (องศาเซลเซียส)
015	100	0	1,500
515	95	5	1,500
1015	90	10	1,500
1515	85	15	1,500
2015	80	20	1,500
3015	70	30	1,500
016	100	0	1,600
516	95	5	1,600
1016	90	10	1,600
1516	85	15	1,600
2016	80	20	1,600
3016	70	30	1,600
017	100	0	1,700
517	95	5	1,700
1017	90	10	1,700
1517	85	15	1,700
2017	80	20	1,700
3017	70	30	1,700

ตารางที่ 3.2 นิยามคำศัพท์

คำนิยาม	ความหมาย
ขั้นตอนทดสอบ	ขั้นตอนที่ได้จากการอัด และเผาซินเทอร์ เพื่อนำไปใช้ในการทดสอบ
ผลิตภัณฑ์	ขั้นตอนที่ได้จากการหล่อออกจากแบบพิมพ์ขนาดต่างกัน มีรูปร่างเป็น ถ้วยทรงกลม และถ้วยทรงสี่เหลี่ยมคางหมู
ผงเซรามิก	ผงอะลูมินา ผงเซอร์โคเนีย หรือทั้งสองชนิดรวมกัน
ตัวอย่าง	วัสดุที่ผ่านขั้นตอนการทดสอบหรือผ่านการวัดขนาดหรือผ่านการชั่งน้ำหนัก

3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และ โครงสร้างจุลภาคของขั้นตอนทดสอบ

3.2.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางแร่

วิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางแร่ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry: XRD ของบริษัท PANalytical รุ่น X'Pert PRO MPD ประเทศเนเธอร์แลนด์) ขั้นตอนทดสอบจากการเผาซินเทอร์อุณหภูมิ 1,500 1,600 หรือ 1,700 องศาเซลเซียส ชัดผิว ด้านบนด้วยแผ่นขัดเพชรจนถึงแผ่นขัดมันที่ความละเอียด 0.3 ไมครอน ก่อนนำเข้าสู่ขั้นตอนการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางแร่ ซึ่งได้กำหนดช่วงของการวิเคราะห์เริ่มจากมุม 2theta เป็น 25 องศา และสิ้นสุดที่ 40 องศา ความละเอียดของการเพิ่มมุม (Step size) เป็น 0.0167 องศา เวลาในการรับสัญญาณแต่ละมุม (time/step) เป็น 10 วินาที ใช้โปรแกรม PANalytical X'pert highcore plus วิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางแร่ของขั้นตอนทดสอบ

ขั้นตอนต่อไปเป็นการทดสอบหาความหนาแน่น (ρ) ในการวิจัยครั้งนี้มีการวัดความหนาแน่น 2 วิธีตามลักษณะของขั้นตอนทดสอบวัสดุคือ

3.2.2 การหาความหนาแน่นโดยวิธีวัดขนาด (Geometrical method)

ชิ้นทดสอบที่ได้จากการอัดขึ้นรูป และเผาขึ้นเทอร์แล้วมีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก เนื่องจากมีขนาดเล็ก และน้ำหนักเบา ทางผู้วิจัยจึงได้ใช้สมการ 3.3 หาความหนาแน่นดังนี้

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \text{หน่วย} \quad \text{g/cm}^3 \quad (3.3)$$

เมื่อ ρ = ความหนาแน่น (Bulk Density)

m = น้ำหนักของชิ้นทดสอบ (g)

V = ปริมาตรชิ้นทดสอบที่คำนวณจากขนาดชิ้นทดสอบ (cm^3)

การวัดขนาดใช้ไมโครมิเตอร์ (Micrometer) ที่ให้ความละเอียดถึง 0.01 มิลลิเมตรโดยวัดความหนาของชิ้นทดสอบจาก 3 ตำแหน่ง และวัดเส้นผ่านศูนย์กลางจาก 2 ตำแหน่ง ที่อยู่ตรงกันข้าม ทำการหาค่าเฉลี่ยความหนา และเส้นผ่านศูนย์กลางของแต่ละชิ้นทดสอบ เพื่อนำมาคำนวณหาปริมาตรของแต่ละชิ้นทดสอบ ทำการชั่งน้ำหนักโดยใช้เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอลที่ให้ความละเอียดถึง 0.01 กรัม นำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่นจากสมการ 3.3 ทำซ้ำตัวอย่างละ 5 ชิ้นทดสอบ และทำการหาค่าเฉลี่ยของแต่ละตัวอย่างเช่นกัน

3.2.3 การหาความหนาแน่นโดยวิธีแทนที่น้ำ (Archimedes' principle)

นำชิ้นทดสอบที่ได้จากการหล่อน้ำสลিপของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย มาวัดน้ำหนักของแต่ละชิ้นทดสอบด้วยเครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอล โดยที่ชิ้นทดสอบทุกชิ้นต้องผ่านการกำจัดอากาศด้วยถึงสุญญากาศเป็นเวลา 30 นาทีที่ความดัน 6 เซนติเมตรปรอท แล้วนำมาชั่งน้ำหนักโดยแบ่งน้ำหนักเป็น 3 แบบ คือ

1. ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบที่ถูกแขวน และจมอยู่ในน้ำ (W_s)

2. ชั่งน้ำหนักเปียก (W_l) ของชิ้นทดสอบที่ดูดซับน้ำจนอิ่มตัว และถูกเช็ดผิว

ด้วยฟองน้ำที่เปียกหมาดๆ

3. ชั่งน้ำหนักแห้ง (W_d) โดยนำชิ้นทดสอบที่ผ่านจากการชั่งน้ำหนักเปียกมาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส

จากนั้นคำนวณหาความหนาแน่นด้วยสมการ 3.4 (กุลจิรา, 2545) และทำการทดสอบซ้ำเพื่อหาค่าเฉลี่ย

$$\rho_a = \frac{W_d}{W_t - W_s} \times 100 \quad (3.4)$$

เมื่อ ρ_a = ความหนาแน่น (Apparent density)

W_d = น้ำหนักแห้งของชิ้นทดสอบหลังจากการอบที่ 110 องศาเซลเซียส (g)

W_t = น้ำหนักเปียกที่นำออกมาจุ่มจัดซับด้วยฟองน้ำจนหมด (g)

W_s = น้ำหนักที่แขวนลอยในน้ำ (g)

3.2.4 ขั้นตอนการหาเปอร์เซ็นต์การหดตัว (Linear shrinkage)

หลังจากการเผาชิ้นเทอร์ซันทดสอบมีการหดตัวเกิดขึ้น การหาเปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นทดสอบทำได้โดยวัดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 ตำแหน่ง ของชิ้นทดสอบจากจุดตรงกันข้าม หาค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของแต่ละชิ้นทดสอบ ทำซ้ำตัวอย่างละ 5 ชิ้นทดสอบ ทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางทั้งก่อน และหลังเผาชิ้นเทอร์ที่ 1,500 หรือ 1,600 หรือ 1,700 องศาเซลเซียส ตามเงื่อนไข ทำการคำนวณด้วยสมการ 3.5

$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัว} = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ L_0 = เส้นผ่านศูนย์กลางของหลังจากการอัด (m.m.)

L_1 = เส้นผ่านศูนย์กลางของหลังจากการเผาชิ้นเทอร์ (m.m.)

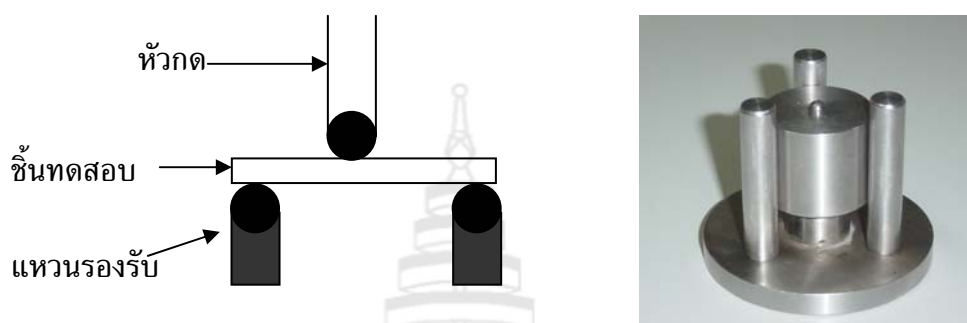
3.2.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ลักษณะจุลภาคของชิ้นทดสอบ

หลังจากที่ได้มีการเผาชิ้นเทอร์ ที่ 1,500 1,600 และ 1,700 องศาเซลเซียส จำเป็นต้องมีการนำชิ้นทดสอบที่ได้จากการเผามาตรวจสอบลักษณะผิวชิ้นทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM บริษัท LEO รุ่น 1460 VP) ที่กำลังขยายต่างๆ กัน เพื่อให้ทราบลักษณะของผิวชิ้นทดสอบที่ผ่านการเผาชิ้นเทอร์ โดยตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค และลักษณะของรูพรุนหลังการเผา การกระจายตัวของผลึกเซอร์โคเนีย และการเกิดรอยแตกระดับจุลภาค ทั้งหมดนี้เป็นข้อมูลเพื่อนำไปวิเคราะห์ และอธิบายสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิเผาชิ้นเทอร์ที่เหมาะสมแก่การวิจัยในขั้นต่อไป

3.2.6 ขั้นตอนการทดสอบความแข็งแรงของชิ้นทดสอบ

การทดสอบความแข็งแรงของชิ้นทดสอบด้วย Universal testing machine: UTM (บริษัท Instron รุ่น 5583 ประเทศสหรัฐอเมริกา) สามารถใช้แรงกดได้สูงสุด 1,000 กิโลกรัม เป็นการทดสอบโดยใช้แรงกด ลักษณะหัวกดที่ใช้เป็นแบบ Ball on Ring กำหนด

อัตราการเคลื่อนที่ของหัวกด 5 มิลลิเมตร ต่อนาที ชั้นทดสอบวางอยู่บนแท่นกด ซึ่งตรงกลางมีวงแหวนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ใช้รองรับชั้นทดสอบที่มีลักษณะเป็นวงกลมโดยเฉพาะ หลังจากที่ได้มีการกดด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแรงแล้ว นำค่าของแรงกดที่นำมาคำนวณด้วยสมการของ Kirstein และ Woolley (สุธี, 2540) ดังสมการ 3.6



รูปที่ 3.6 รูปที่ตัด (Cross section) และแท่นกดแบบ Ball on ring

$$\sigma_{\max} = \frac{3F(1+V)}{4\pi t^2} \left[\frac{(1-V) \cdot (2a^2 - b^2)}{(1+V) \cdot 2R^2} + \frac{2\ln(a)}{b} + 1 \right] \quad (3.6)$$

เมื่อ $\sigma_{\max}$ = ความเค้นสูงสุด (MPa)

F = แรงกด (N)

V = อัตราส่วนพัชของ (จากตาราง 2.2)

t = ความหนาชั้นทดสอบ (m.m.)

a = รัศมีแหวนรองรับ (m.m.)

b = t/3 (m.m.)

R = รัศมีของชั้นทดสอบ (m.m.)

ทำการทดสอบความแข็งแรงของชั้นทดสอบเป็น 2 ขั้นตอนคือก่อน และหลังการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉบับพลัน เพื่อนำข้อมูลที่ได้ทำการเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรง และอุณหภูมิทดสอบการเปลี่ยนแปลงแบบฉบับพลัน

สำหรับอัตราส่วนพัชของที่ใช้ในการคำนวณตามสมการ 3.6 คือ 0.26 เนื่องจากการทำคำนวณเทียบบัญญัติโดยตรงระหว่างอัตราส่วนพัชของอะลูมินา และเซอร์โคเนีย

ในแต่้อตราส่วนผสม โดยเกิดการเปลี่ยนแปลงในเทคนิคตำแหน่งที่ 3 จึงได้เลือกค่าอัตราส่วนพัวของดังกล่าว

3.2.7 ขั้นตอนการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ตามมาตรฐาน ASTM C554-93(1999)

การทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันแบ่งเป็นการทดสอบ 2 วิธีด้วยกัน เริ่มจากการทดสอบด้วยน้ำตามมาตรฐาน ASTM C554-93(1999) สำหรับคัดเลือกชั้นทดสอบที่มีค่าความต้านทานเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงสุด จากนั้นใช้อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการชินเทอร์ที่เลือกไว้สำหรับเตรียมเป็นผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปด้วยการหล่อน้ำสลิปทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่ลดอุณหภูมิด้วยอากาศ ตามมาตรฐาน ASTM C-1171-98

การทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ ผู้วิจัยได้เลือกใช้เตาเผาแบบท่อที่สามารถเผาได้สูงสุด 1,500 องศาเซลเซียส (บริษัท Lenton รุ่น LTF-15 ประเทศอังกฤษ) มีรายละเอียดคือ เป็นท่อแบบปลายเปิดทั้ง 2 ด้านมีความยาว 100 เซนติเมตร ความยาวของเตา 60 เซนติเมตร ด้วยลักษณะดังกล่าว จำเป็นต้องหาจุดวางชั้นทดสอบให้เหมาะสม และมีอุณหภูมิที่เที่ยงตรงตามหน้าจอแสดงผลอุณหภูมิของเตา ผู้วิจัยจึงได้ทำการตรวจสอบอุณหภูมิ ณ ตำแหน่งต่าง ๆ ภายในท่อวางตัวอย่าง ตั้งค่าอุณหภูมิด้วยชุดควบคุมของเตา (Temperature controller) เริ่มที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และวัดความต่างศักย์ไฟฟ้าจากแท่งวัดอุณหภูมิ (Thermocouple) ชนิด R ที่ประกอบด้วยเส้นลวดของแพลทินัม (Pt) ผสมโรเดียม 13 เปอร์เซนต์ (Rh) และแพลทินัม แล้วนำมาเทียบกับตารางของ Standard ITS-90 thermocouple table type R ให้ทราบอุณหภูมิภายในเตาของแต่ละช่วงความยาวท่อเตาเผา จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 200 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 1,100 องศาเซลเซียส นำค่าที่ได้เขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางภายในเตากับอุณหภูมิ (Temperature profile)



รูปที่ 3.7 เตาไฟฟ้าแบบท่อที่ใช้ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ

เมื่อทราบตำแหน่งที่ช่วงของอุณหภูมิจริงที่ตรงกับหน้าจอแสดงผลของเตา ผู้วิจัยได้อำอิงการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM C554-

93 (1999) ด้วยวิธีหลักชั้นทดสอบเข้าไปในท่อของเตาเผาตั้งอุณหภูมิตามที่กำหนดอย่างช้าๆ จนถึงจุดที่กำหนด และคงค้างไว้ 20 นาที จากนั้นจึงหลักชั้นทดสอบลงในน้ำอย่างรวดเร็ว (Quench test) น้ำที่ทำการทดสอบต้องมีอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส $\pm$ 2 องศาเซลเซียส หากมีอุณหภูมิที่สูงกว่าที่กำหนดทำการปรับลดอุณหภูมิด้วยการใช้น้ำแข็ง ทำการทดสอบชั้นทดสอบด้วยตัวอย่างจำนวน 5 ชั้นทดสอบต่อการทดลอง ทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200, 300, 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำชั้นทดสอบไปทดสอบความแข็งแรง เพื่อการเปลี่ยนแปลงของความแข็งแรงหลังจากผ่านการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันในช่วงอุณหภูมิต่างๆ

