

การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์
ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย

นางสาวอำภาพร พรหมแสน

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2554

**IMPROVEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES
OF ALUMINA-SILICON CARBIDE COMPOSITE
WITH ZIRCONIA PARTICLES**

Ampaporn Promsen

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Ceramic Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2011**

การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์
ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต



คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(รศ. ดร.สุทิน กุหาเรืองรอง)

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(ผศ. ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก)

กรรมการ

(ศ. ดร.ชูกิจ ลิมปิจำนงค์)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ

(รศ. ร.อ. ดร.กนต์ธร ชำนิประศาสน์)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

อภาพร พรหมเสน : การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์
ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย (IMPROVEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF
ALUMINA-SILICON CARBIDE COMPOSITE WITH ZIRCONIA PARTICLES)
อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กิ่งวานตระกูล, 143 หน้า.

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาอิทธิพลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้แก่ ด้านความแข็งแรง ความเหนียว และความแข็ง โดยใช้เซอร์โคเนียที่มีปริมาณอิทธิพลออกไซด์ร้อยละ 3 โมล เป็นสารเติมแต่ง โดยผสมผงเซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร เป็นสารเติมแต่งลงในผงอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ทำการอัดขึ้นรูป แล้วนำไปเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 240 นาที หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ ได้แก่ วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค และทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรง ความเหนียว และความแข็ง

ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าชิ้นงานที่มีส่วนผสมของอะลูมินาปริมาณร้อยละ 75 และ 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 25 โดยปริมาตร ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะมีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุดเท่ากับ 249.62 ± 24.07 MPa ชิ้นงานที่มีส่วนผสมของอะลูมินาปริมาณร้อยละ 90 และ 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 10 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะมีค่าความแข็งแรงสูงสุดเท่ากับ 9.16 ± 0.61 GPa และชิ้นงานที่มีส่วนผสมของอะลูมินาปริมาณร้อยละ 80 และ 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 20 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะมีค่าความเหนียวสูงสุดเท่ากับ 5.66 ± 0.10 MPa.m^{1/2}

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
ปีการศึกษา 2554

ลายมือชื่อนักศึกษา _____
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา _____

AMPAPORN PROMSEN : IMPROVEMENT OF MECHANICAL
PROPERTIES OF ALUMINA-SILICON CARBIDE COMPOSITE WITH
ZIRCONIA PARTICLES. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. SUKASEM
KANGWANTRAKOOL., Ph.D., 143 PP.

ALUMINA-SILICON CARBIDE/ZIRCONIA COMPOSITE

The purpose of this work was studied the effect of 3Y-ZrO₂ additive on mechanical properties of Al₂O₃-SiC based composites. The addition of 3Y-ZrO₂ particles was 10, 15, 20 and 25 vol.%, respectively and sintered at 1550, 1600 and 1650°C for 240 min. by embedding method. Sintered Al₂O₃-SiC/3Y-ZrO₂ composites were characterized on the density, phase of composites and microstructure. Mechanical properties were measured on the flexural strength, fracture toughness and hardness.

The results showed that the highest flexural strength of 250±24.07 MPa was obtained with 75 vol.% Al₂O₃-SiC, 25 vol.% 3Y-ZrO₂ composite sintered at 1600°C. The highest hardness of 9.16±0.61 GPa was obtained with 90 vol.% Al₂O₃-SiC, 10 vol.% 3Y-ZrO₂ sintered at 1600°C while the maximum fracture toughness of 5.66±0.10 MPa.m^{1/2} was obtained with 80 vol.% Al₂O₃-SiC, 20 vol.% 3Y-ZrO₂ sintered at 1600°C.

School of Ceramic Engineering

Academic Year 2011

Student's Signature _____

Advisor's Signature _____

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจาก ผู้วิจัยได้รับกำลังใจและความช่วยเหลือจากผู้มีพระคุณทุกท่านที่ได้กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำ ช่วยเหลือ อย่างดียิ่ง อาทิเช่น

คุณพ่อสมัย พรหมเสน และคุณแม่อำไพ พรหมเสน ผู้ให้การเลี้ยงดูอบรมสั่งสอน และเป็นผู้ที่คอยชื่นชมในความสำเร็จของผู้วิจัยมาโดยตลอด

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ที่ให้คำปรึกษาและคอยแนะนำในสิ่งที่เป็นประโยชน์กับผู้วิจัยทั้งเรื่องทางวิชาการและเรื่องส่วนตัว

อาจารย์ ดร.วิระยุทธ ลอประยูร รองศาสตราจารย์ ดร.จรัสศรี ลอประยูร รองศาสตราจารย์ ดร.สุทิน คุณาเรืองรอง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ ทัฬหสูวเนน รัตนจันทร์ และ อาจารย์ ดร.สุคเชตต์ พจน์ประไพ ผู้ให้คำแนะนำและคอยให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์กับผู้วิจัย

คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ผู้ที่คอยให้การช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในด้านงานเอกสารแก่ผู้วิจัย

สถาบันวิจัยและพัฒนามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี หน่วยงานที่สนับสนุนเงินทุนในการวิจัย

ท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลท่านอื่นที่ไม่ได้เอยนาม ได้แก่ เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือต่าง ๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

อำภาพร พรหมเสน

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 อะลูมินา.....	4
2.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	5
2.3 เซอร์โคเนีย.....	9
2.4 รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย.....	10
2.4.1 Partially Stabilised Zirconia.....	11
2.4.2 Tetragonal Zirconia Polycrystals.....	12
2.4.3 Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix.....	14
2.5 กระบวนการเกิดความเหนียวของเซอร์โคเนีย.....	14
2.6 วัสดุเชิงประกอบ.....	16
2.6.1 ส่วนประกอบของวัสดุเชิงประกอบ.....	16
2.6.2 วัสดุเนื้อหลัก.....	16
2.6.3 วัสดุเสริมแรง.....	17

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.6.4	อันตรายภาค.....	18
2.7	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	19
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	28
3.1	อุปกรณ์การทดลอง.....	28
3.2	วัสดุและสารเคมี.....	29
3.2.1	ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide Powder).....	29
3.2.2	ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon Carbide Nano Powder).....	29
3.2.3	ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder).....	29
3.2.4	ผงอิทเทียมออกไซด์ (Yttrium Oxide Powder).....	30
3.3	วิธีการทดลอง.....	30
3.3.1	การทดลองเบื้องต้น.....	30
3.3.2	การทดลองงานวิจัย.....	33
3.3.3	การออกแบบการทดลอง.....	34
3.3.4	การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	35
3.3.5	การเตรียมแผ่นตัวอย่าง.....	36
3.3.6	การเผาผนึกแผ่นตัวอย่างด้วยวิธีการฝังกลบ.....	37
3.3.7	การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง.....	39
3.3.8	การทดสอบความทนต่อการตัดโค้ง.....	39
3.3.9	การทดสอบความแข็งแรงจุดภาค.....	41
3.3.10	การหาค่าความเหนียว.....	42
3.3.11	การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	43
4	ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	44
4.1	การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารเติมแต่ง 3Y-ZrO ₂	44
4.2	ผลของปริมาณสารเติมแต่ง 3Y-ZrO ₂ ต่อลักษณะเฉพาะ และสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 240 นาที.....	45

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น.....	45
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนวัฏภาค.....	48
4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค.....	56
4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและความแข็ง.....	61
4.3 การวิเคราะห์เชิงสถิติโดยใช้ ANOVA TEST ด้วยโปรแกรม Design Expert.....	71
4.3.1 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาพูนึก ที่มีผลต่อความทนต่อการตัดโค้ง (Flexural Strength) ของวัสดุเชิงประกอบ Al ₂ O ₃ -SiC/3Y-ZrO ₂	71
4.3.2 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาพูนึก ที่มีผลต่อความแข็ง (Hardness) ของวัสดุเชิงประกอบ Al ₂ O ₃ -SiC/3Y-ZrO ₂	73
4.3.3 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาพูนึก ที่มีผลต่อความเหนียว (Toughness) ของวัสดุเชิงประกอบ Al ₂ O ₃ -SiC/3Y-ZrO ₂	75
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	78
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	78
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	79
รายการอ้างอิง.....	80
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก. XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา ซิลิกอนคาร์ไบด์ m-ZrO ₂ และ t-ZrO ₂	83
ภาคผนวก ข. มาตรฐานการทดสอบ ASTM.....	88
ภาคผนวก ค. โครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบ ด้วยเครื่องMicrohardness Tester.....	106

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ภาคผนวก ง. การออกแบบการทดลองและการทดสอบ ANOVA TEST.....	110
ภาคผนวก ช. บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่.....	124
ประวัติผู้เขียน.....	143

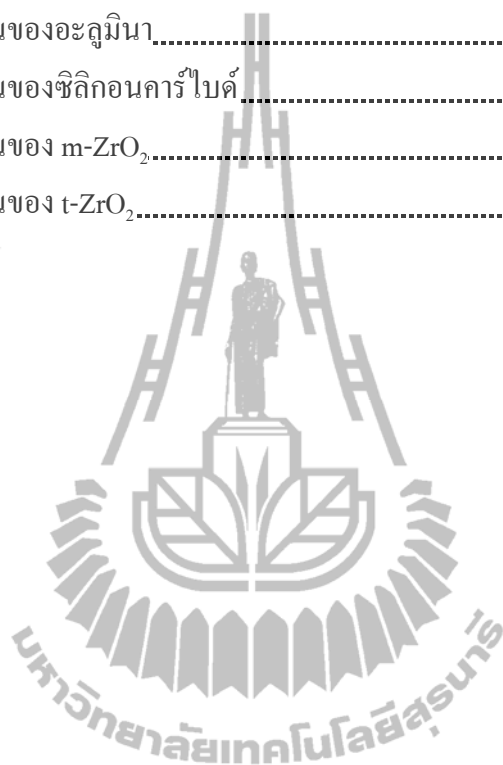


สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1	แสดงสมบัติเชิงกลของวัสดุเซรามิก.....1
2.1	สมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์.....6
2.2	แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความแข็งและ ความเหนียววัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/SiC (Shi et al., 2010).....19
2.3	ส่วนผสมและอุณหภูมิสำหรับการเผาผนึกสำหรับวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/SiC (Young et al., 2004).....20
2.4	แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งและความเหนียว.....21
2.5	แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว.....22
2.6	แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/ZrO_222
2.7	แสดงส่วนผสมของวัสดุเชิงประกอบ $Al_2O_3 + ZrO_2 + SiC_w$24
2.8	แสดงองค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบ 65vol.% (80:20 $Al_2O_3-ZrO_2$)+35vol.% SiC_w26
3.1	แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....28
3.2	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....29
3.3	อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารเติมแต่ง และอุณหภูมิในการเผาผนึก ของการทดลอง.....35
4.1	ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....45
4.2	ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว ของวัสดุเชิงประกอบ ของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกัน เป็นเวลา 240 นาที.....62
4.3	การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการดัดโค้งด้วย ANOVA.....72
4.4	การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ด้วย ANOVA.....73
4.5	การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ด้วย ANOVA.....75

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
ก.1 XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา.....	84
ก.2 XRD แพทเทิร์นของซิลิกอนคาร์ไบด์.....	85
ก.3 XRD แพทเทิร์นของ m-ZrO ₂	86
ก.4 XRD แพทเทิร์นของ t-ZrO ₂	87



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	แสดงช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินา.....5
2.2	แสดงโครงสร้างซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ทรงลูกบาศก์ (β -SiC) และทรงหกเหลี่ยม (α -SiC).....7
2.3	แสดงเฟสไดอะแกรมของซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ (SiC).....8
2.4	การเปลี่ยนวิฤภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ.....9
2.5	ลักษณะของโครงสร้างจุลภาคของเซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ.....10
2.6	แผนภูมิวิฤภาคของ MgO ใน ZrO ₂12
2.7	แผนภูมิวิฤภาคของ Y ₂ O ₃ ใน ZrO ₂13
2.8	ผลของปริมาณสารสร้างความเสถียรกับขนาด Critical Grain Size.....14
2.9	แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวิฤภาค.....15
2.10	แสดงรูปแบบของวัสดุเสริมแรง.....18
2.11	แสดงอายุการใช้งานวัสดุตัดแต่งของวัสดุเชิงประกอบ Al ₂ O ₃ /SiC (Young et al., 2004).....21
2.12	แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว.....24
2.13	แสดงรูปแบบ Al ₂ O ₃ Crucible สำหรับเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบ.....26
3.1	แผนผังขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 3% โมลอิทเทียมออกไซด์ (3Y).....31
3.2	กราฟข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนีย โดยใช้ 3% โมลอิทเทียมออกไซด์ (3Y).....32
3.3	แผนผังขั้นตอนและวิธีการทดลอง.....33
3.4	การตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของแผ่น ตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ.....34
3.5	เครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 11 ตัน.....37
3.6	แสดงรูปแบบ Al ₂ O ₃ Crucible สำหรับเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบ.....38
3.7	กราฟข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง.....38

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.8	การเรียงลำดับในการจัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ ที่มีความหยาบไปหาละเอียด.....	41
3.9	ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน.....	43
4.1	XRD แพทเทิร์นของผง 3Y เซอร์โคเนีย โดย M แสดงวัฏภาคโมโนคลินิก (m-ZrO ₂) และ T แสดงวัฏภาคเตตระโกนอล (t-ZrO ₂).....	44
4.2	ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการเติม 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 10-25 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	46
4.3	XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C.....	48
4.4	XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C.....	49
4.5	XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C.....	50
4.6	XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS75Z25.....	52
4.7	XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS80Z20.....	53
4.8	XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS85Z15.....	54
4.9	XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS90Z10.....	55
4.10	โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C.....	56
4.11	โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C.....	58
4.12	โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C.....	60
4.13	ค่าความทนต่อการตัด โคน์ของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	63
4.14	ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	65
4.15	ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	66

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.16 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 90 vol.% (95:5 Al ₂ O ₃ : SiC) • 10 vol.% (3Y-ZrO ₂) ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C	68
4.17 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 80 vol.% (95:5 Al ₂ O ₃ : SiC) • 20 vol.% (3Y-ZrO ₂) ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C	69
4.18 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 75 vol.% (95:5 Al ₂ O ₃ : SiC) • 25 vol.% (3Y-ZrO ₂) ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C	70
4.19 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Flexural Strength)	72
4.20 แสดงกราฟ Residuals vs. vol.%ZrO ₂ (Flexural Strength)	73
4.21 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Hardness)	74
4.22 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Hardness)	74
4.23 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Toughness)	75
4.24 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Toughness)	76
ค.1 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C	107
ค.2 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C	108
ค.3 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C	109

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของปัญหา

วัสดุเซรามิกอะลูมินา (Al_2O_3) เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นเนื้อหลักของวัสดุเชิงประกอบกันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี ในด้านความแข็งแรงสูง การนำไฟฟ้าต่ำ ทนต่อสารเคมีได้ดี และมีความต้านทานต่อการออกซิเดชัน เป็นต้น แต่มีสมบัติด้านความเหนียวต่ำ ทำให้มีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรม ดังนั้นจึงได้มีงานวิจัยจำนวนมากที่มุ่งเน้นปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินา เพื่อให้สามารถใช้งานในเชิงวิศวกรรมได้กว้างขึ้น โดยการทำวัสดุอะลูมินาให้อยู่ในรูปของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา โดยใส่วัสดุเสริมแรงชนิดต่าง ๆ อาทิ เช่น SiC ZrO_2 TiN/TiC/TiO₂ BN และ โลหะ เป็นต้น การใช้วัสดุเสริมแรงมีขนาดทั้งในระดับไมโครเมตร และนาโนเมตร ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคของวัสดุเสริมแรงจะมีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ ทั้งทางด้าน ความแข็งแรง ความเหนียว และความแข็ง และพบว่าวัสดุ SiC เป็นวัสดุหนึ่งที่ถูกนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในอะลูมินา เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) มีสมบัติทางด้านความแข็งแรงสูง เมื่อเทียบกับวัสดุอื่น ๆ และมีความแข็งแรงสูงเมื่อเทียบกับ Al_2O_3 ดังแสดงในตารางที่ 1 ในขณะที่สมบัติเชิงกลของ Al_2O_3 ทางด้านความแข็งแรงและความเหนียวค่อนข้างต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับ ZrO_2

ตารางที่ 1.1 แสดงสมบัติเชิงกลของวัสดุเซรามิก (แม้น อมรสิทธิ์)

วัสดุ	ความหนาแน่น g/cm ³	Compressive Strength		Tensile Strength		Flexural Strength		Fracture Strength	
		MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi
Al_2O_3 (99%)	3.85	2585	375	207	30	345	50	4.0	3.63
Si_3N_4 (hot-pressed)	3.19	3450	500	-	-	690	100	6.6	5.99
Si_3N_4 (reaction-bonded)	2.80	770	112	-	-	255	37	3.6	3.27
SiC (sintered)	3.10	3860	560	170	25	550	80	4.0	3.63
ZrO_2 ,9%MgO (partially stabilized)	5.50	1860	270	-	-	690	100	8.0+	7.26+

ดังนั้นจึงมีนักวิจัยสนใจนำวัสดุ SiC มาเสริมแรงใน Al_2O_3 เนื้อหลักจะทำให้ Al_2O_3 มีความแข็งและความแข็งแรงเพิ่มขึ้นแต่มีสมบัติทางด้านความเหนียวต่ำ เนื่องจาก ZrO_2 มีสมบัติทางด้านความเหนียวที่เด่นกว่าเซรามิกชนิดอื่น ๆ เมื่อเติม ZrO_2 ใน Al_2O_3 เนื้อหลัก จะทำให้ Al_2O_3 มีความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่มีความแข็งและความแข็งแรงน้อยกว่าการเติม SiC ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นในปรับปรุงความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC โดยการเติม ZrO_2 ในวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC ให้อยู่ในรูปของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2 โดย SiC มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร และใช้ 3Y- ZrO_2 เติมลงในวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC ในปริมาณที่แตกต่างกัน เพื่อศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ความแข็งแรง และความแข็ง ให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งานทางด้านวัสดุวิศวกรรม ดังเช่น เครื่องมือตัดแต่ง เป็นต้น รวมถึงศึกษาการเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบเพื่อลดต้นทุนในการเผาผนึก

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ความแข็งแรง และความแข็งของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC ด้วยอนุภาค ZrO_2 เพื่อใช้งานทางด้านวัสดุวิศวกรรม เช่น เครื่องมือตัดแต่ง เป็นต้น

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของปริมาณ ZrO_2 และภาวะที่ใช้ในการเผาผนึก ได้แก่ อุณหภูมิที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2

1.2.3 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2 ได้แก่ วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค และความหนาแน่น

1.2.4 เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2 ได้แก่ ความเหนียว ความแข็งแรง และความแข็ง

1.2.5 เพื่อศึกษากลไกการเกิดความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ศึกษาปริมาณ ZrO_2 โดยเติม 10 15 20 25 vol.% ZrO_2 ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2

1.3.2 ตรวจสอบตัวแปรที่สำคัญและภาวะที่ใช้การเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2

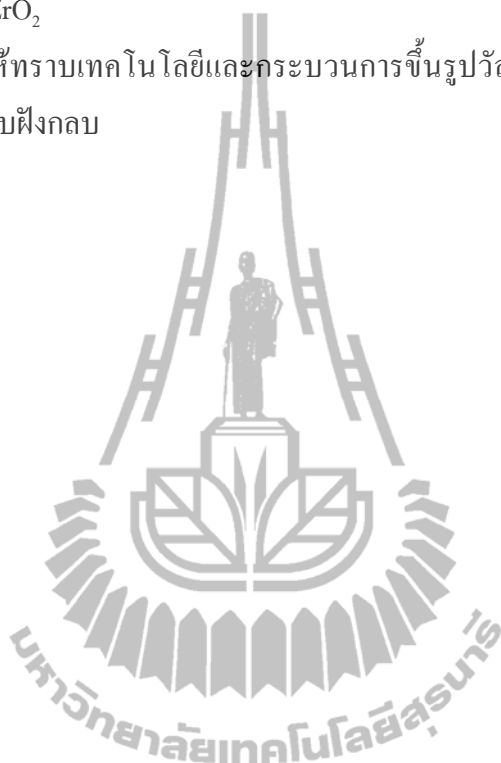
1.3.3 ตรวจสอบวัฏภาค โครงสร้างจุลภาค และความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบปริมาณการเติม ZrO_2 ใน Al_2O_3-SiC ด้วยปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลที่ดี

1.4.2 ทำให้ทราบถึงภาวะหรือตัวแปรที่สำคัญที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3-SiC/ZrO_2

1.4.3 ทำให้ทราบเทคโนโลยีและกระบวนการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3-SiC/ZrO_2 ด้วยวิธีการเผาผนึกแบบฝังกอบ



บทที่ 2

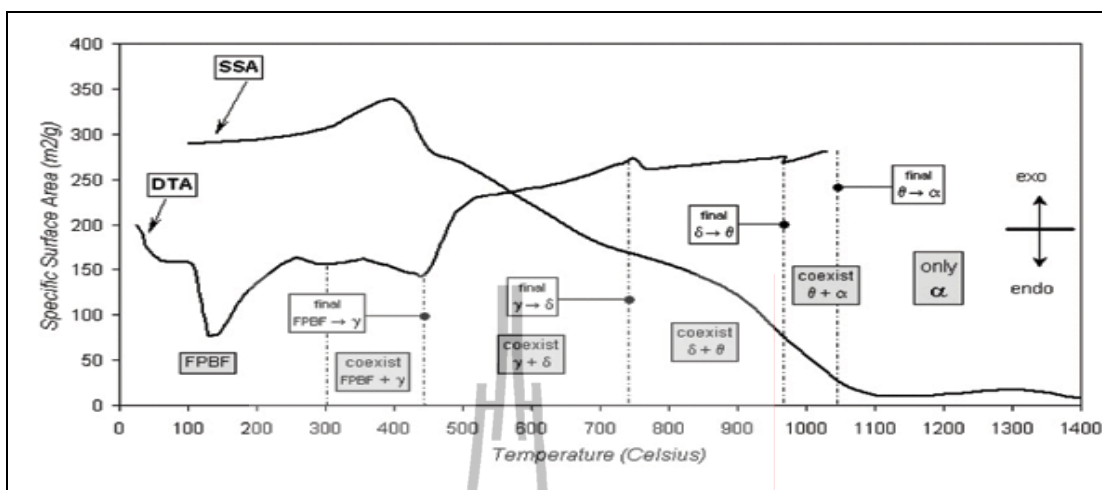
ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมินา

อะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide) มีสูตรทางเคมีเป็น Al_2O_3 ทางเซรามิกเรียกว่า อะลูมินา (Alumina) โครงสร้างของอะลูมินาประกอบด้วยพันธะระหว่างอะลูมิเนียมกับออกซิเจนที่มีความแข็งแรงมาก การทำลายพันธะดังกล่าว ต้องใช้พลังงานสูง ทำให้อะลูมินามีความแข็งแรงมาก อะลูมินาบริสุทธิ์ความแข็ง (Mohs Scale) เท่ากับ 9 มีความถ่วงจำเพาะ 3.97 จุดหลอมเหลว $2054^{\circ}C$ อะลูมินาที่พบในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุที่พบในรูปของ Corundum (Al_2O_3) ประกอบด้วย Diaspore ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) Gibbsite ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) และ Bauxite ($Al_2O_3 \cdot 2H_2O$) โดยแร่ Corundum ที่พบ จะเป็น แร่รัตนชาติ เช่น ทับทิม (Ruby) ไพรีน (Sapphire) นูยราคัม (Yellow Sapphire) เป็นรูปแบบของ Corundum ที่มีมลทิน ในขณะที่ Corundum ที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์และ Hydrate อะลูมินา สามารถสกัดได้จาก แร่บอกไซต์ (Bauxite) และศิลาแดง (Laterite) โดยวิธีของ Bayer (Bayer Process) คือนำแร่มาบดแล้วหลอมด้วยโซดาไฟ (Caustic Soda) จากนั้นแยกตะกอนที่ได้ ออกมาแล้วเผา

อะลูมินาจะพบในรูปอัลฟา (α) แกมมา (γ) และเบต้า (β) อะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูปอัลฟาอะลูมินา ($\alpha-Al_2O_3$) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอัลฟาอะลูมินาและแกมมาอะลูมินา ในอุณหภูมิที่ไม่เกิน $500^{\circ}C$ อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมา หากนำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง $1150-1200^{\circ}C$ จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของอัลฟา แต่เบต้าอะลูมินาจะอยู่ในรูปของสารประกอบโซเดียมคือ Sodium Aluminate ($Na_2O \cdot 11Al_2O_3$)

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งสูง มีความหนาแน่นสูง มีความต้านทานต่อการขัดสีและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดี และมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู (abrasive) อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมเซรามิก และอื่น ๆ ซึ่ง แนวโน้มในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ อุตสาหกรรมที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจ อุตสาหกรรมหนึ่งที่น่าเอาอะลูมินาไปพัฒนาใช้คืออุตสาหกรรมเซรามิก ทั้งเซรามิกดั้งเดิมที่ใช้วัตถุดิบในธรรมชาติซึ่งมีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบ และเซรามิกสมัยใหม่ โดยในอุตสาหกรรม



รูปที่ 2.1 แสดงช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินา (Vieira, 2008)

เซรามิกสมัยใหม่ สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภท เช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วน อิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า อุปกรณ์ส่วนประกอบในจรวด เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น อะลูมินาที่นำมาใช้ในเซรามิกสมัยใหม่นั้นจะใช้ทั้งที่เป็นผง เป็นผลึกเดี่ยว ๆ เป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุน โดยผงอะลูมินาจะเป็นที่นิยมใช้มากที่สุดเพราะเป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการขึ้นรูปแบบต่าง ๆ ได้ดี ทั้งนี้ผงอะลูมินาที่นำมาใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้ โดยการกำจัดมลทินต่าง ๆ ออกไป เช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อการควบคุม microstructure มีผลต่ออัตราการสึกร้อนของอะลูมินารวมทั้งมีผลต่อการเชื่อมพูนึก (sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง (สุจินต์ พราวพันธุ์, 2545)

2.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุทนไฟประเภทที่มีซิลิกอน (Si) และคาร์บอน (C) ซึ่งเป็นองค์ประกอบ คุณสมบัติต่าง ๆ ของซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังตาราง 2.1

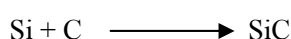
ตารางที่ 2.1 สมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ (Han et al., 2003)

น้ำหนักโมเลกุล	40.10 g
ค่าการขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนที่ 25-1400°C	$4.9 \times 10^{-6} (^{\circ}\text{C})^{-1}$
ค่ามอดูลัสยืดหยุ่น (modulus of elasticity)	440 GPa
จุดหลอมตัว (melting point)	2700 °C
ค่าความร้อนจำเพาะ (specific heat)	0.285 Cal/gK
ความแข็ง (hardness)	9.0-9.5 Moh's scale
ความหนาแน่น (density)	3.10 g/cm^3

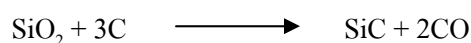
สารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถถูกเผาไหม้ในบรรยากาศออกซิเดชัน (Oxidation atmosphere) ซิลิกอนคาร์ไบด์มีจุดหลอมเหลวที่ 2700 องศาเซลเซียส มีค่าการนำความร้อนสูง การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนค่อนข้างต่ำ ทนต่อความร้อนสูง ทนต่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วได้ดี (Thermal shock resistance) มีค่าความแข็งแรงทางเชิงกลสูง ทนทานต่อการสึกกร่อนทนทานทางเคมี (Chemical resistance) ทนทานต่อบรรยากาศออกซิเดชัน (Oxidation resistance) เป็นต้น

ซิลิกอนคาร์ไบด์ไม่ใช่สารที่เกิดขึ้นโดยธรรมชาติ แต่เป็นสารที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้น โดยปกติซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีโครงสร้างผลึกอยู่ 2 แบบ คือ แบบลูกบาศก์ (Cubic) และแบบทรงหกเหลี่ยม (Hexagonal) ซิลิกอนคาร์ไบด์แบบลูกบาศก์นั้นจะเรียกว่า เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) สามารถสังเคราะห์ขึ้นได้โดยใช้ส่วนผสมของซิลิกอนกับคาร์บอนที่อุณหภูมิต่ำกว่า 2000 องศาเซลเซียส ส่วนซิลิกอนคาร์ไบด์แบบทรงหกเหลี่ยมนั้นเรียกว่า อัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ (α -SiC) ดังรูป 2.2 สำหรับการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์มีอยู่หลายวิธีด้วยกัน คือ

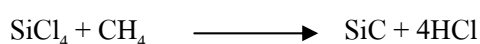
1. สังเคราะห์จากปฏิกิริยาโดยตรงระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอน



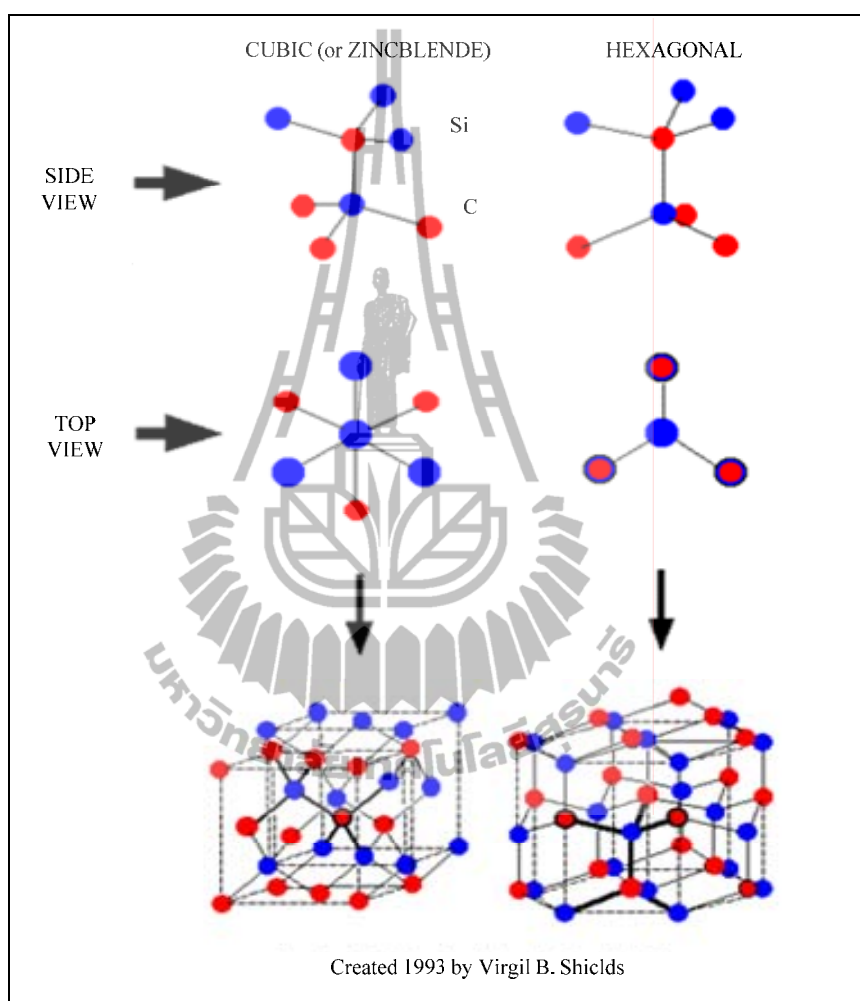
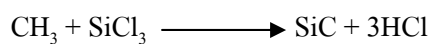
2. สังเคราะห์จากปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ระหว่างซิลิกากับคาร์บอน



3. สังเคราะห์จากปฏิกิริยาในสถานะไอ (Vapor phase reaction or chemical Vapor Deposition : CVD) การเตรียมโดยวิธีนี้จะใช้ซิลิกอนเตตระคลอไรด์ (SiCl_4) ที่อยู่ในสถานะไอทำปฏิกิริยากับก๊าซมีเทน (CH_4)



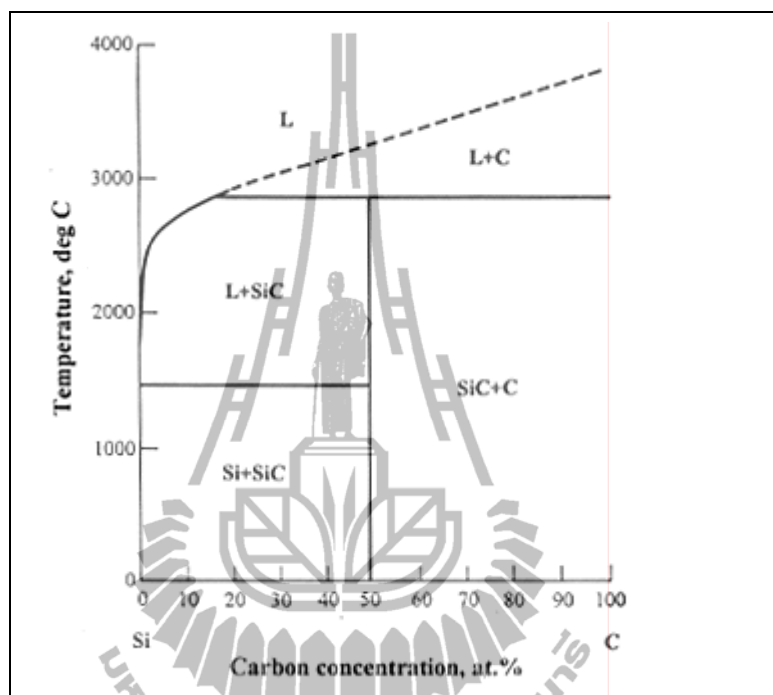
4. สังเคราะห์จากปฏิกิริยาการสลายตัวของเมทิลซิลิกอน ไตรคลอไรด์ (Methylsilicon trichloride)



รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างซิลิกอนคาร์ไบด์ทรงลูกบาศก์ (β -SiC) และทรงหกเหลี่ยม (∞ -SiC) (Virgil, 1993)

ในกระบวนการสังเคราะห์ซิลิกอนและคาร์บอนจะเริ่มทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิประมาณ 1050°C และจะเห็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้เมื่ออุณหภูมิประมาณ $1500-1900^{\circ}\text{C}$ ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะสมบูรณ์ ทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อยู่ในรูปของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ดังรูป 2.3 ส่วนการสังเคราะห์อัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์จะสามารถสังเคราะห์ต่อได้จากปฏิกิริยาการเตรียมเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อได้เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ $1500-1900^{\circ}\text{C}$ จนอุณหภูมิ

สูงถึง 2100°C เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นจะค่อย ๆ เปลี่ยนเป็นอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์จนอุณหภูมิเพิ่มสูงถึง 2400°C การเปลี่ยนจากเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์จะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 2.3 แสดงเฟสไดอะแกรมของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) (Lin, 1998)

นอกจากนี้ซิลิกอนคาร์ไบด์ยังสามารถนำไปผลิตเป็นอุปกรณ์ต่าง ๆ ได้หลากหลายรูปแบบ ในปัจจุบันผลิตภัณฑ์จากซิลิกอนคาร์ไบด์มีใช้หลากหลายชนิด โดยอาศัยสมบัติที่โดดเด่นในการนำไปประยุกต์ใช้ในแต่ละผลิตภัณฑ์ ดังเช่น

1. แหวนกันซึม : แหวนกันซึมที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ จะมีความคงทนต่อการสึกหรอ และการกัดกร่อน มีความเสียดทานน้อย ทนต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างฉับพลัน สามารถนำความร้อนได้ดี มีขนาดที่แม่นยำ และมีน้ำหนักเบา แหวนกันซึมซิลิกอนคาร์ไบด์ สามารถนำมาใช้กับระบบปั๊มที่เกี่ยวข้องกับรถยนต์ ใช้ในโรงกลั่น โรงงานผลิตเชื้อและกระดาษ การทำเหมือง เครื่องกวน และการแช่เย็น

2. ไฮโดรไซโคลน : ไฮโดรไซโคลนซิลิกอนคาร์ไบด์มีความคงทนการสึกหรอสูง สามารถใช้ได้ดีเท่ากับเหมืองหิน อายุการใช้งานของไฮโดรไซโคลน ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ จะนานกว่า 5 เท่าของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากเซรามิกชนิดอื่น

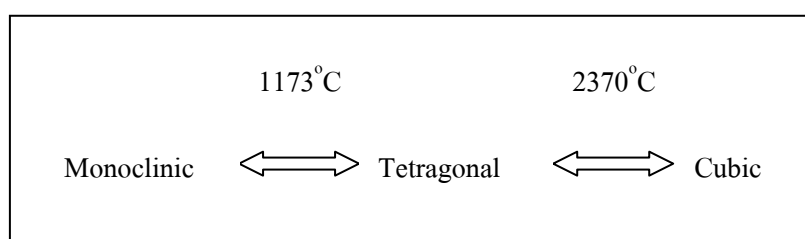
3. ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน : ท่อแลกเปลี่ยนความร้อนซิลิกอนคาร์ไบด์ มีความคงทนต่อการกัดกร่อน สามารถนำความร้อนได้ดี และมีความแข็งแรงสูง นำมาใช้ในโรงงานต่าง ๆ อาทิ โรงผลิตสารเคมี

4. อุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ : วัสดุกึ่งตัวนำที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีน้ำหนักเบา ความแข็งแรงสูง มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง นำความร้อนได้ดีกว่าวัสดุกึ่งตัวนำที่ผลิตจากโลหะสามารถผลิตได้หลากหลายรูปร่างและขนาด วัสดุกึ่งตัวนำซิลิกอนคาร์ไบด์ สามารถนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ต่าง ๆ อาทิ แวกคิวอัม ชัค (vacuum chuck) เซเซพเตอร์ (susceptor) ในกระบวนการผลิตเวเฟอร์กึ่งตัวนำซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่ต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูง

2.3 เซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนียที่เกิดตามธรรมชาติโดยทั่วไปจะพบอยู่ในรูปของแร่แบดเดิลไต์ (Baddeleyite) หรือเซอร์คอน ($ZrSiO_4$) ซึ่งการที่จะได้เซอร์โคเนียที่บริสุทธิ์นั้น จะต้องทำการแยกสิ่งเจือปนที่ไม่ต้องการออก โดยผ่านกรรมวิธีการผลิตที่ซับซ้อนและทันสมัย

เซอร์โคเนียบริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในวัฏภาคแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้องและจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้ (Stevens, 1986)



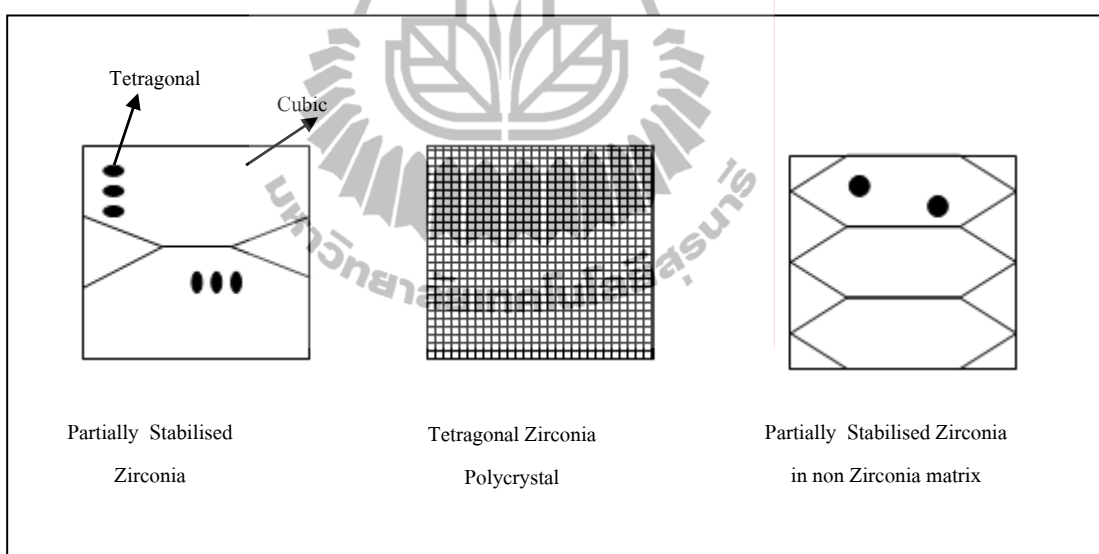
รูปที่ 2.4 การเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ (Chawla, 1993)

แต่ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรดังกล่าวนี้ก็เป็จุดเด่นพิเศษของเซอร์โคเนียที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้โดยการเติมสารบางตัวที่เรียกว่าสารสร้างความเสถียร (Stabilizer) เมื่อเติมสารดังกล่าวแล้ว เซอร์โคเนียจะสามารถนำมาใช้งานที่อุณหภูมิห้องได้และยังเกิดสมบัติพิเศษที่สำคัญประการหนึ่งคือ ความเหนียว

2.4 รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย

ดังที่ได้กล่าวในเบื้องต้นแล้วว่า เซอร์โคเนียไม่สามารถนำมาใช้งานได้ตามลำพังที่อุณหภูมิห้องจำเป็นต้องเติมสารสร้างความเสถียรบางตัวเข้าไป โดยสารที่นิยมใช้โดยทั่วไปได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) อิตเทียมออกไซด์ (Y_2O_3) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยสารดังกล่าวนี้จะทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะไปทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียเสถียรในรูปแบบเตตระโกนอลหรือลูกบาศก์ การเติมสารสร้างความเสถียรที่ต่างชนิดและปริมาณที่ต่างกันจะทำให้ได้ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะความต่างของโครงสร้างจุลภาค ได้เป็น 3 ลักษณะคือ

1. Partially Stabilised Zirconia
2. Tetragonal Zirconia Polycrystal
3. Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix



รูปที่ 2.5 ลักษณะของโครงสร้างจุลภาคของเซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ (Richard, Hannink, Patrick, Kelly, and Barry, Muddle, 2000)

ซึ่งจากลักษณะของ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกันจึงทำให้เกิดชื่อเรียกและสัญลักษณ์ของ เซอร์โคเนียแตกต่างกันออกไปเช่น

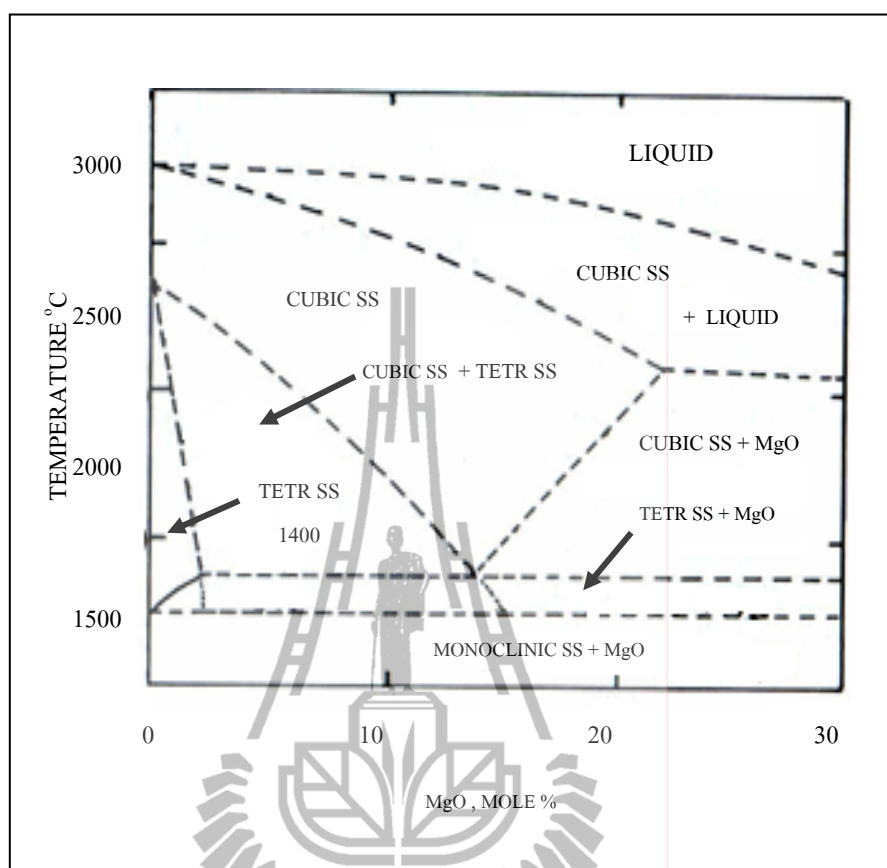
- TZP Tetragonal Zirconia Polycrystal
- PSZ Partially Stabilised Zirconia

- FSZ Fully Stabilised Zirconia
- TTC Transformation Toughened Ceramics
- ZTA Zirconia Toughened Alumina
- TTZ Transformation Toughened Zirconia

2.4.1 Partially Stabilised Zirconia

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนเสถียร (Stable) ในวัฏภาคเตตระโกนอลแล้ว กระจายอยู่ในวัฏภาคลูกบาศก์ โดยทั่วไปการทำให้เกิดโครงสร้างลักษณะนี้จะใช้ MgO และ CaO เป็นสารสร้างความเสถียร โดยหากพิจารณาจากแผนภูมิวัฏภาคในรูปที่ 2.6 ในระบบของ ZrO_2 และ MgO เมื่อเราพิจารณาปริมาณของ MgO ในช่วง 6%mol - 8%mol จะพบว่าที่อุณหภูมิ ประมาณ 2000-2450°C เกิดสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ในวัฏภาคลูกบาศก์ หากทำให้ สารละลายของแข็งนี้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (Quench) มาอยู่ในบริเวณที่เกิดสารละลายของแข็ง วัฏภาค ลูกบาศก์และวัฏภาคเตตระโกนอลในบริเวณนี้ จะเกิดนิวเคลียสของสารละลายของแข็งวัฏภาค เตตระโกนอลซึ่งสามารถควบคุมขนาดของนิวเคลียสได้ โดยการคุมอัตราการลดอุณหภูมิ (Cooling Rate) จากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวมาที่อุณหภูมิต่ำ

จากกระบวนการดังกล่าวจะได้ PSZ ซึ่งผลึกของ t- ZrO_2 นี้จะสามารถเปลี่ยนรูปเป็น โมโนคลีนิกเซอร์โคเนีย (m- ZrO_2) ได้เมื่อมีแรงจากภายนอกมากระทำ ซึ่งเป็นกระบวนการการเกิด ความเหนียวที่สำคัญกระบวนการหนึ่ง ซึ่งจะกล่าวถึงในรายละเอียดต่อไป

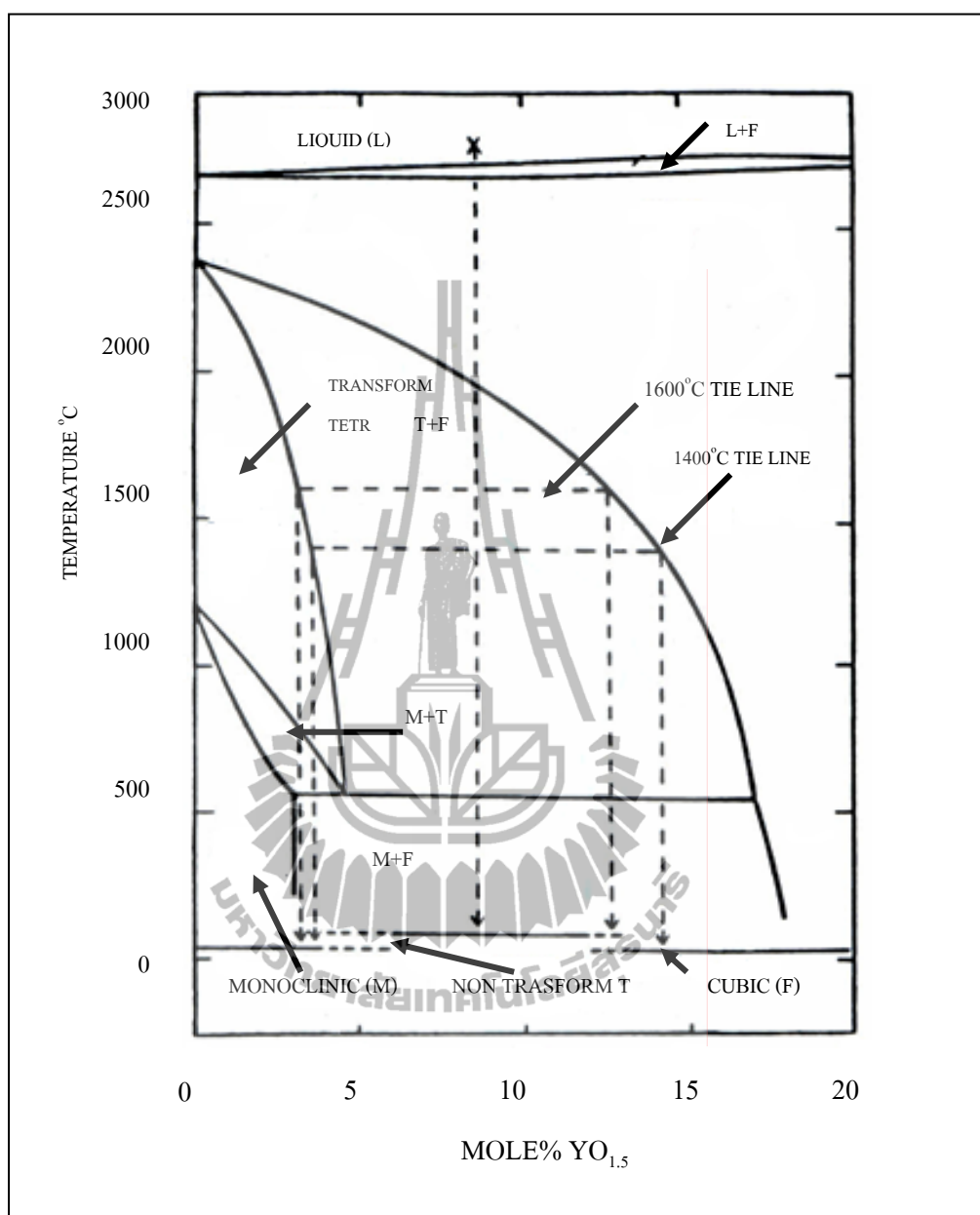


รูปที่ 2.6 แผนภูมิวิวัฒนาการของ MgO ใน ZrO₂ (Grain C.F., 1967)

2.4.2 Tetragonal Zirconia Polycrystal (TZP)

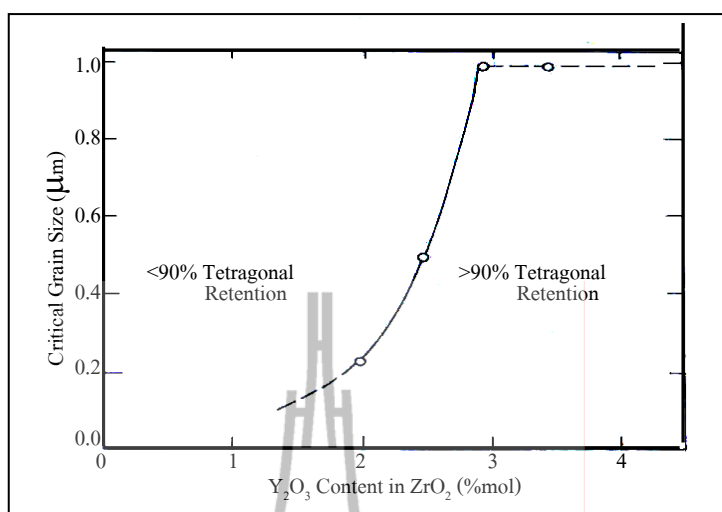
คือ เซอร์โคเนียที่เสถียรอยู่ในวิวัฒนาการเตตระโกนอลทั้งหมด โดยทั่วไปจะเกิดจากการใช้ Y₂O₃ เป็นสารสร้างความเสถียร หากพิจารณาแผนภูมิวิวัฒนาการในระบบ ZrO₂-Y₂O₃ (รูปที่ 2.7) บริเวณ 0 mol% - 5 mol% ของ Y₂O₃ จะพบว่าในช่วงอุณหภูมิประมาณ 1300 - 1650°C เซอร์โคเนียจะอยู่ในวิวัฒนาการเตตระโกนอลเกือบ 100% ซึ่งหากทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสภาพดังกล่าวเย็นตัวอย่างรวดเร็วมาที่อุณหภูมิห้อง จะได้เซอร์โคเนียที่อยู่ในรูปของ TZP

จากการศึกษาสมบัติระหว่างความแข็งแรงกับขนาดอนุภาคของ TZP พบว่าเมื่อขนาดของอนุภาคใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) (แสดงในรูปที่ 2.8) โครงสร้างเตตระโกนอล จะสามารถเปลี่ยนวิวัฒนาการได้เองตามธรรมชาติ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวิวัฒนาการนี้จะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลง (Stevens, 1986)



รูปที่ 2.7 แผนภูมิวิวัฒนาการของ Y₂O₃ ใน ZrO₂ (Miller R.A., Smialek R.G., and Garlick, 1981)

จากที่กล่าวเบื้องต้นว่าขนาดของเกรน (Grain Size) ของ TZP มีผลต่อค่าความแข็งแรง ดังนั้นจึงมีการศึกษาหาขนาดวิกฤตที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิวัฒนาการของเซอร์โคเนียพบว่า ขนาดวิกฤตขึ้นอยู่กับปริมาณของสารสร้างความเสถียรที่เติมลงไป ดังรูปที่ 2.8 (Stevens, 1986)



รูปที่ 2.8 ผลของปริมาณสารสร้างเสถียรกับขนาด Critical Grain Size (Stevens, 1986)

2.4.3 Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix

คือ เซอร์โคเนียที่มีความละเอียดระดับไมครอนกระจายอยู่ในเนื้อหลัก (Matrix) อื่นที่ไม่ใช่เซอร์โคเนีย เช่น อะลูมินาหรือมุลไลต์ หากกระจายอยู่ในเนื้อหลักที่เป็นอะลูมินา โดยทั่วไปจะเรียกว่า Zirconia Toughened Alumina (ZTA) หรือหากเซอร์โคเนียถูกกระจายอยู่ในเนื้อหลักซึ่งเป็นมุลไลต์ก็จะถูกเรียกว่า Zirconia Toughened Mullite (ZTM)

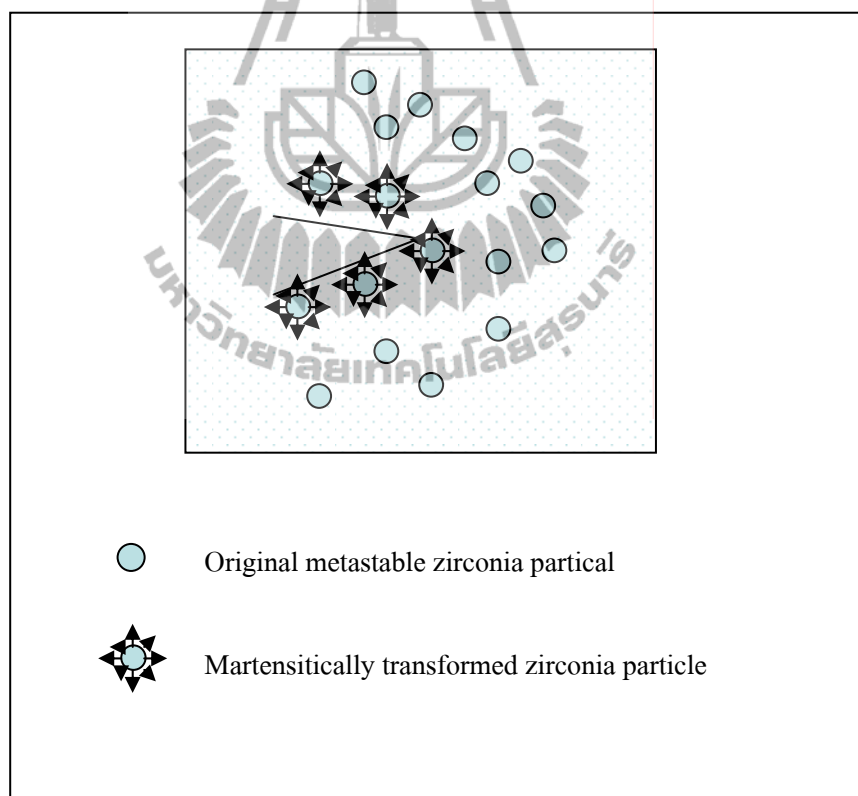
2.5 กระบวนการเกิดความเหนียวของเซอร์โคเนีย

กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย

คือการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนียจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ โดยทั่วไปแล้วเมื่อทำการลดอุณหภูมิหลังจากการเผาผนึก เซอร์โคเนียจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ที่อุณหภูมิประมาณ 1200°C อย่างไรก็ตาม เซอร์โคเนียที่มีขนาดอนุภาคเล็กหรือถูกบังคับโดยวัฏภาคหลัก (เช่น เซอร์โคเนียที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของอะลูมินา) เซอร์โคเนียเหล่านี้จะสามารถคงตัวอยู่ในสถานะอุปเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ ได้ กระบวนการเกิดความเหนียวโดยการเปลี่ยนวัฏภาคนี้จะเริ่มขึ้นเมื่อ มีรอยร้าวเกิดขึ้นภายในชิ้นงาน รอยร้าวที่เกิดขึ้นนี้จะส่งผลทำให้บริเวณที่มีรอยร้าวเกิดแรงเค้น ซึ่งพลังงานส่วนนี้จะทำให้เซอร์โคเนียที่อยู่ในสถานะเสถียรของ $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนกลับไปอยู่ในรูปของ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งผลของการเปลี่ยนวัฏภาคนี้จะทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตร โดยจะขยายตัวประมาณ 3% ส่งผลให้เกิดแรงกดบริเวณปลายของรอยร้าว จึงทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้

ตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการเกิดความเหนียวนี้คือ ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เซอร์โคเนียจะมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคเนื่องจากแรงเค้นที่เกิดโดยรอยร้าวขนาดหนึ่งเท่านั้น ซึ่งจะเรียกขนาดนี้ว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) ถ้าอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กไปกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะไม่ยอมเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวขึ้นในชิ้นงาน แต่ถ้าเซอร์โคเนียมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนวัฏภาคเองโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดวิกฤตนี้จะถูกกำหนดโดย การบังคับของวัฏภาคหลัก และธรรมชาติของเซอร์โคเนียเอง (Stevens, 1986)

จากกระบวนการดังกล่าวข้างต้นอาจกล่าวได้ว่า ความเหนียวของชิ้นงานขึ้นอยู่กับปริมาณของ $t\text{-ZrO}_2$ หากชิ้นงานมี $t\text{-ZrO}_2$ มากชิ้นงานก็มีแนวโน้มที่จะมีความเหนียวเพิ่มขึ้น (Cahn, Haasen, and Kramer, 1993)



รูปที่ 2.9 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค (Stevens, 1986)

2.6 วัสดุเชิงประกอบ

วัสดุเชิงประกอบคือ วัสดุที่ประกอบขึ้นจากการรวมกันของส่วนประกอบตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป ซึ่งประกอบไปด้วยเฟสต่อเนื่อง (Continuous phase) หรือเฟสหลัก (Matrix phase) และเฟสกระจายตัว (Distributed phase) หรือเฟสเสริมแรง (Reinforcing phase) ซึ่งเฟสกระจายตัวหรือเฟสเสริมแรงอาจมีได้มากกว่า 1 ชนิดขึ้นไป ส่วนประกอบที่มาวมกันจะมีความแตกต่างกันทั้งในด้านฟิสิกส์ องค์ประกอบทางเคมี และที่สำคัญต้องไม่เป็นตัวทำลายซึ่งกันและกัน สมบัติเดิมของส่วนประกอบแต่ละส่วนจะมีสมบัติอย่างใดอย่างหนึ่งดีเด่นมากกว่ากัน ดังนั้นเมื่อนำมาทำวัสดุเชิงประกอบจะได้วัสดุใหม่ที่มีสมบัติที่ดีทั้งหมดของส่วนประกอบตั้งต้นรวมอยู่ในวัสดุเชิงประกอบนั้น (ศุภสโรช หมั่นสิทธิ์, 1995)

2.6.1 ส่วนประกอบของวัสดุเชิงประกอบ

1. วัสดุเนื้อหลัก (Matrix)
2. วัสดุเสริมแรง (Reinforcement)
3. อินตรภาค (Interface)

2.6.2 วัสดุเนื้อหลัก

วัสดุที่มีปริมาณมากในวัสดุเชิงประกอบ มีหน้าที่ห่อหุ้มหรือยึดจับวัสดุเสริมแรงให้ฝังตัวอยู่ได้และมักมีสมบัติที่ดีกว่าวัสดุเสริมแรง สมบัติที่ดีของวัสดุเนื้อหลัก คือ

1. ไม่เกิดปฏิกิริยาทางเคมีกับวัสดุเสริมแรงในระหว่างการขึ้นรูปหรือระหว่างการเผาผนึก เพราะถ้าเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น จะทำให้สมบัติของวัสดุเนื้อหลักและวัสดุเสริมแรงเปลี่ยนไป เพราะฉะนั้นก่อนและหลังการขึ้นรูปหรือการเผาผนึก วัสดุเนื้อหลักกับวัสดุเสริมแรงควรมีรูปร่างเหมือนกันยกเว้นบริเวณอินตรภาคที่จะมีการเปลี่ยนแปลง
2. ไม่เปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพหรือรูปร่างของวัสดุเสริมแรง เช่น วัสดุเนื้อหลักต้องไม่ทำให้วัสดุเสริมแรงเกิดการแตกหรือหักได้ง่าย วัสดุเนื้อหลักควรจะมีคุณสมบัติหุ้มพอให้วัสดุเสริมแรงเคลื่อนที่หรือยับตัวได้บ้าง
3. วัสดุเนื้อหลักควรมีสถานะทางเคมีที่เสถียร (Chemically stable) ไม่เปลี่ยนแปลงสถานะหรือโครงสร้างง่าย ๆ
4. สามารถที่จะห่อหุ้มวัสดุเสริมแรงได้กล่าวคือ วัสดุเนื้อหลักยอมให้วัสดุเสริมแรงเข้าไปฝังตัวหรือกระจายตัวอยู่ได้โดยไม่หลุด
5. มีความต้านทานการเกิดความล้า (Fatigue) ความคืบ (Creep) และทนแรงกระแทก (Impact) ได้ดี ถ้าวัสดุเนื้อหลักทนแรงกระแทกได้ไม่ดี วัสดุเนื้อหลักจะเกิดรอยแตกและจะวิ่งไปชนวัสดุเสริมแรงที่ขวางอยู่และหากถ้าวัสดุเสริมแรงมีความแข็งแรงกว่าแรงกระแทกก็จะทำให้ไม่เกิดความเสียหายแก่วัสดุเสริมแรง

6. มีความเหนียวสูง (Toughness) ความเหนียว คือความสามารถในการต้านทานรอยแตกร้าวของวัสดุ ในทางเซรามิกวัสดุเนื้อหลักส่วนใหญ่จะมีสมบัติที่เปราะแตกเว้นเซรามิกที่มีความเหนียว ได้แก่ เซอร์โคเนีย (ZrO_2)

7. ไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำ (Hydration) ได้ง่าย เพราะจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายในได้

8. สามารถเข้ากันได้ดีกับวัสดุเสริมแรง ทำให้เกิดพันธะที่แข็งแรง

9. ไม่เกิดการระเหยได้ง่าย (Volatilize)

2.6.3 วัสดุเสริมแรง

คือ วัสดุที่มีปริมาณน้อยในวัสดุเชิงประกอบ มีสมบัติแตกต่างไปจากวัสดุเนื้อหลัก และมีสมบัติที่ดีกว่า ซึ่งสามารถทำให้วัสดุเนื้อหลักมีสมบัติที่ดีขึ้น โดยจะอยู่ในลักษณะกระจายตัวหรือฝังตัวอยู่ในวัสดุเนื้อหลักรวมทั้งการประกบแบบอัดซ้อนกับวัสดุเนื้อหลัก

• สมบัติที่ดีของวัสดุเสริมแรง

1. ความสามารถในการเข้ากันได้กับวัสดุเนื้อหลัก เช่น ความสามารถในการเข้ากันได้ทางเคมี ความสามารถในการทำให้เกิดพันธะที่แข็งแรง

2. เป็นตัวช่วยเสริมแรงสมบัติเชิงกลของวัสดุเนื้อหลัก โดยส่วนใหญ่แล้ววัสดุเสริมแรงจะมีค่าความแข็ง (Hardness) ความแข็งแรง (Strong) และความแกร่ง (Stiff) มากกว่าวัสดุเนื้อหลัก

3. มีน้ำหนักเบา (Light weight) เมื่อนำมาใช้ในวัสดุเชิงประกอบจะได้สมบัติเชิงกลอยู่ในรูปแบบสมบัติเฉพาะ (Specific properties) โดยเป็นสมบัติเชิงกลต่อความหนาแน่น

4. มีความต้านทานต่อการกัดกร่อน (Corrosion)

5. มีความสามารถในการยืดหยุ่น (Flexibility) สูง

6. มีความเหนียว (Toughness) สูง

7. มีความแข็งแรง (Strength) สูง

โดยทั่วไปแล้วรูปร่างและขนาด (Shape and Dimension) ของวัสดุเสริมแรงจะมีผลต่อสมบัติเชิงกลด้วย

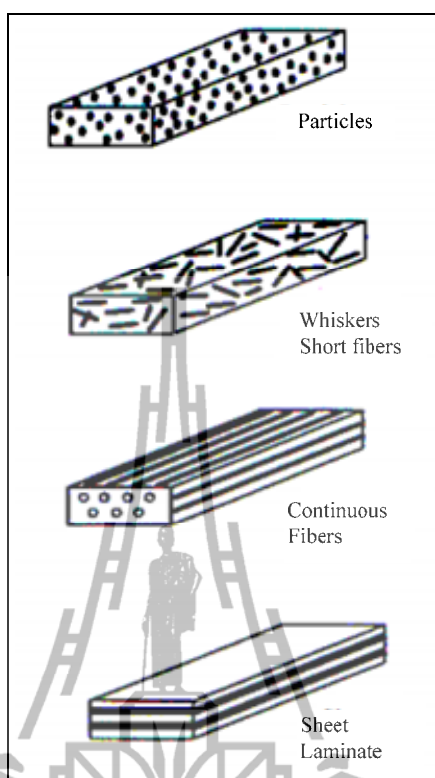
• รูปแบบของวัสดุเสริมแรง

1. อนุภาค (Particles)

2. เส้นใยแบบสั้น (Whiskers or Short fibers)

3. เส้นใยที่มีความต่อเนื่อง (Continuous fibers)

4. แบบแผ่น (Sheet laminate)



รูปที่ 2.10 แสดงรูปแบบของวัสดุเสริมแรง (Chawla, 1993)

- สิ่งที่ต้องพิจารณาในการเลือกใช้วัสดุเนื้อหลักและวัสดุเสริมแรง
 1. จุดหลอมเหลวและการระเหย
 2. ความหนาแน่น
 3. สัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน
 4. ลักษณะการเกิดคืบ
 5. ความแข็งแรง
 6. ความเหนียว
 7. ความสามารถในการเข้ากันได้

2.6.4 อันตรภาค

พื้นที่รอยต่อที่เกิดขึ้นระหว่างผิวหน้า 2 ผิวหน้า หรือ ระหว่าง 2 วัสดุ เช่น ของแข็ง-ของแข็ง หรือ ของแข็ง-ของเหลว เป็นต้น ซึ่งมีความสำคัญต่อวัสดุเชิงประกอบ เนื่องจากอันตรภาคมีอยู่ในวัสดุเชิงประกอบเป็นพื้นที่มาก และโดยทั่วไปวัสดุเนื้อหลักและวัสดุเสริมแรงจะมีค่าทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamics) ที่ไม่สมดุลกันเนื่องจากเป็นวัสดุคนละชนิด ทำให้มีผลต่ออันตรภาค

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วัสดุเซรามิกอะลูมินา (Al_2O_3) เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นเนื้อหลักของวัสดุเชิงประกอบกันอย่างแพร่หลายเนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี แต่มีสมบัติด้านความเหนียวต่ำ ทำให้มีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรม ดังนั้นจึงมีงานวิจัยจำนวนมาก สนใจนำวัสดุ SiC มาเสริมแรงเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้กับ Al_2O_3

Shi et al. (2010) ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ ด้วยวิธี Hot-pressed โดยการเตรียมวัตถุดิบ Al_2O_3 และ SiC ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยประมาณ 1 ไมโครเมตร และศึกษาสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว โดยทำการศึกษาสมบัติที่ส่วนผสม ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{X wt\%SiC}$, X= 5, 10, 15, 20 ตามลำดับ) และใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่แตกต่างกัน จากการทดลองพบว่าที่ส่วนผสม $\text{Al}_2\text{O}_3/5 \text{ wt\%SiC}$ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1635°C จะมีค่าความแข็งแรงสูงสุดและความเหนียวสูงสุด 25.2 GPa และ $7.6 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ตามลำดับ ในขณะที่ส่วนผสม $\text{Al}_2\text{O}_3/20 \text{ wt\%SiC}$ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1735°C จะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นซึ่งมีค่าความแข็งแรงสูงสุด 615 MPa . ดังแสดงตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียว วัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ (Shi et al., 2010)

Sample	Flexural strength (MPa)			Vickers hardness (GPa)			Fracture toughness ($\text{MPa.m}^{1/2}$)		
	1635°C	1685°C	1735°C	1635°C	1685°C	1735°C	1635°C	1685°C	1735°C
Pure Al_2O_3	280±33	-	-	19.6±1.1	-	-	3.2±0.4	-	-
AS5*	364±68	317±23	233±1	25.2±1.3	21.7±1.2	21.4±1.3	7.6±0.2	5.0±0.2	4.3±0.2
AS10*	268±29	569±3	283±30	22.6±1.0	24.5±1.5	22.5±1.2	6.0±0.4	5.6±0.3	5.1±0.3
AS15*	-	425±26	404±7	21.0±1.2	24.1±1.1	23.8±1.0	5.0±0.4	4.5±0.5	3.0±0.4
AS20*	460±12	584±14	615±25	20.0±0.9	24.1±1.4	25.2±1.0	4.1±0.1	4.2±0.1	3.7±0.4

หมายเหตุ : * AS5 = $\text{Al}_2\text{O}_3/5 \text{ wt\%SiC}$, AS10 = $\text{Al}_2\text{O}_3/10 \text{ wt\%SiC}$, AS15 = $\text{Al}_2\text{O}_3/15 \text{ wt\%SiC}$,

AS20 = $\text{Al}_2\text{O}_3/20 \text{ wt\%SiC}$

จากงานวิจัยแสดงให้เห็นว่า SiC สามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ ได้ เมื่อพิจารณาการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1635°C ความเหนียวจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับอะลูมินา ในขณะที่เพิ่มปริมาณ SiC ความเหนียวจะลดลง ดังนั้นจึงได้มี

การศึกษากระบวนการและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ โดยนำวัสดุนาโนมาเสริมแรง เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล รวมถึงเพิ่มอายุการนำไปใช้งานทางด้านวิศวกรรม

Young et al. (2004) ได้มีการศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบสำหรับการนำไปใช้งานที่ยาวนานยิ่งขึ้น โดยการนำอนุภาค SiC ระดับนาโนขนาดประมาณ 280 นาโนเมตร เป็นเฟสเสริมแรงให้กับ Al_2O_3 ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมและอุณหภูมิสำหรับการเผาผนึก ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ส่วนผสมและอุณหภูมิสำหรับการเผาผนึกสำหรับวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/SiC

(Young et al., 2004)

Designation	Batch composition (wt%)		Sintering condition			
	$\alpha-Al_2O_3$	$\beta-SiC$	Temperature ($^{\circ}C$)	Time (h)	Pressure (MPa)	Atmosphere
AO	100	0	1550	1	25	Ar
AOS1	95	5	1650	2		
AOS2	90	10	1650	2		
AOS3	80	20	1650	2		
AOS4	70	30	1700	2		

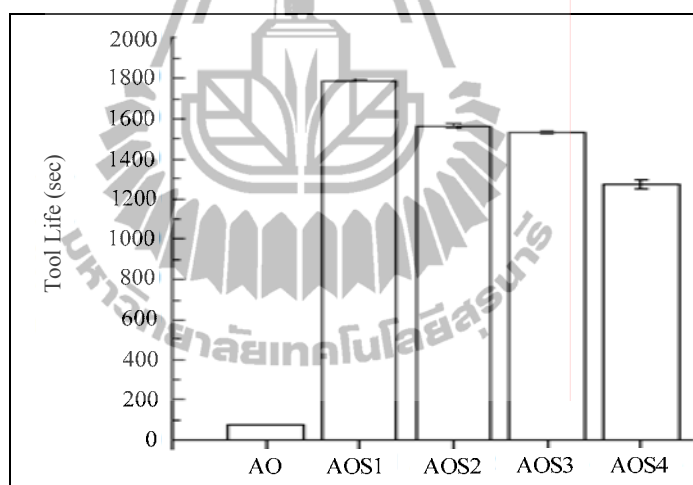
จากการทดลองพบว่าวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/SiC (Particulate) จะมีความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อนำ SiC เป็นเฟสเสริมแรง โดยมีค่าความแข็งสูงสุด 23.4 GPa. ในขณะที่ส่วนผสม $Al_2O_3/20wt\%SiC$ จะมีสมบัติทางด้านความเหนียวจะเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าความเหนียวสูงสุด $5.2 MPa.m^{1/2}$ ดังผลการทดลองแสดงอายุการนำไปใช้งานทางด้านเครื่องมือตัดแต่งดังตารางที่ 2.4 และรูปที่ 2.11

ตารางที่ 2.4 แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งและความเหนียว

วัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ (Young et al., 2004)

Designation	Density (g/cm^3)	Hardness (GPa)	Fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
AO*	3.96	19.6±2.3	3.8±0.5
AOS1*	3.90	22.5±0.8	3.8±0.1
AOS2*	3.85	23.0±0.3	3.7±0.4
AOS3*	3.71	22.2±0.6	5.2±0.4
AOS4*	3.66	23.4±1.3	4.5±0.3

หมายเหตุ : * AO = 100 wt% Al_2O_3 /0 wt%SiC, AOS1 = 95 wt% Al_2O_3 /5 wt%SiC,
AOS2 = 90 wt% Al_2O_3 /10 wt%SiC, AOS3 = 80 wt% Al_2O_3 /20 wt%SiC,
AOS4 = 70 wt% Al_2O_3 /30 wt%SiC,



รูปที่ 2.11 แสดงอายุการใช้งานวัสดุตัดแต่งของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ (Young et al., 2004)

Garnier et al. (2005) ได้ศึกษาการนำวัสดุ SiC whisker เป็นเฟสเสริมแรงให้กับ Al_2O_3 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล โดยกำหนดส่วนผสม $\text{Al}_2\text{O}_3/35 \text{ vol}\% \text{SiC whisker}$ จากการทดลองพบว่าเมื่อเติมวัสดุ SiC whisker จะทำให้ค่าความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมินา โดยค่าความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียวสูงสุด 2107 (10 kg) 639 MPa และ $7.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเฟสเสริมแรงมีความสำคัญต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ ดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว
วัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_w$ (Garnier et al., 2005)

Mechanical properties	Al_2O_3	$\text{Al}_2\text{O}_3/35 \text{ vol}\% \text{SiC whisker}$
Relative density (dth%)	99.1	100
Young's modulus (GPa)	406±10	421±10
Hardness Vickers (10 kg)*	1854±38	2107±32
Flexural strength (MPa)	488±151	639±21
Fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	5.4±0.4	7.9±0.3

หมายเหตุ : * ทดสอบ Hardness Vickers ด้วยน้ำหนักกด 10 kg. (98.07 N)

จากงานวิจัยข้างต้นจะเห็นว่าสามารถปรับปรุงสมบัติทางด้านความแข็งแรงได้ดี โดยนำวัสดุ SiC whisker เป็นเฟสเสริมแรง อย่างไรก็ตามจากผลการทดลองสมบัติทางด้านความเหนียวเพิ่มขึ้นมาเล็กน้อย

Ma et al. (2008) ได้ศึกษาผลกระทบการเปลี่ยนรูปของวัสดุ ZrO_2 นำมาใช้เป็นเฟสเสริมแรงให้แก่ Al_2O_3 เพื่อปรับปรุงสมบัติทางด้านความเหนียว จากผลการทดลองพบว่าเมื่อเติมวัสดุ $\text{ZrO}_2(2Y)$ และ $\text{ZrO}_2(3Y)$ เผาผลึกที่อุณหภูมิ 1550°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณ ZrO_2 ในปริมาณที่แตกต่างกัน โดยวัสดุ $\text{ZrO}_2(2Y)$ และ $\text{ZrO}_2(3Y)$ แสดงให้เห็นว่าสามารถปรับปรุงสมบัติทางด้านความเหนียวของ Al_2O_3 ได้เป็นอย่างดี โดยมีค่าความเหนียวสูงสุด $7.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ โดยส่วนผสม $\text{Al}_2\text{O}_3/20\text{vol}\% \text{ZrO}_2(2Y)$ แสดงดังตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$
(Ma et al., 2008)

$\text{ZrO}_2 \text{ vol}\%$ content	Content of m- ZrO_2 and t- ZrO_2 (vol%)		Volume of phase transformation $V_t \rightarrow m$ (vol%)	Fracture toughness K_{IC} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
	Before fracture (V_m, V_t)	After fracture(V_m, V_t)		
$\text{ZrO}_2(2Y)$				
10	1.2, 98.8	11.9, 88.1	10.7	5.9
15	4.7, 95.3	18.6, 81.4	13.9	6.7
20	8.3, 91.7	26.7, 73.3	18.4	7.9
25	13.2, 86.8	15.9, 89.1	2.7	7.4
30	15.5, 84.5	17.4, 82.6	1.9	5.1

ตารางที่ 2.6 แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$

(Ma et al., 2008) (ต่อ)

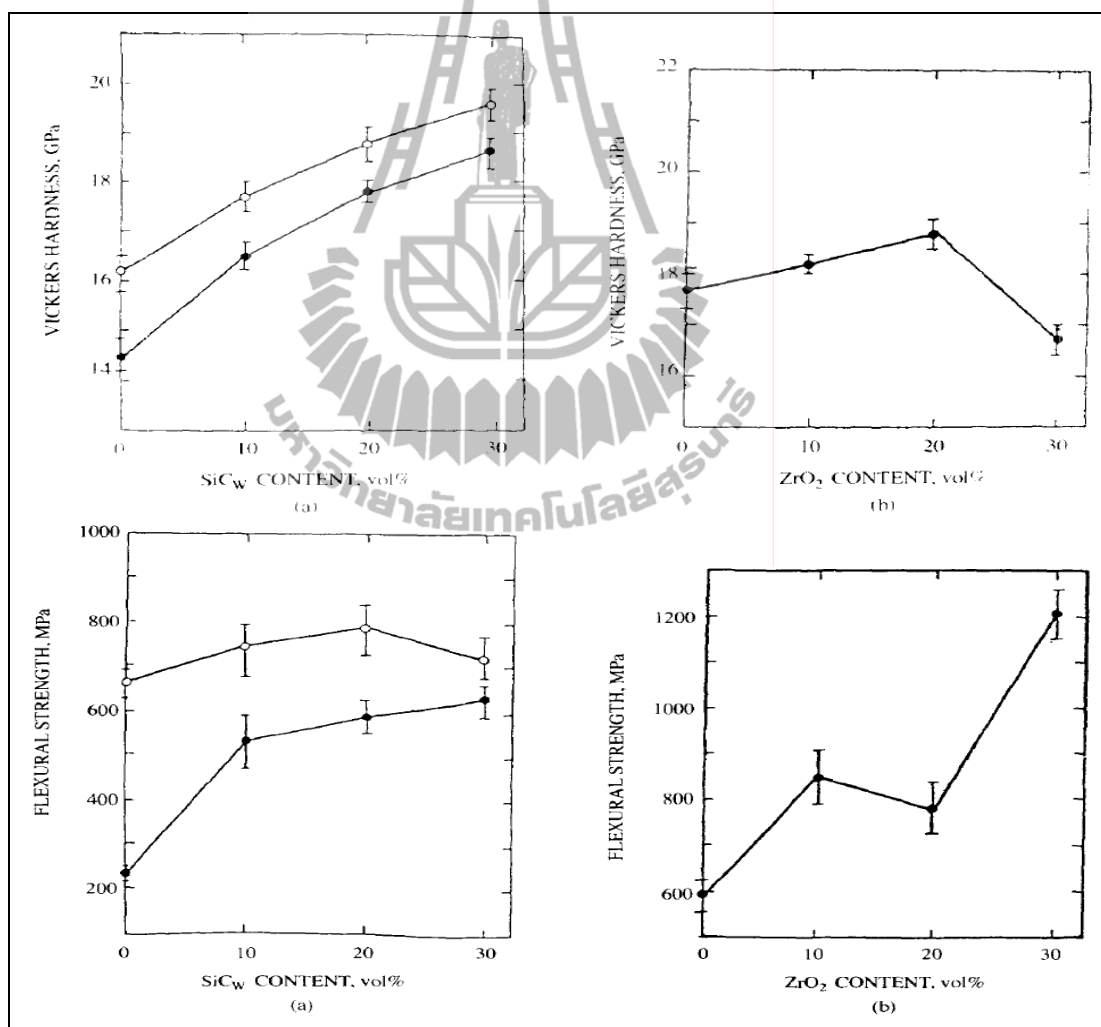
ZrO ₂ vol% content	Content of m- ZrO ₂ and t-ZrO ₂ (vol%)		Volume of phase transformation V _t →m (vol%)	Fracture toughness K _{IC} (MPa.m ^{1/2})
	Before fracture (V _m ,V _t)	After fracture(V _m ,V _t)		
ZrO ₂ (3Y)				
10	8.9, 81.0	50.1, 49.9	41.2	7.1
15	10.6, 89.4	54.4, 45.6	43.8	7.8
20	13.2, 86.8	48.0, 52.0	34.8	6.1
25	17.7, 82.3	27.8, 72.2	10.1	5.5
30	23.2, 76.8	31.5, 68.5	8.3	4.9

จากงานวิจัยข้างต้นแสดงให้เห็นว่าเมื่อต้องการปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้กับวัสดุอะลูมินาเซรามิก วัสดุที่จะนำมาเติมควรจะมีสมบัติที่ต่ำกว่าอะลูมินาเนื้อหลัก ซึ่งวัสดุ SiC และ ZrO₂ เหมาะสมต่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ ดังมีงานวิจัยที่เกี่ยวกับวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC/ZrO}_2$

Lin et al. (1998) ศึกษาเกี่ยวกับ โครงสร้าง สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{SiC}_w$ (whisker reinforcing) จากการทดลองพบว่า ความแข็งแรงและความเหนียวมาจากกลไกของทั้ง 2 วัสดุ คือ SiC_w และการเปลี่ยนเฟสของ ZrO₂ ซึ่งทำให้เกิดความเหนียวในเนื้อ Al_2O_3 จากการเติมอนุภาค SiC_w และอนุภาค ZrO₂(2Y) แสดงให้เห็นว่าสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเซรามิก Al_2O_3 กลไกการเกิดความเหนียวในวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{SiC}_w$ SiC_w ซึ่งอยู่ในรูปของ whisker จะทำหน้าที่เชื่อมประสาน และกลไกการเปลี่ยนเฟสที่ทำให้เกิดความเหนียวของ ZrO₂ ช่วยยับยั้งรอยแตกได้ จากการทดลองมีการเปรียบเทียบ $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_w$, $\text{Al}_2\text{O}_3+20\text{vol.}\%\text{ZrO}_2(2\text{Y})+\text{SiC}_w$ และ $\text{Al}_2\text{O}_3+20\text{vol.}\%\text{SiC}_w+\text{ZrO}_2(2\text{Y})$ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ SiC_w ความแข็งแรงและความเหนียวจะเพิ่มขึ้น แต่ถ้าเติมมากกว่า 20vol.%SiC_w ความแข็งแรงจะลดลง พบว่าเมื่อเพิ่ม vol.%ZrO₂(2Y) ความแข็งแรงและความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่ถ้าเติม 30vol.%ZrO₂(2Y) ความแข็งแรงจะลดลง แสดงดังตารางที่ 2.7 และ รูปที่ 2.12

ตารางที่ 2.7 แสดงส่วนผสมของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiC}_w$ (Lin et al., 1998)

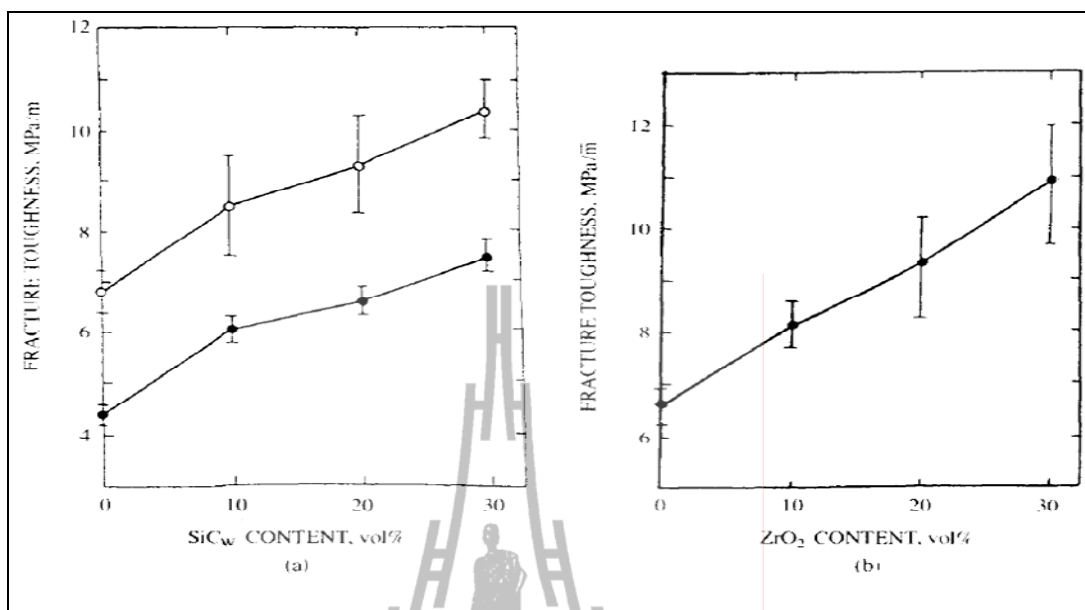
Content	Composition series AS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w$)				Composition series AZS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiC}_w$)				Composition series ASZ ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w + \text{ZrO}_2$)			
	ASO	AS1	AS2	AS3	AS	AZS	AZS	AZS	ASZ	ASZ	ASZ	ASZ
					O	1	2	3	O	1	2	3
Al_2O_3 (vol%)	100	90	80	70	80	70	60	50	80	70	60	50
ZrO_2 (vol%)	0	0	0	0	20	20	20	20	0	10	20	30
SiC_w (vol%)	0	10	20	30	0	10	20	30	20	20	20	20



รูปที่ 2.12 แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ความแข็งแรงและความเหนียว ตามลำดับ

(Lin et al, 1998) (a) O = AS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w$), • = AZS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiC}_w$)

(b) O = ASZ ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w + \text{ZrO}_2$)



รูปที่ 2. 12 แสดงสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความแข็งแกร่งและความเหนียว ตามลำดับ

(Lin et al, 1998) (a) O = AS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w$), ● = AZS ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiC}_w$)

(b) O = ASZ ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiC}_w + \text{ZrO}_2$) (ต่อ)

Ye et al. (1998) ได้ศึกษาพฤติกรรมความเหนียวของ ZrO_2 ในเนื้อหลัก โดยทำการทดสอบด้วยวิธี loading speed และใช้วัสดุ SiC whisker เป็นเฟสเสริมแรง ส่วนผสม $\text{Al}_2\text{O}_3 + 20\text{vol}\% \text{ZrO}_2(2\text{Y}) + 20\text{vol}\% \text{SiC}_w$ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วย hot-pressed ภายใต้แรงดัน 25 MPa. ซึ่งการทดสอบความเหนียวด้วยวิธี loading speed (mm min^{-1}) โดยใช้ loading speed จาก $0.002 \text{ mm min}^{-1}$ - 2 mm min^{-1} เพื่อเปรียบเทียบค่าความเหนียวที่ loading speed ต่างกันจากการทดลองพบว่า loading speed (mm min^{-1}) มีผลต่อความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(2\text{Y})/\text{SiC}_w$ ผลลัพธ์คือ เมื่อเพิ่ม loading speed มากขึ้น ความเหนียวสูงขึ้น โดยที่ loading speed 2 mm min^{-1} ค่าความเหนียวสูงสุด $9.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$

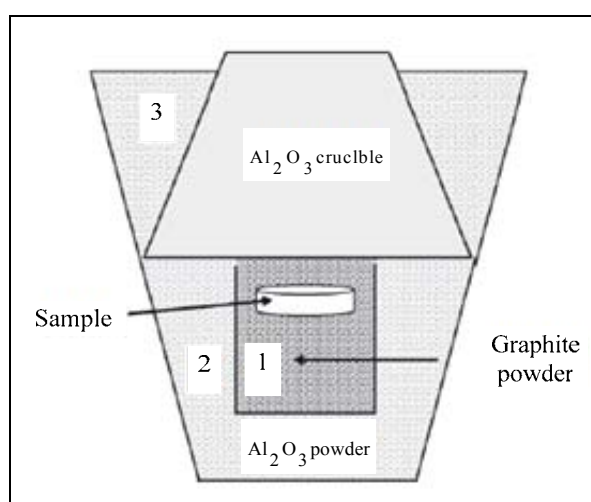
Wang et al. (1999) ได้ศึกษาการขึ้นรูป $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(3\text{Y})\text{-SiC}_w$ nanocomposites เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล ด้วยวิธี precipitation ในการเตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(3\text{Y})\text{-SiC}_w$ เพื่อใช้ในการขึ้นรูป โดยเตรียม $\text{AlCl}_3 + \text{ZrOCl}_2 + \text{Y}(\text{NO}_3)_3$ solution, NH_4OH และ SiC aqueous suspension (pH 3-5) อนุภาคระดับนาโนเมตร จะได้ส่วนผสม $80\text{wt}\% \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}15\text{wt}\% \text{ZrO}_2(3\text{Y})\text{-}5\text{wt}\% \text{SiC}_w$ แล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C และ 1650°C จากผลการทดลองพบว่าที่ส่วนผสม $80\text{wt}\% \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}15\text{wt}\% \text{ZrO}_2(3\text{Y})\text{-}5\text{wt}\% \text{SiC}_w$ nanocomposites เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C จะมีค่าของความแข็งแรงสูงสุด

และค่าความแข็งสูงสุด 555 MPa. และ 16.9 GPa. ตามลำดับ ในขณะที่ส่วนผสม 80wt%Al₂O₃-15wt%ZrO₂(3Y)-5wt% SiC_w nanocomposites เฝื่อนิกที่อุณหภูมิ 1650°C จะมีค่าความเหนียวสูงสุด 3.8 MPa.m^{1/2}

Mariappan et al. (2002) ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ Al₂O₃-ZrO₂-SiC_w ด้วยแร่จำพวกซิลิเกตที่มาจากธรรมชาติคือ Zircon, Silimanite และ Kaolin ส่วนผสมแสดงดังตารางที่ 2.8 แล้วนำไปเผาผนึกจากอุณหภูมิห้องถึง 1250°C (15°C min⁻¹) จาก 1250 -1500°C (10°C min⁻¹) และสุดท้าย จาก 1500 ถึง 1550 1600 1650 °C (5°C min⁻¹) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยการเผาผนึกด้วยถ้วยเฝื่อนิก (Graphite crucible) แสดงดังรูปที่ 2.13 จากการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ 65vol.%(80:20 Al₂O₃-ZrO₂)+35vol.%SiC_w ได้อย่างสมบูรณ์ ด้วยวิธีการ Carbothermal reduction และหลังจากการเผาผนึกด้วยการฝังกลบแล้ว ทำให้ Al₂O₃-SiC_w มีค่า Elastic modulus สูงขึ้นจากกลไกการเปลี่ยนเฟสของ ZrO₂

ตารางที่ 2.8 แสดงองค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบ 65vol.%(80:20 Al₂O₃-ZrO₂)+35vol.%SiC_w (Mariappan et al., 2002)

Starting materials	Weight	Product phases in weight		
		Al ₂ O ₃	ZrO ₂	SiC
Sillimanite	70	44.07	-	17.28
Kaolin	5	2.297	-	1.80
Zircon	25	-	16.8	5.46



รูปที่ 2.13 แสดงรูปแบบ Al₂O₃Crucible สำหรับเผาผนึก ด้วยวิธีการฝังกลบ (Mariappan et al., 2002)

จากการศึกษาค้นคว้างานวิจัยที่กล่าวมาแล้วข้างต้นจะพบว่า การใช้วัสดุ SiC มาเสริมแรงใน Al_2O_3 เนื้อหลักจะทำให้ Al_2O_3 มีความแข็งและความแข็งแรงเพิ่มขึ้นแต่มีความเหนียวต่ำ ในขณะที่การเติม ZrO_2 ใน Al_2O_3 เนื้อหลัก จะทำให้ Al_2O_3 มีความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่มีความแข็งและความแข็งแรงน้อยกว่าการเติม SiC ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นในการปรับปรุงความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC โดยการเติม ZrO_2 ในวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC ให้อยู่ในรูปของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/ ZrO_2 โดย SiC มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร และใช้ 3Y- ZrO_2 เติมในวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC ในปริมาณที่แตกต่างกัน เพื่อศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ความแข็งแรง และความแข็ง ให้เหมาะกับการนำไปใช้งานทางด้านวัสดุวิศวกรรม



บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมด แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Ball Mill	-	Polyethylene jar
Dryer	ELE	Model SDO 225E1
Vibrator/Shaker	Retsch	AS200
Hydraulic press (Compression machine, 11 tons)	Carver	Model 3851-0
Vernier	Mitutoyo	Diamond
High Temperature Furnace (1800°C)	Labquip	Vecstar/VF2
Furnace (1500°C)	Nabertherm	GMbH
Microhardness Tester	Wilson	450SVD CK-AH
High Speed Diamond Saw	Buehler	Isomet 1000
Grinder&Polisher Machine	Buehler	Ecomet 5
Ultrasonic	NEY	28H
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-5800LV
Universal Testing Machine (50 Kn)	Instron	5569

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminum Oxide Silicon Carbide	ACG-2A Nano powder	Liaoning Haitai Scientific and Technological Development Co., Ltd. Sigma-Aldrich Pte Ltd
สารเติมแต่งสมบัติ	Zirconium Oxide	Monoclinic Zirconia	Riedel-de Haen
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohol	-	Fluka
สาร Stabilizer	Yttrium Oxide	-	Sigma-Aldrich Pte Ltd

3.2.1 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide Powder)

ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al_2O_3 ใช้เกรด ACG-2A มีความหนาแน่น (Density) 3.93 g/cm^3 ขนาดอนุภาคของอะลูมินา 1 - 3 ไมโครเมตร เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ ซิลิกา ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก โซเดียมออกไซด์ ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ ร้อยละ 0.25 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ร้อยละ 0.04 โดยน้ำหนัก (Liaoning Haitai Scientific and Technological Development Co., Ltd.)

3.2.2 ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon Carbide Nano Powder)

ผงนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ สูตรเคมี SiC เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก มีขนาดอนุภาค <100 นาโนเมตร ความหนาแน่น (Density) 3.217 g/cm^3 Surface area $70-90 \text{ m}^2/\text{g}$ น้ำหนักโมเลกุล 40.10 CAS Number 409-21-2 (Sigma-Aldrich Pte Ltd)

3.2.3 ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder)

ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (เซอร์โคเนีย) สูตรเคมี ZrO_2 เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงานเซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย เซอร์โคเนีย ร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก ไททานเนียม ร้อยละ 0.1

โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.03 โดยน้ำหนัก และมลทินอื่น ๆ ร้อยละ 0.37 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เคอ ฮัท จำกัด)

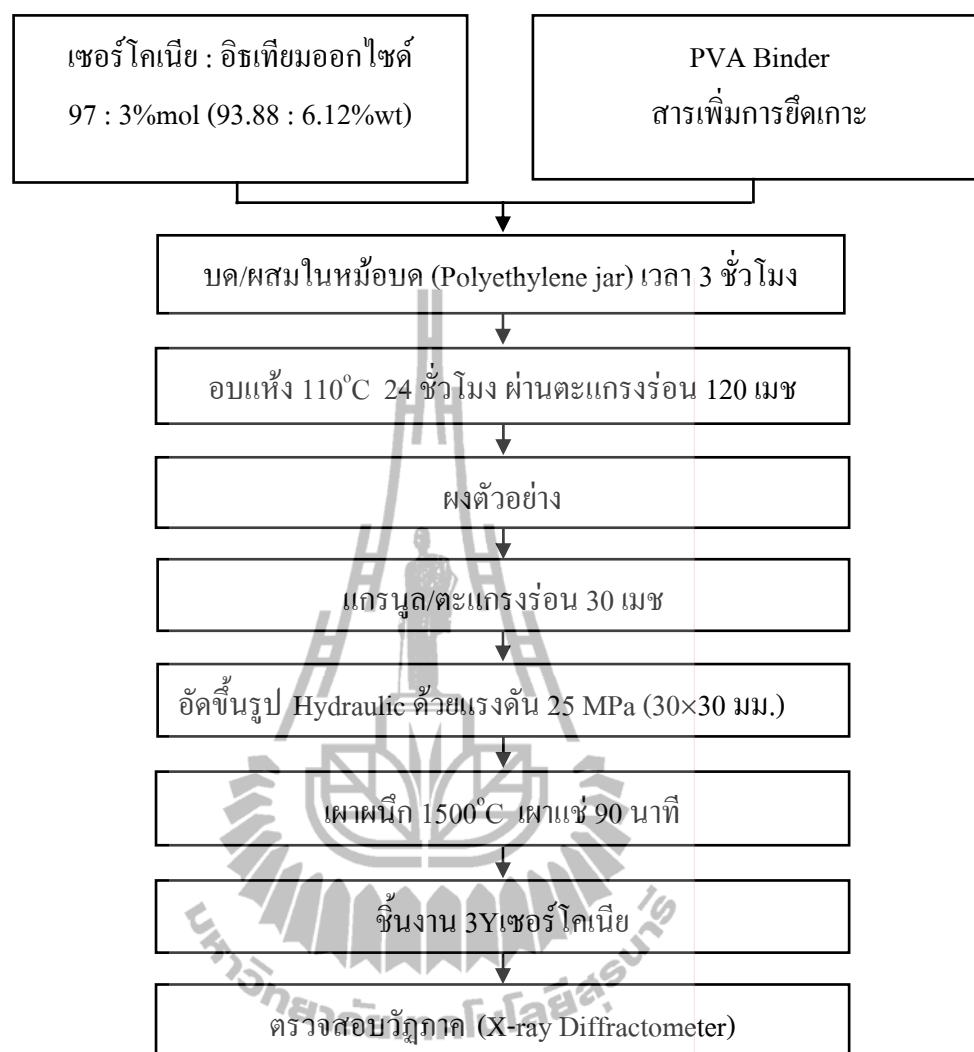
3.2.4 ผงอิทเทียมออกไซด์ (Yttrium Oxide Powder)

ผงอิทเทียมออกไซด์ สูตรเคมี Y_2O_3 เป็นอิทเทียมออกไซด์ ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 โดยน้ำหนัก ความหนาแน่น (Density) 5.03 g/cm^3 น้ำหนักโมเลกุล 225.81 CAS Number 1314-36-9 (Sigma-Aldrich Pte Ltd)

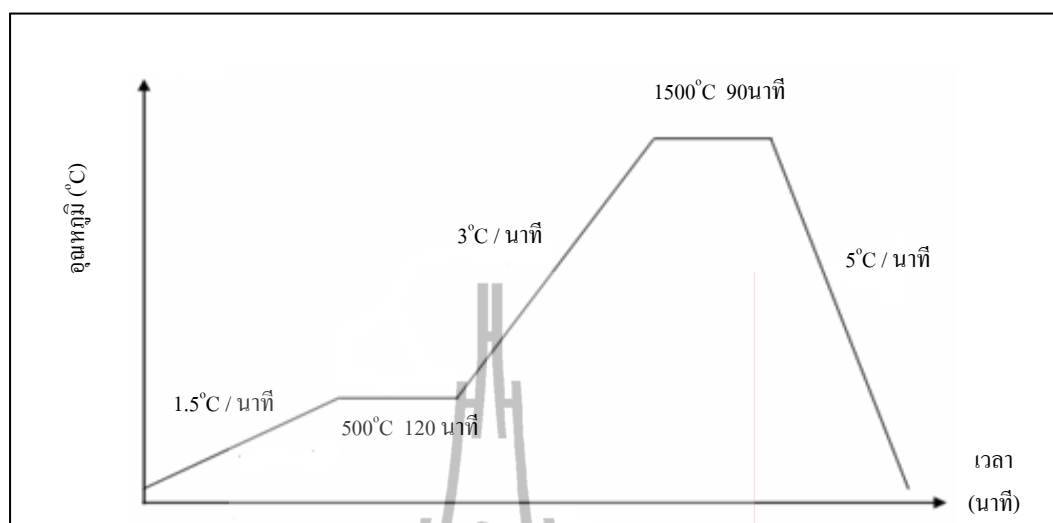
3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การทดลองเบื้องต้น

- การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 3% โมลอิทเทียมออกไซด์ (3Y)
ขั้นตอนและวิธีการ Stabilize เซอร์โคเนีย แสดงดังรูปที่ 3.1
- การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 3% โมลอิทเทียมออกไซด์ (3Y)
 - 1) นำผงเซอร์โคเนียมาบดผสมกับผงอิทเทียมออกไซด์ อัตราส่วน 97 : 3 % โมล (93.88 : 6.12%wt)
 - 2) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งทำได้โดยนำน้ำกัลลินและ Polyvinyl Alcohol มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 : 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่า Polyvinyl Alcohol (PVA) ละลายจนหมดกลายเป็นน้ำใส
 - 3) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1. มาทำการบดผสมด้วยหม้อบด (Polyethylene jar) โดยใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวกลางบดผสมเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 - 4) นำสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 2. เติกลงในหม้อบด (Polyethylene jar) ที่ได้จาก ข้อ 3. แล้วบดผสมต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
 - 5) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปบด แล้วร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช จากนั้นนำไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 30 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูลต่อการขึ้นรูป
 - 6) นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 5. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก โดยใช้แรงอัด 25 MPa แม่พิมพ์อัดขนาด 30×30 ตารางมิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C โดยใช้เวลาเผาแ่ 90 นาที
 - 7) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่ที่ได้จากข้อ 6. มาทำการบดแห้งด้วยโกร่ง แล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช (Mesh) จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปทำการตรวจสอบวัฏภาคด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer



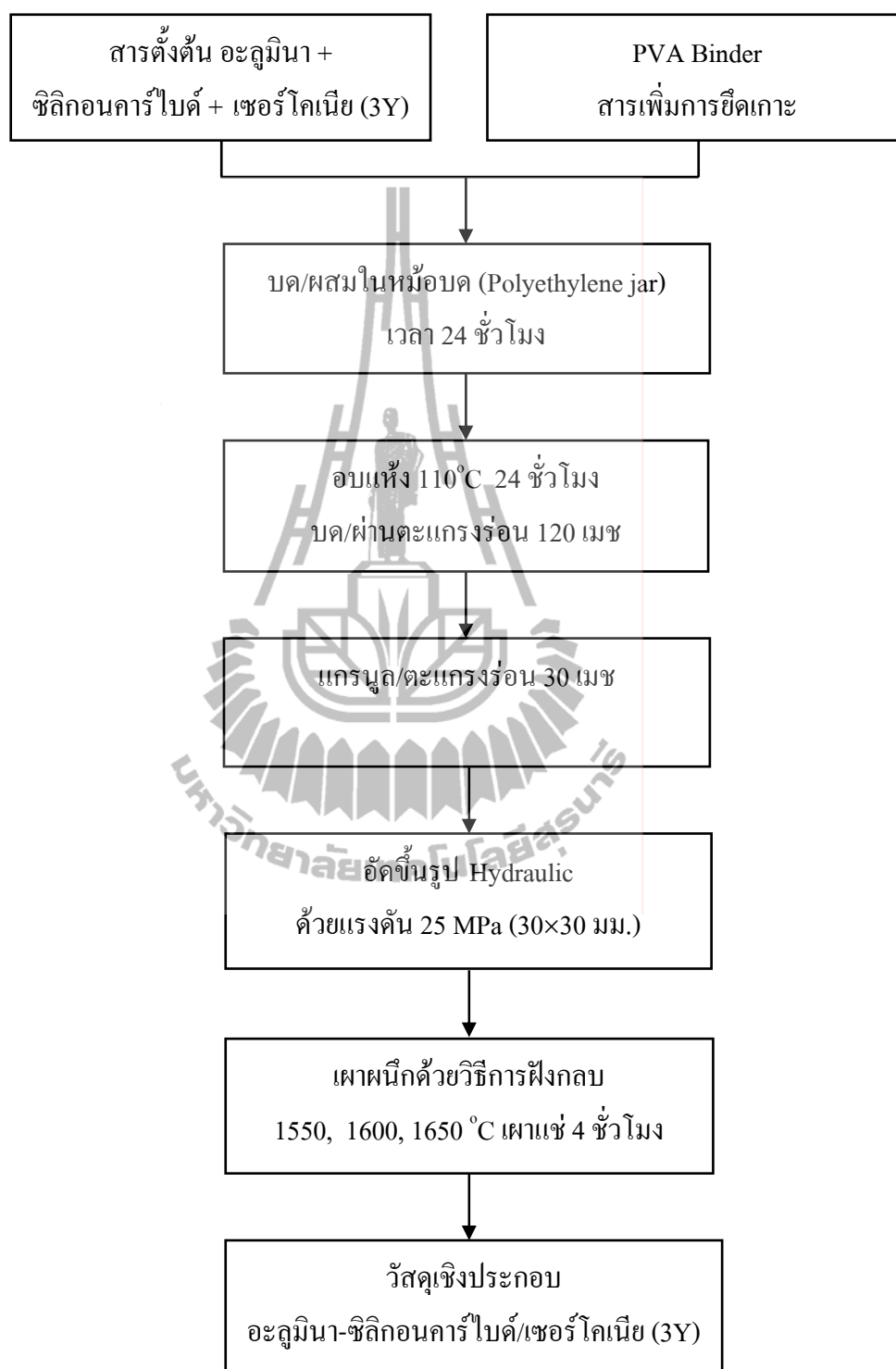
รูปที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 3% โมล อิตเทียมออกไซด์ (3Y)



รูปที่ 3.2 กราฟข้อมูลในการเผาฟีนิกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนีย โดยใช้ 3% โมลอิฐเทียมออกไซด์ (3Y)

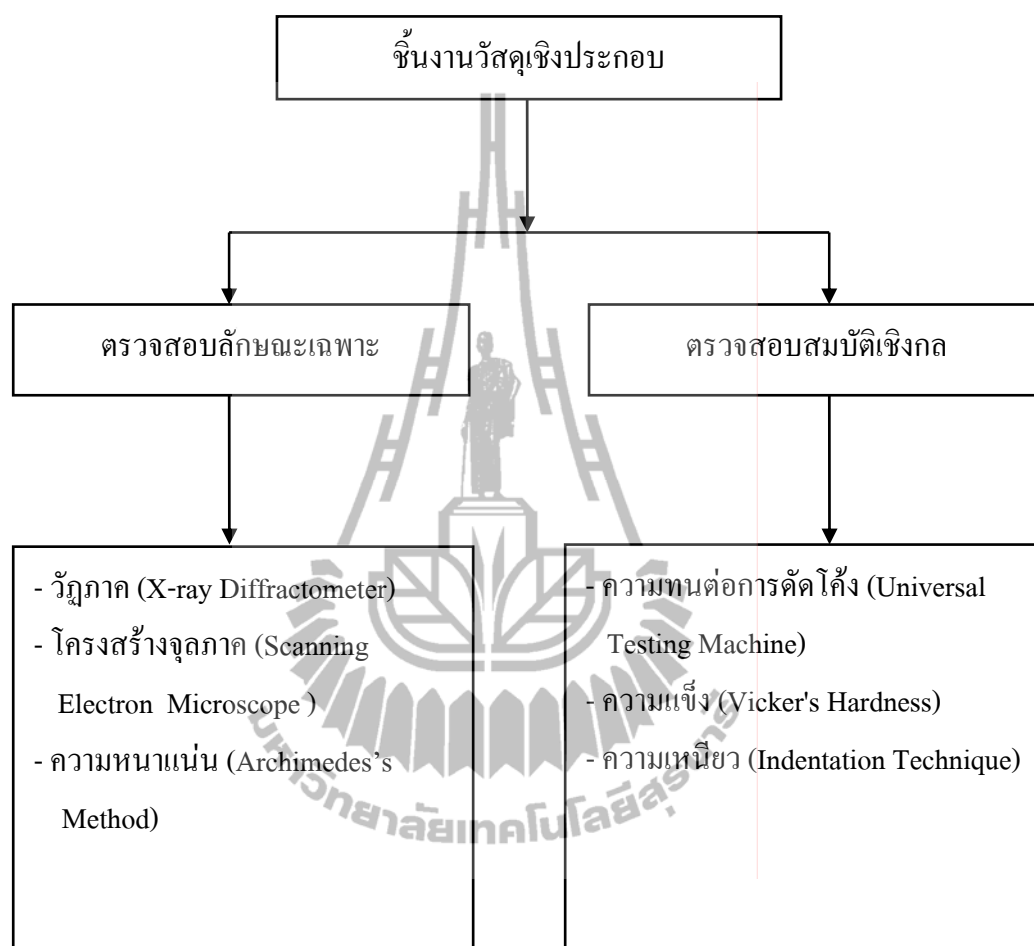


3.3.2 การทดลองงานวิจัย



รูปที่ 3.3 แผนผังขั้นตอนและวิธีการทดลอง

หลังจากนั้นนำชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ได้จากกระบวนการเตรียมในรูปที่ 3.3 จะนำมาตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 3.3 - 3.4 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.3 การออกแบบการทดลอง

เป็นการออกแบบทดลองเพื่อหาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นกับสารเติมแต่ง ซึ่งได้แก่ อะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ กับสารเติมแต่งคือเซอร์โคเนีย ที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ มีสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียว โดยตัวแปรคือปริมาณของเซอร์โคเนียที่เติมลงในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ และกำหนดเงื่อนไขและสภาวะ