3.2.8 ขั้นตอนการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ตามมาตรฐาน ASTM C-1171-98

ขั้นตอนนี้เป็นการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันหลังจากที่ได้มีการหล่อเป็นผลิตภัณฑ์ออกมาด้วยการหาจำนวนรอบสูงสุดของการถูกเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันโดยที่ผลิตภัณฑ์ไม่เกิดการแตกร้าว โดยได้ทำการเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ทำจากวัสดุอะลูมินา กับผลิตภัณฑ์ที่ใช้วัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ในอัตราส่วนผสมที่ให้ค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลันสูงสุด ทำการวางผลิตภัณฑ์บนอิฐมวลเบาชนิดผสมอะลูมินาทนความร้อนสูง (รหัส Isolite LBK-28) โดยให้ความร้อนกับผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส ภายในเตาเผาชนิดไฟฟ้า (บริษัท Cabolite รุ่น CWF 13 ประเทศอังกฤษ) จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ออกจากเตาเผาด้วยที่คีบ วางบนอิฐมวลเบาชนิดเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์กลับเข้าไปวางตำแหน่งเดิมในเตาเผาเป็นเวลา 5 นาที อีกครั้ง นับเป็น 1 รอบ ทำซ้ำ จนผลิตภัณฑ์เกิดความเสียหายโดยสามารถสังเกตเห็นรอยแตกของผลิตภัณฑ์ได้ด้วยตาเปล่า บันทึกจำนวนรอบสูงสุดที่ผลิตภัณฑ์สามารถทนได้ ทำการทดสอบผลิตภัณฑ์แต่ละตัวอย่างจำนวน 3 ชั้นทดสอบ เปรียบเทียบจำนวนรอบของการทดสอบที่แต่ละผลิตภัณฑ์สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้มากที่สุด



รูปที่ 3.8 เตาเผาไฟฟ้าใช้สำหรับทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยอากาศ

3.3 การเตรียมน้ำสลิป และการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีการหล่อ

3.3.1 การหาอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็ง

ในขั้นตอนนี้ได้เตรียมน้ำสลิป 3 อัตราส่วนผสมคืออัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งร้อยละ 20, 30 และ 40 เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดในการหล่อเป็นผลิตภัณฑ์ โดยเลือกอัตราส่วนที่ให้ความหนาแน่นของชิ้นทดสอบหลังเผาขึ้นเทอร์ที่สูงสุด

การเตรียมน้ำสลิปให้ได้อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งตามที่กำหนดในทางปฏิบัติจะต้องกำหนดน้ำหนักของผงเซรามิกที่ต้องการใช้เสียก่อน จากนั้นคำนวณหาปริมาตรของผงเซรามิกจากสมการ 3.7

$$V_s = \frac{m_s}{\rho_s} \quad (3.7)$$

เมื่อ V_s = ปริมาตรของของแข็ง (cm^3)

m_s = น้ำหนักของผงเซรามิก (g)

ρ_s = ร้อยละความหนาแน่นของผงเซรามิก (g/cm^3)

เมื่อทราบปริมาตรของผงเซรามิก (V_s) นำมาคำนวณหาปริมาณน้ำที่ใช้ผสมด้วยสมการ 3.8 ในกรณีที่วัสดุผสมตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไปให้ทำการคำนวณหา V_s และ V_L ในแต่ละวัสดุ แล้วทำการผสมกันในหม้อบด

$$V_L = \frac{V_s}{S.C./100} - V_s \quad (3.8)$$

เมื่อ V_L = ปริมาตรน้ำ (cm^3)

V_s = ปริมาตรของแข็ง (cm^3)

S.C. = อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็ง (ร้อยละ 20, 30, 40)

ได้เลือกใช้ขนาดหม้อบดตามขนาดที่เหมาะสมกับน้ำหนักของผงเซรามิก เช่นผงเซรามิกที่คำนวณได้น้ำหนักประมาณ 1 กิโลกรัม เลือกใช้หม้อบดขนาด 1 กิโลกรัม ลูกบดชนิดอะลูมินา 0.5 กิโลกรัม โดยใช้ร่วมกับสารช่วยยึดเกาะที่ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.3.2 ขั้นตอนการทดสอบผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวต่อความหนืดน้ำสลิป

ขั้นตอนนี้ใช้เทคนิคการวัดความหนืดด้วยเครื่องทดสอบความหนืด (Viscosity) แบบบรูคฟิลด์ (บริษัท Brookfield รุ่น DV - 3) ใช้หน่วยเป็นเซนติปัวส์ (c.P.) ใช้หัวทดสอบเบอร์ 2 มีลักษณะเป็นแท่งโลหะทรงกระบอก ความเร็วรอบที่ใช้ทดสอบเท่ากับ 250 รอบต่อนาที ปริมาณของน้ำสลิป 500 มิลลิลิตร ทำการทดสอบการเปลี่ยนแปลงความหนืดของน้ำสลิปด้วยการหยดสารช่วยกระจายตัว (Dp-850) ความเข้มข้น 0.1 กรัม/มิลลิลิตร โดยเติมครั้งละ 1 มิลลิลิตร บันทึกผลเพื่อศึกษาผลกระทบความหนืดในแต่ละปริมาตรของสารช่วยกระจายตัว

3.3.3 ขั้นตอนการหล่อ

ผู้วิจัยได้เลือกแบบพิมพ์ที่ใช้เป็นแบบประกบรัดด้วยยางทั้งบน และล่างเพื่อป้องกันการไหลออกของน้ำสลิปดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 พิมพ์หล่อปูนพลาสเตอร์แบบประกบ

นำน้ำสลิปที่ผสมสารช่วยกระจายตัวในปริมาณที่เหมาะสมจากหัวข้อที่ 3.3.1 มากำจัดฟองอากาศด้วยถังสุญญากาศดังรูป 3.10 เป็นเวลา 1 นาที ความดันภายในถังสุญญากาศ เป็น 16 เซนติเมตรปรอท หรือ 21.33 กิโลปาสกาล (kPa) เมื่อครบเวลานำน้ำสลิปมาเทในแบบ หล่อจนได้ระดับ จับเวลาให้ได้ตามกำหนดคือ 3 นาที เทน้ำสลิปที่เหลือออก อบแบบหล่อที่ อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ถอดด้วยเชรามิกออกจากพิมพ์ นำไปเผาแคลไซด์ ที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที นำมาตกแต่งขอบ และผิวด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600 หรือ 800 ให้มีผิว และขอบที่เรียบ ก่อนนำไปเผาท่อในอุณหภูมิซินเทอร์ตามขั้นตอน การเผาซินเทอร์



รูปที่ 3.10 ถังสุญญากาศสำหรับกำจัดฟองอากาศในน้ำสลิป

จากรูปที่ 3.10 ถังสุญญากาศสำหรับกำจัดฟองอากาศ มีท่อระบายน้ำสลิปอยู่ด้านล่าง ด้านบนจะมีท่อสำหรับสวมต่อเข้ากับปั๊มสุญญากาศ และมาตรวัดสามารถวัดความดันได้ต่ำสุดที่ 6 เซนติเมตรปรอท หรือ 8 กิโลปาสกาล

บทที่ 4

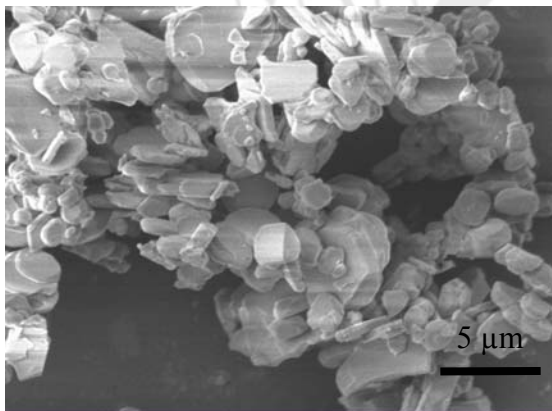
ผลการทดลอง และการอภิปรายผล

ในการศึกษาเกี่ยวกับความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน และการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมเซอร์โคเนีย - อะลูมินา ได้ผลการทดลอง และผลการวิเคราะห์ข้อมูลดังนี้

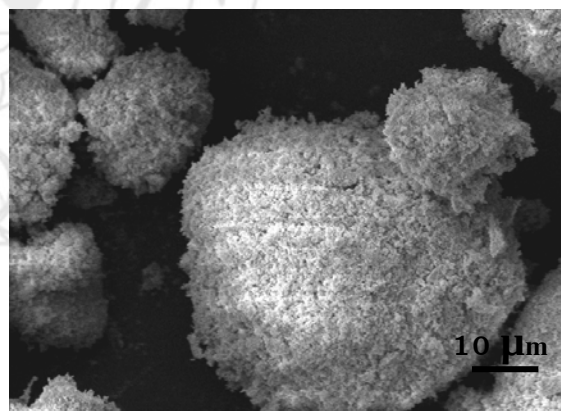
4.1 ผลการวิเคราะห์ผงเซรามิก

4.1.1 ผลการวัดขนาดอนุภาค

รูปที่ 4.1 (a) และ (b) แสดงรูปที่ถ่ายที่ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อตรวจสอบลักษณะทางกายภาพที่ และวัดขนาดอนุภาคก่อนบด ของวัสดุผงอะลูมินา รหัส CA - 5M และผงเซอร์โคเนีย รหัส TZ - 3Y ส่วนการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแสดงในตารางที่ 4.1



(a)



(b)

รูปที่ 4.1 (a) อนุภาคของอะลูมินา (b) อนุภาคของเซอร์โคเนีย

ตารางที่ 4.1 ค่าการกระจายตัวของอนุภาคผงเซรามิกเริ่มต้น

ตัวอย่าง	ร้อยละ 10 (ไมครอน)	ร้อยละ 50 (ไมครอน)	ร้อยละ 90 (ไมครอน)	ขนาดอนุภาค เฉลี่ย (D4 ,3) (ไมครอน)
อะลูมินา	< 2.1	< 6.6	< 13.7	7.5
เซอร์โคเนีย	< 0.3	< 3.3	< 23.5	8.5

จากการวิเคราะห์ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคจากเครื่องวัดขนาดของอนุภาคเริ่มต้นของผงอะลูมินา และเซอร์โคเนีย คือ 7.5 ไมครอน และ 8.5 ไมครอน ตามลำดับ พบว่ามีขนาดไม่สอดคล้องกับรูปที่ถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จึงได้เพิ่มวิธีการวัดขนาดของอนุภาค สำหรับผงอะลูมินาวัดจากรูปที่ 4.1 (a) โดยตรง เนื่องจากอนุภาคของอะลูมินาเป็นลักษณะเดี่ยว จากรูปที่พบว่าขนาดอนุภาคที่ได้ประมาณ 2-5 ไมครอน และสำหรับผงเซอร์โคเนียที่มีลักษณะการจับกลุ่มระหว่างอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ๆ ด้วยกันหรือเรียกว่า “agglomerate” และเพื่อให้ทราบว่าขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียที่แท้จริง จึงได้ทำการคำนวณหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยตามสมการ 4.1 ที่ ความหนาแน่นของเซอร์โคเนีย 6.05 g/cm^3 และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) $16 \text{ m}^2/\text{g}$ (Sarraf, 2004) ได้ขนาดอนุภาคขนาดเฉลี่ยที่ 0.6 ไมครอน

$$r = \frac{3}{\rho S_a} \quad (4.1)$$

เมื่อ r = ขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากการคำนวณของเซรามิก

ρ = ความหนาแน่น (g/cm^3)

S_a = พื้นที่ผิว (m^2/g)

4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องวิเคราะห์ชนิดและปริมาณธาตุ (X-ray fluorescence: XRF) สำหรับผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุผงอะลูมินาแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงอะลูมินา

สารประกอบ	ค่าเปอร์เซ็นต์ที่โดยน้ำหนักวัดได้
Al_2O_3	99.9
CaO	0.03
Fe_2O_3	0.04

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงอะลูมินาเบอร์ CA- 5 M คือ พบอะลูมินา ร้อยละ 99.923 แคลเซียมออกไซด์ ร้อยละ 0.031 และเหล็กออกไซด์ ร้อยละ 0.046 ตามลำดับส่วนผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเซอร์โคเนียแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเซอร์โคเนีย

สารประกอบ	ค่าเปอร์เซ็นต์ที่โดยน้ำหนักวัดได้
ZrO_2	94.64
Y_2O_3	5.36

จากตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์สารประกอบในผงเซอร์โคเนียที่ผสมยิตเตรียมออกไซด์ พบว่าสารประกอบมี 2 ชนิดเท่านั้นคือเซอร์โคเนียร้อยละ 94.64 และยิตเตรียมออกไซด์ร้อยละ 5.36 โดยน้ำหนัก จัดว่าเป็นสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง

ขั้นตอนต่อมาที่ได้เพิ่มในการวิเคราะห์ทดสอบส่วนประกอบเคมีคือ วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่จำหน่ายสำหรับการเผาพลอย เพื่อนำมาเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำขึ้น โดยผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีลักษณะการแตกเสียหายจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจับปล้นในขั้นตอนการเผาพลอย โดยนำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวตัดเป็นชิ้นขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 2 เซนติเมตรหนาประมาณ 3 มิลลิเมตร และปรับระนาบด้วยเครื่องขัดผิว วิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์หาชนิด

และปริมาณธาตุ (XRF) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ถ้วยเผาพลอยแสดงตามตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของถ้วยเผาพลอยที่ผลิต และจำหน่ายในเชิงพาณิชย์

สูตรทางเคมี	ค่าเปอร์เซ็นต์ที่ได้น้ำหนักวัดได้
Al_2O_3	99.57
SiO_2	0.30
K_2O	0.05
CaO	0.03
Fe_2O_3	0.04

จากตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ นำตัวอย่างวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ชนิด และปริมาณธาตุ ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์พบว่ามีส่วนประกอบหลักคือ อะลูมินา ถึงร้อยละ 99.57 และที่เหลือเป็นส่วนประกอบอื่นๆ

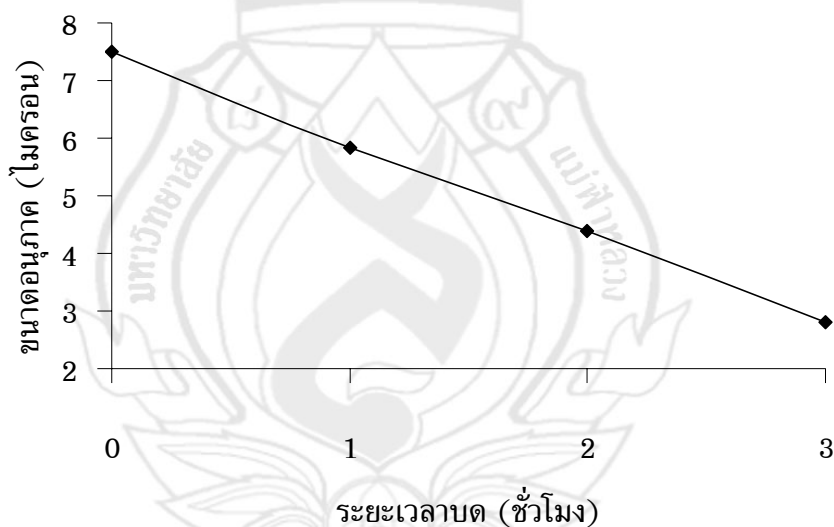
4.2 ผลของระยะเวลาบดกับการลดขนาดอนุภาค

ขั้นตอนการบดได้กำหนดชั่วโมงบดเป็น 1, 2 และ 3 ชั่วโมง ด้วยเครื่องบดแบบสั่น ซึ่งใช้บดเฉพาะผงอะลูมินาเท่านั้น ได้ผลตามตารางที่ 4.5 ส่วนในรูปที่ 4.2 คือกราฟแสดงความสัมพันธ์ระยะเวลาการบดและขนาดอนุภาคของผงอะลูมินา

ตารางที่ 4.5 แสดงผลจำนวนชั่วโมงการบดด้วยเครื่องบดแบบสั่นต่อขนาดอนุภาค

จำนวนชั่วโมง ที่บด	ร้อยละ 10 (ไมครอน)	ร้อยละ 50 (ไมครอน)	ร้อยละ 90 (ไมครอน)	ขนาดอนุภาค เฉลี่ย (D4 ,3) (ไมครอน)
1	< 2.0	< 5.1	< 10.7	5.8
2	< 1.4	< 3.9	< 8.2	4.4
3	< 0.9	< 2.4	< 5.2	2.8

รูปที่ 4.2 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาระหว่างชั่วโมง และขนาดอนุภาคของผงอะลูมินา



รูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการบดและขนาดอนุภาค

จากผลการลดขนาดโดยการบดด้วยหม้อบดแบบสั่น พบว่าอะลูมินาที่ผ่านการบดในแต่ละชั่วโมงมีขนาดอนุภาคที่เล็กลงตามลำดับ หากพิจารณาแล้วหลังจากชั่วโมงที่ 3 ที่ทำการบดผงอะลูมินามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยคือ 2.8 ไมครอน ผู้วิจัยได้เลือกเวลาบดสูงสุดที่ 3 ชั่วโมง เพราะการใช้เครื่องติดต่อกันเป็นระยะเวลานานกว่านี้จะเกิดความร้อนภายในหม้อบด และตัวเครื่องบดซึ่งส่งผลให้เกิดความเสียหายแก่เครื่องมือ อีกทั้งขนาดที่ได้น่าจะละเอียดเพียงพอสำหรับการศึกษาคำนี้แล้ว ดังนั้นจึงเลือกผงอะลูมินาผ่านการบดที่ 3 ชั่วโมงมาใช้เป็นผงเซรามิกในขั้นตอนต่อไป

4.3 ผลการอัดขึ้นรูปผงเซรามิก

หลังจากผ่านการอัดในแม่พิมพ์โลหะด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 65 MPa ชั้นทดสอบมีความหนาเฉลี่ยประมาณ 2.5 มิลลิเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 14.9 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.3 โดยมีลักษณะผิวหยาบ มีความเปราะ ชั้นทดสอบถูกนำเข้าไปเตาอบเพื่อไล่ความชื้น ก่อนทำการเผาซินเทอร์ในเตาไฟฟ้า



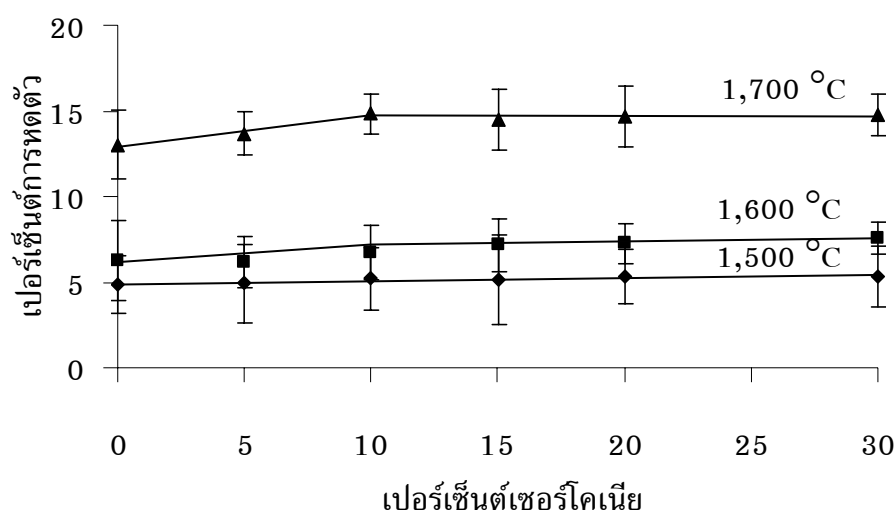
รูปที่ 4.3 ลักษณะชั้นทดสอบที่เตรียมการอัดขึ้นรูปผงเซรามิก

4.4 ผลการหดตัวหลังการเผาซินเทอร์

หลังจากที่มีการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าชั้นทดสอบมีการหดตัวในอัตราส่วนต่าง ๆ กัน ทำการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางจาก 2 ตำแหน่งของชั้นทดสอบ จากนั้นคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวตามสมการ 3.5 ผลการเปลี่ยนแปลงของชั้นทดสอบที่มีปัจจัยมาจากอุณหภูมิซินเทอร์ และอัตราส่วนของเปอร์เซ็นต์เซอร์โคเนีย แสดงในตารางที่ 4.6 และกราฟแสดงผลที่ 4.4

ตารางที่ 4.6 แสดงผลการหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวของชั้นทดสอบ (ZTA)

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	จำนวนเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซอร์โคเนีย					
	0	5	10	15	20	30
1,500	4.9	4.9	5.2	5.2	5.3	5.3
1,600	6.3	6.2	6.7	7.2	7.3	7.6
1,700	13.0	13.7	14.8	14.5	14.7	14.7



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงการหดตัวหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 1,500 1,600 1,700 องศาเซลเซียส และผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมเซอร์โคเนีย

ผลจากขั้นตอนการเผาซินเทอร์พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเทอร์จาก 1,500 องศาเซลเซียส เป็น 1,600 และ 1,700 องศาเซลเซียส ชั้นทดสอบมีการหดตัวเพิ่มขึ้นตามลำดับในทุกๆ อัตราส่วนผสม แต่สำหรับชั้นทดสอบที่เผาที่อุณหภูมิเดียวกัน ค่าการหดตัวมีแนวโน้มคงที่หรือเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เมื่อเพิ่มอัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนีย ค่าการหดตัวของชั้นทดสอบที่เผาซินเทอร์ 1,700 องศาเซลเซียส มีการหดตัวที่เพิ่มขึ้นตั้งแต่ชั้นทดสอบ 017 จนถึงชั้นทดสอบ 1017 แต่หลังจากนั้นค่าการหดตัวมีค่าคงที่จนถึงชั้นทดสอบ 3017

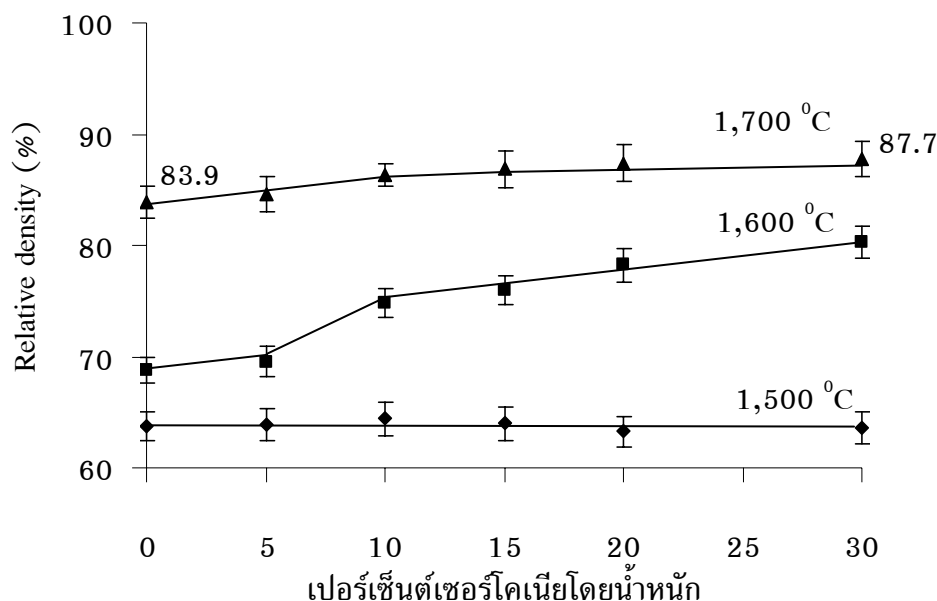
4.5 ผลการทดสอบหาความหนาแน่นสัมพัทธ์

จากขั้นตอนการหาความหดรตัว นำชั้นทดสอบมาชั่งน้ำหนัก วัดความหนา และเส้นผ่านศูนย์กลาง เพื่อนำมาคำนวณหาความหนาแน่นของชั้นทดสอบในอุณหภูมิต่าง ๆ ได้ผลตามตารางที่ 4.7 และผลตามรูปที่ 4.5 ดังนี้

ตารางที่ 4.7 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นทดสอบหลังเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ (%)

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	จำนวนเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซอร์โคเนีย					
	0	5	10	15	20	30
1,500	63.7	63.9	64.4	63.9	63.3	63.6
1,600	68.8	69.6	74.9	75.9	78.3	80.3
1,700	83.9	84.6	86.3	86.8	87.4	87.7

จากผลการหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ในตารางที่ 4.7 โดยเทียบเป็นร้อยละความหนาแน่นตามทฤษฎี อธิบายในภาคผนวก ข พบว่าอุณหภูมิเผาขึ้นเทอร์ 1,700 องศาเซลเซียส ให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่าอุณหภูมิอื่น โดย ชั้นทดสอบที่ 017 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ 83.9 เปอร์เซ็นต์ สำหรับชั้นทดสอบที่ 3017 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์เป็นเปอร์เซ็นต์ โดยเป็นความหนาแน่นสูงสุด

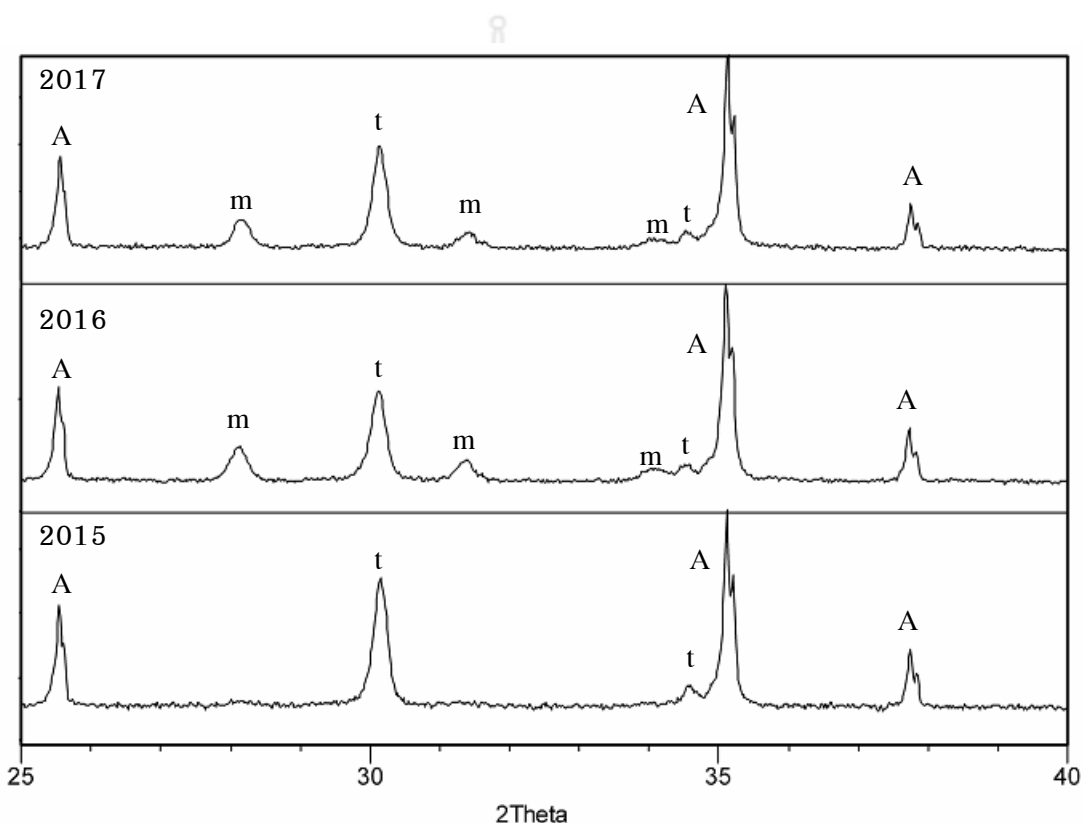


รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นทดสอบที่อุณหภูมิ 1,500 1,600 1,700 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียเปอร์เซ็นต์ต่างๆ

จากรูปที่ 4.5 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นทดสอบที่อุณหภูมิเผาซินเทอร์ 1,500 องศาเซลเซียสมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่ำสุดประมาณ 65 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากอุณหภูมิที่ไม่เพียงพอที่จะทำให้อนุภาคฉีกกัน และอัตราส่วนของเซอร์โคเนียที่เติมลงไป ไม่ส่งผลต่อความหนาแน่นของชั้นทดสอบ แม้แต่ที่อุณหภูมิเผาซินเทอร์ 1,600 องศาเซลเซียสยังพบการฉีกตัวระหว่างอนุภาคในลักษณะเดียวกัน และความหนาแน่นของชั้นทดสอบเพิ่มขึ้นเป็น 70 เปอร์เซ็นต์ สำหรับที่อุณหภูมิเผาซินเทอร์ 1,700 องศาเซลเซียส ชั้นทดสอบที่ได้มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่า 80 เปอร์เซ็นต์ และมีแนวโน้มที่สูงขึ้นเมื่อมีการเติมเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้น โดยให้ค่าในลักษณะที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Jayaseelan (2000) และมีค่าสัมพันธ์กับค่าการหดตัวในหัวข้อที่ 4.4 แต่เนื่องจากค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ไยยังมีค่าที่ต่ำกว่าในงานวิจัยหลายๆ ฉบับ ซึ่งมักจะเตรียมได้สูงถึง 95 เปอร์เซ็นต์ขึ้นไป (Rowley (2002), Cecilia (2004)) สันนิษฐานว่าเป็นเพราะอนุภาคเริ่มต้นของอะลูมินามีขนาดใหญ่ การที่จะให้ความหนาแน่นของชั้นทดสอบสูงขึ้นต้องเพิ่มอุณหภูมิเผาให้สูงขึ้น หรือเติมสารลดอุณหภูมิซินเทอร์เช่น แมกนีเซียมออกไซด์ หรือ อาจต้องใช้ผงอะลูมินาบริสุทธิ์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าที่ใช้ในปัจจุบัน

4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของวัสดุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