การทดลองของการเผาผนึก เช่น อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึก เพื่อหาสภาวะการเผาผนึกที่เหมาะสมที่สุดสำหรับวัสดุเชิงประกอบ ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารเติมแต่ง และอุณหภูมิในการเผาผนึกของการทดลอง

รหัสตัวอย่าง	สารตั้งต้น (ร้อยละโดยปริมาตร)	สารเติมแต่งสมบัติ (ร้อยละโดยปริมาตร)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
	95Al ₂ O ₃ : 5SiC	3Y-ZrO ₂		
AS90Z10	90	10	1550	240
AS85Z15	85	15		
AS80Z20	80	20		
AS75Z25	75	25		
AS90Z10	90	10	1600	240
AS85Z15	85	15		
AS80Z20	80	20		
AS75Z25	75	25		
AS90Z10	90	10	1650	240
AS85Z15	85	15		
AS80Z20	80	20		
AS75Z25	75	25		

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (Phase Analysis)

การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction : XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (Pattern) การเลี้ยวเบนเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

เครื่องมือ : XRD (PW3710 BASED) ของบริษัท Bruker ใช้ CuK_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

วิธีการทดสอบ

- 1) ใช้ดินน้ำมันเป็นตัวยึดติดแผ่นตัวอย่างกับแท่นหมุน

- 2) ทำการปรับระดับแผ่นตัวอย่างให้อยู่ระนาบเดียวกับฝาครอบ
ด้านบนของแท่นหมุน แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator voltage	=	40 KV
Generator current	=	40 mA
Start angle	=	20°
End angle	=	70°
Time per step	=	0.5s
Step size	=	0.02°

3.3.5 การเตรียมแผ่นตัวอย่าง

- นำผงอะลูมินามาผสมกับผงซิลิกอนคาร์ไบด์ปริมาณร้อยละ 75 80 85 และ 90 โดยปริมาตร เป็นสารตั้งต้น และสารเติมแต่งซึ่งจะใช้ (3Y) เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร ดังแสดงในตารางที่ 3.4
- เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งทำได้โดยนำน้ำกลั่นและ Polyvinyl Alcohol มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 : 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่า Polyvinyl Alcohol ละลายจนหมดกลายเป็นน้ำใส
- นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1. มาทำการบดผสมด้วยหม้อบด (Polyethylene jar) โดยใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวกลางบดผสมเป็นเวลา 23 ชั่วโมง
- นำสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 2. เติมลงในหม้อบด (Polyethylene jar) ที่ได้จาก ข้อ3. แล้วบดผสมต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบดแห้งด้วยโกร่ง เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกันแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช (Mesh) แล้วนำผงที่ได้ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 30 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูล ง่ายต่อการขึ้นรูป
- นำเม็ดแกรนูลที่ได้ มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press : 11 tons ของบริษัท Carver International) ดังรูปที่ 3.5 โดยใช้แรงอัด 25 MPa แม่พิมพ์อัดขนาด 30 x 30 มิลลิเมตร ซึ่งจะอัดให้แผ่นตัวอย่างมีความหนา 7 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.5 เครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 11 ตัน

3.3.6 การเผาผนึกแผ่นตัวอย่างด้วยวิธีการฝังกลบ

นำแผ่นตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.5 มาเผาด้วยเตาเผา โดยเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบ ดังรูปที่ 3.6 เพื่อให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : High Temperature Furnace (1800°C) ของบริษัท Labquip

สถานะที่ใช้ในการทดลอง

ช่วงที่ 1

อุณหภูมิ	=	500 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	1.5 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

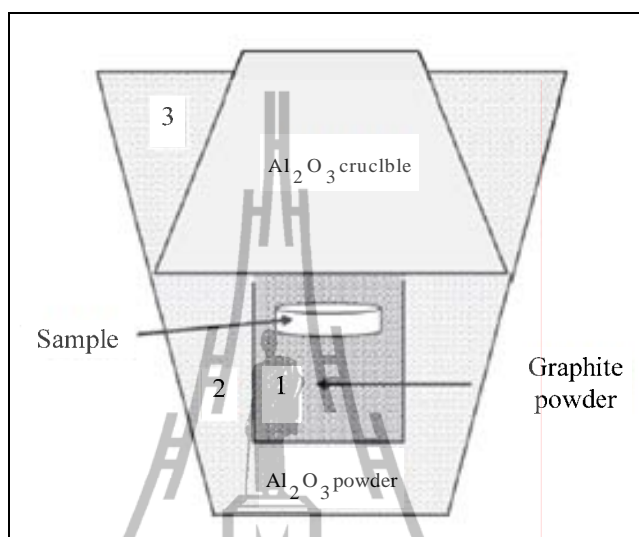
ช่วงที่ 2

อุณหภูมิ	=	1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	3 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	240 นาที

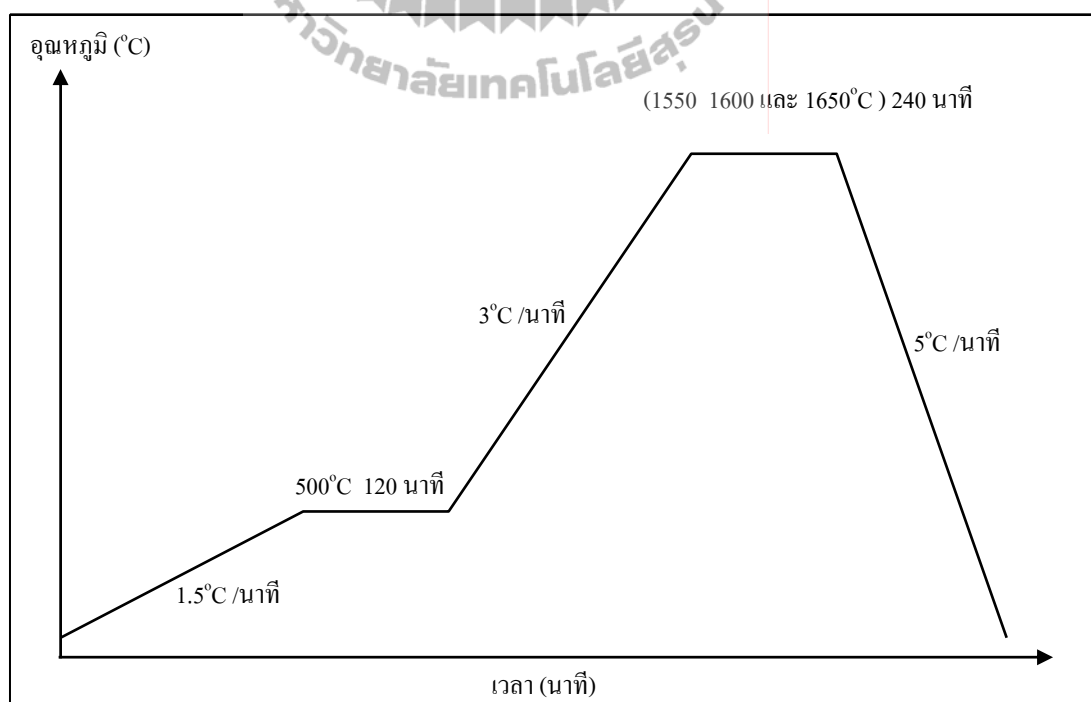
ช่วงที่ 3

อุณหภูมิ	=	50 องศาเซลเซียส
----------	---	-----------------

อัตราการลดลงของอุณหภูมิ = 5 องศาเซลเซียส/นาที
 บรรยากาศ = ปกติ



รูปที่ 3.6 แสดงรูปแบบ Al_2O_3 Crucible สำหรับเผาผนึก ด้วยวิธีการฝังกลบ (Mariappan et al., 2002)



รูปที่ 3.7 กราฟข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

3.3.7 การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง

การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88

วิธีการทดสอบความหนาแน่น

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (W_D)
- 2) นำชิ้นงานในข้อที่ 1. ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (W_{SS})
- 4) นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมัวในน้ำ (W_S) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาด แล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออกแล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่น

5) การคำนวณหาความหนาแน่นของตัวอย่าง

$$\text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} = (W_S - W_{SS}) / \rho$$

ρ คือ ความหนาแน่นของน้ำ เท่ากับ 1 g/cm^3

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk Density)} = W_D / V$$

3.3.8 การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง (Flexural Strength)

ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

1) การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ $5 \times 30 \times 5$ (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชร (Diamond Saw)

- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบสถานะที่ใช้ในการเตรียม

ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว

$$\text{ความเร็วรอบ} = 300 \text{ รอบ/นาที}$$

$$\text{น้ำหนักกดตัด} = 100 \text{ กรัม}$$

ใช้น้ำหล่อเย็นขณะตัด

2) การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

นำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบ

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจตุรกรรับตัวอย่าง = 2 มิลลิเมตร

ความกว้างของจตุรกรรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร

ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร/นาที

จำนวนตัวอย่าง = 12 ตัวอย่าง

ทดสอบซ้ำตัวอย่างละ = 3 ครั้ง

ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

การคำนวณความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3.1)

$$\text{MOR} = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (3.1)$$

โดย MOR = ความทนต่อการตัดโค้งของชิ้นงาน มีหน่วยเป็น MPa

P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก มีหน่วยเป็น นิวตัน

L = ความกว้างของจตุรกรรับตัวอย่าง มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร

b = ความกว้างของตัวอย่าง มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร

d = ความสูงของตัวอย่าง มีหน่วยเป็น มิลลิเมตร

การคำนวณค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3.2)

$$\bar{X} = \sum X / N \quad (3.2)$$

โดย \bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง

$\sum X$ = ผลรวมของความทนต่อการตัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

การคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3.3)

$$S.D. = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N}} \quad (3.3)$$

โดย S.D. = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
 X_i = ค่าความทนต่อการดัดโค้งของตัวอย่าง
 \bar{X} = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการดัดโค้ง
 N = จำนวนตัวอย่าง

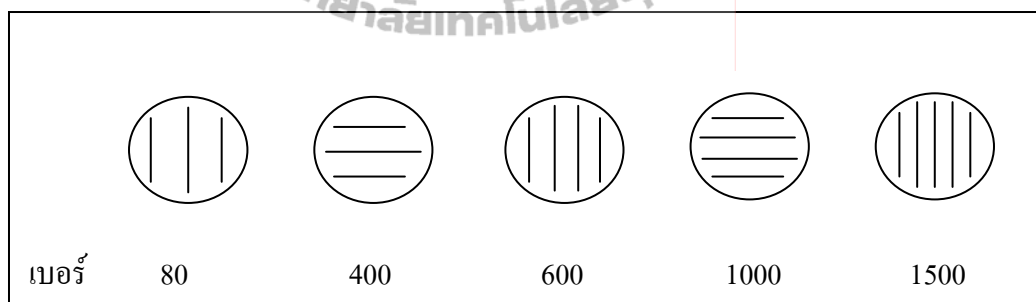
3.3.9 ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness Test)

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM E384-89

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด (เบอร์ 80-1500) ดังแสดงในรูปที่ 3.8 (เมื่อมีการเปลี่ยนกระดาษทรายต้องวางชิ้นงานให้ตัดกับรอยเดิมทุกครั้ง)



รูปที่ 3.8 การเรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด

2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนงานขัดแบบผ้าสักหลาด

3) ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4) ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูงแล้วนำไปทดสอบ

5) สภาพที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด = 20 กิโลกรัม (196.10 นิวตัน)*

เวลากดแช่ = 15 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 3 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3.4)

$$Hv = 0.1891F / d^2 \quad (3.4)$$

โดย Hv = ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร

d = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็น มิลลิเมตร โดยหาได้จาก $(d_1 + d_2) / 2$

F = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

หมายเหตุ:* เนื่องจากการใช้น้ำหนักกด 10 กิโลกรัม (98.07 นิวตัน) ไม่เห็นรอยกดของหัววิกเกอร์ส ดังนั้นจึงเพิ่มน้ำหนักกดเป็น 20 กิโลกรัม (196.10 นิวตัน)

3.3.10 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของแอนทิสและคณะ (Anstis, Chantikul, Lawn, and Marshall, 1981) คำนวณได้จากสมการ (3.5)

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P/C^{3/2} \quad (3.5)$$

โดย K_{IC} = ค่าความต้านทานการยืดตัวของรอยร้าว (ความเหนียว) มีหน่วยเป็น $MPa.m^{1/2}$

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus) มีหน่วยเป็น GPa*

H = ค่าความแข็ง GPa

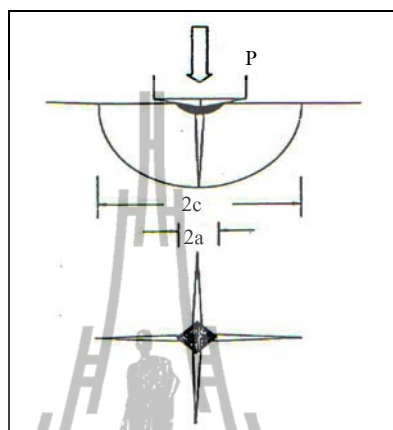
P = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน มีหน่วยเป็น N

C = ความยาวรอยแตก/2 มีหน่วยเป็น mm.

ξ = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทชัน โดยการใช้หัวกดแบบวิกเกอร์สของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004

หมายเหตุ:* ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus) ได้จากการทดสอบ Bending Strength

สถานะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียวใช้สถานะเดียวกันกับการทดสอบความแข็งจุลภาค



รูปที่ 3.9 ลักษณะรอยแตกและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Ansis et al., 1981)

3.3.11 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure Analysis)

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM model JSM-5800LV)

การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

- 1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปละเอียดดังแสดงตามรูปที่ 3.8 และขัดกระดาษทรายละเอียดเบอร์ 2000 เพื่อให้ผิวหน้าของตัวอย่างเรียบและมันวาวมากยิ่งขึ้น
- 2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้าสักหลาด
- 3) ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
- 4) ขจัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออก โดยใช้เครื่องสันสะเทือนคลื่นความถี่สูง
- 5) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (Ion Sputtering Device ของบริษัท JEOL)
- 6) นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปถ่ายรูปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, JSM-5800LV)

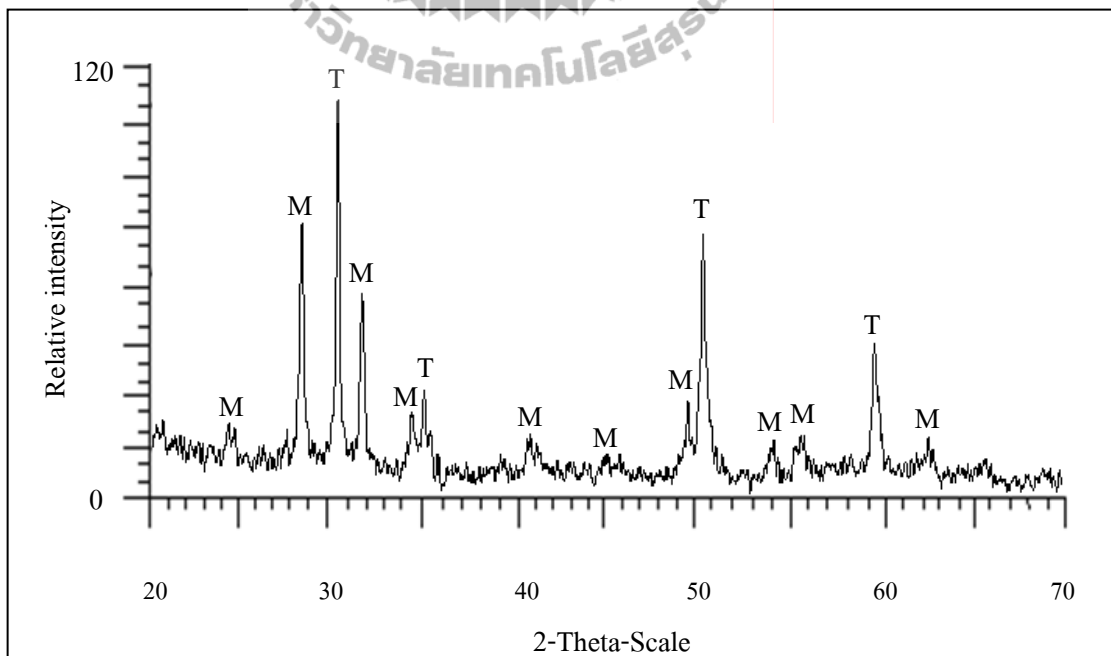
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารเติมแต่ง 3Y-ZrO₂

การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้อยู่ในรูปเสถียร โดยใช้ 3% โมลอิเทียมออกไซด์ (3Y)

การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พีคของเตตระโกนอล-เซอร์โคเนียที่เกิดขึ้นมีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 30.27 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 50.38 และ 60.21 องศา ตามลำดับ (Card number 00-050-1089) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.4) และพีคของโมโนคลีนิกเซอร์โคเนียที่เกิดขึ้นมีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 28.18 องศา พีคที่มีความเข้มรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.47 และ 50.12 องศา ตามลำดับ (Card number 00-037-1484) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.3)



รูปที่ 4.1 XRD แพทเทิร์นของผง 3Y เซอร์โคเนีย โดย M แสดงวัฏภาคโมโนคลีนิก (m-ZrO₂) และ T แสดงวัฏภาคเตตระโกนอล (t-ZrO₂)

4.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่ง $3Y-ZrO_2$ ต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ หลังผ่านการเผาผนึก อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 240 นาที

4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น

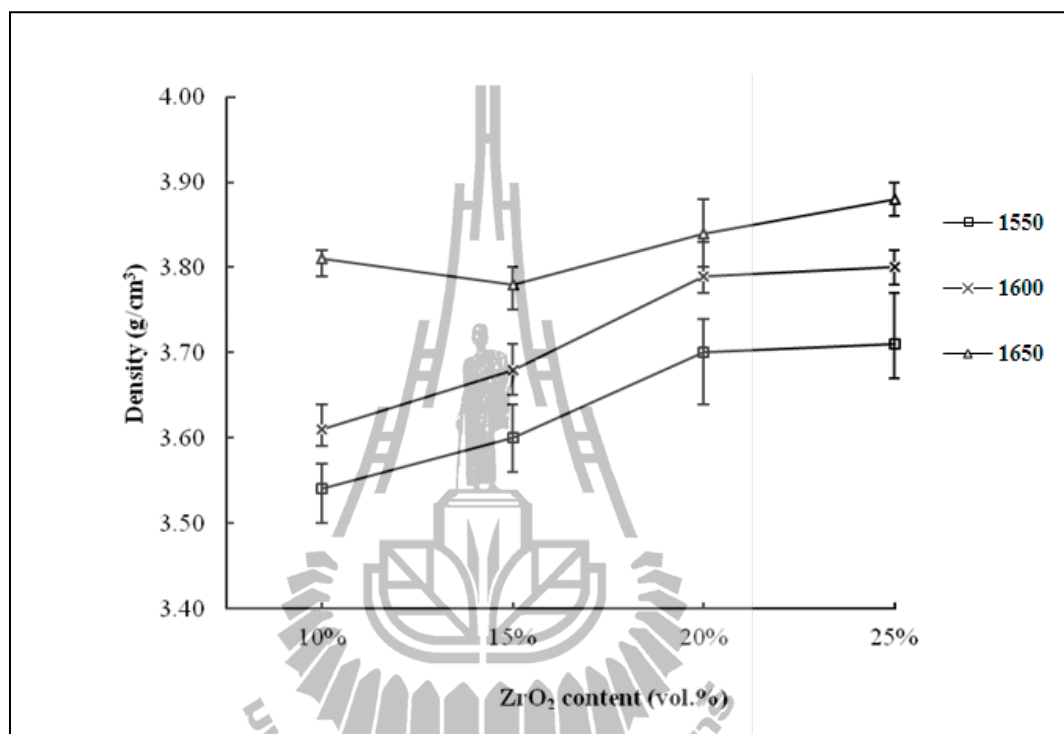
ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Bulk Density) (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)
1550	AS90Z10	3.54±0.04
	AS85Z15	3.60±0.04
	AS80Z20	3.70±0.06
	AS75Z25	3.71±0.06
1600	AS90Z10	3.61±0.3
	AS85Z15	3.68±0.03
	AS80Z20	3.79±0.04
	AS75Z25	3.80±0.02
1650	AS90Z10	3.81±0.02
	AS85Z15	3.78±0.03
	AS80Z20	3.84±0.04
	AS75Z25	3.88±0.02

หมายเหตุ : ตัวอย่าง AS90Z10 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 90 โดยปริมาตร +3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 10 โดยปริมาตร
 ตัวอย่าง AS85Z15 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 85 โดยปริมาตร +3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร
 ตัวอย่าง AS80Z20 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 80 โดยปริมาตร +3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร

ตัวอย่าง AS75Z25 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 75 โดยปริมาตร +3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร



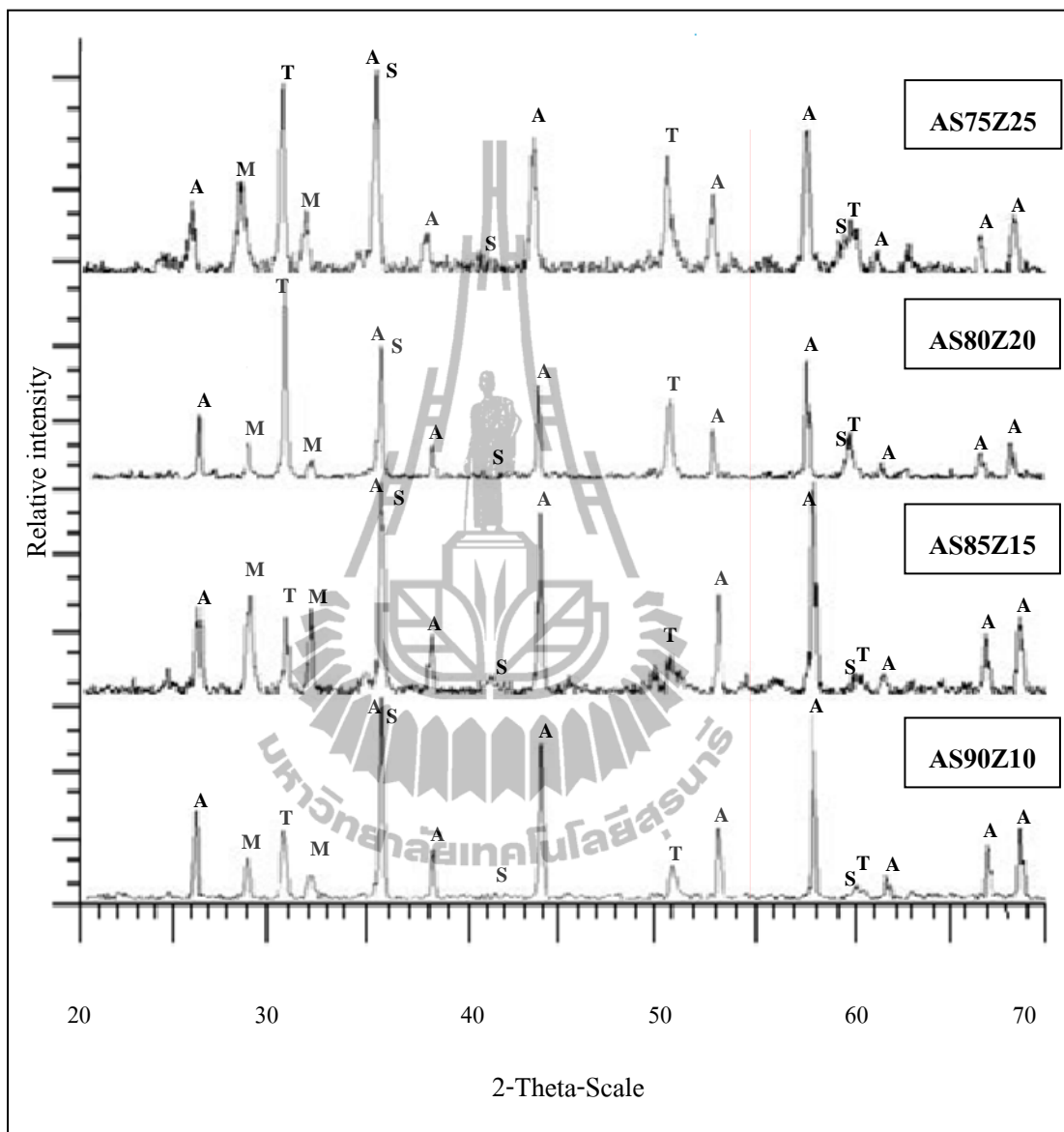
รูปที่ 4.2 ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการเติม 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 10-25 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่าง ดังตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.2 พบว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาขึ้นจะทำให้ค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น เนื่องจากวัสดุตั้งต้นแต่ละตัวในวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย จะมีอุณหภูมิจุดหลอมเหลวแตกต่างกัน ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 2072\text{ }^\circ\text{C}$ $\text{SiC} = 2730\text{ }^\circ\text{C}$ $\text{ZrO}_2 = 2715\text{ }^\circ\text{C}$) ดังนั้น ซิลิกอนคาร์ไบด์และเซอร์โคเนีย จะมีอุณหภูมิสูงกว่าอะลูมินา ซึ่งจะส่งผลให้อุณหภูมิในการเผาของวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนียที่ $1550\text{ }^\circ\text{C}$ จะมีปริมาณรูพรุนสูงกว่าอุณหภูมิในการเผาที่ 1600 และ $1650\text{ }^\circ\text{C}$ ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาค (รูปที่ 4.10) โดยรูพรุนที่เกิดภายในวัสดุเชิงประกอบจะส่งผลต่อสมบัติเชิงกล โดยงานวิจัยของ Jang, (2005) อธิบายว่า เมื่อเผาขึ้นวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์-เซอร์โคเนีย ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากวัสดุเชิงประกอบมีการสุกตัวมากขึ้น ทำให้เกิดความหนาแน่น

อย่างสมบูรณ์และเกิดได้ดีที่อุณหภูมิ 1600°C หรือมากกว่า 1600°C และเมื่อพิจารณาการเติมเซอร์โคเนียในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติมเซอร์โคเนีย เนื่องจากความหนาแน่นของเซอร์โคเนียสูงกว่า อะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ (5.68 3.93 3.21 g/cm³ ตามลำดับ) จึงส่งผลให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นของวัสดุนั้น ๆ ซึ่งในงานวิจัยของ Jyoti Prakash, et al. (2011) พบว่า เมื่อเติมเซอร์โคเนียในอะลูมินา ให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามของการเติมเซอร์โคเนีย เนื่องจากเซอร์โคเนียจะทำให้รูปแบบของโครงสร้างมีความหนาแน่นมากขึ้น จากการทดลองพบว่า ตัวอย่าง AS85Z15 (15 vol.%ZrO₂) ที่อุณหภูมิ 1650 °C มีความหนาแน่นลดลง เนื่องจากอะลูมินาเกิดเกรนโต (Grain growth) ดังโครงสร้างจุลภาครูปที่ 4.12 ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิดการโตของเกรนอะลูมินาจึงทำให้เกิดช่องว่างระหว่างเกรนมากขึ้นและทำให้เกิดรูพรุนและอนุภาคเซอร์โคเนียจะจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ไม่กระจายตัวรอบ ๆ เกรนของอะลูมินาส่งผลให้ความหนาแน่นของตัวอย่างที่เติมเซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร มีความหนาแน่นลดลงซึ่งจะมีผลต่อสมบัติเชิงกล



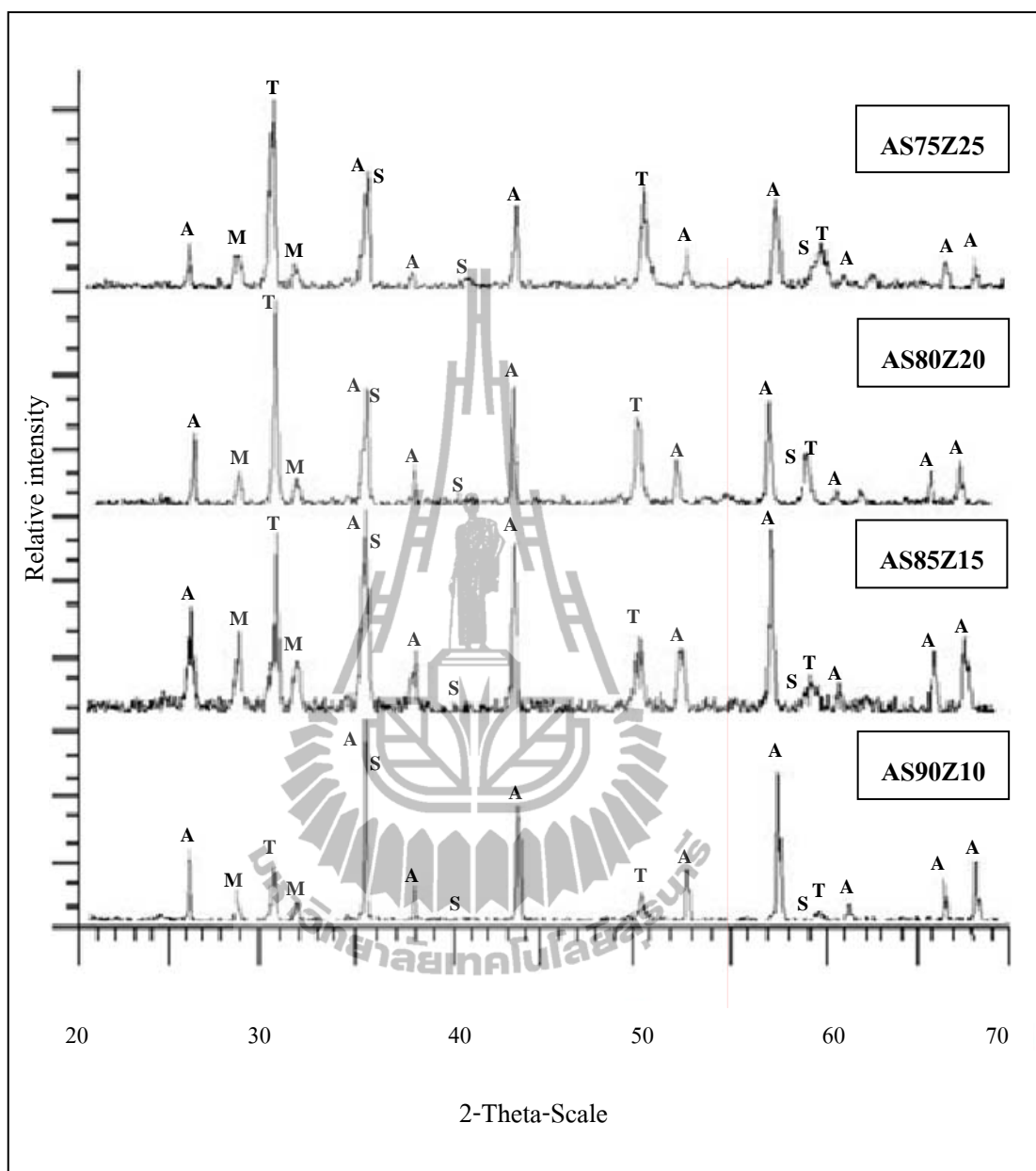
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนวัฏภาค



รูปที่ 4.3 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้

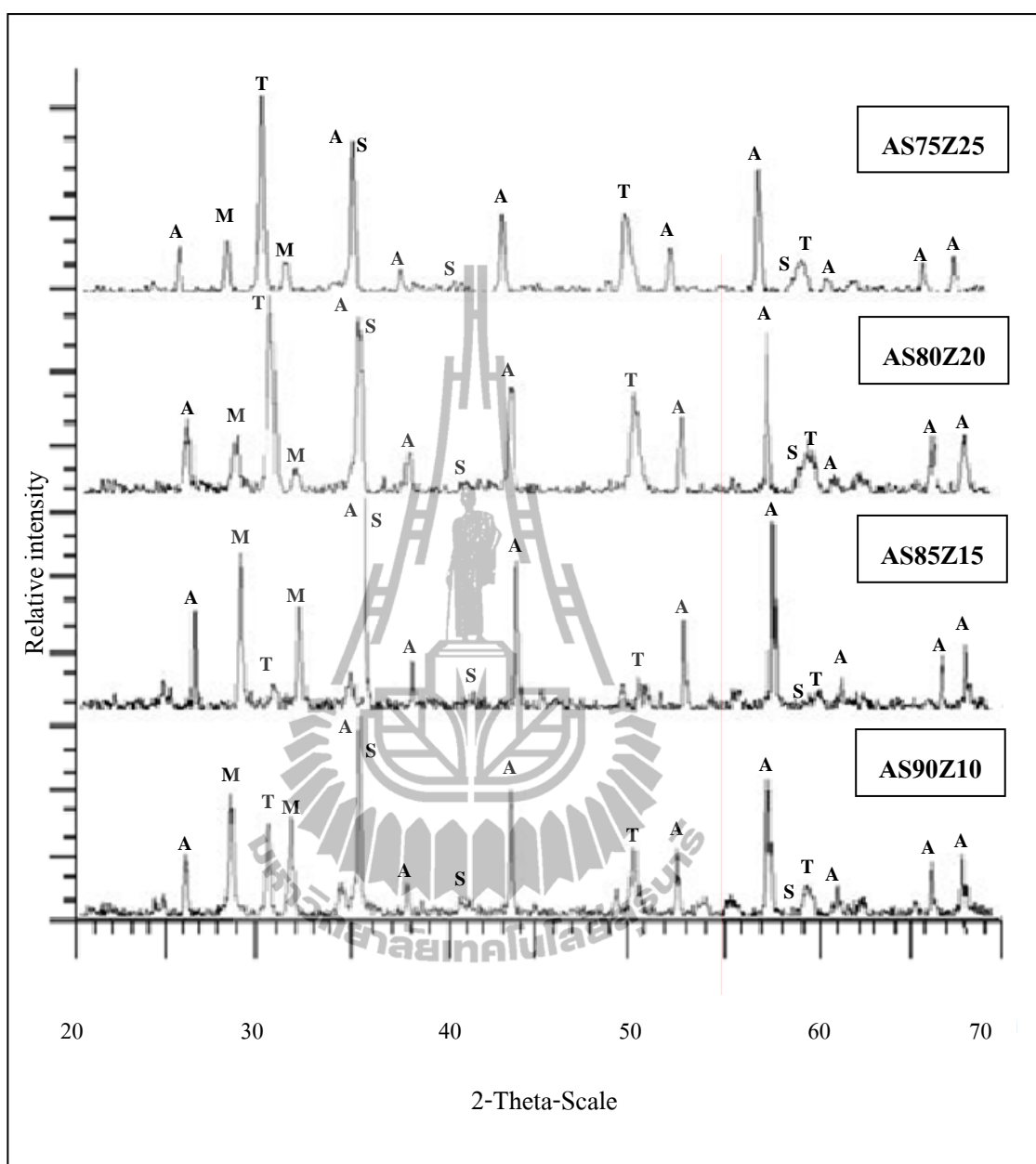




รูปที่ 4.4 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้

A = α -Al₂O₃ S = β -SiC M = m-ZrO₂ T = t-ZrO₂



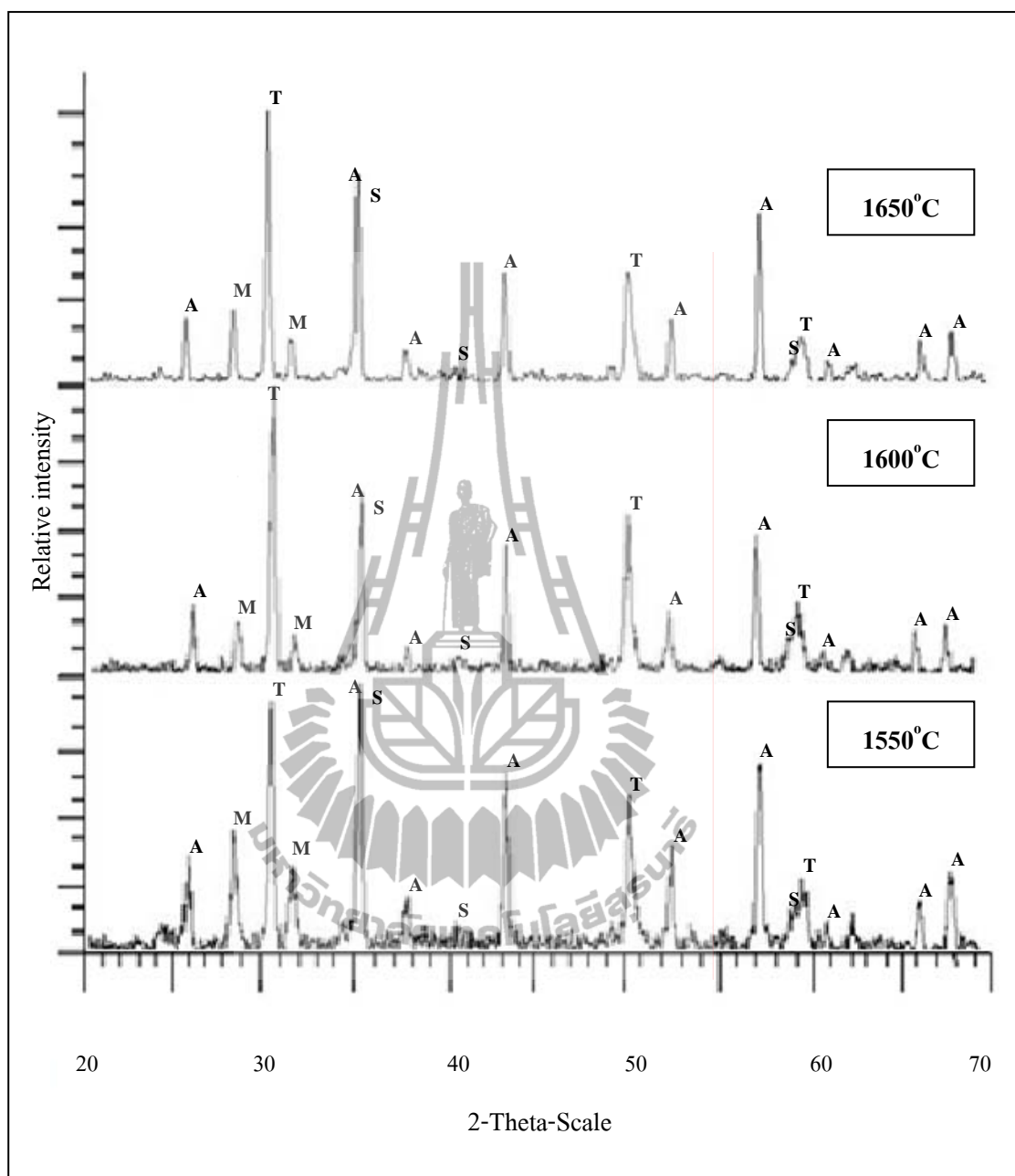
รูปที่ 4.5 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้



รูปที่ 4.3-4.5 แสดงผลการวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ด้วยเครื่อง XRD ของแต่ละตัวอย่าง หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิเดียวกันพบว่า อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ทำปฏิกิริยากับเซอร์โคเนีย ได้อย่างสมบูรณ์ โดยอัตราส่วนระหว่างอะลูมินาต่อซิลิกอนคาร์ไบด์เป็น 95:5 เมื่อเติมอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ในปริมาณร้อยละ 75 80 85 และ 90 โดยปริมาตร แสดงพิกของอัลฟาอะลูมินา ซึ่งวัฏภาคของอัลฟาอะลูมินา (Card number 00-046-1212) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.1) และปรากฏวัฏภาคของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ (Card number 01-073-1665) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.2) โดยความเข้มของพิกจะสูงขึ้นตามปริมาณของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมเข้าไป และเมื่อเติม 3Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร จะปรากฏวัฏภาคของ $m\text{-ZrO}_2$ (Card number 00-037-1484) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.3) และ $t\text{-ZrO}_2$ (Card number 00-050-1089) (ภาคผนวก ก ตารางที่ ก.4) โดยความเข้มของพิกจะสูงขึ้นตามปริมาณของ 3Y เซอร์โคเนียที่เติมเข้าไป ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Mariappan et al. (2002) อธิบายว่า เมื่อปริมาณของเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้น ความเข้มของพิกเตตระโกนอลก็จะสูงขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนีย ในขณะที่ปริมาณของเตตระโกนอลเพิ่มขึ้น ปริมาณของ โมโนคลีนิกก็จะลดลงตามอัตราส่วนระหว่างเตตระโกนอลกับโมโนคลีนิก

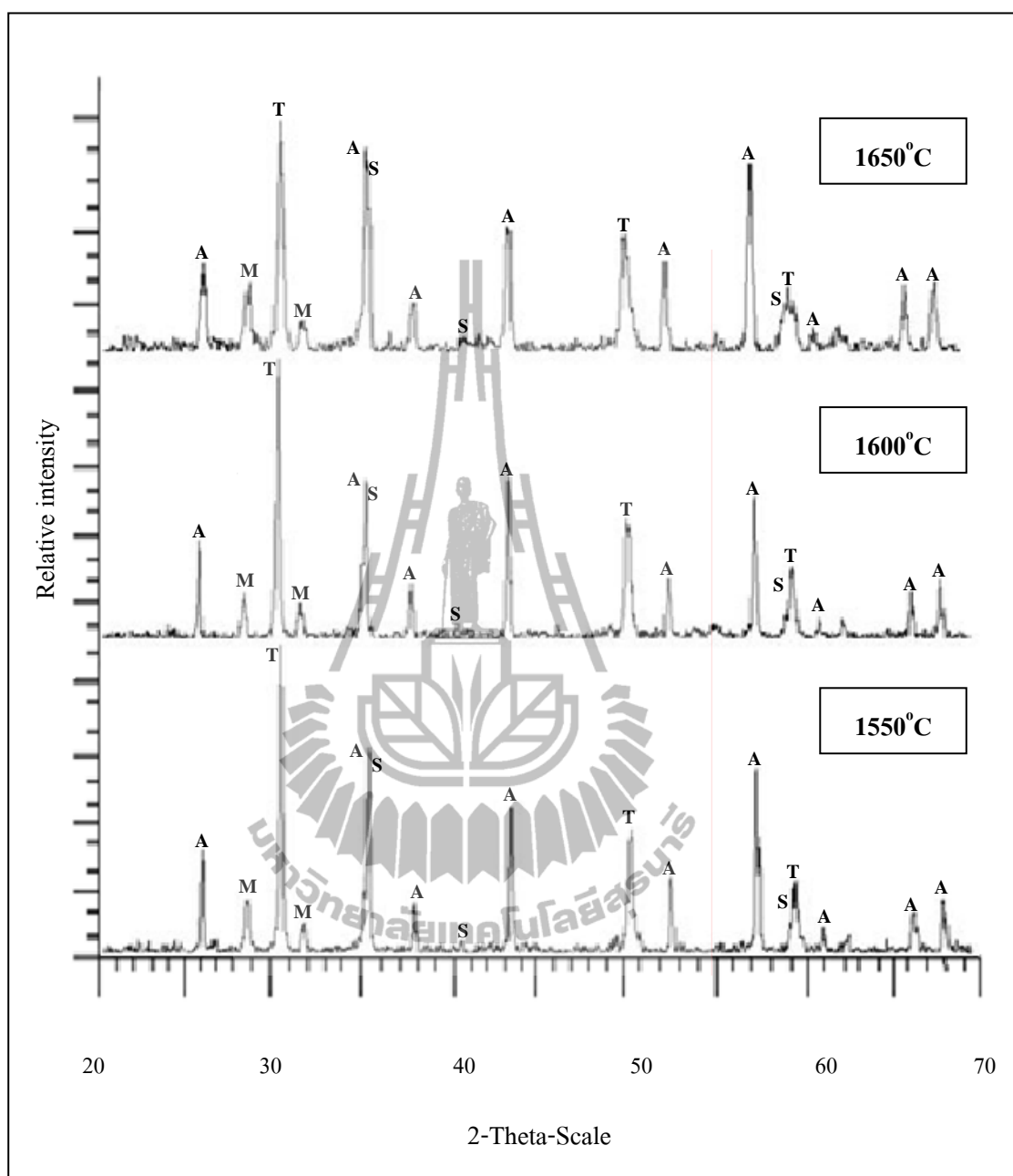
เมื่อพิจารณาตัวอย่างที่มีปริมาณของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมเข้าไปในปริมาณร้อยละ 75 80 85 และ 90 โดยปริมาตร เมื่อเติม 3Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร หลังจากผ่านการเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกันดังรูปที่ 4.6-4.9 พบว่าวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยอนุภาคเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 °C จะแสดงวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ และ $m\text{-ZrO}_2$ ซึ่งอิทธิพลออกไซด์จะเป็นตัวสร้างความเสถียร (Stabilizer) ที่ทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียเสถียรในรูป $t\text{-ZrO}_2$ จากรูปที่ 4.8 พบว่าตัวอย่าง AS85Z15 (15 vol.%ZrO₂) ที่อุณหภูมิ 1650 °C มีความเข้มของพิก $t\text{-ZrO}_2$ เฟสที่ต่ำมาก ซึ่งอาจจะมาจากความผิดพลาดของการทดลอง เนื่องจากการทดลองนี้ได้ทำการ Stabilization เซอร์โคเนียเอง ผลคือสามารถสร้างความเสถียรให้แก่เซอร์โคเนียในรูป $t\text{-ZrO}_2$: $m\text{-ZrO}_2$ ด้วยอัตราส่วน 60:40 เท่านั้น ดังนั้นตัวอย่าง AS85Z15 (15 vol.%ZrO₂) อาจจะมีปริมาณของเซอร์โคเนียในรูป $m\text{-ZrO}_2$ มากกว่า $t\text{-ZrO}_2$ จึงทำให้ความเข้มของพิก $t\text{-ZrO}_2$ ต่ำ ขณะที่ความเข้มของพิก $m\text{-ZrO}_2$ สูง ซึ่งมีผลต่อสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง (ตารางที่ 4.2)



รูปที่ 4.6 XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS75Z25 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 75 โดยปริมาตร + 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผา ผนิกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้

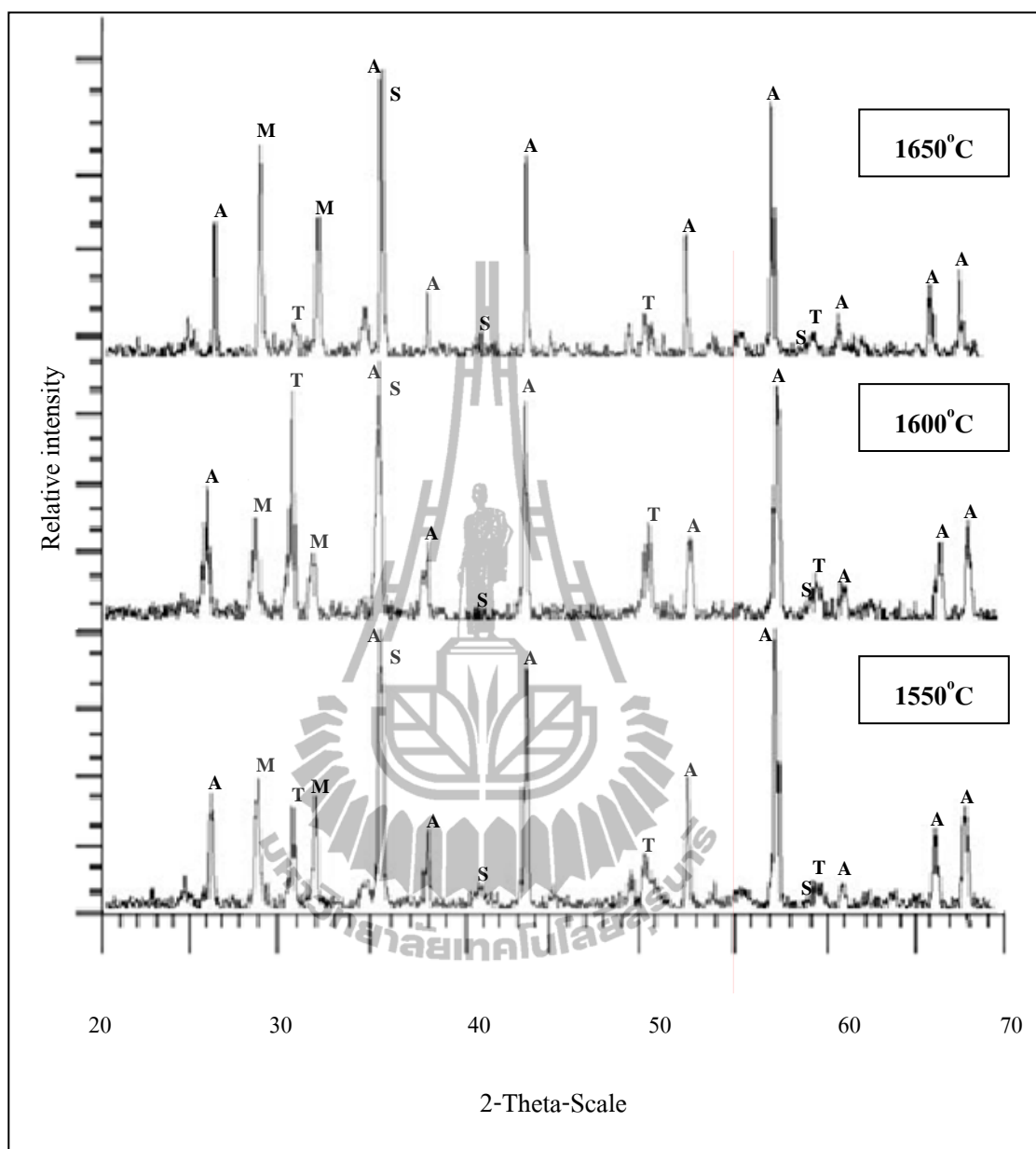




รูปที่ 4.7 XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS80Z20 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 80 โดยปริมาตร + 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 20 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผา ผนิกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้

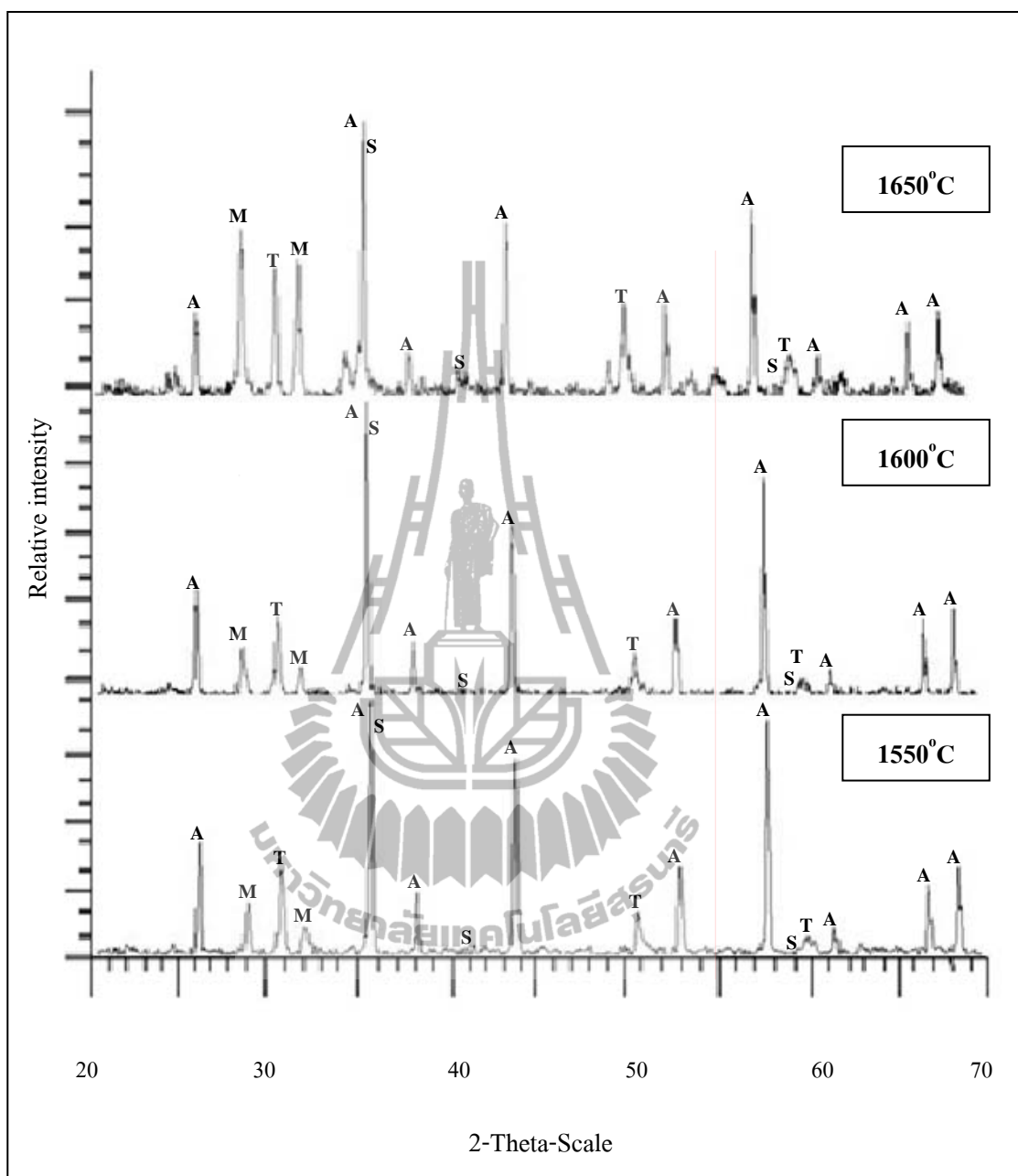




รูปที่ 4.8 XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS85Z15 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์) ร้อยละ 85 โดยปริมาตร + 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 15 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้





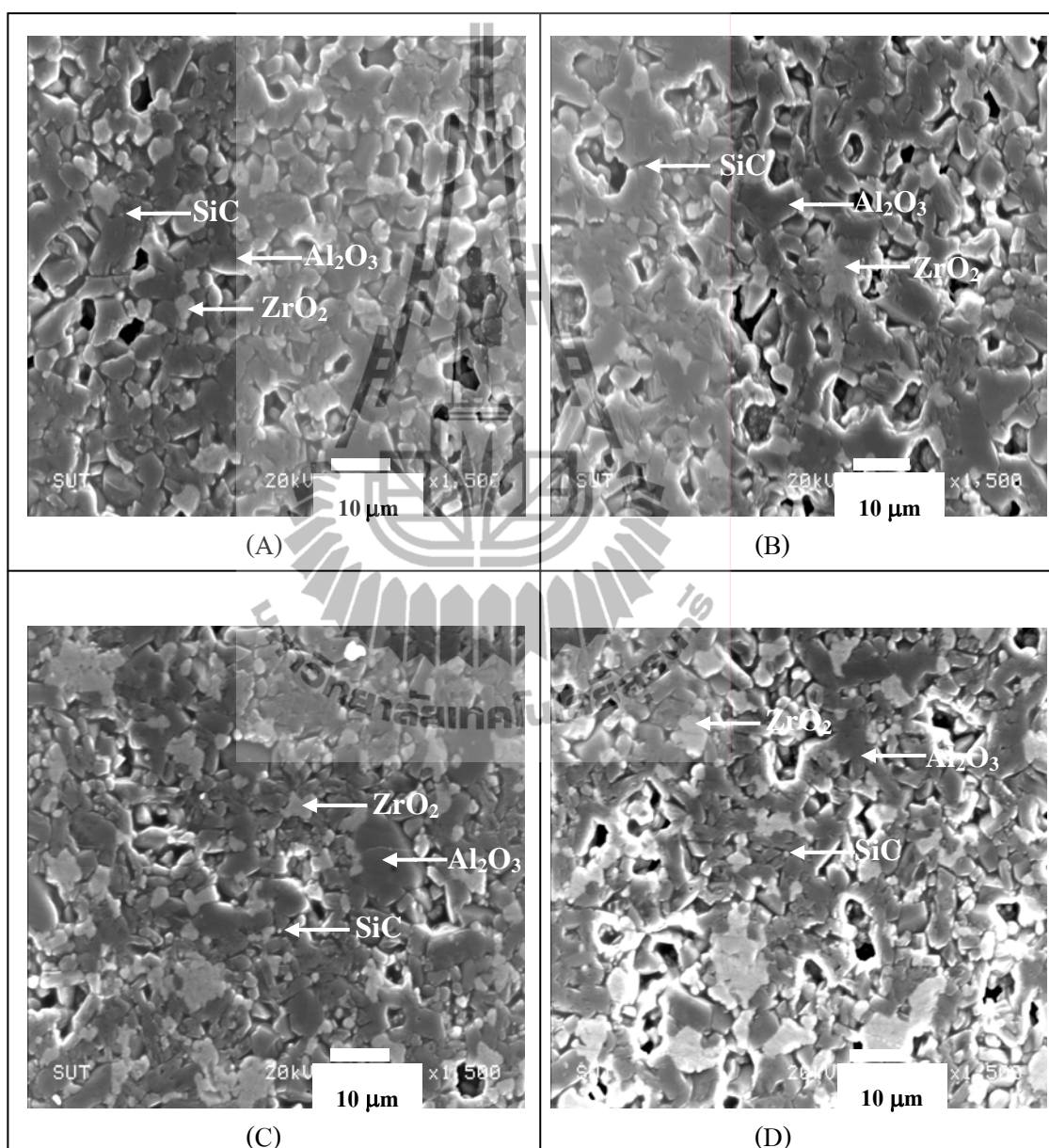
รูปที่ 4.9 XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง AS90Z10 ส่วนผสม (95:5 อะลูมินา-ซิริโคนคาร์ไบด์) ร้อยละ 90 โดยปริมาตร + 3Y เซอร์โคเนีย ร้อยละ 10 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผา ผนิกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

โดยใช้สัญลักษณ์แทนวัฏภาคดังนี้



4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค

- ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C



รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C

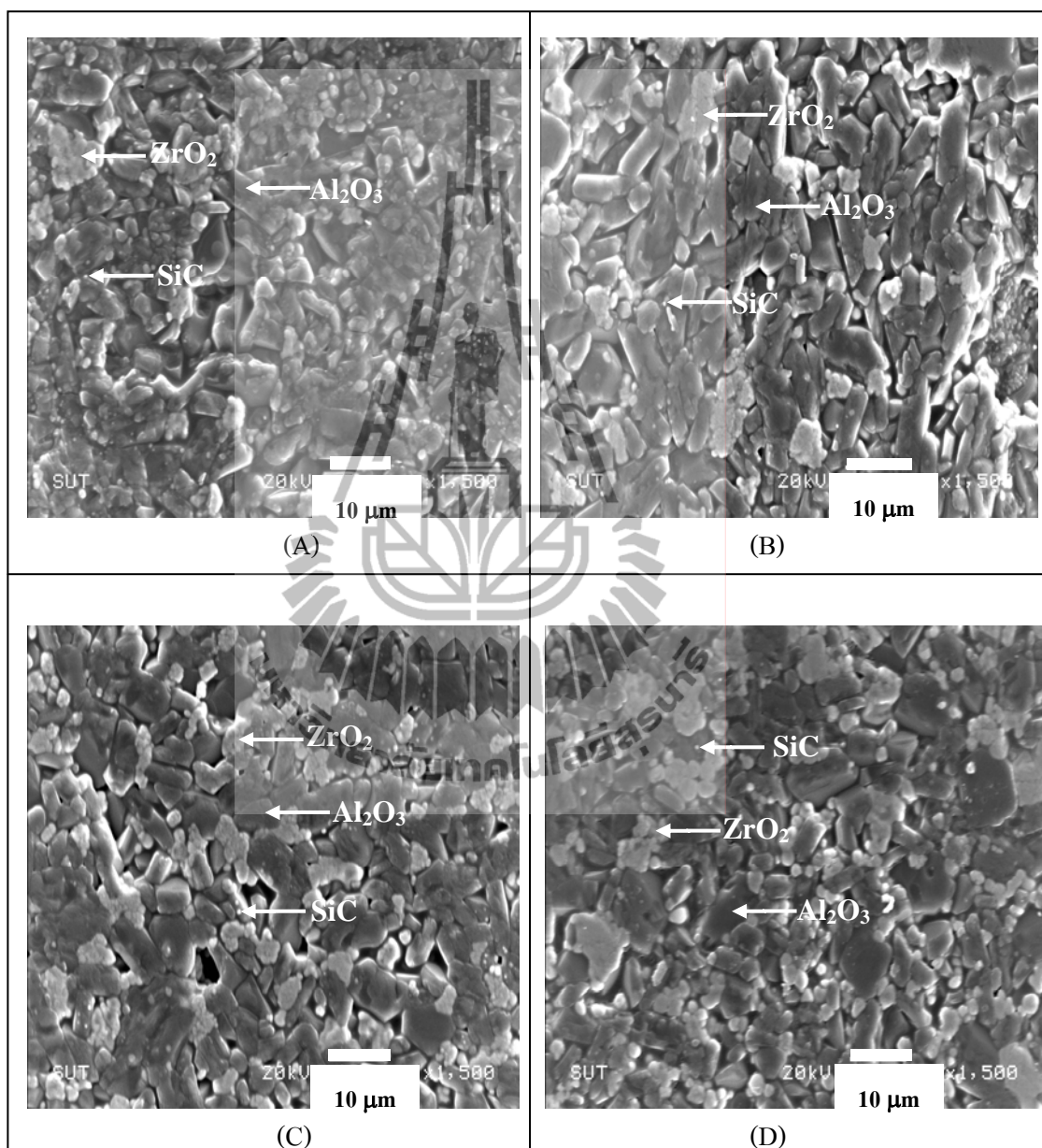
- (A) 90 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 10 vol%3Y-ZrO₂, (B) 85 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 15 vol%3Y-ZrO₂, (C) 80 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 20 vol%3Y-ZrO₂ และ (D) 75 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 25 vol%3Y-ZrO₂

ตัวอย่าง A มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 90 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 85 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 80 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 75 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 25 โดยปริมาตร

จากรูปที่ 4.10 A-D โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C จากการทดลองพบว่าโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 1500 เท่า แสดงอนุภาคอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์และ 3Y เซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียจะกระจายอยู่รอบ ๆ เกรนของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์จะกระจายตามเกรนของอะลูมินา จากการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C อนุภาคมีการเชื่อมต่อกันเป็นเกรนแต่ยังไม่สมบูรณ์และเกิดรูพรุนกระจายทั่ววัสดุเชิงประกอบ ซึ่งมาจากอุณหภูมิการเผาผนึกที่ทำให้ตัวอย่างยังไม่เกิดการสุกตัว ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wang, et al. (1999)



- ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C



รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C

(A) 90 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 10 vol%3Y-ZrO₂

(B) 85 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 15 vol%3Y-ZrO₂

(C) 80 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 20 vol%3Y-ZrO₂

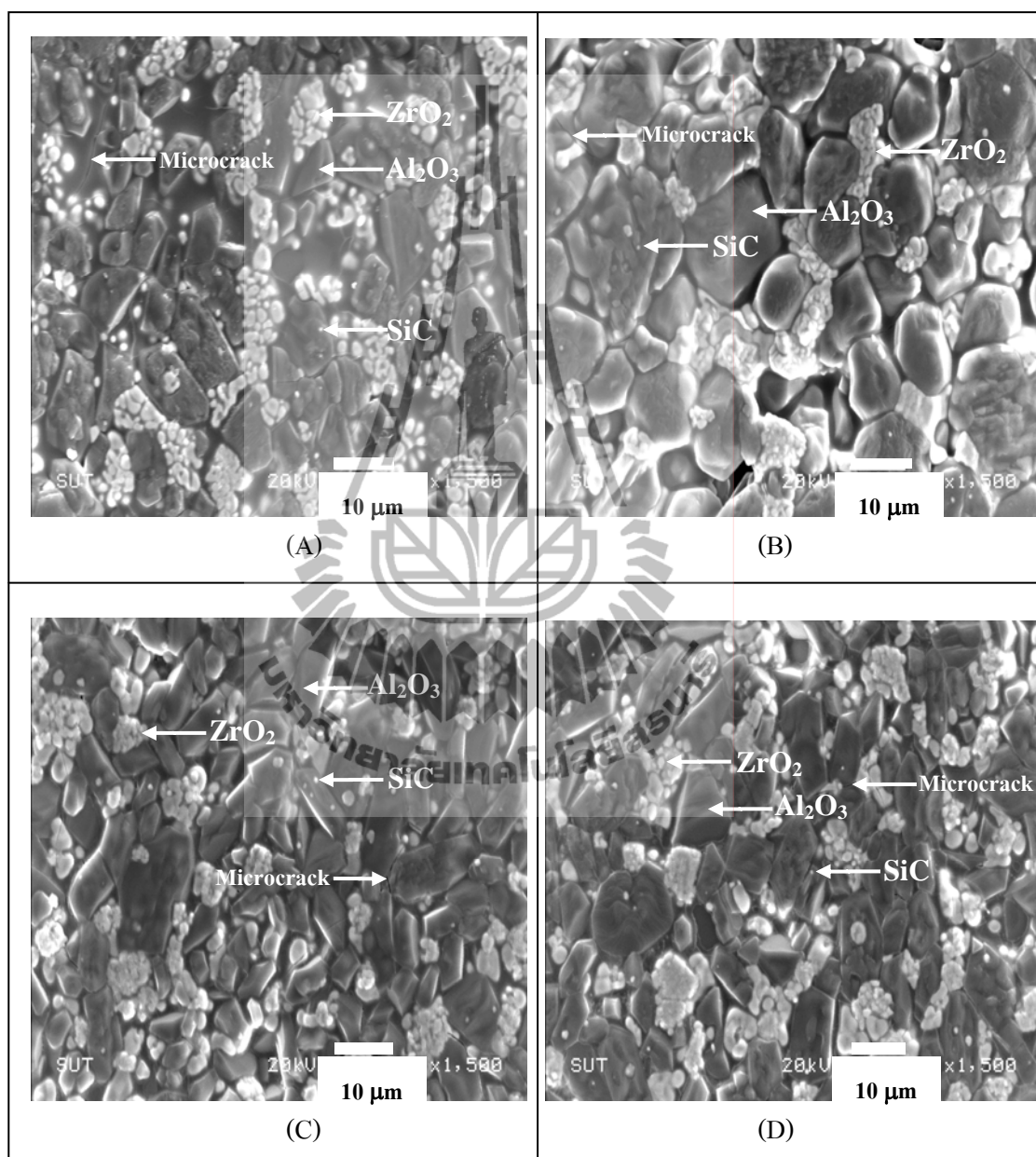
(D) 75 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 25 vol%3Y-ZrO₂

ตัวอย่าง A มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 90 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 85 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 80 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 75 โดยปริมาตร และ 3Y ซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 25 โดยปริมาตร

จากรูปที่ 4.11 A-D โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จากการทดลองพบว่า อนุภาคเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นเกรนมากขึ้น แสดงขอบเกรนชัดเจนขึ้น ขณะที่อนุภาคเซอร์โคเนียจะกระจายรอบ ๆ เกรนอะลูมินาและอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์จะกระจายในเกรนของอะลูมินา ที่อุณหภูมิในการเผาผนึกสูงขึ้นการสุกตัวของวัสดุเชิงประกอบก็มากขึ้น จึงทำให้ปริมาณของรูพรุนลดลงเมื่อเทียบกับการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C



- ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C



รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C

(A) 90 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 10 vol%3Y-ZrO₂

(B) 85 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 15 vol%3Y-ZrO₂

(C) 80 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 20 vol%3Y-ZrO₂

(D) 75 vol%(95:5)Al₂O₃-SiC • 25 vol%3Y-ZrO₂

ตัวอย่าง A มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 90 โดยปริมาตร และ 3Y ซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 10 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 85 โดยปริมาตร และ 3Y ซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 80 โดยปริมาตร และ 3Y ซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีการเติมปริมาณอะลูมินาและซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 75 โดยปริมาตร และ 3Y ซิริโคนคาร์ไบด์ร้อยละ 25 โดยปริมาตร

จากรูปที่ 4.12 A-D โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C จากการทดลองพบว่า อนุภาคอะลูมินา-ซิริโคนคาร์ไบด์และ 3Y เซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยอนุภาคเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นเกรนชัดเจนซึ่งอนุภาคของ 3Y เซอร์โคเนียจะกระจายอยู่รอบ ๆ เกรนของอะลูมินาและอนุภาคซิริโคนคาร์ไบด์กระจายอยู่ในเกรนของอะลูมินา จากภาพโครงสร้างจุลภาคพบว่าที่กำลังขยาย 1500 เท่า ตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C จะเกิดเกรนโตของอะลูมินา เมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 °C เนื่องจากการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงเกรนของอะลูมินาจะโตขึ้น โดยเวลาในการเผาของวัสดุเชิงประกอบจะทำให้อะลูมินาเกิดเกรนโตได้ง่ายซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติเชิงกล จากงานวิจัยของ Ma et al. (2008) อธิบายว่า การเติมเซอร์โคเนียเข้าไปในวัสดุหลักอะลูมินาช่วยหยุดยั้งการเกิดเกรนโตของอะลูมินา โดยเกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างเกรนอะลูมินาและเซอร์โคเนีย ซึ่งเซอร์โคเนียจะกระจายอยู่รอบ ๆ เกรนอะลูมินา สำหรับการเกิด Microcrack ในวัสดุเชิงประกอบจะเกิดจากการเปลี่ยนเฟสของเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิสูงขึ้นจากรูป $m\text{-ZrO}_2$ เป็น $t\text{-ZrO}_2$ และขณะที่อุณหภูมิลดลง เซอร์โคเนียเปลี่ยนเฟสจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ระหว่างการเปลี่ยนเฟสเกิดความเค้นกดอัด (Compressive Stress) รอบ ๆ เกรนอะลูมินา สอดคล้องกับงานวิจัย Gao et al. (1999) ดังนั้น Microcrack จะเกิดขึ้นตามปริมาณการเติมเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบและมีผลต่อสมบัติเชิงกล

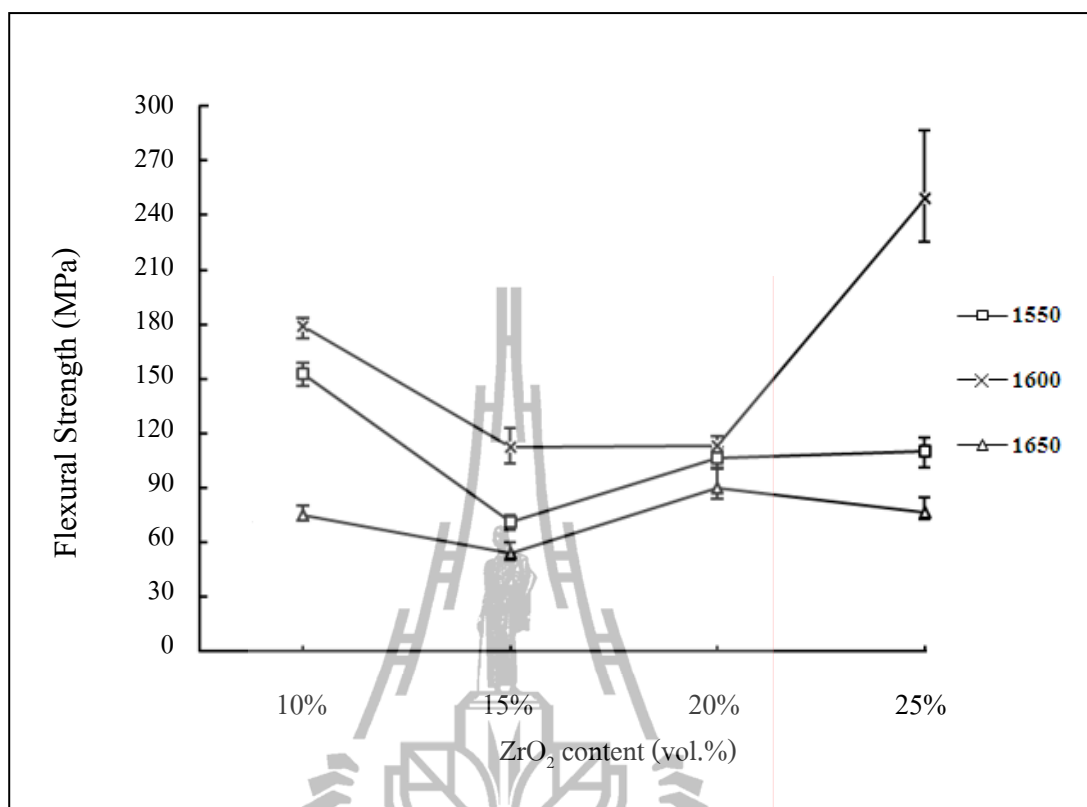
4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว ของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว ของวัสดุเชิงประกอบของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิแตกต่างกัน เป็นเวลา 240 นาที

อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อการดัดโค้ง* (เมกะปาสคาล)	ความแข็งวิกเกอร์* (จิกกะปาสคาล)	ความเหนียว* (เมกะปาสคาล× เมตร ^{1/2})
1550	AS90Z10	152.88±6.55	5.12±0.62	1.45±0.22
	AS85Z15	71.03±4.23	3.72±0.38	1.53±0.12
	AS80Z20	106.27±6.29	3.91±0.40	3.40±0.25
	AS75Z25	110.37±8.81	5.71±0.25	4.47±0.21
1600	AS90Z10	178.74±6.09	9.16±0.61	3.16±0.17
	AS85Z15	112.51±10.10	5.03±0.29	3.23±0.16
	AS80Z20	113.44±4.85	5.18±0.38	5.66±0.10
	AS75Z25	249.62±24.07	6.79±0.66	4.16±0.20
1650	AS90Z10	74.87±5.13	5.82±0.41	1.11±0.10
	AS85Z15	53.84±6.16	4.38±0.38	1.23±0.12
	AS80Z20	90.21±11.13	4.43±0.38	2.78±0.22
	AS75Z25	76.99±8.01	5.29±0.28	1.62±0.10