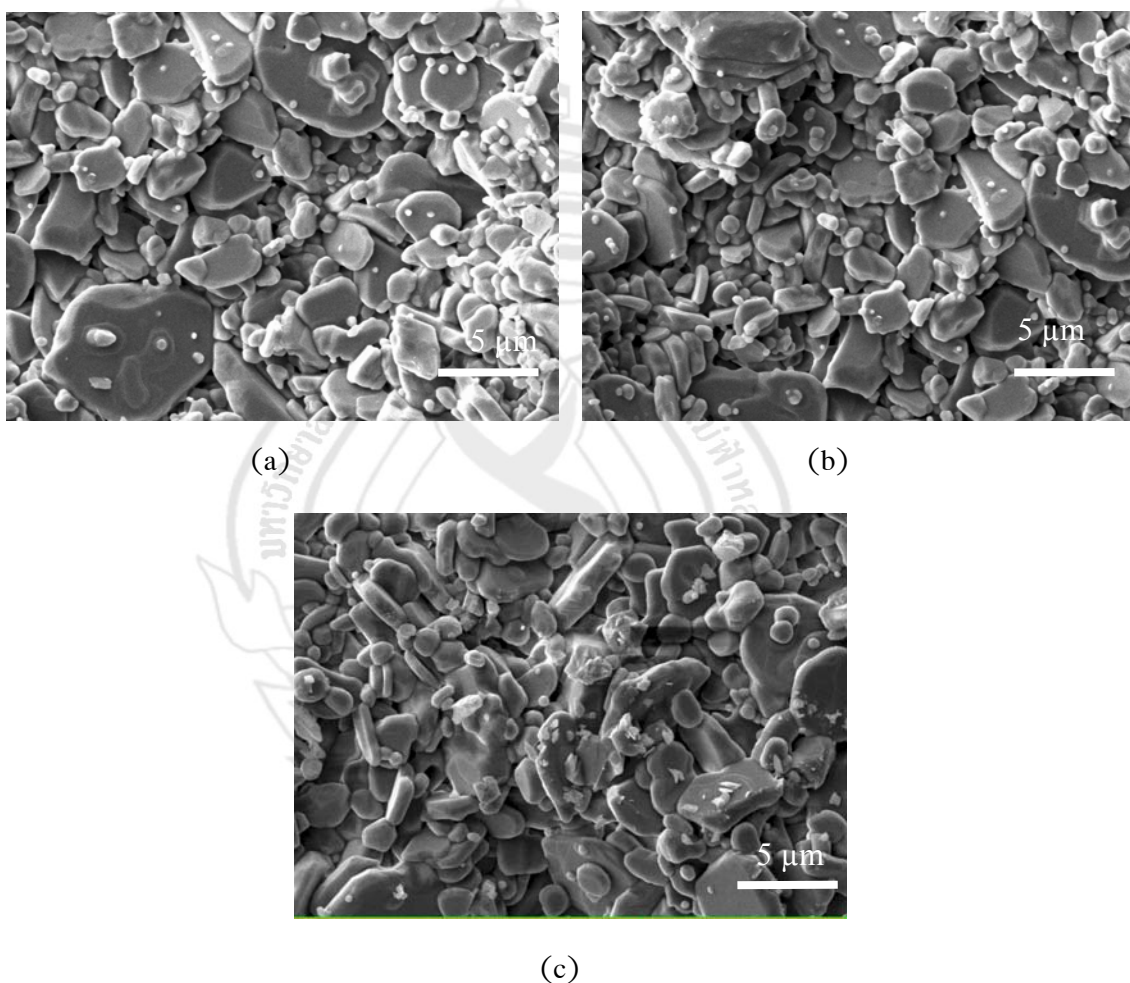
การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของชั้นทดสอบ 2015, 2016 และ 2017 เพื่อแสดงผลของอุณหภูมิที่มีต่อโครงสร้างของผลึกชั้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนียร้อยละ 20 แสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของชั้นทดสอบ 2015, 2016 และ 2017 (A = อะลูมินาโครงสร้างรอมบอฮีดรัล, t = เซอร์โคเนียโครงสร้างเตตระโกนอล, m = เซอร์โคเนียโครงสร้างโมนอคลินิก)

จากผลการวิเคราะห์ พบว่าโครงสร้างของผลึกเซอร์โคเนียในชั้นทดสอบ 2015 เป็นแบบเตตระโกนอลอย่างเดียว แต่จะเริ่มพบโครงสร้างผลึกแบบโมนอคลินิกในชั้นทดสอบ 2016 และ 2017 โดย Kaya (2003) ได้อธิบายว่าเมื่อให้อุณหภูมิแก๊วส ZTA เพื่อให้เกิดการซินเทอร์ และเมื่อลดอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิห้องจะเกิดรอยแตกระดับจุลภาคขึ้นมาระหว่างผลึกเซอร์โคเนียกับอนุภาคอะลูมินา รอยแตกดังกล่าวเกิดจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

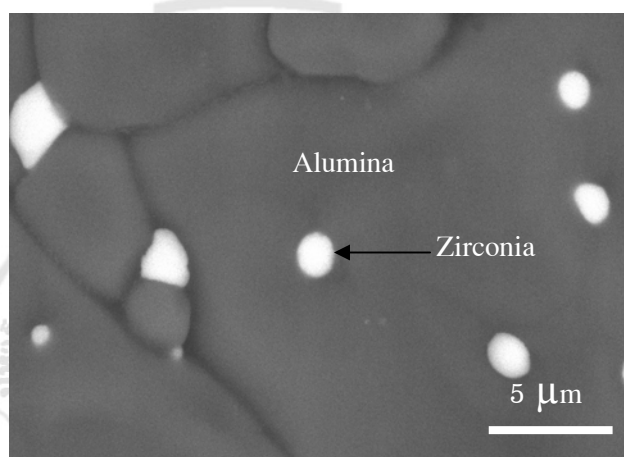
ของเซอร์โคเนียมีค่าสูงกว่าของอะลูมินา แต่ก็มีผลึกบางส่วนของอะลูมินากับเซอร์โคเนียที่ไม่ได้แยกออกจากกัน มีการพ่นกันระหว่างผลึกอยู่ ทำให้ผลึกของแต่ละวัสดุเกิดความเค้นภายใต้แรงดึง เมื่อผลึกเซอร์โคเนียได้รับความเค้นจึงทำให้ผลึกที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ดังนั้นอาจพิจารณาได้ว่าในขั้นตอนทดสอบ 2015 ยังไม่เกิดการเชื่อมประสานระหว่างผลึกของเซอร์โคเนียและอะลูมินามากนัก เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ยังค่อนข้างต่ำ ซึ่งยืนยันโดยผลการวัดความหนาแน่นในขั้นตอนที่ 4.5 แต่ขั้นตอนทดสอบ 2016 และ 2017 เกิดการเชื่อมประสานกันระหว่างผลึกมากขึ้น



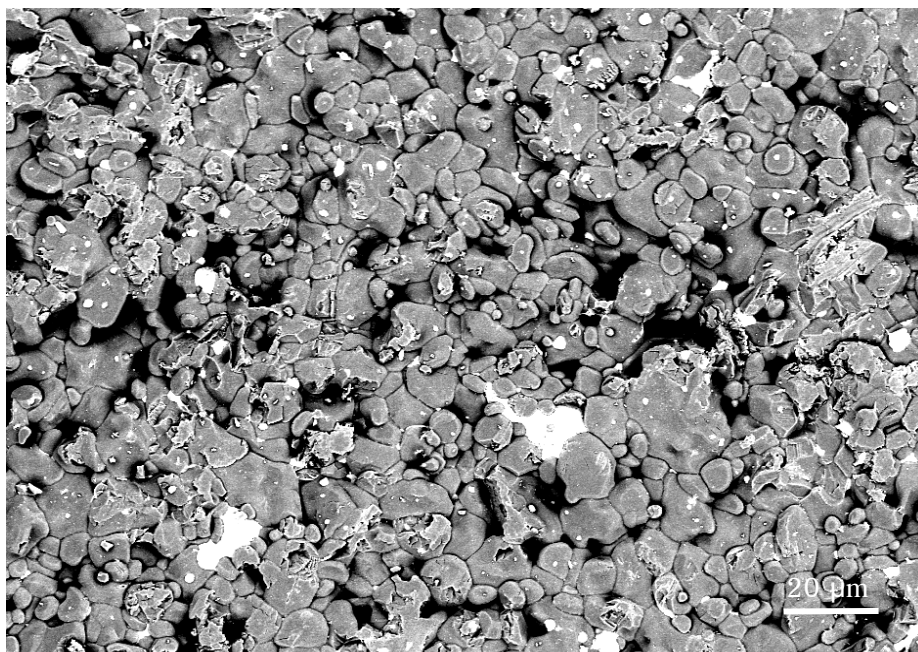
รูปที่ 4.7 ลักษณะจุลภาคของอะลูมินาที่ไม่เติมเซอร์โคเนียเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ (a) ขั้นตอนทดสอบ 015 (b) ขั้นตอนทดสอบ 016 (c) ขั้นตอนทดสอบ 017

จากการพิจารณาผลการวัดความหนาแน่นในรูปที่ 4.4 ที่ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชั้นทดสอบที่เผาซินเทอร์อุณหภูมิต่าง ๆ ร่วมกับรูปที่ 4.7 (a) – (c) ที่แสดงลักษณะทางจุลภาคของชั้นทดสอบหลังจากการซินเทอร์ วิเคราะห์ได้ว่าชั้นทดสอบ 017 มีลักษณะการพ่นระหว่างอนุภาคด้วยกันมากที่สุด ผู้วิจัยจึงได้เลือกอุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ของผลิตภัณฑ์ต่อไป

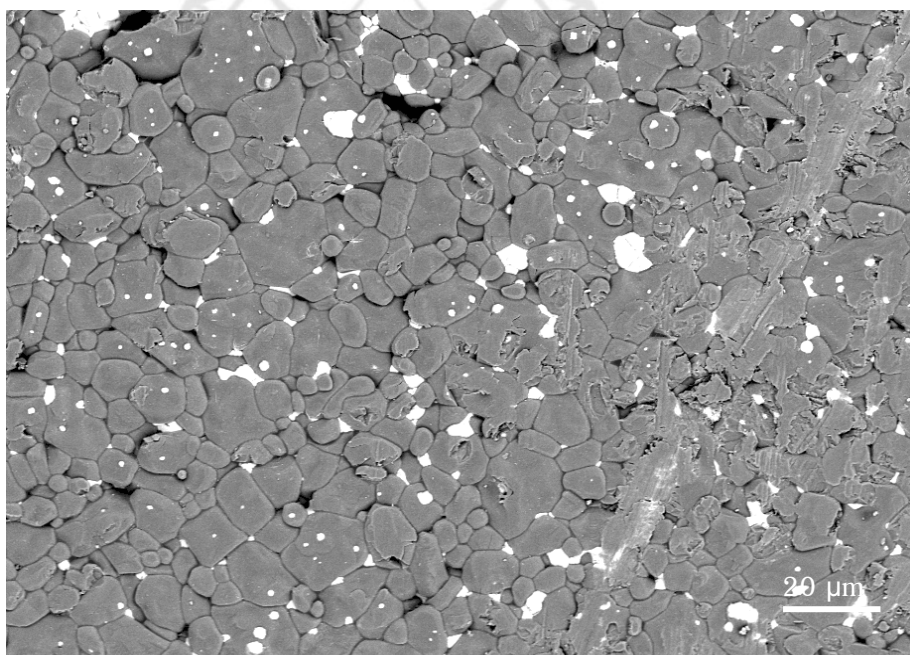
แต่จากการวิเคราะห์ลักษณะจุลภาคของชั้นทดสอบโดยการแสดงรูปที่จากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron mode) ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดไม่สามารถแยกแยะระหว่างผลึกของเซอร์โคเนีย และอะลูมินาได้ เพื่อให้เห็นการกระจายตัวของเซอร์โคเนียได้ชัดเจนขึ้น จึงได้ใช้เทคนิคที่เรียกว่า “Back-scattered electron mode”(BSE) เพื่อช่วยวิเคราะห์แยกผลึกทั้งสอง ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะการกระจายตัวของผลึกเซอร์โคเนียในชั้นทดสอบ 2017 ด้วยเทคนิค BSE



(a)



(b)

รูปที่ 4.9 แสดงลักษณะการกระจายตัวของผลึกเซอร์โคเนีย ด้วยเทคนิค BSE (a) ชั้นทดสอบ 1017 (b) ชั้นทดสอบ 2017 (ผลึกสีขาว = เซอร์โคเนีย, ผลึกสีเทา=อะลูมินา)

สำหรับความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่เพิ่มขึ้นในชั้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนีย เมื่อนำรูปที่ 4.9 (a) และ (b) มาพิจารณาพบว่าเมื่อสัดส่วนในการเติมเซอร์โคเนียมากขึ้น มีผลทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ในชั้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนที่เติม ซึ่งสอดคล้องกับรูปที่เป็นลักษณะผิวที่ยังไม่ได้ทำการขัดของชั้นทดสอบ 2017 ที่มีรูพรุนลดลงกว่าในชั้นทดสอบ 1017

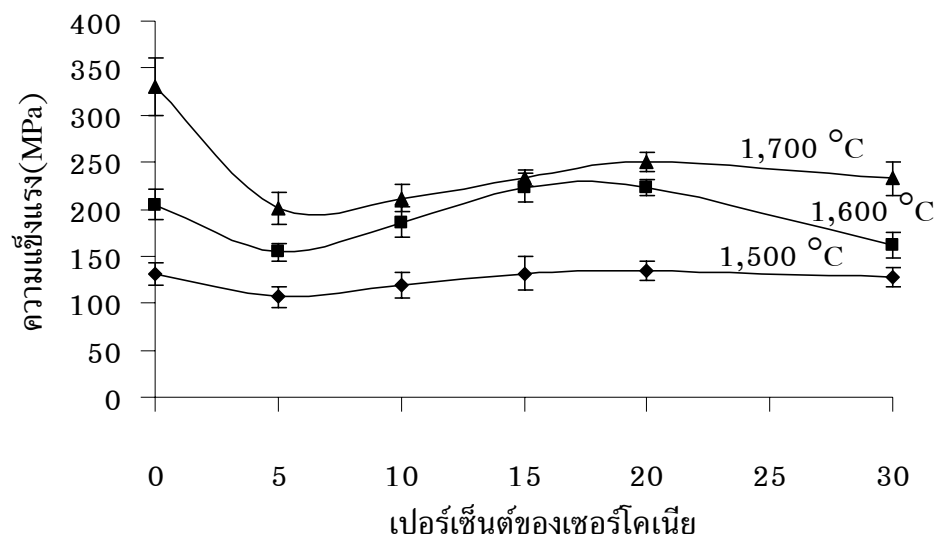
4.7 ผลการทดสอบความแข็งแรง

ผลการทดสอบความแข็งแรง ของชั้นทดสอบหลังการเผาซินเทอร์ โดยอุปกรณ์ทดสอบแบบ Ball on Ring แสดงในตารางที่ 4.8 และ รูปที่ 4.10

ตารางที่ 4.8 ผลการทดสอบความแข็งแรงของชั้นทดสอบ (MPa)

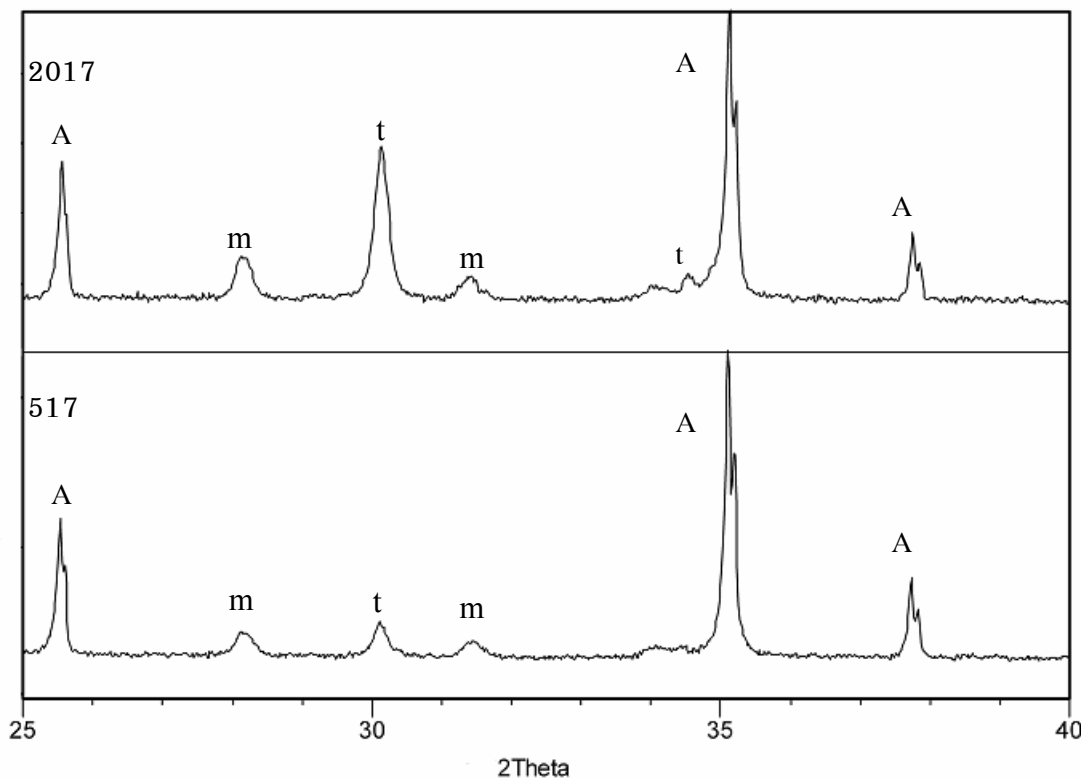
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	จำนวนเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซอร์โคเนีย					
	0	5	10	15	20	30
1,500	130.7	107.1	119.1	131.8	134.9	127.4
1,600	204.9	154.2	186.1	222.7	222.8	161.7
1,700	330.5	200.9	211.6	233.1	250.9	232.4

จากการทดสอบความแข็งแรง ชั้นทดสอบ 017 มีค่าความแข็งแรงสูงสุด คือ 330.5 MPa ส่วนชั้นทดสอบที่มีอัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนียร้อยละ 5 มีความแข็งแรงต่ำสุดในทุกๆ อุณหภูมิซินเทอร์ โดยอุณหภูมิเผาซินเทอร์ที่ให้ค่าความแข็งแรงของชั้นทดสอบสูงสุดคือ อุณหภูมิที่ 1,700 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.10 ผลการทดสอบความแข็งแรงของชิ้นทดสอบก่อนทำการทดลองโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

จากการทดสอบค่าความแข็งแรงก่อนที่จะทำการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน พบว่าความแข็งแรงของชิ้นทดสอบที่ไม่มีส่วนผสมของเซอร์โคเนีย สูงกว่าชิ้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนียในทุกอัตราส่วน สามารถสันนิษฐานจากข้อมูลในตารางที่ 2.2 ที่ระบุว่าความแข็งแรงของอะลูมินามีค่าสูงกว่าของเซอร์โคเนีย ทำให้ค่าความแข็งแรงของชิ้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนียร้อยละ 5 ลดลงมา แต่เมื่อเติมเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นกลไกการต่อต้านรอยแตกมีส่วนในการเพิ่มความแข็งแรงให้กับชิ้นทดสอบมากขึ้นตามสัดส่วนปริมาณเซอร์โคเนียจนถึงอัตราส่วนผสมร้อยละ 20 จากนั้นความแข็งแรงก็จะลดลงมา



รูปที่ 4.11 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นทดสอบ 2017 และ 517 (A=อะลูมินา, t=เซอร์โคเนียโครงสร้างเตตระโกนอล, m = เซอร์โคเนียโครงสร้างโมนอคลินิก)

จากรูปที่ 4.11 แสดงให้ทราบว่าชิ้นทดสอบ 2017 มีความสามารถในการต้านทานรอยแตก เนื่องจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ในช่วงมุม 2theta ที่ 25-40 องศา พบว่าในชิ้นทดสอบ 2017 มีพีคของเซอร์โคเนียที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลสูงกว่าชิ้นทดสอบ 517 ในขณะที่พีคของโครงสร้างเซอร์โคเนียที่เป็นแบบโมนอคลินิกมีความสูงที่ใกล้เคียงกัน นั้นหมายความว่าโอกาสการเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากโครงสร้างแบบเตตระโกนอลไปเป็นโครงสร้างแบบโมนอคลินิกในชิ้นทดสอบ 2017 สูงกว่า ส่งผลทำให้ความแข็งแรงของชิ้นทดสอบ 2017 สูงกว่าชิ้นทดสอบที่ 517 อย่างไรก็ตามเหตุผลจากการเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเป็นโมนอคลินิก อาจไม่สำคัญเท่ากับความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นในชิ้นทดสอบ (รูปที่ 4.5 และ 4.7) ส่งผลให้มีความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นในช่วงการเติมเซอร์โคเนียร้อยละ 5-20 แต่เมื่อเพิ่มขึ้นจนถึงร้อยละ 30 ความแข็งแรงกลับลดลงซึ่งน่าจะมีสาเหตุเนื่องจากในชิ้นทดสอบมีรอยแตกระดับจุลภาคเพิ่มขึ้นมากเกินไป ซึ่งจะอธิบายในขั้นตอนต่อไป

4.8 ผลการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM-C554-93 (1999)

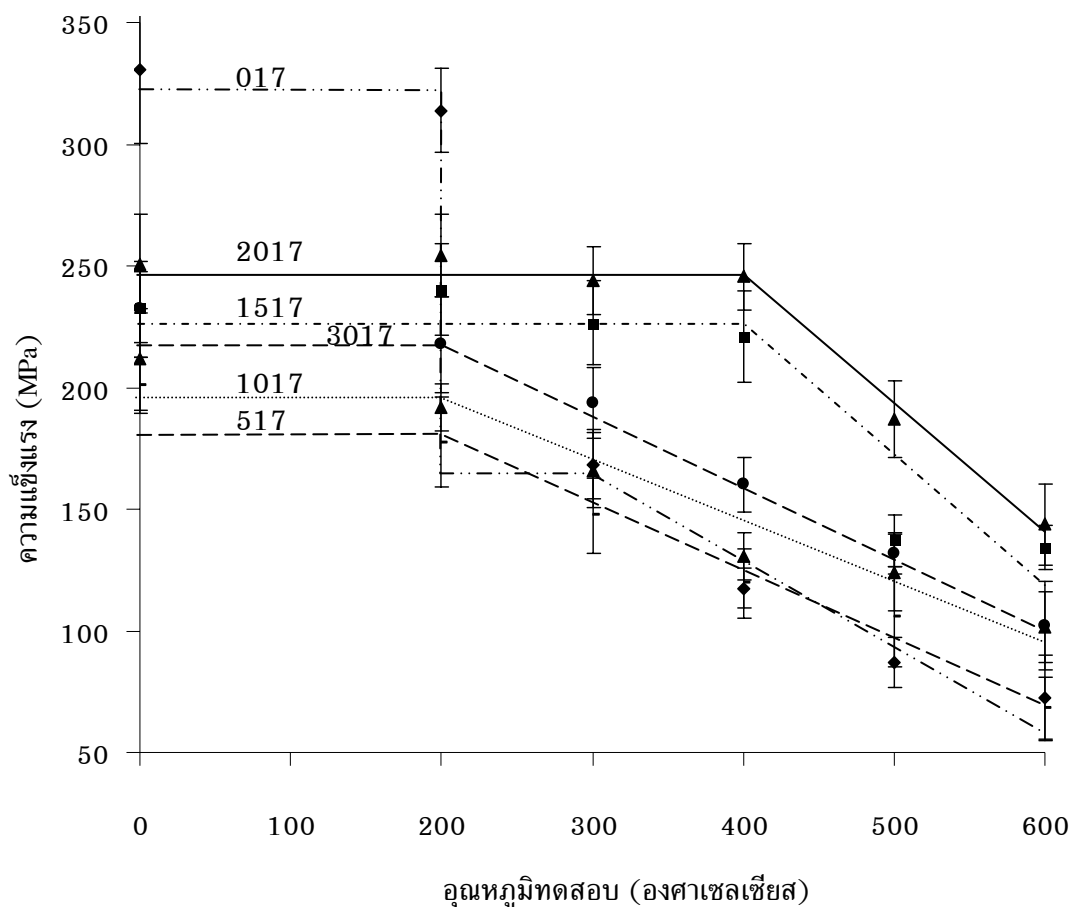
จากผลการตรวจสอบอุณหภูมิ ณ ตำแหน่งต่างๆ ในเตาเผาแบบท่อ พบว่าบริเวณที่ต้องวางชิ้นทดสอบอยู่ในช่วงระยะ 30-32 เซนติเมตร โดยวัดจากปากท่อเตาเผา จึงจะให้ค่าของอุณหภูมิตรงกับหน้าจอแสดงอุณหภูมิของเตา กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางภายในเตากับอุณหภูมิ ณ ตำแหน่งต่างๆ ภายในท่อแสดงไว้ในผนวก ก (2)

หลังจากได้ตำแหน่งในการวางชิ้นทดสอบภายในเตา ทำการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM-C554-93 (1999) หรือทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำ อุณหภูมิที่ทดสอบเริ่มตั้งแต่ 200, 300, 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส นำชิ้นทดสอบของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการลดอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำไปทดสอบความแข็งแรง และเพื่อให้เกิดความเชื่อมั่น ผู้วิจัยได้ทดสอบตัวอย่างละ 5 ชิ้นทดสอบเพื่อนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย ได้ผลตามตารางที่ 4.8 และแสดงผลในรูปที่ 4.1



ตารางที่ 4.9 ความแข็งแรงของชั้นทดสอบที่ผ่านการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน (MPa)

$\Delta T(^{\circ}\text{C})$	จำนวนเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเซอร์โคเนีย					
ซินเทอร์ที่ 1,500						
องศาเซลเซียส	0 %	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %
0	130.6	107.1	119.1	131.8	134.9	127.4
200	128.2	95.8	108.2	128.5	123.6	129.1
300	106.8	63.8	89.3	115.8	112.1	110.2
400	77.1	62.3	77.5	109.4	111.6	103.1
500	76.1	61.7	76.2	95.1	99.3	100.6
600	57.6	50.9	72.6	90.5	89.7	95.5
ซินเทอร์ที่ 1,600						
องศาเซลเซียส						
0	204.9	154.2	186.1	222.7	222.8	161.7
200	188.8	147.7	179.1	207.0	213.3	151.8
300	96.1	105.4	136.6	176.6	157.9	146.2
400	92.6	94.2	122.8	164.4	151.8	145.1
500	73.5	86	105.6	148.1	141.3	123.3
600	69.1	55.6	96.4	75.8	132.3	119.9
ซินเทอร์ที่ 1,700						
องศาเซลเซียส						
0	330.5	200.9	211.5	233.1	250.9	232.3
200	313.8	177.5	192.1	240.3	254.0	217.7
300	168.4	147.3	166.1	226.6	243.9	193.5
400	117.5	119.4	130.5	220.9	245.5	160.1
500	87.0	105.6	124.1	137.1	186.9	161.9
600	72.3	68.4	101.3	134.1	143.6	101.8



รูปที่ 4.12 แสดงการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของชิ้นทดสอบที่เผาขึ้นเทอร์
อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส

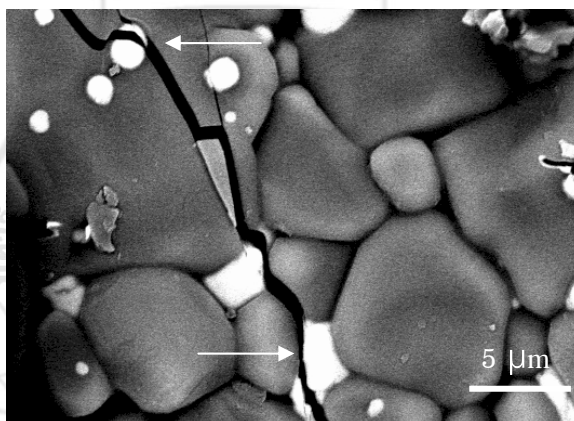
จากตารางที่ 4.9 พบว่าชิ้นทดสอบเผาขึ้นเทอร์ที่ 1,700 องศาเซลเซียส มีค่าของความแข็งแรงทั้งก่อน และหลังจากการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงกว่าชิ้นทดสอบที่เผาที่อุณหภูมิ 1,500 และ 1,600 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.12 พบว่าชิ้นทดสอบที่เติมเซอร์โคเนียในทุกๆ อัตราส่วนมีความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดีขึ้น เมื่อเทียบกับชิ้นทดสอบที่ไม่เติมเซอร์โคเนีย ความแข็งแรงก่อนทำการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันของชิ้นทดสอบ 017 สูงถึง 330.5 MPa แต่ความแข็งแรงของชิ้นทดสอบ 017 มีค่าต่ำลงเมื่อถึงอุณหภูมิทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่ 200 องศาเซลเซียสเท่านั้น ในขณะที่ชิ้นทดสอบ 2017 มีความแข็งแรงเริ่มต้นคือ 250.9 MPa ยังคงมีความแข็งแรงไม่ลดลงจนถึงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่ 400 องศาเซลเซียส แต่เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับหลังจากที่มีการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน ชิ้นทดสอบ 2017 มีความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดีกว่า และยิ่งสูงสุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนผสม

เซอร์โคเนียในชั้นทดสอบอื่นๆ ดังนั้นผู้วิจัยได้เลือกอัตราส่วนผสมของชั้นทดสอบ 2017 สำหรับการหล่อเป็นผลิตภัณฑ์เพื่อทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM-C-117-98 ในขั้นตอนต่อไป