หมายเหตุ:* ได้จากตัวอย่างจำนวน 3 ชิ้น



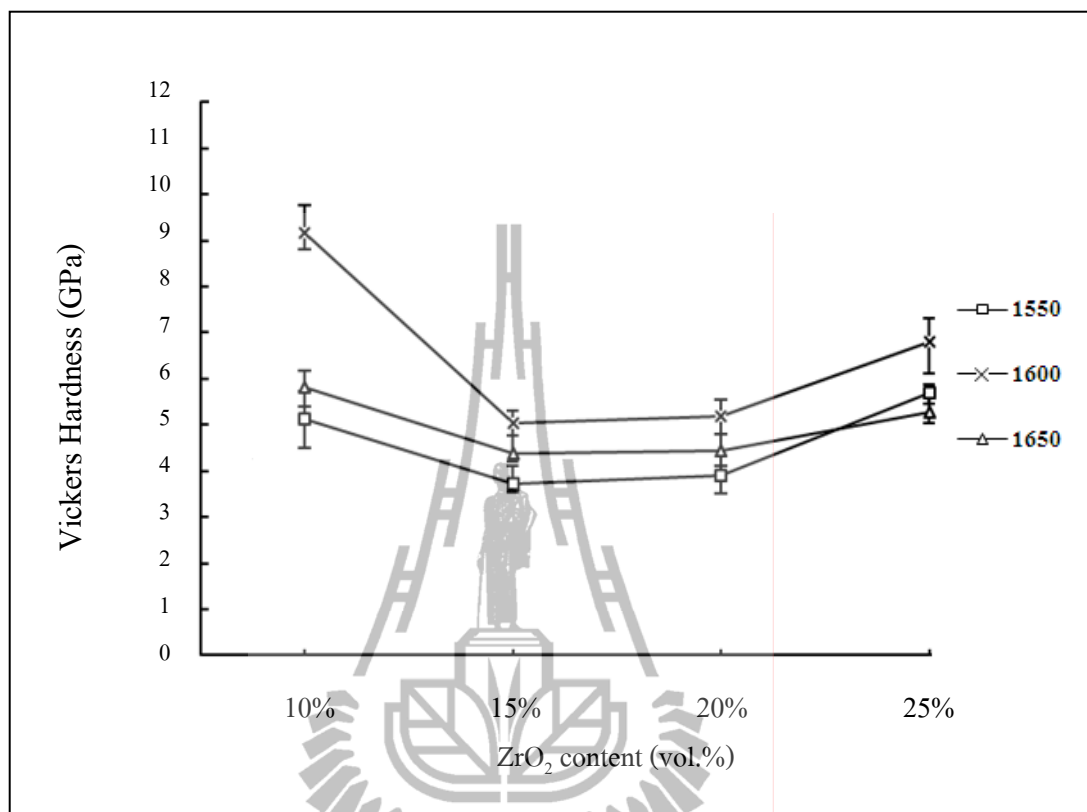
รูปที่ 4.13 ค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.13 เมื่อเติม 3Y เซอร์โคเนียเข้าไปในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร จากการทดลองพบว่า เมื่อเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร ค่าความทนต่อการดัดโค้งจะมีค่าสูงเมื่อเทียบกับการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียในปริมาณมาก เนื่องจาก การเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร จะมีส่วนผสมของอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์สูงสุด (ตัวอย่าง AS90Z10) ซึ่งวัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์มีความแข็งแรงสูง ดังนั้นการเพิ่มปริมาณอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียจะทำให้สัดส่วนของซิลิกอนคาร์ไบด์ลดลง ส่งผลให้ค่าความทนต่อการดัดโค้งลดลงตามปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ลดลง เมื่อเริ่มพิจารณาการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียที่ปริมาณ 15 20 และ 25 โดยปริมาตร ค่าความทนต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์มีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนีย เนื่องจากปริมาณของอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณวัฏภาคของ $t\text{-ZrO}_2$ สูงขึ้นตามปริมาณการเติม 3Y เซอร์โคเนีย แสดงดังรูปที่ 4.3-4.5 ในขณะที่เดียวกันการเปลี่ยนวัฏภาคของ

3Y เซอร์โคเนียจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูง 3-5% ส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบที่เดิมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียในปริมาณที่มากขึ้น จะทำให้เกิด Microcrack ในวัสดุได้ ซึ่งส่งผลต่อสมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการดัดโค้ง ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.13

จากการทดลองพบว่า เมื่อวัสดุเชิงประกอบถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650°C จากผลการทดลอง พบว่าค่าความทนต่อการดัดโค้งที่อุณหภูมิ 1550°C จะมีค่าสูงกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C และอย่างไรก็ตามวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะแสดงค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุดเมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น ๆ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1550°C เป็นการเผาผนึกที่ยังไม่สุกตัวจะมีปริมาณรูพรุนสูงแสดงดังรูปที่ 4.10 แต่ผลของความทนต่อการดัดโค้งที่อุณหภูมิ 1550°C กลับสูงกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650°C เนื่องจากการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูง รวมถึงเวลาการเผาแช่ (Soaking Time) ทำให้เกรนของอนุภาคอะลูมินามีการขยายใหญ่ขึ้นหรือเรียกว่าเกรนโต (Grain growth) ดังนั้นเมื่อเกิด Crack จะทำให้ Crack สามารถวิ่งผ่านเกรนได้ง่ายกว่า จึงทำให้ความทนต่อการดัดโค้งมีค่าต่ำ

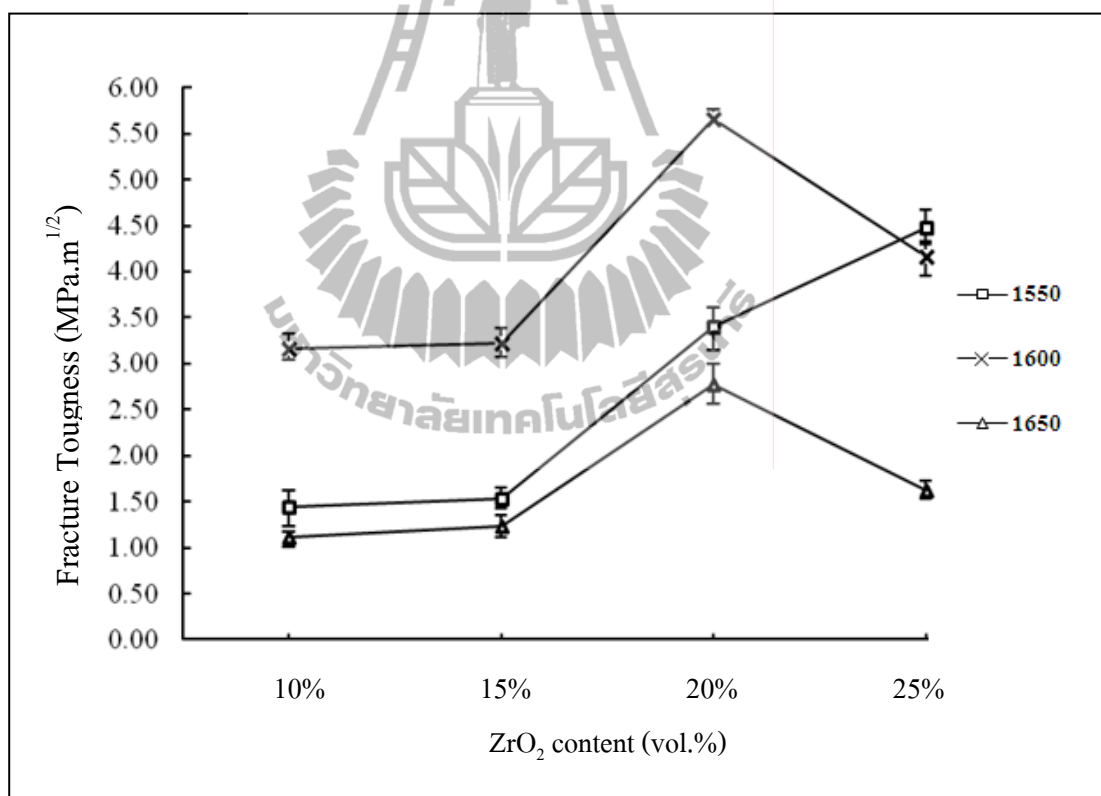
จากการทดลองยังพบว่าตัวอย่าง AS75Z25 (25 vol.%ZrO₂) ที่อุณหภูมิ 1600 °C มีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงมากเมื่อเทียบกับการเติม 3Y เซอร์โคเนียที่อุณหภูมิ 1600 °C จากภาพโครงสร้างจุลภาค รูปที่ 4.11 พบว่าการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร จะกระจายตัวได้ดีกว่าการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 10 15 20 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1600 °C และที่อุณหภูมิ 1600 °C เป็นอุณหภูมิในการเผาผนึกที่เหมาะสมสำหรับวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยอนุภาค 3Y เซอร์โคเนีย เนื่องจากที่อุณหภูมินี้ไม่เกิดการเกรนโตของเกรนอะลูมินาเมื่อเทียบกับการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C (รูปที่ 4.12) รวมถึงปริมาณรูพรุนน้อยกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C (รูปที่ 4.10) ซึ่งปัจจัยดังกล่าวมีผลต่อสมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการดัดโค้ง ดังนั้นจึงทำให้การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C มีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุด โดยมีค่าเท่ากับ 249.62 ± 24.07 MPa



รูปที่ 4.14 ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.14 จากการทดลองพบว่าเมื่อมีการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร โดยมีส่วนผสมของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 90 โดยปริมาตร โดยวัสดุอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์มีความแข็งสูงกว่าเซอร์โคเนีย ดังนั้นเมื่อวัสดุที่มีปริมาณของอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์สูงจะส่งผลให้ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นโดยสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ko et al. (2004) เมื่อเริ่มพิจารณาเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียประมาณ 15 20 และ 25 โดยปริมาตร ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์สูงขึ้น เนื่องจากปริมาณของ 3Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้นทำให้วัสดุเชิงประกอบมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.2 ส่งผลให้ความแข็งของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นเมื่อเติม 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 20 และ 25 โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการเผา จากการทดลองพบว่าเมื่อวัสดุเชิงประกอบถูกเผาที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650°C จากผลการทดลอง พบว่าที่อุณหภูมิ 1650°C ค่าความแข็งจะมีค่าสูงกว่าที่การเผาที่อุณหภูมิ 1550°C และนอกจากนั้นวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผา

ผืนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะมีค่าความแข็งสูงสุดเมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น ๆ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1550°C เป็นการเผาผืนึกที่ยังไม่สุกตัวและมีปริมาณรูพรุนสูงแสดงดังรูปที่ 4.10 แต่ขณะที่อุณหภูมิ 1650°C ค่าความแข็งไม่สูงมากนัก เนื่องจากการเผาผืนึกที่อุณหภูมิสูงทำให้เกิดเกรนโตของอะลูมินา และการเปลี่ยนวัฏภาคของ 3Y เซอร์โคเนียที่ทำให้เกิด Microcrack แต่การเกิดเกรนโตและ Microcrack ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งน้อยกว่าวัสดุที่มีรูพรุนสูงความหนาแน่นต่ำ ในขณะที่อุณหภูมิในการเผาผืนึก 1600 °C ไม่เกิดเกรนโตของอะลูมินาและมีปริมาณรูพรุนน้อย ดังนั้นวัสดุเชิงประกอบที่มีความแข็งสูงสุด มีการเติมอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ปริมาณร้อยละ 90 กับ 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 โดยปริมาตร ผ่านการเผาผืนึกที่อุณหภูมิ 1600 °C มีค่าความแข็งสูงสุดคือ $9.16 \pm 0.61 \text{ GPa}$



รูปที่ 4.15 ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผืนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

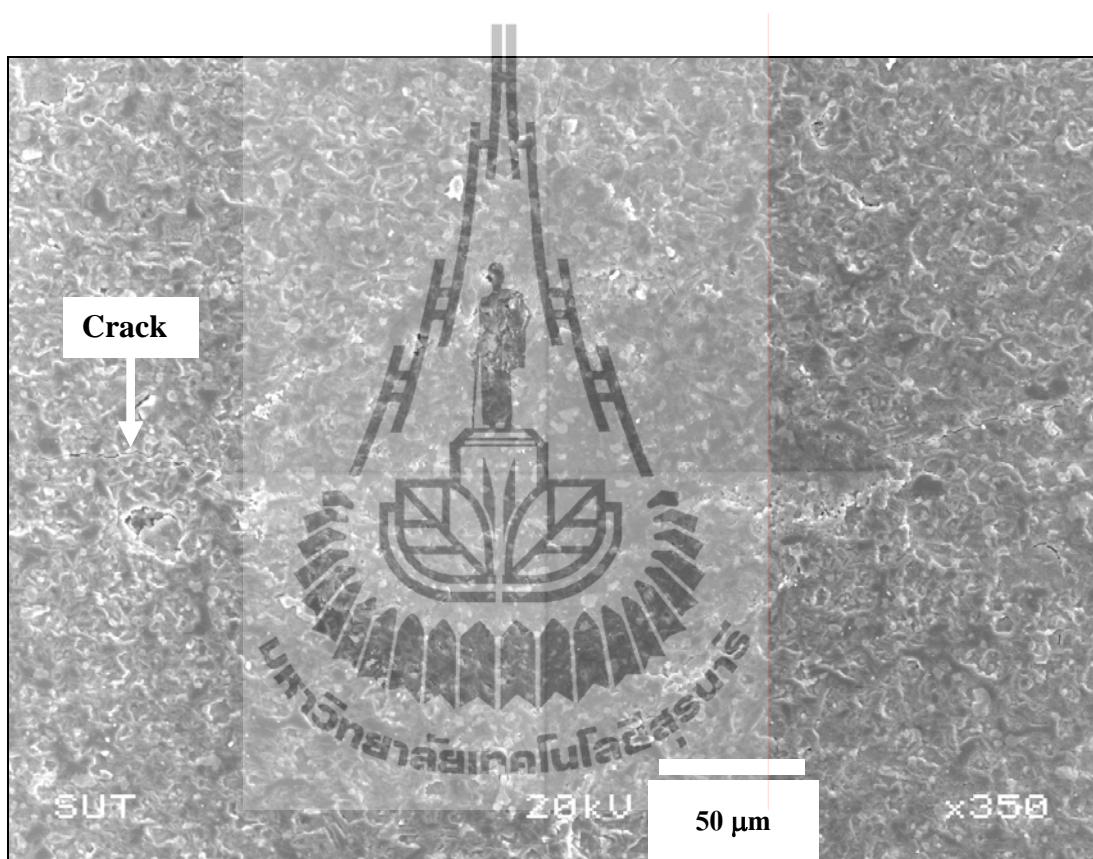
จากตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.15 เมื่อเติม 3Y เซอร์โคเนียเข้าไปในวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร จากการทดลองพบว่า เมื่อเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนีย ค่าความเหนียวของวัสดุเชิง

ประกอบอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์สูงขึ้นตามปริมาณการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนีย เนื่องจากปริมาณของอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียสูง ส่งผลให้ปริมาณการเกิดวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ สูงขึ้นขณะที่ปริมาณของวัฏภาค $m\text{-ZrO}_2$ ลดลง ซึ่งเป็นไปตามกระบวนการเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Preerapong et al. (2008) อธิบายว่า การเปลี่ยนวัฏภาคจาก $t\text{-ZrO}_2$ เป็น $m\text{-ZrO}_2$ ช่วยเพิ่มกำลังค้ำขวางและพลังงานแตกหัก โดยวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ สามารถเปลี่ยนเป็นวัฏภาค $m\text{-ZrO}_2$ ได้เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแรงภายนอก เมื่อวัฏภาค $t\text{-ZrO}_2$ เปลี่ยนเป็น $m\text{-ZrO}_2$ จะเกิดการขยายตัวของวัฏภาคในทิศทางตรงข้ามกับทิศของรอยร้าวพลังงานที่เกิดขึ้นจะเปลี่ยนวัฏภาคดังกล่าวที่ปริมาณสูงกว่าพลังงานที่ทำให้เกิดรอยร้าวขยายตัว ทำให้เกิดแรงอัดรอบรอยร้าว ส่งผลให้ลดหรือหยุดการขยายตัวของรอยร้าว ซึ่งเป็นผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มปริมาณการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียก็ส่งผลให้เกิด Micro crack เพิ่มขึ้นตามปริมาณของ 3Y เซอร์โคเนีย ซึ่งการเกิด Micro crack เกิดจากการขยายปริมาตรเมื่อมีการเปลี่ยนวัฏภาค อย่างไรก็ตามการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียจะช่วยยับยั้งการเกิดรอยแตกร้าวได้ ซึ่งอธิบายโดย Lin et al. (1998)

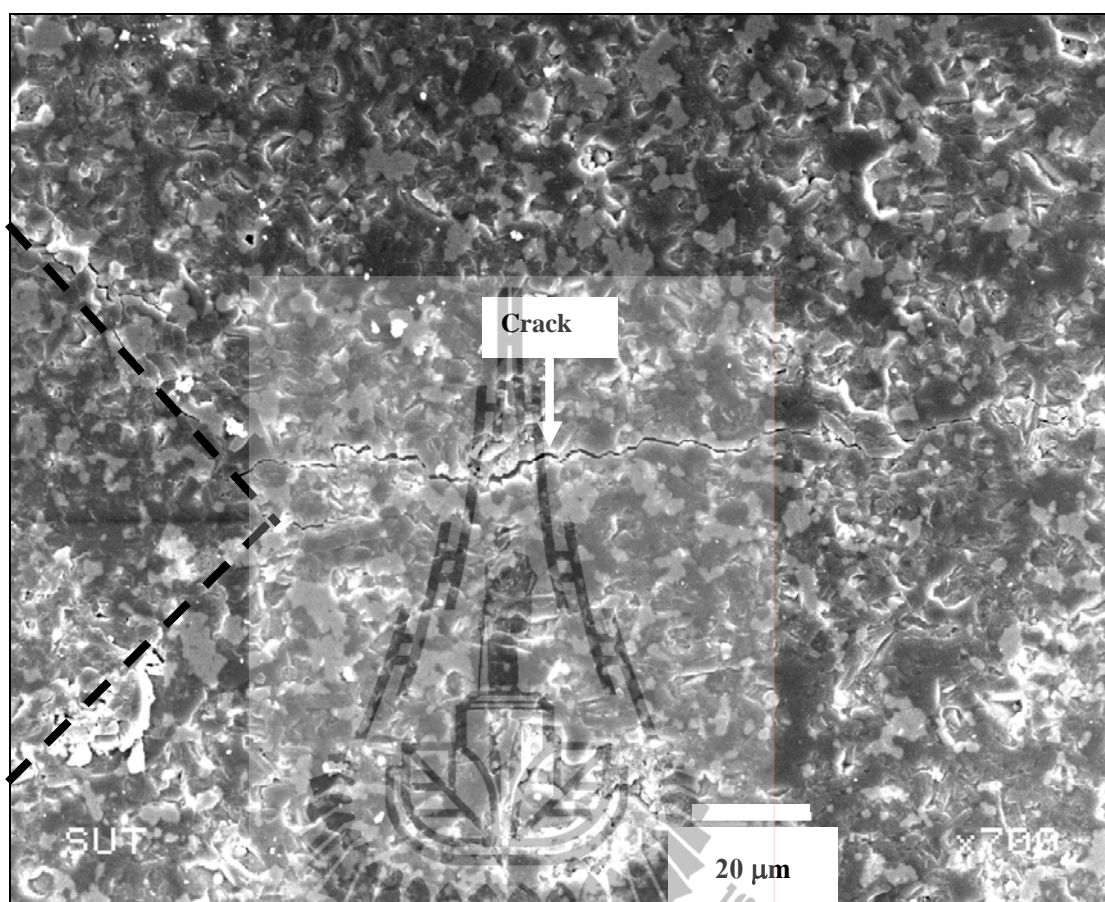
เมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการเผาผนึก จากการทดลองพบว่า เมื่อวัสดุเชิงประกอบถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 °C จากผลการทดลอง พบว่าวัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาที่อุณหภูมิ 1550 °C มีค่าเหนียวสูงกว่าวัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C และในขณะเดียวกันวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 °C จะมีค่าความเหนียวสูงสุดเมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น ๆ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1550 °C เป็นการเผาผนึกที่ยังไม่สุดตัวจะมีปริมาณรูพรุนที่สูงแสดงดังรูปที่ 4.10 แต่ค่าความเหนียวที่อุณหภูมิ 1550 °C กลับสูงกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C เนื่องจากวัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C มีปริมาณรูพรุนกระจายในวัสดุเชิงประกอบแต่ไม่ได้ส่งผลมากเท่ากับวัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C ซึ่งจะเกิดจากเกรนโตของอะลูมินาและการเกิด Microcrack ในวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งการเกิด Microcrack เกิดจากการเปลี่ยนวัฏภาคย่อยของ 3Y เซอร์โคเนีย ส่งผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 °C สูงกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 °C ในขณะที่วัสดุเชิงประกอบที่ถูกเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 °C มีค่าความเหนียวสูง เนื่องจากเป็นอุณหภูมิในการเผาผนึกที่เหมาะสมกับวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ 3Y เซอร์โคเนีย ซึ่งอุณหภูมินี้ไม่เกิดเกรนโตและมีปริมาณรูพรุนน้อย

จากการทดลองยังพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณการเติม 3Y เซอร์โคเนียมากกว่าร้อยละ 20 โดยปริมาตร พบว่าความเหนียวจะลดลง เนื่องจากอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียไม่กระจายตัวจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ขณะที่เกิดรอยแตกร้าวมันจะวิ่งผ่านเกรนได้ง่ายแทนที่รอยแตกร้าวจะวิ่งไปชนอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียที่กระจายอยู่รอบ ๆ เกรนอะลูมินาแต่กลับวิ่งผ่านเกรนอะลูมินา ทำให้ค่าความเหนียวมีค่าลดลง และสำหรับการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบที่อุณหภูมิ 1550 °C พบว่าสมบัติเชิงกล

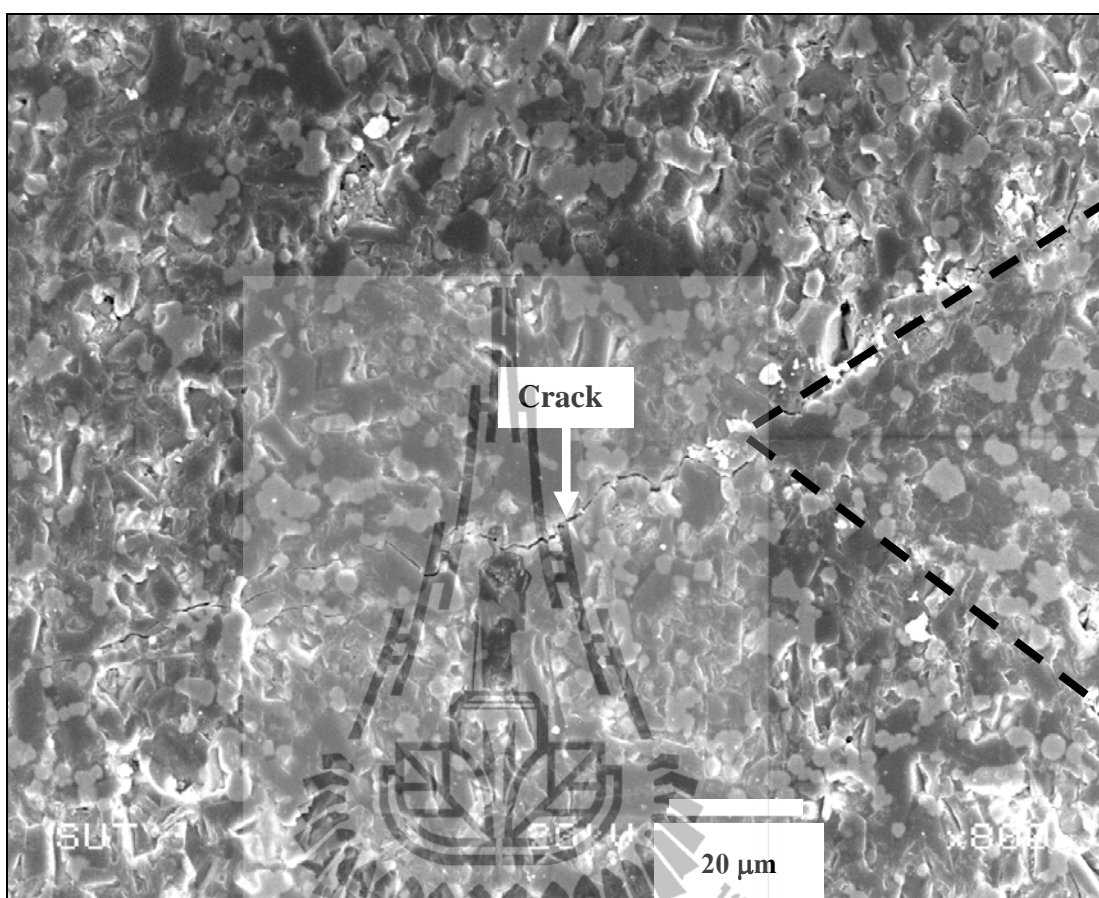
ทางด้านความเหนียวเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนีย ทำให้อนุภาค 3Y เซอร์โคเนียกระจายไปปิดรูพรุนที่เกิดขึ้นจากการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1550 °C ดังนั้นการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600°C มีค่าความเหนียวสูงสุด โดยมีค่าเท่ากับ $5.66 \pm 0.10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ด้วยการเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร



รูปที่ 4.16 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 90 vol.% ($95:5 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \text{SiC}$) • 10 vol.% (3Y-ZrO_2) ผ่านการเผาผลาญที่อุณหภูมิ 1550°C



รูปที่ 4.17 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยแตก (ตามเส้นปะสีดำ) จากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 80 vol.% (95:5 Al_2O_3 : SiC) • 20 vol.% (3Y-ZrO_2) ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550°C



รูปที่ 4.18 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกด (ตามเส้นปะสีดำ) จากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Test ของชิ้นงานที่มีการเติม 75 vol.%(95:5 Al₂O₃ : SiC) • 25 vol.% (3Y-ZrO₂) ผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิ 1600°C

จากรูปที่ 4.17-4.18 แสดงการเกิดรอยร้าวที่บริเวณมุมของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Tester ซึ่งเมื่อเกิดรอยร้าวขึ้นเนื่องจากการกดทดสอบ จะเกิดแรงเค้นขึ้นรอบ ๆ รอยร้าว ซึ่งทำให้เซอร์โคเนียเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก t-ZrO₂ เป็น m-ZrO₂ และเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรขยายตัว ทำให้เกิดความเค้นกดอัดบริเวณปลายของรอยร้าว ทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้ และนอกจากนี้ อนุภาคของเซอร์โคเนียยังทำหน้าที่ในการดูดซับพลังงานจากรอยร้าวที่วิ่งผ่านอนุภาคของเซอร์โคเนีย ทำให้พลังงานจากรอยร้าวค่อย ๆ ลดลง หรือเกิดการหักเหของรอยร้าวขึ้น (Crack deflection) ซึ่งจะเห็นลักษณะการวิ่งของรอยร้าวที่ไม่เป็นเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 4.17-4.18

จากการทดลองข้างต้น พบว่าเมื่อเติมอนุภาค 3Y เซอร์โคเนียร้อยละ 10 15 20 และ 25 โดยปริมาตร ในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความเหนียวและความแข็ง จากการเผาผนึกด้วยวิธีการฝังกลบที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 °C จากการพิจารณาผลการทดลอง สูตรตัวอย่างที่ AS80Z20 (20 vol.%ZrO₂) ที่อุณหภูมิในการเผาผนึก 1600 °C มีค่าสมบัติเชิงกลดังนี้ ค่าความทนต่อการดัดโค้งเท่ากับ 113.44±4.85 MPa ค่าความเหนียวเท่ากับ 5.66±0.10 MPa·m^{1/2} และค่าความแข็งเท่ากับ 5.18±0.38 GPa เนื่องจากสูตรนี้ไม่ได้แสดงสมบัติเชิงกลเด่นหรือด้อยอย่างใดอย่างหนึ่ง เป็นตัวอย่างที่ให้สมบัติเชิงกลที่ดีทั้งความแข็งแรง ความเหนียวและความแข็ง

4.3 การวิเคราะห์เชิงสถิติโดยใช้ ANOVA TEST ด้วยโปรแกรม Design Expert

ศึกษาผลของอัตราส่วนผสมและอุณหภูมิการเผาผนึกที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบ Al₂O₃-SiC/3Y-ZrO₂ วิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ มี 2 factors โดยแต่ละ factor ก็ประกอบด้วยหลาย level ดังต่อไปนี้

Factor ที่ 1 คือ vol.%ZrO₂ ซึ่งจะมีอยู่ 4 level ดังนี้ 10, 15, 20, 25

Factor ที่ 2 คือ Temperature (°C) ซึ่งจะมีอยู่ 3 level ดังนี้คือ 1550, 1600, 1650

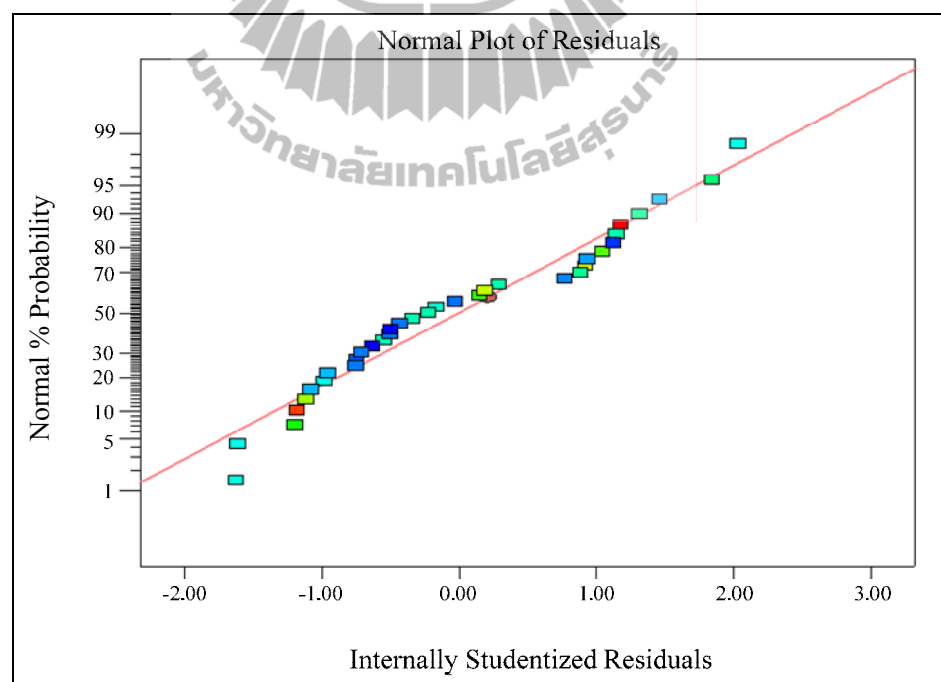
ซึ่งจะทำการทดลอง 3 replicates ทำการเก็บข้อมูลเกี่ยวกับ Flexural Strength Hardness และ Toughness จึงทำการวิเคราะห์โดยใช้ ANOVA

4.3.1 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาผนึกที่มีผลต่อความทนต่อการดัดโค้ง (Flexural Strength) ของวัสดุเชิงประกอบ Al₂O₃-SiC/3Y-ZrO₂

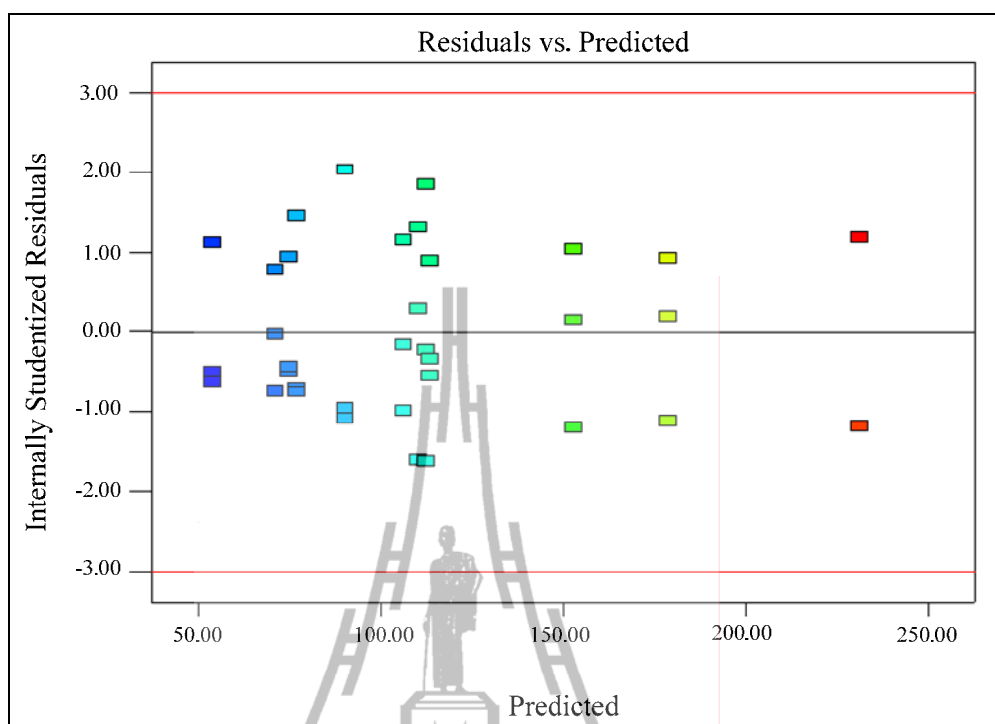
ตารางที่ 4.3 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการดัดโค้งด้วย ANOVA

ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Classical sum of squares - Type II]						
Source*	Sum of Squares*	Df*	Mean Square*	F Value*	P-value* Prob > F	
Model	71269.5705	11	6479.0518	143.8482	< 0.0001	significant
A-vol%ZrO ₂	18953.3977	3	6317.7992	140.2681	< 0.0001	
B-Temp.(°C)	36862.0388	2	18431.0194	409.2064	< 0.0001	
AB	17005.8037	6	2834.3006	62.9272	< 0.0001	
Error	1035.9401	23	45.0408			
Total	72305.5106	34				

หมายเหตุ : Source*, Sum of Squares*, Df*, Mean Square*, F-Value*, P-value* อธิบายความหมายของแต่ละตัวไว้ที่ภาคผนวก ง.