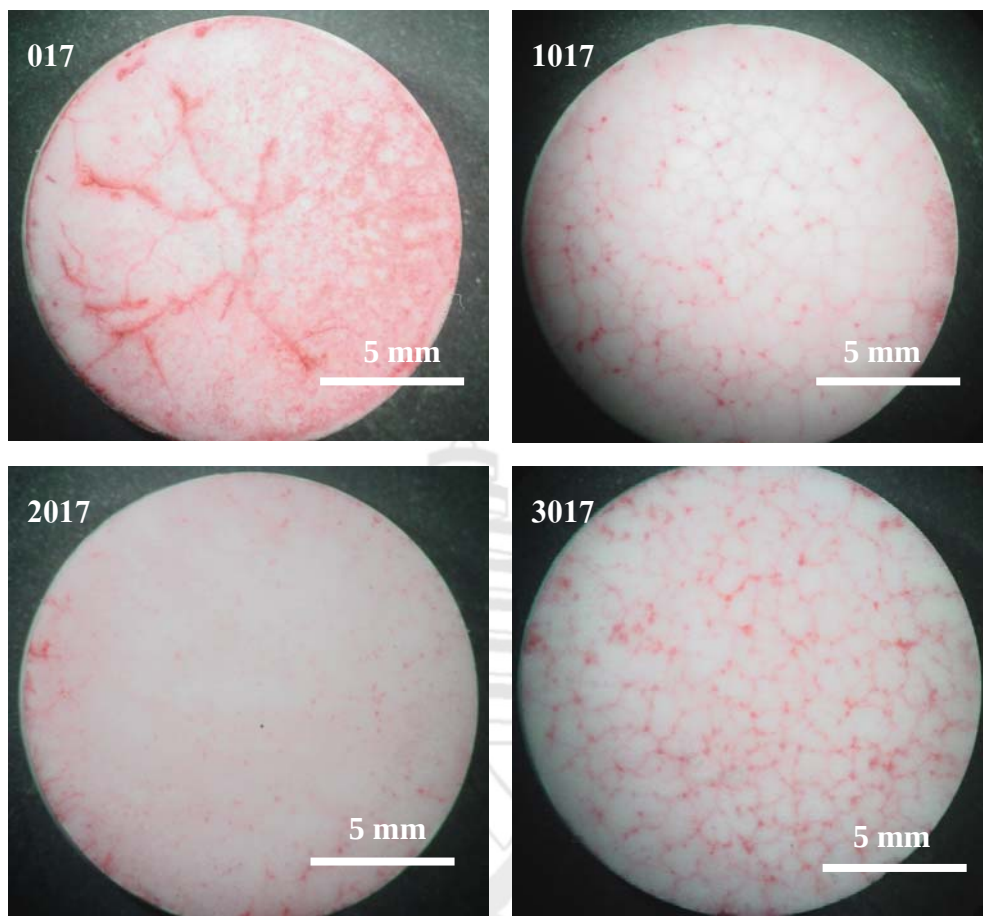
ความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันในชั้นทดสอบ 2017 คาดว่าน่าจะเกิดจากกลไกการต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกตามหัวข้อ 2.5 ที่ระบุว่า มี 2 กลไกคือ

1. กลไกอันเกิดจากการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย
2. กลไกที่อาศัยรอยแตกระดับจุลภาค

หากวิเคราะห์ตามกลไกที่ 1 เมื่อมีรอยแตกที่เกิดจากความเค้นขึ้นในวัสดุรอยแตกจะขยายตัวหรือยาวขึ้นในทิศทางตามขอบเกรนของผลึกอะลูมินา และหากมีการเติมอนุภาคเซอร์โคเนีย ผลึกเซอร์โคเนียจะขวางกั้นการเดินทางของรอยแตก ทำให้ต้องสูญเสียพลังงานส่วนหนึ่งไปเพื่อกระตุ้นการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากเตตระโกนอลเป็นโมโนคลินิก และมีส่วนหนึ่งในการเอาชนะความเค้นที่เกิดจากการขยายตัวของผลึกเซอร์โคเนีย ตามรูปที่ 4.13



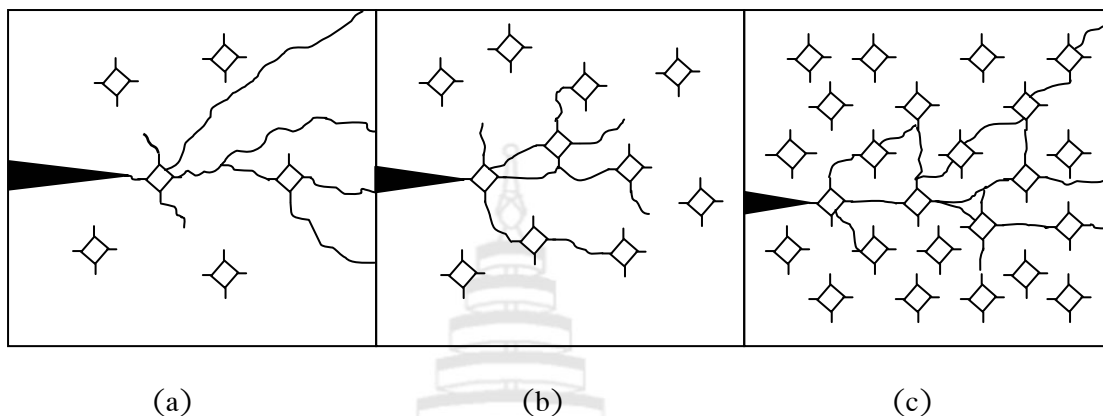
รูปที่ 4.13 รอยแตกผ่านอนุภาคเซอร์โคเนีย ชั้นทดสอบ 2017



รูปที่ 4.14 แสดงลักษณะการเกิดรอยแตกในแต่ละชั้นทดสอบที่ทดสอบการการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

หลังจากการทดสอบโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันด้วยน้ำที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส แล้วได้นำชิ้นทดสอบย้อมสี เพื่อให้เห็นรอยแตกที่เกิดขึ้นในชิ้นทดสอบได้อย่างชัดเจน จากรูปที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่าในชิ้นทดสอบ 017 มีการแตกร้าวอย่างชัดเจน ทั้งสอดคล้องกับผลการทดสอบความแข็งแรง โดยพบว่าในช่วงที่เกิดเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลันที่ 200 องศาเซลเซียส ความแข็งแรงของชิ้นทดสอบ 017 จะลดลงทันที ส่วนชิ้นทดสอบ 1017, 2017 และ 3017 เกิดรอยแตกร้าวขนาดเล็ก หากพิจารณาจากรูปที่ 4.13 พบว่าระหว่างชิ้นทดสอบทั้งสาม ชิ้นทดสอบ 1017 และ 3017 หลังจากย้อมสี พบรอยแตกแบบร้าวแหดตลอดทั้งชิ้น แต่ชิ้นทดสอบ 2017 ซึ่งมีค่าความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันสูงสุด โดยมีรอยแตกที่เห็นจากการย้อมสีปรากฏน้อยกว่าในชิ้นทดสอบ 1017 และ 3017 อย่างชัดเจน

สำหรับกลไกในแบบที่ 2 ซึ่งเป็นการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกที่อาศัยรอยแตกระดับจุลภาคของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย สามารถอธิบายได้โดยใช้แบบจำลองแสดงลักษณะโครงสร้างรอยแตกระดับจุลภาครูปที่ 4.15 ประกอบ



เมื่อ  คือ รูปที่จำลองรอยแตกระดับจุลภาคที่เกิดขึ้นจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่แตกต่างกันระหว่างผลึกเซอร์โคเนีย และผลึกอะลูมินา

รูปที่ 4.15 รูปที่จำลองกลไกการเพิ่มความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตก (a) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 10 (b) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 20 (c) อัตราส่วนผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 30

เมื่อเติมเซอร์โคเนียปริมาณน้อย การกระจายรอยแตกระดับจุลภาคที่เกิดขึ้นก็จะน้อยตามดังรูปที่รูปที่ 4.15 (a) โอกาสที่รอยแตกอันเนื่องมาจากความเค้นจะเดินทางเจอไปรอยแตกระดับจุลภาคก็จะน้อยตาม หรือหมายความว่ามียอยแตกระดับจุลภาคอาจไม่เพียงพอสำหรับการกระจายความเค้นของรอยแตกอันเนื่องมาจากความเค้น ในทางตรงกันข้ามในรูปที่ 4.15 (c) หากมียอยแตกระดับจุลภาคมากเกินไปอาจทำให้รอยแตกอันเนื่องมาจากความเค้นง่ายที่จะขยายตัว โดยการเชื่อมต่อกันผ่านรอยแตกระดับจุลภาค ดังนั้นจึงต้องมีอัตราส่วนที่เหมาะสมในการต่อต้านรอยแตกดังเช่นรูปที่ 4.15 (b)

4.9 ผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งในน้ำสลิป ZTA ต่อความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์

หลังจากผ่านขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ สามารถสรุปผลได้ว่าขั้นตอนทดสอบที่สามารถทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้ดีที่สุดคือ รหัส 2017 ซึ่งมีการเติมเซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ดังนั้นจึงได้ใช้ผงอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ตามอัตราส่วนเช่นเดียวกับขั้นตอนทดสอบ 2017 ในการเตรียมน้ำสลิปสำหรับหล่อเป็นผลิตภัณฑ์เบื้องต้น โดยเลือก 3 อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งคือร้อยละ 20, 30 และ 40 ในการเตรียมเป็นสลิปเพื่อหล่อเป็นผลิตภัณฑ์จากนั้นหาค่าความหนาแน่นทั้งก่อน และหลังการเผาซินเทอร์ ผลการทดลองแสดงตามตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งต่อความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์

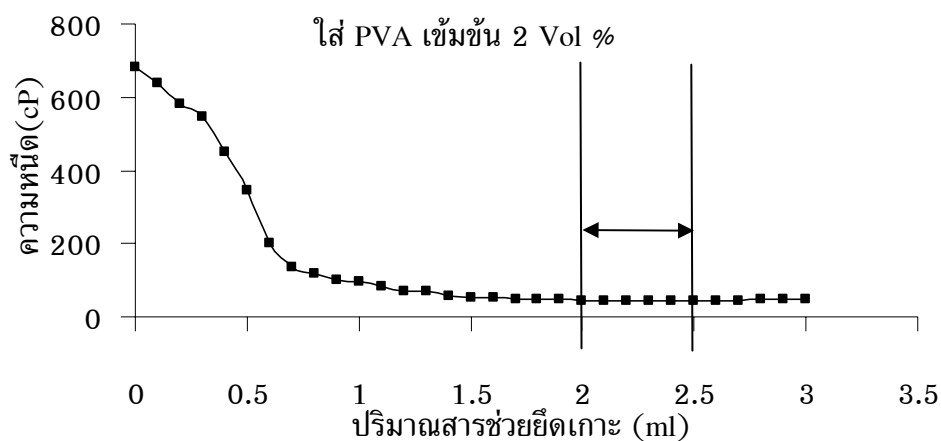
อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็ง	ความหนาแน่น (Bulk density) g/cm ³	
	ก่อนเผาซินเทอร์	หลังเผาซินเทอร์
20	1.67	2.64
30	1.82	2.72
40	1.98	2.81

จากการทดสอบพบว่าอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งในน้ำสลิปที่ร้อยละ 40 ให้ความหนาแน่นในผลิตภัณฑ์หลังเผาซินเทอร์มากที่สุด ผู้วิจัยจึงได้เลือกอัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งร้อยละ 40 ในการเตรียมน้ำสลิปสำหรับหล่อขึ้นรูปผลิตภัณฑ์เพื่อใช้ในการทดสอบความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน

4.10 ผลการทดสอบความหนืดของน้ำสลิป

เมื่อได้อัตราส่วนโดยปริมาตรของของแข็งในน้ำสลิปร้อยละ 40 จึงนำน้ำสลิปที่เตรียมขึ้นนำไปวัดความหนืด โดยเปรียบเทียบระหว่างน้ำสลิปที่เติมสารช่วยยืดเกาะที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยปริมาตร บันทึกผลตามภาคผนวก ข. ตารางที่ที่ 1 ค่าความหนืดวัดเป็นหน่วย เซนติปัวส์

จากภาคผนวก ข. ตารางที่ที่ 1 ได้ทำการบันทึกการเติมปริมาณสารช่วยกระจายตัวในน้ำสลิปจนถึง 30 มิลลิลิตร และแสดงเป็นกราฟในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดของน้ำสลิป และปริมาณสารช่วยกระจายตัวในแต่ละ มิลลิลิตร

ผลแสดงความสัมพันธ์การเพิ่มปริมาณของสารช่วยกระจายตัว ที่มีผลต่อความหนืดในน้ำสลิปที่ใช้สารช่วยยืดยึดเกาะ จากรูปที่ 4.16 ผู้วิจัยเลือกปริมาณสารช่วยกระจายตัวในน้ำสลิปที่ใช้สารช่วยยืดยึดเกาะที่ปริมาณในระหว่าง 2-2.5 มิลลิลิตร ต่อปริมาตรน้ำสลิป 500 มิลลิลิตร เนื่องจากในช่วงปริมาณ 2-2.5 ให้ค่าความหนืดของสลิปต่ำ หากเติมเกิน 2.5 จะมีแนวโน้มของค่าความหนืดที่เพิ่มขึ้น

4.11 ผลการหล่อและการเผาผลิตภัณฑ์

ปัญหาสำคัญในการหล่อน้ำสลิปที่ผสมสารช่วยยึดเกาะคือ ความหนืดในสลิปเป็นตัวกักฟองอากาศให้อยู่ในน้ำสลิป แม้ว่าได้ลดความหนืดของสลิปด้วยการเติมสารช่วยกระจายตัวก็ตาม หากนำมาเผา ฟองอากาศอาจที่เหลื้ออาจเป็นสาเหตุการแตกร้าวของผลิตภัณฑ์ ผู้วิจัยจึงได้แก้ไขปัญหฟองอากาศในสลิป ด้วยการใช้อังสุญญากาศเพื่อกำจัดฟองอากาศตามรูปที่ 3.12 โดยนำน้ำสลิปสำหรับใช้ในการหล่อเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการผสมในหม้อบด และมีการเติมสารช่วยกระจายตัวมากำจัดอากาศในถังสุญญากาศ พบว่าจำนวนฟองอากาศที่มีอยู่ในน้ำสลิปมีจำนวนที่ลดลงมาก และเมื่อนำมาหล่อเป็นผลิตภัณฑ์ยังพบจำนวนฟองอากาศที่มีในเนื้อผลิตภัณฑ์ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับน้ำสลิปที่ไม่ได้กำจัดอากาศ

เมื่อถอดด้วยผลิตภัณฑ์ออกจากแบบ และนำไปอบให้แห้ง จากนั้นนำไปเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.17 ผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเผาแคลไซต์มีผิวที่ค่อนข้างขรุขระ เห็นรอยต่อของแบบพิมพ์ได้อย่างชัดเจนต้องทำการตกแต่ง และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส ในการหล่อและการเผาซินเทอร์พบปัญหาที่เกิดขึ้นกับผลิตภัณฑ์หลายประการ และมีสาเหตุพอสรุปได้ตามตารางที่ 4.11



รูปที่ 4.17 ถ้วยที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส

**ตารางที่ 4.11 ปัญหาที่เกิดขึ้นกับผลิตภัณฑ์ และสาเหตุจากขั้นตอนการหล่อ และการเผา
ผลิตภัณฑ์**

ปัญหา	สาเหตุ
1. ผลิตภัณฑ์โค้งงอ หรือยุบเสียรูปทรง	เนื่องจากการนำออกจากแบบพิมพ์เร็วเกินไป ซึ่งขณะนั้นผลิตภัณฑ์ยังไม่ แห้ง และมีลักษณะการอ่อนตัว เมื่อออกแรงจับขณะเคลื่อนย้ายทำให้โค้งงอ
2. ฟองอากาศเล็กๆ ที่ ผิวผลิตภัณฑ์ด้าน นอก	เกิดจากน้ำสลิปมีความหนืดสูง มีการใช้สารช่วยยัดเกาะมากเกินไป และใน น้ำสลิปมีฟองอากาศอยู่
3. ผลิตภัณฑ์เกิดวง คลื่นรอบผิวด้าน นอก	เนื่องจากการเทน้ำสลิป ในขณะที่หล่อแบบช้าเกินไป และแม่พิมพ์แห้ง จนเกินไป ทำให้เกิดรอยวงคลื่นจากรอยต่อของน้ำสลิปที่เกาะผิวแบบพิมพ์ ไม่พร้อม และไม่เท่ากัน
4. เกิดการแตกร้าว	เนื่องจากลดอุณหภูมิหลังจากเกิดการขึ้นเทอร์เร็วเกินไป และผลิตภัณฑ์มี ความหนามากเกินไป
5. ผลิตภัณฑ์หนา	เนื่องจากใช้เวลาในการหล่อน้ำสลิปในแบบพิมพ์เกินไป

**4.12 ผลการทดสอบความทนทานต่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจับปล้น ตาม
มาตรฐาน C-117-98**

ผู้วิจัยนำผลิตภัณฑ์ที่หล่อจากอะลูมินา และวัสดุอะลูมินาที่เติมเซอร์โคเนียร้อยละ 20
อย่างละ 3 ชิ้น นำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส ค้างไว้ประมาณ 5 นาที ดึง
ตัวอย่างออก ปลดปล่อยให้เย็นตัวในอุณหภูมิห้องนาน 5 นาที แล้วนำกลับเข้าเตา ทดสอบซ้ำ
จนกระทั่งผลิตภัณฑ์เกิดการแตกเสียหาย หรือทดสอบถึงจำนวน 25 รอบ

ผลการทดสอบความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจับปล้นตามมาตรฐาน C-
117-98 ของถ้วยเซรามิกที่เตรียมจากอะลูมินา และถ้วยที่เตรียมจากอะลูมินา-เซอร์โคเนียอย่าง
ละ 3 ชิ้น แสดงในตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 การทดสอบความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน
C-117-98

ชนิดของผลิตภัณฑ์	ชั้นที่ทดสอบ	จำนวนครั้ง (2 ครั้ง=1รอบ)	หมายเหตุ
วัสดุอะลูมินา (017)	1	-	เกิดการเสียหายใน ระยะแรก
	2	7	
	3	6	
วัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย (2017)	1	50	ทดสอบต่อไปอีกจาก ที่กำหนดไว้ 50 รอบ
	2	50	
	3	> 50	

จากการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน C-117-98 พบว่า รอยแตกของผลิตภัณฑ์สามารถสังเกตได้ในขณะนำผลิตภัณฑ์ออกจากเตาทดสอบวางบนอิฐฉนวน ขณะที่ผลิตภัณฑ์ยังร้อนแดง สามารถมองเห็นรอยแตกที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้อย่างชัดเจน หากปล่อยให้ผลิตภัณฑ์เย็นตัวลง จะสังเกตความเสียหายบริเวณผิวของผลิตภัณฑ์ได้ยากขึ้น



รูปที่ 4.18 ผลิตภัณฑ์ทำจากวัสดุอะลูมินา เกิดความเสียหายจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ
ฉับพลัน

จากตารางที่ 4.12 ชั้นทดสอบที่เตรียมจากอะลูมินาเกิดความเสียหายในระยะแรกที่มีการทดสอบ แต่เนื่องจากการทดสอบครั้งแรกผู้วิจัยไม่สังเกตเห็นว่าการเกิดรอยแตกของผลิตภัณฑ์เกิดความเสียหายตั้งแต่ครั้งที่เท่าใด สำหรับในผลิตภัณฑ์ชั้นที่ 1 และมีการทดสอบในผลิตภัณฑ์ชั้นที่ 2 และ 3 แต่สามารถสังเกตเห็นรอยแตกได้หลังจากทดสอบไปแล้ว 6-7 ครั้งตามรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.19 ถ้วยที่ทำจากวัสดุอะลูมินาเต็มเซอร์โคเนียร้อยละ 20

สำหรับผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ทดสอบด้วยวิธีการเช่นเดียวกับผลิตภัณฑ์จากอะลูมินา ผู้วิจัยกำหนดจำนวนครั้งในการทดสอบไว้ที่ 50 ครั้ง หรือ 25 รอบ แต่จำนวนครั้งในการทดสอบผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย มีจำนวนครั้งที่ทนได้มากกว่าโดยไม่ได้รับความเสียหาย ทางผู้วิจัยได้นำผลิตภัณฑ์ขึ้นทดสอบที่ 3 ที่เตรียมจากวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ดำเนินการทดสอบต่อไปจนกระทั่งถึงครั้งที่ 80 หรือ 40 รอบ ผลิตภัณฑ์ยังไม่เกิดความเสียหาย จึงได้หยุดการทดสอบ ซึ่งหมายความว่าผลิตภัณฑ์ที่หล่อจากวัสดุผสม ZTA (2017) ยังคงสามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมินับพลันได้มากกว่า 40 รอบขึ้นไป



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การศึกษาวัสดุผสมอะลูมินา ที่เติมเซอร์โคเนียลงไป มีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน โดยได้มีการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ เคมี องค์ประกอบโครงสร้างระดับจุลภาคของวัสดุผสมอะลูมินา-เซอร์โคเนีย และศึกษาการหล่อผลิตภัณฑ์ โดยได้ทำการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM C554-93(1999) และ ASTM C-1171-98 แบ่งตัวอย่างทดสอบ 3 อุณหภูมิการเผา คือ 1,500 1,600 และ 1,700 องศาเซลเซียส แบ่งอัตราส่วนผสมของเซอร์โคเนียร้อยละ 0, 5, 10, 15, 20 และ 30 สามารถสรุปผลตามวัตถุประสงค์ได้ดังนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

สมบัติทางกายภาพที่ได้ทำการทดสอบคือ ความหนาแน่น เปอร์เซ็นต์การหดตัว ความแข็งแรง และความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน สรุปผลของการหาความหนาแน่น คือ ขึ้นทดสอบที่ผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 20-30 อุณหภูมิเผาขึ้นเทอร์ 1,700 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่น และค่าการหดตัวสูงสุด เมื่อเทียบกับขึ้นทดสอบที่ไม่ได้มีการผสมเซอร์โคเนีย ส่วนผลของการทดสอบความแข็งแรงคือ ขึ้นทดสอบอะลูมินาที่ไม่ได้ผสมเซอร์โคเนีย ผ่านการเผาที่อุณหภูมิเผา 1,700 องศาเซลเซียส มีความแข็งแรงสูงสุด แต่มีค่าประมาณ 330 MPa ลดลงเมื่อเติมเซอร์โคเนียร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก จากนั้นค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนีย จนถึงอัตราส่วนร้อยละ 20 และกลับลดลงในขึ้นทดสอบที่มีอัตราส่วนเซอร์โคเนียร้อยละ 30 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสาดส่อง (SEM) พบว่าที่อุณหภูมิเผาขึ้นเทอร์ที่ 1,500 และ 1,600 องศาเซลเซียส อนุภาคในขึ้นทดสอบยังไม่เกิดการผนึกกัน และมีความแข็งแรงที่ต่ำ แต่หลังจากเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส พบว่ามีการผนึกกันระหว่างอนุภาค และให้ความแข็งแรงสูงสุด ขึ้นทดสอบที่ไม่เติมเซอร์โคเนียแม้จะมีความแข็งแรงสูงในช่วงของที่ยังไม่ได้รับการทดสอบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน แต่เมื่อทำการทดสอบในขั้นตอนดังกล่าวความแข็งแรงกลับต่ำกว่าขึ้นทดสอบที่มีการเติมเซอร์โคเนีย ตามผลทดสอบความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตาม

มาตรฐาน ASTM C554-93(1999) วัสดุที่สามารถทนการทดสอบได้สูงสุดคือ อัตราส่วนผสม เซอร์โคเนียร้อยละ 20 เผาที่อุณหภูมิเผา 1,700 องศาเซลเซียส (ประมาณ 2 เท่า เมื่อเทียบกับ วัสดุอะลูมินาบริสุทธิ์) ผลทดสอบความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันตามมาตรฐาน ASTM C-117-98 ผลิตภัณฑ์ที่ทำจากอะลูมินาผสมเซอร์โคเนียร้อยละ 20 สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันได้มากกว่า 40 รอบ ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ที่ทำจากอะลูมินาสามารถทนได้ 6-7 รอบเท่านั้น สาเหตุที่ขึ้นทดสอบ ZTA 2017 มีค่าความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันที่สูง น่าจะเกิดจากกลไกในการเพิ่มความต้านทานการขยายตัวของรอยแตกทั้ง 2 แบบคือ กลไกโดยการเปลี่ยนโครงสร้างผลึก และกลไกโดยการใช้รอยแตกระดับจุลภาค ในชั้นทดสอบที่มีการผสมเซอร์โคเนีย โดยกลไกแบบรอยแตกระดับจุลภาคเป็นกลไกที่เพิ่มความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลันให้กับชั้นทดสอบ

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ผงอะลูมินา CA-5M ที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้มีอนุภาคที่ค่อนข้างใหญ่ ทำให้ต้องใช้อุณหภูมิที่สูง หรือต้องทำการลดขนาดด้วยการบด ดังนั้นในการทดลองในอนาคตอาจลองเปลี่ยนผงอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า เพื่อเปรียบเทียบคุณสมบัติด้านต่าง ๆ

5.2.2 เนื่องจากการเผาพลอยมีอุณหภูมิสูงประมาณ 1,500 องศาเซลเซียส ซึ่งสูงกว่าอุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส ที่ใช้ในการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM-C-117-98 การนำไปใช้งานได้จริง ควรมีข้อมูลการทดสอบที่อุณหภูมิสูงขึ้นเพื่อสร้างความเชื่อมั่นให้กับผู้ใช้

บรรณานุกรม

- กุลจิรา สุจิโรจน์ ; ผกามาศ แซ่หว่อง และดวงเดือน อางองค์. (2545). การผลิตเซรามิกส์โดยการอัดแบบ. กรุงเทพฯ : ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ.
- กรมศุลกากร. (2546). การนำเข้าด้วยในอะลูมินาจากประเทศ. แหล่งที่มา <http://www.customs.go.th/Statistic/StatisticResult.jsp?page=1&statType=import&month=12&year=2003&productCodeCheck=Y&productCode=6903200007&countryCheck=null&country=> (4 ตุลาคม 2548)
- คุณสมบัติของวัสดุ(Properties of materials). (2548). แหล่งที่มา www.eng.chula.ac.th/~metal/101/properties.pdf (4 เมษายน 2548)
- พจนานุกรมศัพท์วัสดุศาสตร์และเทคโนโลยี. (2547). กรุงเทพฯ : ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ.
- เพียงใจ ศรีมหาโกศล. (2539). ลูกบดเนื้อเซอรโคเนียสำหรับหม้อบดเซรามิก. วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาเคมี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- ไพจิตร อังศิริวัฒน์. (2541). เนื้อดินเซรามิก. กรุงเทพฯ : โอเดียนสโตร์.
- ปรีดา พิมพ์ขาว. (2547). เซรามิกส์. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (ม.ป.ป.). Engineering Ceramics. แหล่งที่มา <http://www.mne.eng.psu.ac.th/lek/ceramic>. (20 ตุลาคม 2548)
- ศศิธร คนทน. (2544). การผลิตเบ้าหลอมอะลูมินาสำหรับการเผาพลอย. ครุศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีอุตสาหกรรม สถาบันราชภัฏพระนคร.
- สถาบันเหล็กและเหล็กกล้าแห่งประเทศไทย. (2006). การทดสอบความแข็ง (Hardness test) แหล่งที่มา <http://www.isit.or.th/techinfoview.asp.lnk=object/1000000000/HardnessTest.htm&ContentID=1057&CatID=1000000000>. (4 ตุลาคม 2548)
- สมศักดิ์ วัฒนหงษ์ศิริ. 2546. สัมภาษณ์. กรรมการผู้จัดการบริษัทสมศักดิ์ ชัฟฟลาย. (ตุลาคม 2547)
- สัมพันธ์ สร้อยกล่อม. (2545). สารผสมอะลูมินา-คอร์เดียไรท์สำหรับใช้เป็นวัสดุทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิฉับพลัน. วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.

- สุธี วัฒนศิริเวช. (2541). “เซรามิกส์เหนียว”. **เทคโนโลยีวัสดุ**. ฉบับที่ 11 (เม.ย.-มิ.ย) ; 35-38.
- Cemail, A. (2003). “The effect of mullite on the mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite refractory materials”. **Ceramics International** 29, 2 ; 183-188.
- Baron, H.G. (n.d.). **Thermal shock and and thermal fatigue**. N.P. : n.p.
- Becher, P.F. (1981). **Dependence of thermal stress resistance on material parameters: ceramic composite system**. New York : Plenum.
- Bohm, T. and Didier, W. (2005). **Ceramic dies for hot extrusion of NF metals**. แหล่งที่มา <http://www.zircoa.com/product.fine.grain/extrusion.dies.reprint.html>. (6 สิงหาคม 2548)
- Casellas, D., Nagl, M.M., Llanes, L. and Anglada, M. (2003). “Fracture toughness of alumina and ZTA ceramics : micro structural coarsening effects”. **Journal of Materials Processing Technology**. 143-144(20 Dec);148-1
- Cecilia, M. (2004). “Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments”. **Materials Research**. 7,4(Oct.-Dec.); 643-649.
- Chang, J.C. Velamakanni, B.V. Lange, F.F. and Pearson, D.S. (1991). “Centrifugal consolidation of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ composite slurries vs interparticle potentials: particle packing and mass segregation”. **Journal of the American Ceramic Society**. 74, 9(Sep.); 2201-2204.
- Choi, S.R. and Bansal, N.P. (2003). “Alumina-reinforced zirconia composites”. **NASA/TM-2003-212701**. (Dec.); 1-18.
- Collin, M. and Rowcliffe, D. (2000). “Analysis and prediction of thermal shock in brittle materials”. **Acta Materialia**. 48, 8 (11 May) ;1655-1665.
- Davidge, R.W. and Tappin, G. (n.d.). **Thermal shock and fracture in cermics**. N.P. : n.p. 405-422.
- Richerson, D.W. and Marcel D.N. (1992). **Modern ceramic engineering**. 362-363.
- Ferro-Ceramic Grinding, Inc. (2004). **Ceramic properties**. แหล่งที่มา <http://65.108.128.37/pub/prodsvc/alumina-.php>. (13 ตุลาคม 2548)
- Freim, J. and McKittrick, J. (1996). “Development of novel microstructures in zirconia-toughened alumina using rapid solidification and shock compaction”. **Journal of Materials Research**. 11, 1 (Jan.); 110-119.