รูปที่ 4.19 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Flexural Strength)

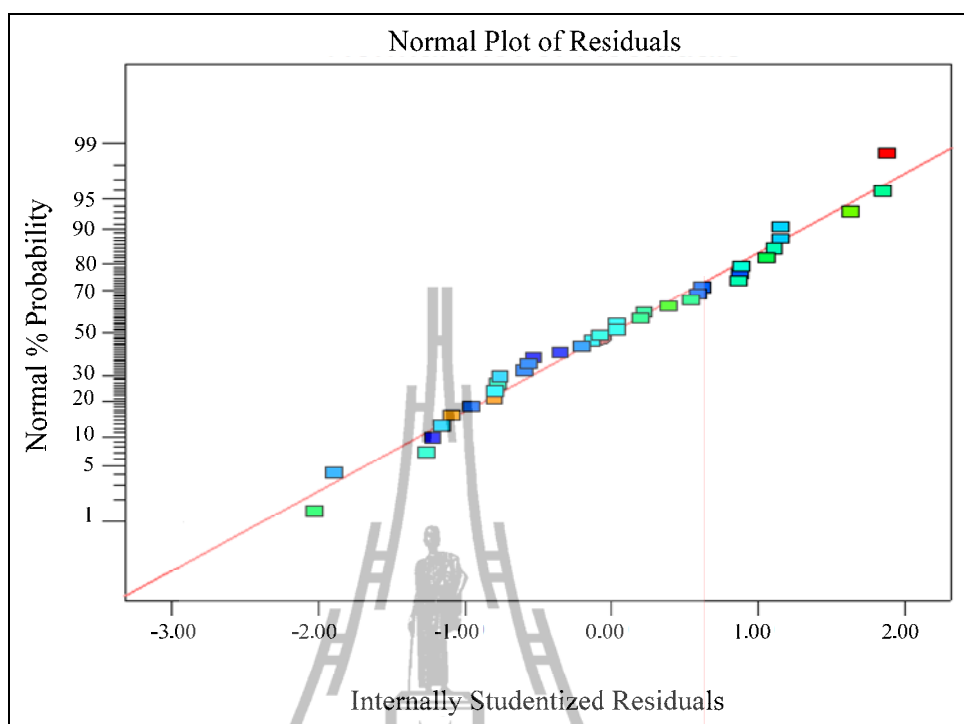


รูปที่ 4.20 แสดงกราฟ Residuals vs. Predicted (Flexural Strength)

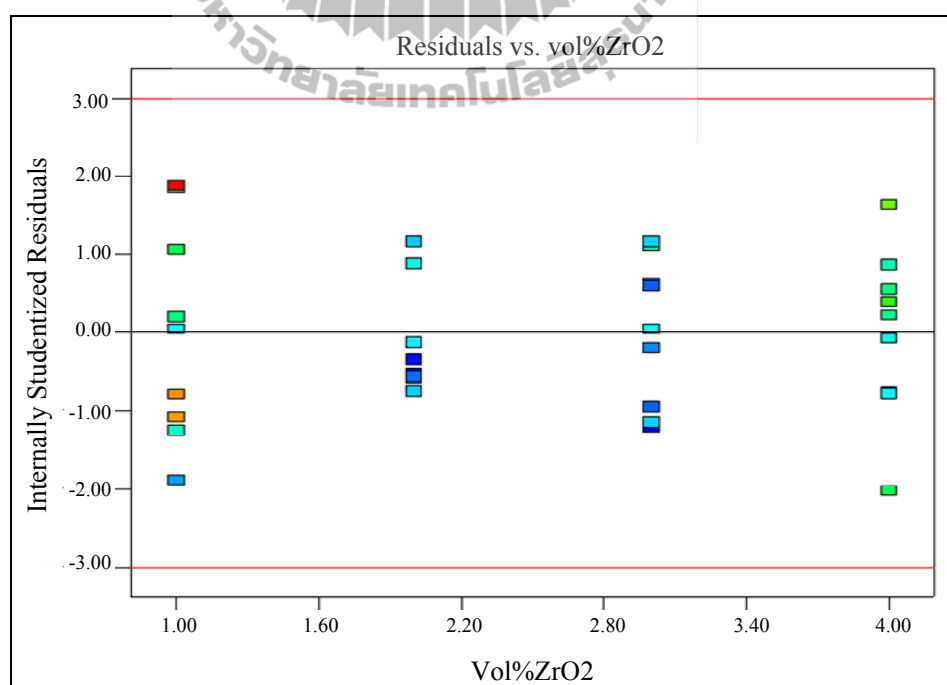
4.3.2 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาผลาญที่มีผลต่อความแข็ง (Hardness) ของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/3Y-ZrO₂

ตารางที่ 4.4 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง ด้วย ANOVA

ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Classical sum of squares - Type II]						
Source*	Sum of Squares*	Df*	Mean Square*	F Value*	P-value* Prob > F	
Model	70.79157667	11	6.435597879	40.36141538	< 0.0001	significant
A-vol%ZrO ₂	34.24598691	3	11.41532897	71.59223478	< 0.0001	
B-Temp.(°C)	25.04156263	2	12.52078131	78.52517591	< 0.0001	
AB	11.50402713	6	1.917337855	12.02475218	< 0.0001	
Error	3.826782278	24	0.159449262			
Total	74.61835895	35				



รูปที่ 4.21 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Hardness)

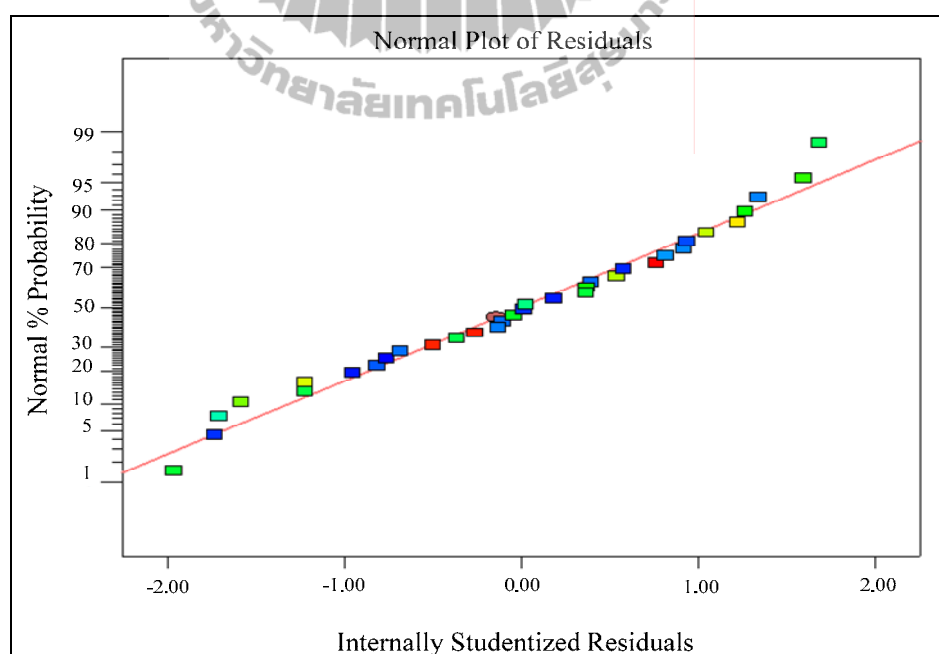


รูปที่ 4.22 แสดงกราฟ Residuals vs. Predicted (Hardness)

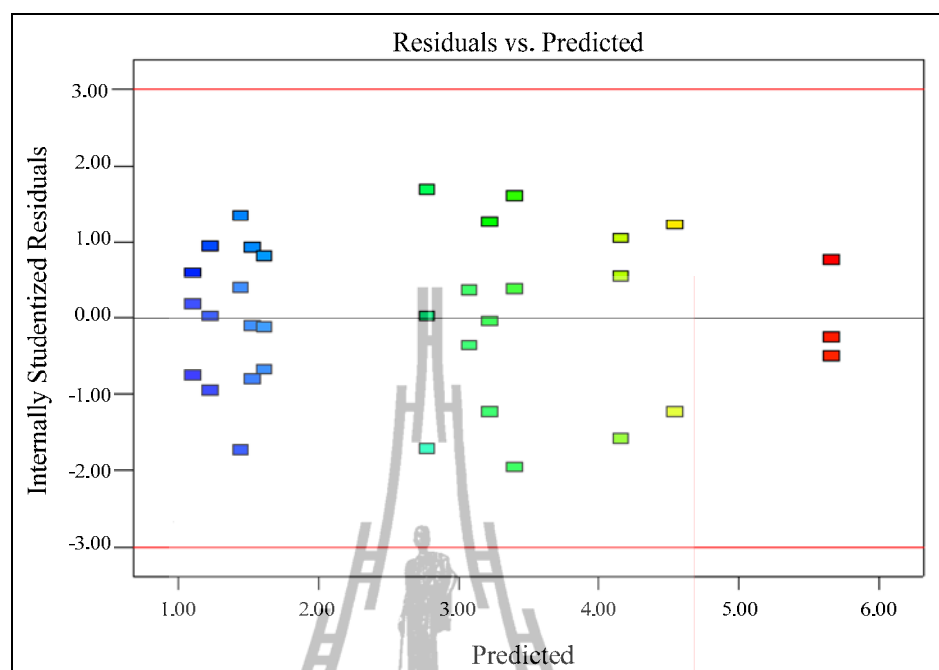
4.3.3 การวิเคราะห์อัตราส่วนผสม และอุณหภูมิในการเผาที่มีผลต่อค่าความเหนียว (Toughness) ของวัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3 -SiC/3Y-ZrO₂

ตารางที่ 4.5 การวิเคราะห์ห้สมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ด้วย ANOVA

ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Classical sum of squares - Type II]						
Source*	Sum of Squares*	Df*	Mean Square*	F Value*	P-value* Prob > F	
Model	68.4429	11	6.2220	257.4072	< 0.0001	significant
A-vol%ZrO ₂	26.1150	3	8.7050	360.1257	< 0.0001	
B-Temp.(°C)	31.9511	2	15.9755	660.9086	< 0.0001	
AB	7.6811	6	1.2801	52.9612	< 0.0001	
Error	0.5317	22	0.0241			
Total	68.9747	33				



รูปที่ 4.23 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Toughness)



รูปที่ 4.24 แสดงกราฟ Residuals vs. Predicted (Toughness)

จากตารางที่ 4.3-4.5 จากการวิเคราะห์อัตราส่วนด้วยการเติม $3Y-ZrO_2$ และอุณหภูมิในการเผาพูน วิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือ ANOVA (Analysis of Variance) พบว่า ค่า P-Value* ของอัตราส่วนผสมด้วยการเติม $3Y-ZrO_2$ (ปัจจัยที่ 1) อุณหภูมิในการเผาพูน (ปัจจัยที่ 2) และอันตรกิริยาระหว่างอัตราส่วนผสมด้วยการเติม $3Y-ZrO_2$ และอุณหภูมิในการเผาพูน (ปัจจัยที่ 1 และ 2) ของสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียว มีค่า P-Value* = <math><0.0001</math> นั่นคือกรณีที่ P-Value* มีค่า <math><0.05</math> แสดงว่า ปัจจัยที่ 1 ปัจจัยที่ 2 และปัจจัยที่ 1 และ 2 มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งสรุปได้ว่า ปัจจัยที่ 1 ปัจจัยที่ 2 และปัจจัยที่ 1 2 มีผลต่อสมบัติเชิงกลทั้งความแข็งแรงความแข็ง และความเหนียว

หมายเหตุ : * ค่า P-Value เป็นค่าแสดงว่าปัจจัยต่าง ๆ มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญหรือไม่

กรณี P-Value มีค่า <math><0.05</math> แสดงว่า ปัจจัยนั้นมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ คือ ปัจจัยนั้นมีผลต่อการทดลอง

กรณี P-Value มีค่า >0.10 แสดงว่า ปัจจัยนั้นไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ คือ ปัจจัยนั้นไม่มีการทดลอง

จากรูปที่ 4.19 4.21 4.23 จากกราฟ Normal Probability vs. Residual ของสมบัติเชิงกลทั้งความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว สามารถแสดงการตรวจสอบความเป็นปกติของการทดลอง จะเห็นว่า ค่า residual ที่พล็อตในกราฟ Normal Probability นั้น มีลักษณะคล้ายกับการแจกแจงแบบปกติ ซึ่งสังเกตได้จากค่าที่พล็อตได้ พบว่าการแจกแจงมีค่ามัธยฐานเข้าสู่ศูนย์ ซึ่งค่าที่กระจายออกไปจากเส้นปกติ อาจเกิดจากการทดลองซึ่งไม่มีผลรุนแรงต่อการแจกแจงแบบปกติ สรุปได้ว่า กราฟ Normal Probability vs. Residual ที่พล็อตได้มีการแจกแจงแบบปกติ แล้วค่าได้พล็อตได้อยู่บนเส้นตรง

จากรูปที่ 4.20 4.22 4.24 จากกราฟ Residuals vs. Predicted ของสมบัติเชิงกลทั้งความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว จากการวิเคราะห์ความแปรปรวนในการทดสอบค่าความแตกต่างแต่ละระดับ ซึ่งข้างต้นได้วิเคราะห์จากกราฟ Normal Probability vs. Residual พบว่า มีการแจกแจงแบบปกติ ดังนั้นกราฟ Residuals vs. Predicted เป็นส่วนหนึ่งในการวิเคราะห์ความแปรปรวนแต่ละระดับเช่นกัน เพื่อตรวจสอบว่าแบบทดลองถูกต้องและสมมติฐานเหมาะสม พบว่ากราฟที่ได้มีรูปร่างแบบปกติ ไม่พบว่ากราฟเป็นรูปแบบอื่น นั่นแสดงว่าแบบทดลองถูกต้องและสมมติฐานเหมาะสม รวมถึงความแปรปรวนของทุกระดับมีค่าเท่ากัน



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าจะได้ชิ้นงานที่มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อเติมเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาและซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึก พบว่าความแข็งแรงก็จะมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากการสุกตัวมากขึ้น โดยค่าความแข็งแรงสูงสุดมีค่าเท่ากับ 249.62 ± 24.07 MPa โดยผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C

2. การเติมเซอร์โคเนียเข้าไปในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้น โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C จะมีค่าความแข็งแรงสูงสุด มีค่าเท่ากับ 9.16 ± 0.61 GPa

3. การเติมสารเติมแต่งเซอร์โคเนียในวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-ซิลิกอนคาร์ไบด์มีผลทำให้ความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าความเหนียวสูงสุดจะมีปริมาณเซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1600°C มีค่าเท่ากับ 5.66 ± 0.10 MPa.m^{1/2}

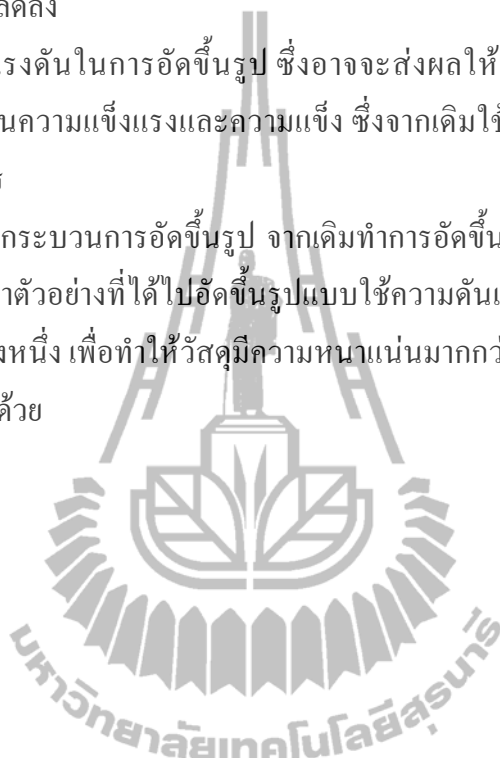
4. การเติมเซอร์โคเนียในปริมาณที่มากขึ้นจะเป็นผลให้เกิดวัฏภาคของ t-ZrO₂ ในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ซึ่งวัฏภาคดังกล่าวมีผลในการช่วยเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุ โดยกระบวนการเกิดความเหนียวอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาคจาก t-ZrO₂ ไปเป็น m-ZrO₂ จึงเป็นสาเหตุทำให้วัสดุเชิงประกอบที่เติม เซอร์โคเนียมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น

5. ผลการวิเคราะห์จากการทดสอบด้วย ANOVA พบว่าการเติม 3Y เซอร์โคเนีย อุณหภูมิการเผาผนึก การเติม 3Y เซอร์โคเนียและอุณหภูมิการเผาผนึก มีความแตกต่างแบบมีนัยสำคัญนั้นแสดงว่าการเติม 3Y เซอร์โคเนีย อุณหภูมิการเผาผนึก การเติม 3Y เซอร์โคเนียและอุณหภูมิการเผาผนึกมีผลต่อสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียว ซึ่งอุณหภูมิในการเผาผนึกมีผลมากที่สุดต่อสมบัติเชิงกลทั้งด้านความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียว

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. การเผาผลาญที่อุณหภูมิมากกว่า 1650°C อาจจะไม่เหมาะกับการเผาผลาญด้วยวิธีการฝังกลบ เนื่องจากจะทำให้วัสดุที่ไม่ใช่กลุ่มออกไซด์เกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นซิลิกาได้และส่งผลให้สมบัติเชิงกลลดลง
2. การเพิ่มแรงดันในการอัดขึ้นรูป ซึ่งอาจจะส่งผลให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งแรงและความแข็ง ซึ่งจากเดิมใช้แรงดันในการอัดขึ้นรูป 11 ตันต่อ 90 ตารางมิลลิเมตร
3. การศึกษากระบวนการอัดขึ้นรูป จากเดิมทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกเพียงอย่างเดียว ควรนำตัวอย่างที่ได้ไปอัดขึ้นรูปแบบใช้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing : CIP) อีกครั้งหนึ่ง เพื่อทำให้วัสดุมีความหนาแน่นมากกว่าเดิม ส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบมีสมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้นด้วย



รายการอ้างอิง

- สุจินต์ พรราวพันธุ์. (2545). **อะลูมินากับการนำไปใช้งานทางเซรามิก**. ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก.
- วนิดา ตรงกลาง และกรรณิการ์ เดชรักษา. (2551). **การพัฒนาสูตรอะลูมินาสำหรับการอัดแบบ**. ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก.
- สุขเกษม กังวานตระกูล. **คู่มือการสอนวิชาวัสดุเชิงประกอบ สาขาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี**.
- จุฑาธิป คุณาสวรรค์. (2554). **รายงานการสืบค้นข้อมูลความก้าวหน้าและสถานภาพเทคโนโลยีวัสดุเพื่อการพัฒนาและการผลิตในประเทศสหรัฐอเมริกา**. สำนักงานปลัดกระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สำนักงานที่ปรึกษาด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ประจำกรุงเทพมหานคร คี.ซี.)
- พิรพงษ์ จันทรพุ่ม, บุญเลิศ กู้เกียรติตระกูล และช โนทัย เสงตระกูล. (2008). **บทความปริทัศน์ หัวข้อ เซอร์โคเนียเซรามิก : เซรามิกทางเลือกสำหรับพื้นที่หมอบางส่วนติดตั้งในพื้นหลัง**. ภาควิชาทันตกรรมอนุรักษ์ คณะทันตแพทยศาสตร์มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- จิตติ รินเสนา. (2552). **การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-อะลูมิเนียม แบบอัดขึ้น**. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- สุรพงษ์ เพชรวัตร. (2552). **ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย**. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. (2539). **เซรามิกส์**. (พิมพ์ครั้งที่ 4). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). **Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fired Whiteware Products. ASTM C373-88**. New York: ASTM.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). **Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. ASTM C1161-90**. New York: ASTM.

- Donga, Y.L., Xua, F.M., Shia, X.L., Zhanga, C., Zhanga, Z.J., Yangb, J.M., and Tana. Y. (2009). **Fabrication and mechanical properties of nano-/micro-sized $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ composites.** *Mat.Sci. and Eng. A* 504 : 49–54.
- Enrique, P.C., Enrique, R.R. and Mario, R.R. (2010). **Production, microstructural comparison and mechanical behavior of reinforced alumina composites containing zirconia, silicon carbide, nickel and titanium.** *J. Ceram. Process. Res.*, 11(3):372-376.
- Erika Csehov, Jana Andrejovsk, Apichart Limpichaipanit, J. Dusza and Richard Todd. (2010). **Indentation Load-Size Effect in Al_2O_3 —SiC Nanocomposites.** *J. of Electrical Eng*, 61 :305–307.
- Gao, L., Wang, H.Z., Hong, J.S., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Nishikawa, Y., Torre, A.D.D.L. (1999). **SiC-ZrO₂(3Y)-Al₂O₃ Nanocomposites Superfast Densified By Spark Plasma Sintering.** *Nanostruct. Mater.*, 11(1):43-49.
- Jose, M., Caldero-Moreno, Schehl, M., and Popa., M. (2002). **Superplastic behavior of zirconia-reinforced alumina nanocomposites from powder alcoxide mixtures.** *Acta Mat.* 50 : 3973–3983.
- Ko, Y.M., Kwon, W.T., and Kim, Y.W. (2004). **Development of Al_2O_3 -SiC for machining application.** *Ceram. Int.*, 30:2081-2086.
- Lin, G.Y., and Lei. T.C. (1998). **Microstructure, Mechanical Properties and Thermal Shock Behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiC}_w$ composites.** *Ceram. Int.*, 24:313-326.
- Ma, W., Lei, W., Renguo, G., Xudong, S., and Xikun. L. (2008). **Sintering densification, microstructure and transformation behavior of Al_2O_3 -ZrO₂(Y₂O₃) composites.** *Mater. Sci. Eng., A* 477:100-106.
- Mariappan, L., Kannan, T.S., and Umarji. A.M. (2002). **In situ synthesis of Al_2O_3 -ZrO₂ SiC_w ceramic matrix composites by carbothermal reduction of natural silicates.** *Mater. Chem. Phys.*, 75:284-290.
- Moreno, J.M., Lopez, A.R., Rodriguez, A.D., and Routbort, J.L. (1996). **High- temperature deformation of ZrO₂- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ whisker composites fabricated by two techniques.** *Mater. Sci. Eng., A* 209:111-115.
- Prakash, J., Kumar, D., and Mohanta., K. (2011). **Mechanical Behaviour of Alumina-Zirconia Composite by Slurry Method.** *Int. J. of Eng. Sci. and Technology.*, 3:1359-1367.

- Reveron, H., Zaafrani, O., and Fantozzi, G. (2010). **Microstructure development, hardness, toughness and creep behaviour of pressureless sintered alumina/SiC nanocomposites obtained by slip-casting.** J. of the European Ceram. Soc. 30 : 1351–1357.
- Senthil Kumar, A., Raja Durai A., and Sornakumar., T. (2006). **Wear behaviour of alumina based ceramic cutting tools on machining steels.** Tribology Int.39: 191–197.
- Shi, X.L., Xu, F.M., Zhang, Z.J., Tan, Y., Wang, L., and Yang, J.M. (2010). **Mechanical properties of hot-pressed Al_2O_3 -SiC composites.** Mater. Sci. Eng., A527:4646-4649.
- Tuan, W.H., Chen, R.Z., Wang, T.C., Cheng, C.H., and Kuo. P.S. (2002). **Mechanical properties of Al_2O_3 - ZrO_2 composites.** J. European Ceram. Soc., 22:2827-2833.
- Takano, Y., Tetsuya Komeda, Masaru Yoshinaka, Ken Hirota, and Osamu Yamaguchi. (1998). **Fabrication, microstructure, and mechanical properties of $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(2.5\text{Y})$ composite ceramics in the Cr_2O_3 - rich region.** J. American Ceram. Soc., 81(9): 2497-500.
- Wang, H.Z., Gao L., and Guo, J.K. (1999). **Fabrication and Microstructure of Al_2O_3 - $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ -SiC nanocomposites.** J. European Ceram. Soc., 19:2125-2131.
- Ye, F., Lei, T.C., Zhou, Y.C., and Yang J.M., & Zhang. L. T. (1998). **Effect of Loading speed on Fracture Behavior of $\text{ZrO}_2(\text{Al}_2\text{O}_3)$ Matrix Composites Reinforced with SiC whiskers.** Ceram. Int., 24:181-188.
- Yung-Jen Lin and Lee-Jen Chen. (2000). **Oxidation of SiC powders in SiC/alumina/zirconia compacts.** Ceram. Int., 26:593-598.



ภาคผนวก ก

XRD แพทเทิร์นของ อะลูมินา ซิลิคอนคาร์ไบด์ $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$

ตารางที่ ก.1 XRD แพทเทิร์นของอะลูมินา

Pattern: 00-046-1212		Radiation = 1.540600		Quality : High				
Al ₂ O ₃		2th	i	h	k	l		
Aluminium Oxide		25.579	45	0	1	2		
Corundum, syn		35.153	100	1	0	4		
Also called: ∞ - Al ₂ O ₃		37.777	21	1	1	0		
		41.676	2	0	0	6		
Lattice : Rhombohedral		43.356	66	1	1	3		
S.G. : R-3c (167)		46.176	1	2	0	2		
a = 4.75870	z = 6	Mol. Weight = 101.96	52.550	34	0	2	4	
		Volume [CD] = 254.81	57.497	89	1	1	6	
		Dx = 3.987	59.741	1	2	1	1	
c = 12.99290			61.118	2	1	2	2	
			61.300	14	0	1	8	
Sample source or locality : The sample is an alumina plate as Received from ICDD.		66.521	23	2	1	4		
General comments : Unit cell computed from d _{obs} .		68.214	27	3	0	0		
Optical data : A=1.7604, B=1.7686, Sign=-		70.420	1	1	2	5		
Data collection flag : Ambient.		74.299	2	2	0	8		
		76.871	29	1	0	10		
		77.226	12	1	1	9		
		80.422	1	2	1	7		
		80.700	2	2	2	0		
Huang, T., Parrish, W., Masciocchi, N., Wang, P., Adv. X-Ray Anal., volume 33, page 295 (1990)		83.217	1	3	0	6		
Radiation : CuKα1		84.359	3	2	2	3		
Lambda : 1.54056		85.143	1	1	3	1		
SS/FOM : F25= 379(0.0026,25)		86.363	2	3	1	2		
		86.503	3	1	2	8		
		88.997	9	0	2	10		

ตารางที่ ก.2 XRD แพทเทิร์นของซิลิกอนคาร์ไบด์

Pattern: 01-073-1665		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated				
β-SiC		2th	i	h	k	l		
Silicon Carbide		35.655	999	1	1	1		
Moissanite 3C, syn		41.404	173	2	0	0		
Also called: Silicon carbide - β		59.992	359	2	2	0		
Lattice : Face-centered cubic		Mol. Weight = 40.10	71.780	238	3	1	1	
S.G. : F-43m (216)		Volume [CD] = 82.77	75.512	33	2	2	2	
a = 4.35800		Dx = 3.218	89.986	39	4	0	0	
z = 4		l/lcor = 3.53						
<p>ICSD collection code : 024171</p> <p>Test from ICSD: No R value given.</p> <p>Test from ICSD: At least one TF missing.</p> <p>Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable.</p> <p>Cancel:</p> <p>Data collection flag: Ambient</p>								
<p>Thibault, N.W., Am. Mineral., volume 29, page 327 (1944)</p> <p>Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>								
Radiation: CuKα1		Filter: Not specified						
Lambda: 1.54060		d-sp : Calculated						
SS/FOM: F6= 1000(0.0000,6)		spacings						

ตารางที่ ก.3 XRD แพทเทิร์นของ m-ZrO₂


Pattern: 00-037-1484		Radiation = 1.540600		Quality : High					
ZrO ₂		2th	i	h	k	l			
Zirconium Oxide		17.419	3	0	0	1			
Also called : zirconium dioxide, Baddeleyite, syn, zirkite, zirconia		24.048	14	1	1	0			
		24.441	10	0	1	1			
Lattice : Monoclinic		Mol. Weight = 123.22		28.175	100	-1	1	1	
S.G. : P21/a (14)		Volume [CD] = 140.70		31.468	68	1	1	1	
a = 5.31290	Beta = 99.22 z = 4	Dx = 5.817		34.160	21	2	0	0	
b = 5.21250		l/lcor = 2.60		34.383	11	0	2	0	
c = 5.14710				35.309	13	0	0	2	
a/b = 1.01926				35.900	2	-2	0	1	
c/b = 0.98745				38.396	1	-2	1	0	
				38.541	4	1	2	0	
Temperature of data collection: 25.5°				39.411	1	0	1	2	
Data collection flag : Ambient .				39.990	1	-2	1	1	
				40.725	12	-1	1	2	
				41.150	5	2	0	1	
				41.374	5	-1	2	1	
				44.826	7	2	1	1	
				45.522	6	-2	0	2	
				48.949	2	-2	1	2	
McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B.,				49.266	18	2	2	0	
Wong-Ng, W., Hubbard, C., Powder Diffraction, Volume				50.116	22	0	2	2	
1, Page 275(1986)				50.559	13	-2	2	1	
CAS Number: 1314-23-4				51.193	5	-1	2	2	
				54.104	11	0	0	3	
Radiation: CuKa1	Filter: Monochromator				54.680	1	2	2	1
Lambda: 1.54050	crystal				55.270	11	1	2	2
SS/FOM: F30=	d-sp : Diffractometer				55.400	11	3	1	0
111(0.0073,37)	Internal standard: Ag FP								

ตารางที่ ก.4 XRD แพทเทิร์นของ t-ZrO₂

Pattern: 00-050-1089		Radiation = 1.540600		Quality : High				
ZrO ₂ Zirconium Oxide		2th	i	h	k	l		
		30.271	100	0	1	1		
		34.812	8	0	0	2		
Lattice : Tetragonal		Mol. Weight = 123.22	35.256	12	1	1	0	
S.G. : P42/nmc (137)		Volume [CD] = 66.71	43.140	1	0	1	2	
a = 3.59840	z = 2	Dx = 6.134	50.378	43	1	1	2	
c = 5.15200		50.712	22	0	2	0		
		59.612	14	0	1	3		
		60.207	24	1	2	1		
		62.969	7	2	0	2		
General comment : t-Phase.		73.467	3	0	0	4		
Sample preparation : An ammonia solution was added to a solution of ZrO Cl ₂ to form a gel. The partially dried gel was slowly heated to 600 C under nitrogen, then quenched to room temperature.		74.540	5	2	2	0		
General comments : Tetragonal phase is stable between 1170 C and 2370 C		81.974	11	1	2	3		
General comments : Pattern taken on metastable phase at room temperature.		82.478	6	0	3	1		
Additional pattern : See ICSD 85322 (PDF 01-088-1007).		84.198	4	1	1	4		
Data collection flag : Ambient.		84.920	3	2	2	2		
		85.226	3	1	3	0		
		94.719	3	0	2	4		
		95.481	9	1	3	2		
Malek, J., Benes, L., Mitsunashi, T., Power Diffraction, volume 12, page 96 (1997)								
Radiation : CuKα1	Filter : Beta							
Lambda : 1.54051								
SS/FOM : F18=55(0.0136,24)	d-sp : Diffractometer Si							



มาตรฐานการทดสอบ ASTM

 Designation: C 373 - 88 (Reapproved 1994)

Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products¹

This standard is issued under the fixed designation C 373; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers procedures for determining water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired unglazed whiteware products.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Significance and Use

2.1 Measurement of density, porosity, and specific gravity is a tool for determining the degree of maturation of a ceramic body, or for determining structural properties that may be required for a given application.

3. Apparatus and Materials

3.1 *Balance*, of adequate capacity, suitable to weigh accurately to 0.01 g.

3.2 *Oven*, capable of maintaining a temperature of $150 \pm 5^\circ\text{C}$ ($302 \pm 9^\circ\text{F}$).

3.3 *Wire Loop, Halter, or Basket*, capable of supporting specimens under water for making suspended mass measurements.

3.4 *Container*—A glass beaker or similar container of such size and shape that the sample, when suspended from the balance by the wire loop, specified in 3.3, is completely immersed in water with the sample and the wire loop being completely free of contact with any part of the container.

3.5 *Pan*, in which the specimens may be boiled.

3.6 *Distilled Water*.

4. Test Specimens

4.1 At least five representative test specimens shall be selected. The specimens shall be unglazed and shall have as much of the surface freshly fractured as is practical. Sharp edges or corners shall be removed. The specimens shall contain no cracks. The individual test specimens shall weigh at least 50 g.

5. Procedure

5.1 Dry the test specimens to constant mass (Note) by

heating in an oven at 150°C (302°F), followed by cooling in a desiccator. Determine the dry mass, D , to the nearest 0.01 g.

NOTE—The drying of the specimens to constant mass and the determination of their masses may be done either before or after the specimens have been impregnated with water. Usually the dry mass is determined before impregnation. However, if the specimens are friable or evidence indicates that particles have broken loose during the impregnation, the specimens shall be dried and weighed after the suspended mass and the saturated mass have been determined, in accordance with 5.3 and 5.4. In this case, the second dry mass shall be used in all appropriate calculations.

5.2 Place the specimens in a pan of distilled water and boil for 5 h, taking care that the specimens are covered with water at all times. Use setter pins or some similar device to separate the specimens from the bottom and sides of the pan and from each other. After the 5-h boil, allow the specimens to soak for an additional 24 h.

5.3 After impregnation of the test specimens, determine to the nearest 0.01 g the mass, S , of each specimen while suspended in water. Perform the weighing by placing the specimen in a wire loop, halter, or basket that is suspended from one arm of the balance. Before actually weighing, counterbalance the scale with the loop, halter, or basket in place and immerse in water to the same depth as is used when the specimens are in place. If it is desired to determine only the percentage of water absorption, omit the suspended mass operation.

5.4 After the determination of the suspended mass or after impregnation, if the suspended mass is not determined, blot each specimen lightly with a moistened, lint-free linen or cotton cloth to remove all excess water from the surface, and determine the saturated mass, M , to the nearest 0.01 g. Perform the blotting operation by rolling the specimen lightly on the wet cloth, which shall previously have been saturated with water and then pressed only enough to remove such water as will drip from the cloth. Excessive blotting will introduce error by withdrawing water from the pores of the specimen. Make the weighing immediately after blotting, the whole operation being completed as quickly as possible to minimize errors due to evaporation of water from the specimen.

6. Calculation


6.1 In the following calculations, the assumption is made that 1 cm^3 of water weighs 1 g. This is true within about 3 parts in 1000 for water at room temperature.

6.1.1 Calculate the exterior volume, V , in cubic centimetres, as follows:

$$V = M - S$$

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.03 on Fundamental Properties.

Current edition approved Sept. 30, 1988. Published November 1988. Originally published as C 373 - 55 T. Last previous edition C 373 - 72 (1982).

 C 373

6.1.2 Calculate the volumes of open pores V_{OP} and impervious portions V_{IP} in cubic centimetres as follows:

$$V_{OP} = M - D$$

$$V_{IP} = D - S$$

6.1.3 The apparent porosity, P , expresses, as a percent, the relationship of the volume of the open pores of the specimen to its exterior volume. Calculate the apparent porosity as follows:

$$P = [(M - D)/V] \times 100$$

6.1.4 The water absorption, A , expresses as a percent, the relationship of the mass of water absorbed to the mass of the dry specimen. Calculate the water absorption as follows:

$$A = [(M - D)/D] \times 100$$

6.1.5 Calculate the apparent specific gravity, T , of that portion of the test specimen that is impervious to water, as follows:

$$T = D/(D - S)$$

6.1.6 The bulk density, B , in grams per cubic centimetre, of a specimen is the quotient of its dry mass divided by the exterior volume, including pores. Calculate the bulk density as follows:

$$B = D/V$$

7. Report

7.1 For each property, report the average of the values obtained with at least five specimens, and also the individual values. Where there are pronounced differences among the individual values, test another lot of five specimens and, in addition to individual values, report the average of all ten determinations.

8. Precision and Bias

8.1 This test method is accurate to $\pm 0.2\%$ water absorption in interlaboratory testing when the average value recorded by all laboratories is assumed to be the true water absorption. The precision is approximately $\pm 0.1\%$ water absorption on measurements made by a single experienced operator.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.





Designation: C 1161 – 94 (Reapproved 1996)

Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature¹

This standard is issued under the fixed designation C 1161; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of flexural strength of advanced ceramic materials at ambient temperature. Four-point- $1/4$ point and three-point loadings with prescribed spans are the standard. Rectangular specimens of prescribed cross-section sizes are used with specified features in prescribed specimen-fixture combinations.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines²
E 337 Test Method for Measured Humidity with a Psychrometer (The Measurement of Wet- and Dry-Bulb Temperatures)³

2.2 Military Standard:

MIL-STD-1942 (MR) Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature⁴

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *flexural strength*—a measure of the ultimate strength of a specified beam in bending.

3.1.2 *four-point- $1/4$ point flexure*—configuration of flexural strength testing where a specimen is symmetrically loaded at two locations that are situated one quarter of the overall span, away from the outer two support bearings (see Fig. 1).

3.1.3 *three-point flexure*—configuration of flexural strength testing where a specimen is loaded at a location midway between two support bearings (see Fig. 1).

4. Significance and Use

4.1 This test method may be used for material development, quality control, characterization, and design data generation purposes.

4.2 The flexure stress is computed based on simple beam theory with assumptions that the material is isotropic and homogeneous, the moduli of elasticity in tension and compression are identical, and the material is linearly elastic. The average grain size should be no greater than one fiftieth of the beam thickness. The homogeneity and isotropy assumption in the standard rule out the use of this test for continuous fiber-reinforced ceramics.

4.3 Flexural strength of a group of test specimens is influenced by several parameters associated with the test procedure. Such factors include the loading rate, test environment, specimen size, specimen preparation, and test fixtures. Specimen sizes and fixtures were chosen to provide a balance between practical configurations and resulting errors, as discussed in MIL-STD 1942 (MR) and Refs (1) and (2).⁵ Specific fixture and specimen configurations were designated in order to permit ready comparison of data without the need for Weibull-size scaling.

4.4 The flexural strength of a ceramic material is dependent on both its inherent resistance to fracture and the presence of defects. Analysis of a fracture surface, fractography, though beyond the scope of this test method, is highly recommended for all purposes, especially for design data as discussed in MIL-STD-1942 (MR) and Refs (2-5).

5. Interferences

5.1 The effects of time-dependent phenomena, such as stress corrosion or slow crack growth on strength tests conducted at ambient temperature, can be meaningful even for the relatively short times involved during testing. Such influences must be considered if flexure tests are to be used to generate design data.

5.2 Surface preparation of test specimens can introduce machining flaws which may have a pronounced effect on flexural strength. Machining damage imposed during specimen preparation can be either a random interfering factor, or an inherent part of the strength characteristic to be measured. Surface preparation can also lead to residual stresses. Universal or standardized test methods of surface preparation do not exist. It should be understood that final machining steps may or may not negate machining damage

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-28 on Advanced Ceramics and is the direct responsibility of Subcommittee C28.01 on Properties and Performance.