- Garrido, L.B. and Aglietti, E.F. (2001). "Effect of rheological properties of zircon-alumina suspensions on density of green casts". **Materials Research**. 4,4(Oct); 279-284.
- Green, D.J.; Hannink, R.H.J. and Swain, M.V. (1989). **Transformation toughening of ceramics**. Baco Roton : CRC.
- Hotta, T., Abe, H., Naito, M., Takahashic, M., Uematsud, K. and Kato, Z. (2005). "Effect of coarse particles on the strength of alumina made by slip casting". **Powder Technology**. 149; 106-111.
- Jayaseelan, D.D., Ranib, D.A., Nishikawa, T., Awaji, H. and Gnanam, F.D. (2000). "Powder characteristics, sintering behavior and microstructure of solgel derived ZTA composites". **Journal of the European Ceramic Society**. 20, 267-275.
- Kapitel, K. (n.d.). **Material wisess chaft**. N.P. : n.p.
- Kaya, C. and Butler, E.G. (2003). "Zirconia-toughened alumina ceramics of helical spring shape with improved properties from extruded sol-derived pastes". **Scripta Materialia**. 48, 4; 359-364.
- Keim, E., Schmidt, C., Schopper, A. and Hertlein, R. (2001). "Life management of reactor pressure vessels under pressurized thermal shock loading: deterministic procedure and application to Western and Eastern type of reactors". **International Journal of Pressure Vessels and Piping**. 78, 2-3 (February); 85-98.
- Kimura, T., Kaneko, Y. and Yamaguchi, T. (1991). "Consolidation of alumina-zirconia mixture by a colloidal process". **Journal of the American Ceramic Society**. 74, 3(March); 625-632.
- Lange, L.L. (1982). "Transformation toughening part 4: Fabrication, fracture toughness and strength of Al_2O_3 - ZrO_2 composites". **Journal of Materials Science**. 17 ; 247-254.
- Lee, H.L. and Hong, G.G. (1994). "Properties of Al_2O_3 -15% ZrO_2 ceramics prepared by precipitation". **Journal of materials science letters**. 13, 469-471
- Mauro, J. and King, D. (1999). Thermal shock resistance of ceramics. แหล่งที่มา <http://homepage.mac.com/maurojc/papers/pdf/thermal-shock.pdf>. (29 ตุลาคม 2547)

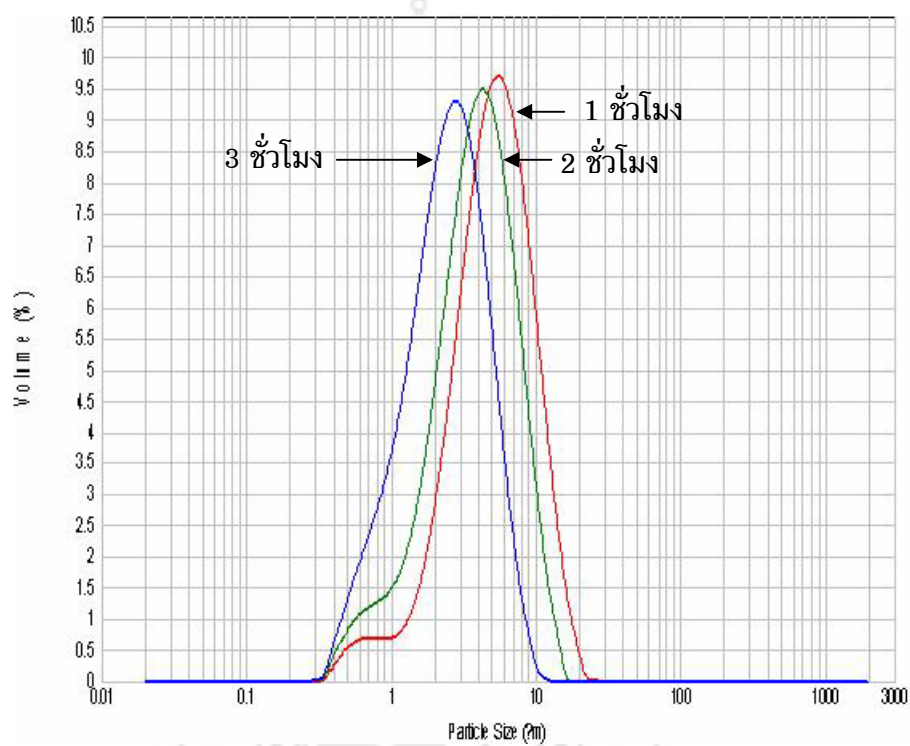
- Reed, J.S. (1994). **Principles of ceramics processing**. 2nd Ed. : Wiley.
- Rowley, R. and Chu, H. (2002). “Processing variable of alumina slips and their effects on the density and grain size of the sintered sample”. **Journal of Under Graduate Research**. , vol 2 ; 71–74.
- Sarraf, H. and Havrda, J. (2004). **A novel prediction method for preparation and microstructure developing of zirconia ceramics by colloidal processing**. Annual transactions of the Nordic rheology, vol 12. Reykjavik, August 4–6.
- Shulman, H.S. and Walker, W.J. (2001). **Optimization of stress-induced transformation in zirconia-toughened alumina**. แหล่งที่มา www.ceralink.com/publications/OptimizationofStress-InducedTransformati.PDF. (5 กันยายน 2548)
- Shulman, H.S. and Varner, J., Votava, W. and Clarke, A. (n.d.). **Fractographic study of zirconia toughened alumina**. แหล่งที่มา www.ceralink.com/publications/FRACTOGRAPHIC_STUDY.PDF. (5 กันยายน 2548)
- Smuk, B., Szutkowska, M. and Walter, J. (2003). “Alumina ceramics with partially stabilized zirconia for cutting tools”. **Journal of Materials Processing Technology**. 133, 1–2 (February); 195–198.
- Stevens, R. (1986). **An introduction to zirconia**. 2nd ed. Leeds : The University of Leeds.
- Strecker, K., Ribeiro, S. and Hoffmann, M.J. (2005). “Fracture toughness measurements of LPS-SiC: a comparison of the indentation technique and the SEVNB method”. **Materials Research**. 8, 2 (Feb.); 121–124.
- Wattanasiriweach, S. (1997). **The effect of processing variables on ionic conductivity and mechanical properties of zirconia-yttria ceramics**. Ph.D. thesis. School of Material. The University of Leeds.
- Zhou, Y., Zhu, W.Z., and Lei, T.C. (1992). “Mechanical properties and toughened mechanisms of SiC_w/ZrO₂ (6% mol Y₂O₃) ceramic Composites”. **Ceramic international**. 18, 3 ; 141–145.

ภาคผนวก



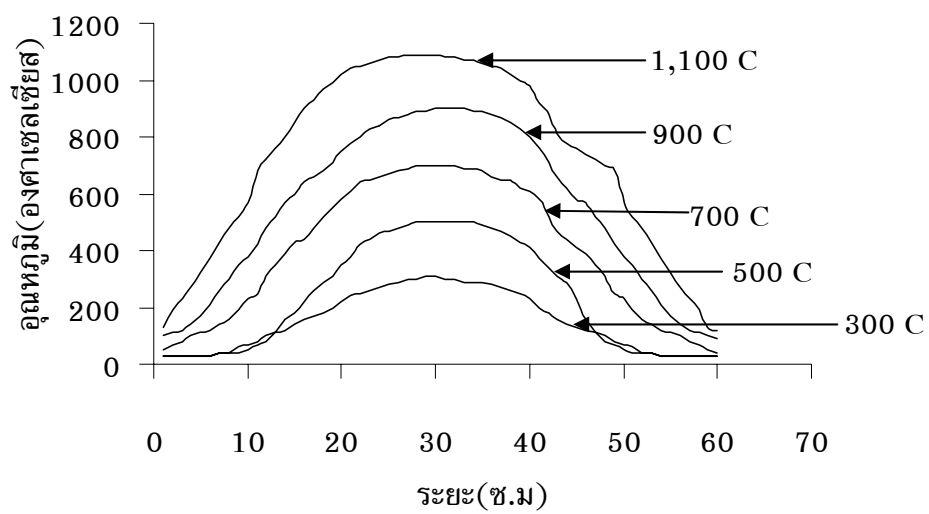
ภาคผนวก ก

ผลขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค และจำนวนชั่วโมงบด



ภาคผนวก ข

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางภายในเตากับอุณหภูมิ



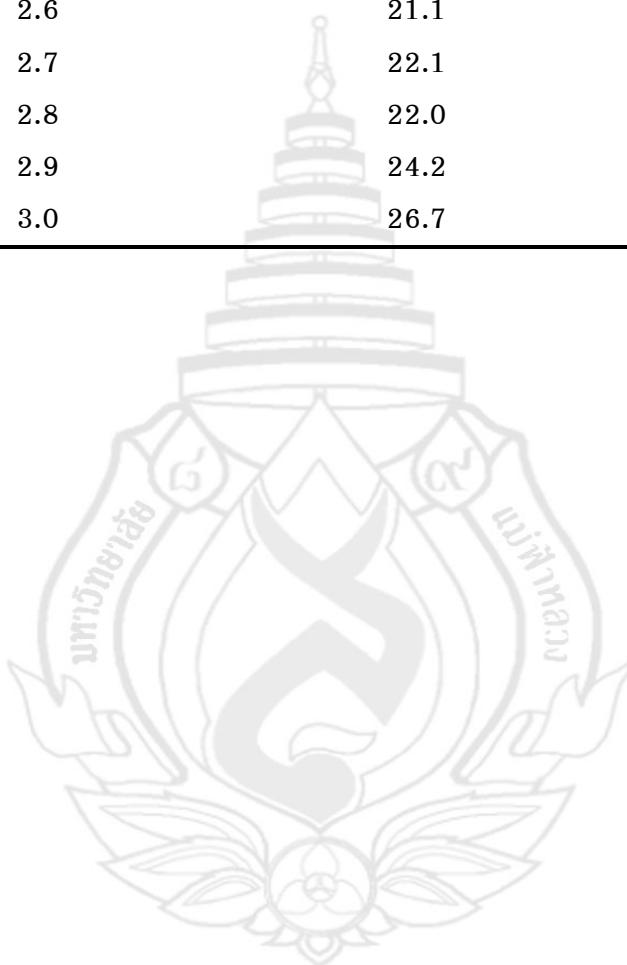
ภาคผนวก ค

ตารางความสัมพันธ์ระหว่างความหนืด และปริมาณสารช่วยกระจายตัว

ปริมาณสารช่วยกระจายตัว ในน้ำสลิป 500 มิลลิลิตร	ความหนืด (เซนติปัวส์)	
	ไม่ใช้สารยัดเกาะ	ใช้สารช่วยยัดเกาะ
0	656.4	681.1
0.1	646.5	637.2
0.2	596.8	583.5
0.3	584.9	545.3
0.4	580.7	450.9
0.5	324.9	345.7
0.6	268.9	202.6
0.7	152.7	136.5
0.8	114.3	117.8
0.9	96.9	101.3
1.0	81.6	95.4
1.1	60.7	82.9
1.2	44.3	71.2
1.3	40.5	68.9
1.4	37.8	58.3
1.5	35.2	54.6
1.6	22.3	50.6
1.7	20.2	49.1
1.8	20.2	47.4
1.9	19.8	46.3
2.0	20.8	45.1
2.1	20.1	44.8
2.2	19.7	43.4
2.3	21.5	42.9
2.4	21.2	42.6
2.5	21.2	43.6

ตารางความสัมพันธ์ระหว่างความหนืด และปริมาณสารช่วยกระจายตัว(ต่อ)

ปริมาณสารช่วยกระจายตัว ในน้ำสลิป 500 มิลลิลิตร	ความหนืด (เซนติปัวส์)	
	ไม่ใช้สารยัดเกาะ	ใช้สารช่วยยัดเกาะ
2.6	21.1	43.9
2.7	22.1	45.3
2.8	22.0	46.8
2.9	24.2	48.1
3.0	26.7	49.6



ภาคผนวก ง

การหาความหนาแน่นสัมพัทธ์

กำหนดความหนาแน่นอะลูมินาตามทฤษฎีคือ 3.97 g/cm^3

กำหนดความหนาแน่นเซอร์โคเนียตามทฤษฎีคือ 6.1 g/cm^3

$$\rho_{\text{เฉลี่ย}} = \frac{m_{\text{รวม}}}{V_{\text{รวม}}} = \frac{m_z + m_a}{V_z + V_a} \dots\dots\dots 1$$

จากสมการ $\rho = \frac{m}{V}$ หรือ $V = \frac{m}{\rho} \dots\dots\dots 2$

แทนค่า 2 ใน 1 $\rho_{\text{เฉลี่ย}} = \frac{m_z + m_a}{\frac{m_z}{\rho_z} + \frac{m_a}{\rho_a}}$

เมื่อ $\rho_{\text{เฉลี่ย}} =$ ความหนาแน่นเฉลี่ยของเซอร์โคเนีย และอะลูมินาทางทฤษฎีเปลี่ยนแปลงตามอัตราส่วนที่เติม (g/cm^3)

$\rho_z =$ ความหนาแน่นเซอร์โคเนียทางทฤษฎี (g/cm^3)

$\rho_a =$ ความหนาแน่นอะลูมินาทางทฤษฎี (g/cm^3)

$m_z =$ มวลของเซอร์โคเนีย (g)

$V_z =$ ปริมาตรของเซอร์โคเนีย (cm^3)

$m_a =$ มวลของอะลูมินา (g)

$V_a =$ ปริมาตรของอะลูมินา (cm^3)

ตัวอย่างการคำนวณหา $\rho_{\text{เฉลี่ย}}$ สำหรับการเตรียมผงเซรามิกเซอร์โคเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ และอะลูมินา 80 เปอร์เซ็นต์ (รวม 100 กรัม)

$$\text{จากสมการที่ 1 แทนค่า } \rho_{\text{เฉลี่ย}} = \frac{20 + 80}{6.1 \times 3.97}$$

$$\rho_{\text{เฉลี่ย}} = \frac{100}{3.27 + 20.15}$$

$$\rho_{\text{เฉลี่ย}} = 4.26 \text{ g/cm}^3$$

เมื่อทราบค่า $\rho_{\text{เฉลี่ย}}$ ในทางทฤษฎีแล้วให้เปรียบเทียบค่าความหนาแน่นทางปฏิบัติที่วัดมาได้เป็นค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มีหน่วยเป็น เปอร์เซ็นต์ เช่นหากวัดความหนาแน่นในขั้นทดสอบได้ 4 g/cm^3 จะได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์

$$\frac{4}{4.26} \times 100 = 93.89 \text{ เปอร์เซ็นต์}$$

ภาคผนวก จ

ตารางแสดงความสัมพันธ์ความหนาแน่นการทดลอง และความหนาแน่นทาง
ทฤษฎี

ชนิดทดสอบ	ความหนาแน่นจากการ ทดลอง (g/cm^3)	ความหนาแน่นเฉลี่ยทาง ทฤษฎี (g/cm^3)	ความหนาแน่น สัมพันธ์ (%)
015	2.57	3.97	63.74
515	2.58	4.04	63.85
1015	2.65	4.11	64.42
1515	2.68	4.19	63.97
2015	2.70	4.27	63.26
3015	2.82	4.43	63.59
016	2.73	3.97	68.77
516	2.81	4.04	69.55
1016	3.08	4.11	74.87
1516	3.18	4.19	75.91
2016	3.34	4.27	78.26
3016	3.56	4.43	80.28
017	3.33	3.97	83.88
517	3.42	4.04	84.64
1017	3.62	4.11	86.34
1517	3.68	4.19	86.85
2017	3.73	4.27	87.39
3017	3.89	4.43	87.72

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายวิโรจน์ ยอดวุฒิ
วัน เดือน ปี เกิด	29 ตุลาคม 2520
ประวัติการศึกษา	
ระดับประกาศนียบัตรชั้นต้น	ช่างยนต์ วิทยาลัยเทคนิคเชียงราย จ.เชียงราย พ.ศ.2539
ระดับประกาศนียบัตรชั้นสูง	เครื่องกล สาขาวิชาช่างยนต์ สถาบันเทคโนโลยีราชมงคลวิทยาเขตภาคพายัพ จ.เชียงใหม่ พ.ศ.2541
ระดับปริญญาตรี	สาขาวิศวกรรมเครื่องกล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ จ. กรุงเทพฯ พ.ศ. 2544
ประวัติการทำงาน	พ.ศ. 2545 ประกอบกิจการส่วนตัว