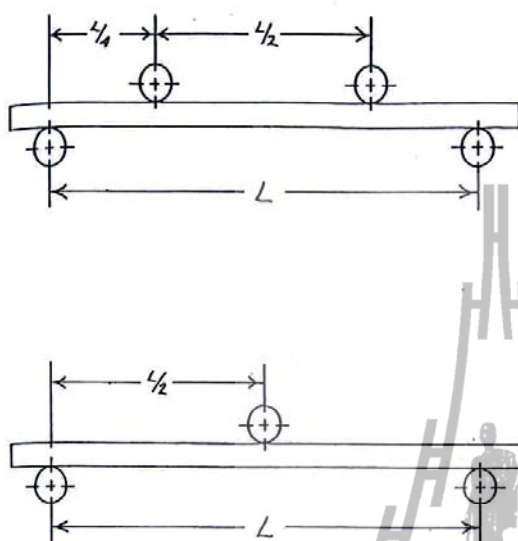
Current edition approved July 25, 1994. Published February 1995. Originally published as C 1161 – 90. Last previous edition C 1161 – 90.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.03.

⁴ Available from Standardization Documents, Order Desk, Bldg. 4, Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5094.

⁵ The boldface numbers in parentheses refer to the references at the end of this test method.

 C 1161


NOTE—Configuration:
 A: L = 20 mm
 B: L = 40 mm
 C: L = 80 mm

FIG. 1 The Four-Point- $\frac{1}{4}$ Point and Three-Point Fixture Configuration

introduced during the early course or intermediate machining.

6. Apparatus

6.1 *Loading*—Specimens may be loaded in any suitable testing machine provided that uniform rates of direct loading can be maintained. The load-measuring system shall be free of initial lag at the loading rates used and shall be equipped with a means for retaining read-out of the maximum load applied to the specimen. The accuracy of the testing machine shall be in accordance with Practices E 4 but within 0.5 %.

6.2 *Four-Point Flexure*—Four-point- $\frac{1}{4}$ point fixtures (Fig. 1) shall have support and loading spans as shown in Table 1.

6.3 *Three-Point Flexure*—Three-point fixtures (Fig. 1) shall have a support span as shown in Table 1.

6.4 *Bearings*—Three- and four-point flexure:

6.4.1 Cylindrical bearing edges shall be used for the support of the test specimen and for the application of load. The cylinders shall be made of hardened steel which has a hardness no less than HRC 40 or which has a yield strength no less than 1240 MPa (~180 ksi). Alternatively, the cylinders may be made of a ceramic with an elastic modulus between 2.0 and 4.0×10^5 MPa (30 – 60×10^6 psi) and a flexural strength no less than 275 MPa (~40 ksi). The portions of the test fixture that support the bearings may need to be hardened to prevent permanent deformation. The cylindrical bearing length shall be at least three times the specimen width. The above requirements are intended to ensure that ceramics with strengths up to 1400 MPa (~200 ksi) and elastic moduli as high as 4.8×10^5 MPa (70×10^6 psi) can be tested without fixture damage. Higher strength

TABLE 1 Fixture Spans

Configuration	Support Span (L), mm	Loading Span, mm
A	20	10
B	40	20
C	80	40

TABLE 2 Nominal Bearing Diameters

Configuration	Diameter, mm
A	2.0 to 2.5
B	4.5
C	9.0

TABLE 3 Specimen Size

Configuration	Width (b), mm	Depth (d), mm	Length (L-), min, mm
A	2.0	1.5	25
B	4.0	3.0	45
C	8.0	6.0	90

and stiffer ceramic specimens may require harder bearings.

6.4.2 The bearing cylinder diameter shall be approximately 1.5 times the beam depth of the test specimen size employed. See Table 2.

6.4.3 The bearing cylinders shall be carefully positioned such that the spans are accurate within ± 0.10 mm. The load application bearing for the three-point configurations shall be positioned midway between the support bearing within ± 0.10 mm. The load application (inner) bearings for the four-point configurations shall be centered with respect to the support (outer) bearings within ± 0.10 mm.

6.4.4 The bearing cylinders shall be free to rotate in order to relieve frictional constraints (with the exception of the middle-load bearing in three-point flexure which need not rotate). This can be accomplished by mounting the cylinders in needle bearing assemblies, or more simply by mounting the cylinders as shown in Figs. 2 and 3. Note that the outer-support bearings roll *outward* and the inner-loading bearings roll *inward*.

6.5 *Semiarticulating-Four-Point Fixture*—Specimens prepared in accordance with the parallelism requirements of 7.1 may be tested in a semiarticulating fixture as illustrated in Fig. 2. The bearing cylinders themselves must be parallel to each other to within 0.015 mm (over their length).

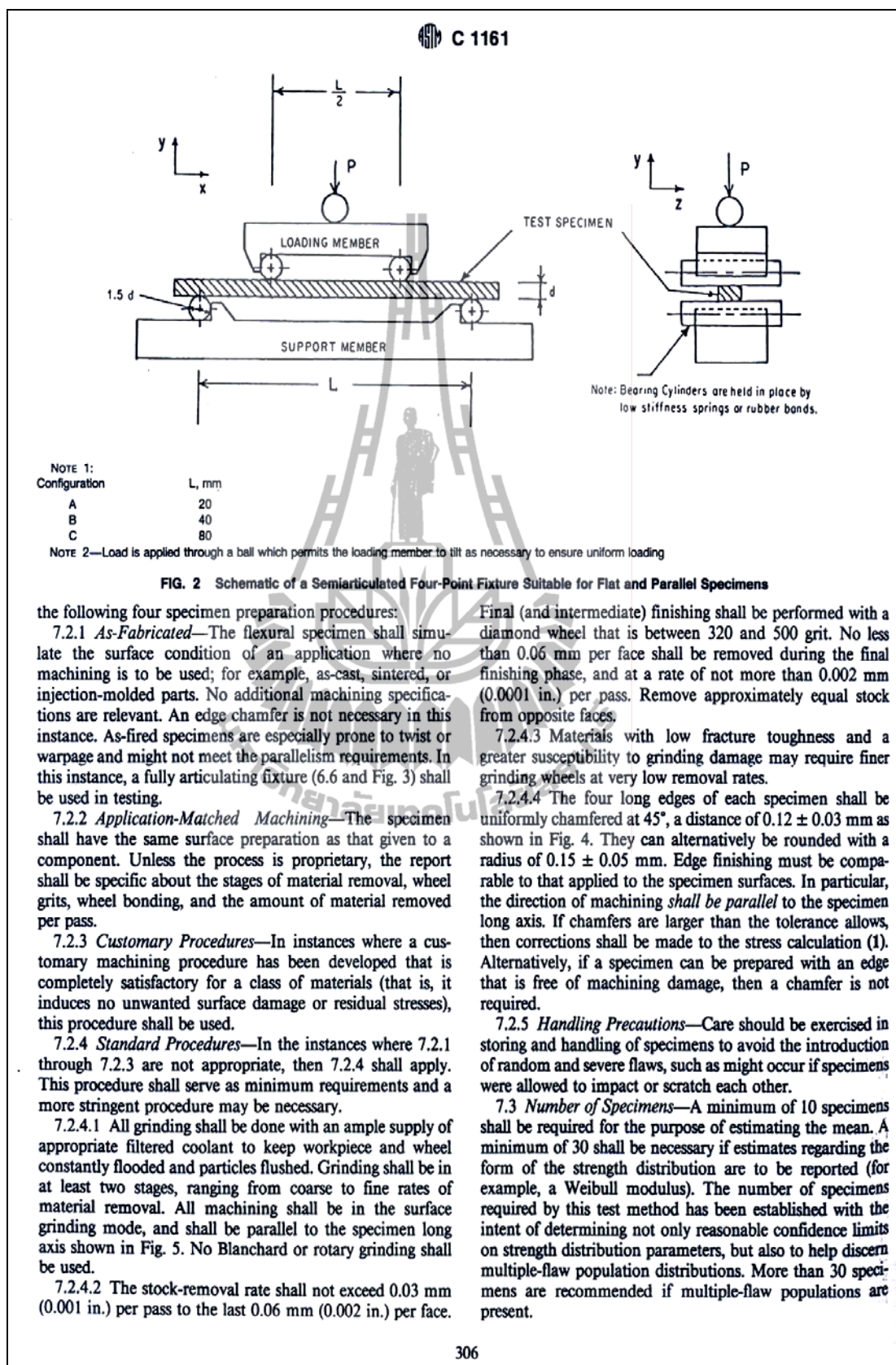
6.6 *Fully Articulating-Four-Point Fixture*—Specimens that are as-fired, heat treated, or oxidized often have slight twists or unevenness. Specimens which do not meet the parallelism requirements of 7.1 shall be tested in a fully articulating fixture as illustrated in Fig. 3.

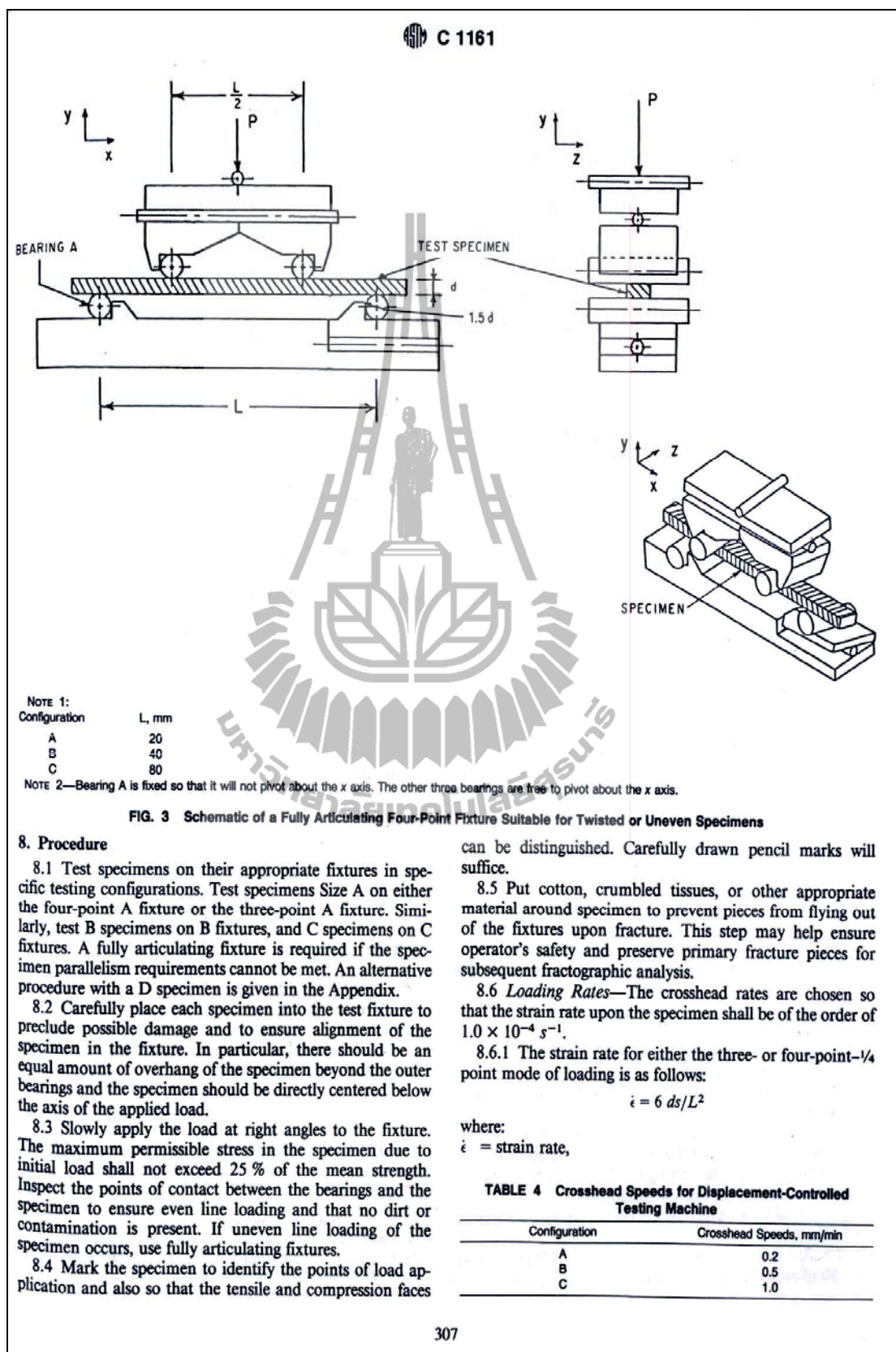
6.7 The fixture shall be stiffer than the specimen, so that most of the crosshead travel is imposed onto the specimen.

7. Specimen

7.1 *Specimen Size*—Dimensions are given in Table 3 and shown in Fig. 4. Cross-sectional dimensional tolerances are ± 0.13 mm for B and C specimens, and ± 0.05 mm for A. The parallelism tolerances on the four longitudinal faces are 0.015 mm for A and B and 0.03 mm for C. The two end faces need not be precision machined.

7.2 *Specimen Preparation*—Depending upon the intended application of the flexural strength data, use one of





C 1161

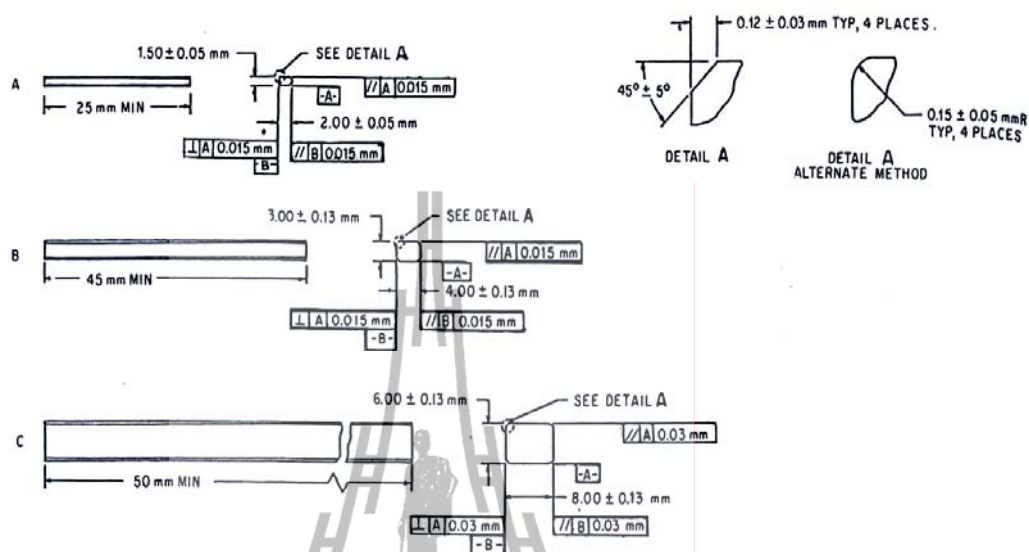


FIG. 4 The Standard Test Specimens

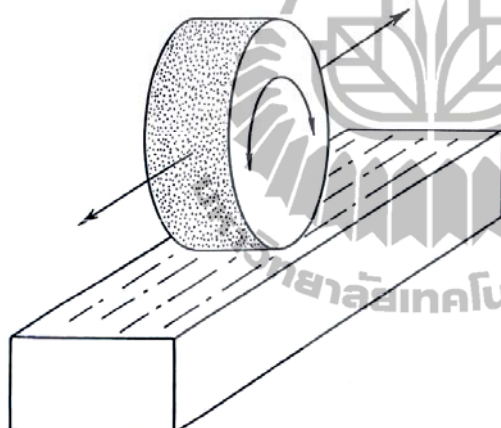


FIG. 5 Surface Grinding Parallel to the Specimen Longitudinal Axis

d = specimen thickness,
 s = crosshead speed, and
 L = outer (support) span.

8.6.2 Crosshead speeds for the different testing configurations are given in Table 4.

8.6.3 Times to failure for typical ceramics will range from 3 to 30 s. It is assumed that the fixtures are relatively rigid and that most of the testing-machine crosshead travel is imposed as strain on the test specimen.

8.7 *Breakload*—Measure the breakload with an accuracy of $\pm 0.5\%$.

8.8 *Specimen Dimension*—Determine the thickness and width of each specimen to within 0.0025 mm (0.0001 in.). In

order to avoid damage in the critical area, it is recommended that measurement be made after the specimen has broken at a point near the fracture origin. It is highly recommended to retain and preserve all primary fracture fragments for fractographic analysis.

8.9 Determine the relative humidity in accordance with Test Method E 337.

8.10 The occasional use of a strain-gaged specimen is recommended to verify that there is negligible error in stress, in accordance with 11.2.

9. Calculation

9.1 The standard formula for the strength of a beam in four-point- $1/4$ point flexure is as follows:

$$S = \frac{3 PL}{4 bd^2} \quad (1)$$

where:

P = breakload,

L = outer (support) span,

b = specimen width, and

d = specimen thickness.

9.2 The standard formula for the strength of a beam in three-point flexure is as follows:

$$S = \frac{3 PL}{2 bd^2} \quad (2)$$

9.3 Equations 1 and 2 shall be used for the reporting of results and are the common equations used for the flexure strength of a specimen.

NOTE 1—It should be recognized however, that Eqs 1 and 2 do not necessarily give the stress that was acting directly upon the flaw that caused failure. (In some instances, for example, for fracture mirror or fracture toughness calculations, the fracture stress must be corrected for subsurface origins and breaks outside the gage length.)

C 1161

NOTE 2—The conversion between pounds per square inch (psi) and megapascals (MPa) is included for convenience (145.04 psi = 1 MPa; therefore, 100 000 psi = 100 ksi = 689.5 MPa.)

10. Report

10.1 Test reports shall include the following:

10.1.1 Test configuration and specimen size used.

10.1.2 The number of specimens (n) used.

10.1.3 All relevant material data including vintage data or billet identification data. (Did all specimens come from one billet?) As a minimum, the date the material was manufactured shall be reported.

10.1.4 Exact method of specimen preparation, including all stages of machining.

10.1.5 Heat treatments or exposures, if any.

10.1.6 Test environment including humidity (Test Method E 337) and temperature.

10.1.7 Strain rate or crosshead rate.

10.1.8 Report the strength of every specimen in megapascals (pounds per square inch) to three significant figures.

10.1.9 Mean (\bar{S}) and standard deviation (SD) where:

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{n} \quad (3)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} \quad (4)$$

10.1.10 Report of any deviations and alterations from the procedures described in this test method.

11. Precision and Bias

11.1 The flexure strength of a ceramic is not a deterministic quantity, but will vary from one specimen to another. There will be an inherent statistical scatter in the results for finite sample sizes (for example, 30 specimens). Weibull statistics can model this variability as discussed in Refs (1) and (6–10). This test method has been devised so that the precision is very high and the bias very low compared to the inherent variability of strength of the material.

11.2 Experimental Errors:

11.2.1 The experimental errors in the flexure test have been thoroughly analyzed and documented in Ref (1). The specifications and tolerances in this test method have been chosen such that the individual errors are typically less than 0.5 % each and the total error is probably less than 3 % for

four-point configurations B and C. (A conservative upper limit is of the order of 5 %.) This is the maximum possible error in stress for an individual specimen.

11.2.2 The error due to cross-section reduction associated with chamfering the edges can be of the order of 1 % for configuration B and less for configuration C in either three or four-point loadings, as discussed in Ref (1). The chamfer sizes in this test method have been reduced relative to those allowed in MIL-STD-1942 (MR). Chamfers larger than specified in this test method shall require a correction to stress calculations as discussed in Ref (1).

11.2.3 Configuration A is somewhat more prone to error which is probably greater than 5 % in four-point loading. Chamfer error due to reduction of cross-section areas is 4.1 %. For this reason, this configuration is not recommended for design purposes, but only for characterization and materials development.

11.3 An intralaboratory comparison of strength values of a high purity (99.9 %) sintered alumina was held (7). Three different individuals with three different universal testing machines on three different days compared the strength of lots of 30 specimens from a common batch of material. Three different fixtures, but of a common design, were used. The mean strengths varied by a maximum of 2.4 % and the Weibull moduli by a maximum of 27 % (average of 11.4). Both variations are well within the inherent scatter predicted for sample sizes of 30 as shown in Refs (1), (7), and (9).

11.4 An interlaboratory comparison of strength of the same alumina as cited in 11.3 was made between two laboratories. A 1.3 % difference in the mean and an 18 % difference in Weibull modulus was observed, both of which are well within the inherent variability of the material.

11.5 An interlaboratory comparison of strength of a different alumina and of a silicon nitride was made between seven international laboratories. Reference (7) is a comprehensive report on this study which tested over 2000 specimens. Experimental results for strength variability on B specimens, in both three- and four-point testing, were generally consistent with analytical predictions of Ref (9). For a material with a Weibull modulus of 10, estimates of the mean (or characteristic strength) for samples of 30 specimens will have a coefficient of variance of 2.2 %. The coefficient of variance for estimates of the Weibull modulus is 18 %.

12. Keywords

12.1 advanced ceramics; flexural strength; four-point flexure; three-point flexure

C 1161

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

X1. ALTERNATIVE PROCEDURE

X1.1 An alternative procedure is given in the following paragraphs. This alternate procedure may be used when the procedures in the main text are not suitable.

X1.2 *Fixture Spans*—A support span of 38.10 mm (1.5 in.) shall be used for three- or four-point loading, and a loading span of 19.05 mm (0.75 in.) shall be used for the four-point loading.

X1.3 *Bearing Diameter*—A bearing diameter of 4.5 to 5.0 mm diameter shall be used.

X1.4 *Specimen Size*—The specimen size D shall be as given in Fig. X1.1. The width is 6.35 mm (0.25 in.); the

thickness, 3.18 mm (0.125 in.) and the length greater than 45 mm (1.8 in.).

X1.5 *Crosshead Speed*—Crosshead speed shall be 0.5 mm/min (0.02 in./min).

X1.6 All other testing procedures and tolerances are as specified in the main text for the B configuration.

X1.7 *Precision and Bias*—Data on precision and bias obtained during an interlaboratory round robin study of the flexure strength of a sintered silicon nitride will be published soon. This study was conducted as a subtask of a larger International Energy Agency (IEA) round robin effect (11).

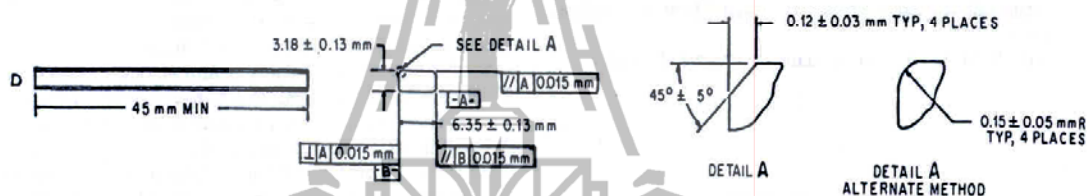


FIG. X1.1 The Alternative 'D' Test Specimen

REFERENCES

- (1) Baratta, F. I., Quinn, G. D., and Matthews, W. T., "Errors Associated With Flexure Testing of Brittle Materials," U.S. Army MTL TR 87-35, July 1987.
- (2) Quinn, G. D., Baratta, F. I., and Conway, J. A., "Commentary on U.S. Army Standard Test Method for Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature," U.S. Army AMMRC 85-21, August 1985.
- (3) Hoagland, R., Marshall, C., and Duckworth, W., "Reduction of Errors in Ceramic Bend Tests," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 59, No. 5-6, May-June, 1976, pp. 189-192.
- (4) Quinn, G. D., and Baratta, F. I., "Flexure Data, Can It Be Used For Ceramics Part Design?" *Advanced Materials and Processes*, December 1985, pp. 31-35.
- (5) Quinn, G. D., "Properties Testing and Materials Evaluation," *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Vol 5, May-June 1984, pp. 298-311.
- (6) Quinn, G. D., "Fractographic Analysis and the Army Flexure Test Method," *Fractography of Glass and Ceramics*, Vol 22 of *Advances in Ceramics*, American Ceramic Society, 1988, pp. 314-334.
- (7) Quinn, G. D., "Flexure Strength of Advanced Ceramics—A Round Robin Exercise," U.S. Army MTL TR 89-62, July 1989.
- (8) Davies, D. G. S., "The Statistical Approach to Engineering Design in Ceramics," *Proceedings of the British Ceramic Society*, Vol 22, 1979, pp. 429-452.
- (9) Ritter, J. Jr., Bandyopadhyay, N., and Jakus, K., "Statistical Reproducibility of the Dynamic and Static Fatigue Experiments," *Ceramic Bulletin*, Vol 60, No. 8, 1981, pp. 798-806.
- (10) Weibull, W., "Statistical Distribution Function of Wide Applicability," *Journal of Applied Mechanics*, Vol 18, 1951, p. 293.
- (11) Tennery, V., "International Energy Agency Annex II," *Ceramic Technology Newsletter*, Number 23, April-June 1989.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.



Designation: C 1327 - 96a

Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics¹

This standard is issued under the fixed designation C 1327; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the Vickers indentation hardness of advanced ceramics.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines²

E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods³

E 380 Practice for Use of the International System of Units (SI) (the Modernized Metric System)³

E 384 Test Method for Microhardness of Materials²

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method³

2.2 European Standard:

CEN ENV 843-4 Advanced Technical Ceramics, Monolithic Ceramics, Mechanical Properties at Room Temperature, Part 4: Vickers, Knoop and Rockwell Superficial Hardness⁴

2.3 Japanese Standard:

JIS R 1610 Testing Method for Vickers Hardness of High Performance Ceramics⁵

2.4 ISO Standard:

ISO 6507/2 Metallic Materials—Hardness test—Vickers test—Part 2: HV0.2 to less than HV5⁶

3. Terminology

3.1 Definition:

3.1.1 *Vickers hardness number (HV), n*—the number obtained by dividing the applied load in kilograms-force by the surface area of the indentation in square millimetres computed from the mean of the measured diagonals of the indentation. It is assumed that the indentation is an imprint of the undeformed indenter.

4. Summary of Test Method

4.1 This test method describes an indentation hardness test using a calibrated machine to force a pointed, square base, pyramidal diamond indenter having specified face angles, under a predetermined load, into the surface of the material under test and to measure the surface-projected diagonals of the resulting impression after removal of the load.

NOTE 1—A general description of the Vickers indentation hardness test is given in Test Method E 384. The present method is very similar, has most of the same requirements, and differs only in areas required by the special nature of advanced ceramics. This test method also has many elements in common with standards ENV 843-4 and JIS R 1610, which are also for advanced ceramics.

5. Significance and Use

5.1 For advanced ceramics, Vickers indenters are used to create indentations whose surface-projected diagonals are measured with optical microscopes. The Vickers indenter creates a square impression from which two surface-projected diagonal lengths are measured. Vickers hardness is calculated from the ratio of the applied load to the area of contact of the four faces of the undeformed indenter. (In contrast, Knoop indenters are also used to measure hardness, but Knoop hardness is calculated from the ratio of the applied load to the projected area on the specimen surface.)

5.2 Vickers indentation hardness is one of many properties that is used to characterize advanced ceramics. Attempts have been made to relate Vickers indentation hardness to other hardness scales, but no generally accepted methods are available. Such conversions are limited in scope and should be used with caution, except for special cases where a reliable basis for the conversion has been obtained by comparison tests.

5.3 Vickers indentation diagonal lengths are approximately 2.8 times shorter than the long diagonal of Knoop indentations, and the indentation depth is approximately 1.5 times deeper than Knoop indentations made at the same load.

5.4 Vickers indentations are influenced less by specimen surface flatness, parallelism, and surface finish than Knoop indentations, but these parameters must be considered nonetheless.

5.5 Vickers indentations are much more likely to cause cracks in advanced ceramics than Knoop indentations. The cracks may influence the measured hardness by fundamentally altering the deformation processes that contribute to the formation of an impression, and they may impair or preclude measurement of the diagonal lengths due to excessive damage at the indentation tips or sides.

5.6 A full hardness characterization includes measure-

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-28 on Advanced Ceramics and is the direct responsibility of Subcommittee C28.01 on Properties and Performance.

Current edition approved Dec. 10, 1996. Published February 1997. Originally published as C 1327 - 96. Last previous edition C 1327 - 96.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁴ Available from European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.

⁵ Available from Japanese Standards Association, Tokyo, Japan.

⁶ Available from International Standards Organization, Geneva, Switzerland.

ments over a broad range of indentation loads. A comprehensive characterization of this type is recommended but is beyond the scope of this test method, which measures hardness at a single, designated load.

6. Interferences

6.1 Cracking from the indentation tips can interfere with determination of tip location and thus the diagonal length measurements.

6.2 Cracking or spalling around the Vickers impression may occur and alter the shape and clarity of the indentation, especially for coarse-grained ceramics whereby grains may cleave and dislodge. The cracking may occur in a time-dependent manner (minutes or hours) after the impression is made.

6.3 Porosity (either on or just below the surface) may interfere with measuring Vickers hardness, especially if the indentation falls directly onto a large pore or if the indentation tip falls in a pore.

6.4 At higher magnifications in the optical microscope, it may be difficult to obtain a sharp contrast between the indentation tip and the polished surface of some advanced ceramics. This may be overcome by careful adjustment of the lighting as discussed in Test Method E 384.

7. Apparatus

7.1 Testing Machines:

7.1.1 There are two general types of machines available for making this test. One type is a self-contained unit built for this purpose, and the other type is an accessory available to existing microscopes. Usually, this second type is fitted on an inverted-stage microscope. Descriptions of the various machines are available (1-3).⁷

7.1.2 Design of the machine should be such that the loading rate, dwell time, and applied load can be set within the limits set forth in 10.5. It is an advantage to eliminate the human element whenever possible by appropriate machine design. The machine should be designed so that vibrations induced at the beginning of a test will be damped out by the time the indenter touches the sample.

7.1.3 The calibration of the balance beam should be checked monthly or as needed. Indentations in standard reference materials may also be used to check calibration when needed.

7.2 Indenter:

7.2.1 The indenter shall meet the specifications for Vickers indenters. See Test Method E 384. The four edges formed by the four faces of the indenter shall be sharp. Chamfered edges (as in Ref (4)) are not permitted. The tip offset shall be not more than 0.5 μm in length.

7.2.2 Figure 1 shows the indenter. The depth of the indentation is $1/3$ the length of the diagonal. The indenter has an angle between opposite faces of $136^\circ 0 \text{ min}$ ($\pm 30 \text{ min}$).

7.2.3 The diamond should be examined periodically; and if it is loose in the mounting material, chipped, or cracked, it shall be replaced.

⁷ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this test method.

7

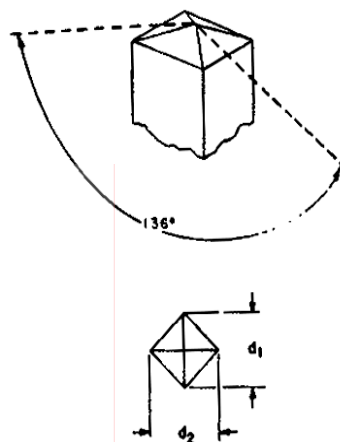


FIG. 1 Vickers Indenter

NOTE 2—This requirement is from Test Method E 384 and is especially pertinent to Vickers indenters used for advanced ceramics. Vickers indenters are often used at high loads in advanced ceramics in order to create cracks. Such usage can lead to indenter damage. The diamond indenter can be examined with a scanning electron microscope, or indents can be made into soft copper to help determine if a chip or crack is present.

7.3 Measuring Microscope:

7.3.1 The measurement system shall be constructed so that the length of the diagonals can be determined with errors not exceeding $\pm 0.0005 \text{ mm}$.

NOTE 3—Stage micrometres with uncertainties less than this should be used to establish calibration constants for the microscope. See Test Method E 384. Ordinary stage micrometres, which are intended for determining the approximate magnification of photographs, may be too coarsely ruled or may not have the required accuracy and precision.

7.3.2 The numerical aperture (NA) of the objective lens shall be between 0.65 and 0.90.

NOTE 4—The apparent length of a Vickers indentation will increase as the resolving power and NA of a lens increases. The variation is much less than that observed in Knoop indentations, however (2, 5, 6). The range of NA specified by this test method corresponds to 40 to 100 \times objective lenses. The higher power lenses may have higher resolution, but the contrast between the indentation tips and the polished surface may be less.

7.3.3 A filter may be used to provide monochromatic illumination. Green filters have proved to be useful.

8. Preparation of Apparatus

8.1 *Verification of Load*—Most of the machines available for Vickers hardness testing use a loaded beam. This beam shall be tested for zero load. An indentation should not be visible with zero load, but the indenter should contact the sample. Methods of verifying the load application are given in Practices E 4.

8.2 *Separate Verification of Load, Indenter, and Measuring Microscope*—Procedures in Test Method E 384, Section 14, may be followed.

8.3 *Verification by Standard Reference Materials*—Standard reference blocks, SRM No. 2831, of tungsten carbide that are available from the National Institute of Standards

 C 1327

and Technology⁸ can be used to verify that an apparatus produces a Vickers hardness within $\pm 5\%$ of the certified value.

9. Test Specimens

9.1 The Vickers indentation hardness test is adaptable to a wide variety of advanced ceramic specimens. In general, the accuracy of the test will depend on the smoothness of the surface and, whenever possible, ground and polished specimens should be used. The back of the specimen shall be fixed so that the specimen cannot rock or shift during the test.

9.1.1 *Thickness*—As long as the specimen is over ten times as thick as the indentation depth, the test will not be affected. In general, if specimens are at least 0.50 mm thick, the hardness will not be affected by variations in the thickness.

9.1.2 *Surface Finish*—Specimens should have a ground and polished surface. The roughness should be less than 0.1 μm rms. However, if one is investigating a surface coating or treatment, one cannot grind and polish the specimen.

NOTE 5—This requirement is necessary to ensure that the surface is flat and that the indentation is sharp. Residual stresses from polishing are of less concern for most advanced ceramics than for glasses or metals. References (7) and (8) report that surfaces prepared with 1 μm or finer diamond abrasive had no effect on measured ceramic hardness. Hardness was only affected when the surface finish had an optically resolvable amount of abrasive damage (7). (Extra caution may be appropriate during polishing of transformation toughening ceramics, such as some zirconias, since the effect upon hardness is not known.)

10. Procedure

10.1 *Specimen Placement*—Place the specimen on the stage of the machine so that the specimen will not rock or shift during the measurement. The specimen surface shall be clean and free of any grease or film.

10.2 Specimen Leveling:

10.2.1 The surface of the specimen being tested shall lie in a plane normal to the axis of the indenter. The angle of the indenter and specimen surface should be within 2° perpendicular.

NOTE 6—Greater amounts of tilting produce nonuniform indentations and invalid test results. A 2° tilt will cause an asymmetrical indentation which is just noticeable, and will cause a 1% error in hardness (9).

10.2.2 If one leg of a diagonal is noticeably longer than the other leg of the same diagonal, resulting in a deformed indentation, misalignment is probably present and should be corrected before proceeding with any measurements. See Test Method E 384.

10.2.3 Leveling the specimen is facilitated if one has a leveling device.⁹

10.3 *Magnitude of Test Load*—A test load of 9.81 N (1 kgf) is specified. If another load is used because of a special

requirement, or due to cracking problems at 9.81 N, then the reporting procedure of 12.6 shall be used.

10.4 *Clean the Indenter*—The indenter shall be cleaned prior to and during a test series. A cotton swab with ethanol, methanol, or isopropanol may be used. Indenting into soft copper also may help remove debris.

NOTE 7—Ceramic powders or fragments from the ceramic test piece can adhere to the diamond indenter.

10.5 Application of Test Load:

10.5.1 Start the machine smoothly. The rate of indenter motion prior to contact with the specimen shall be 0.015 to 0.070 mm/s. If the machine is loaded by an electrical system or a dash-pot lever system, it should be mounted on shock absorbers which damp out all vibrations by the time the indenter touches the specimen.

NOTE 8—This rate of loading is consistent with Test Method E 384.

10.5.2 The time of application of the full test load shall be 15 s (± 2) unless otherwise specified. After the indenter has been in contact with the specimen from this required dwell time, raise it carefully off the specimen to avoid a vibration impact.

10.5.3 The operator shall not bump or inadvertently contact the test machine or associated support (for example, the table) during the period of indenter contact with the specimen.

10.6 *Spacing of Indentations*—Allow a distance of at least four diagonal lengths between the centers of the indentations as illustrated in Fig. 2. If there is cracking from the indentations, the spacing shall be increased to at least five times the length of the cracks, as shown in Fig. 2.

10.7 Acceptability of Indentations:

10.7.1 If there is excessive cracking from the indentation tips and sides, or the indentation is asymmetric, the indent shall be rejected for measurement. Figure 3 provides guid-

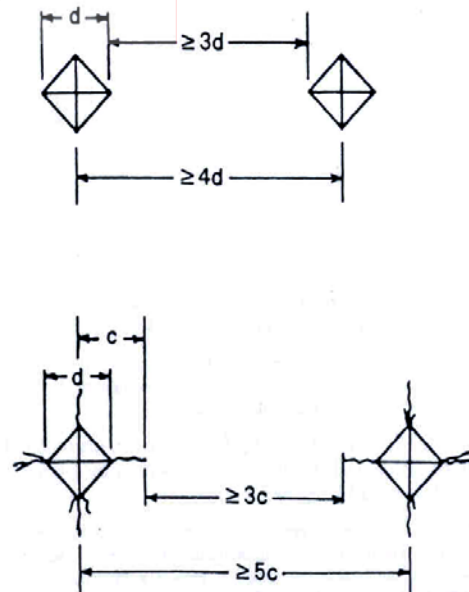
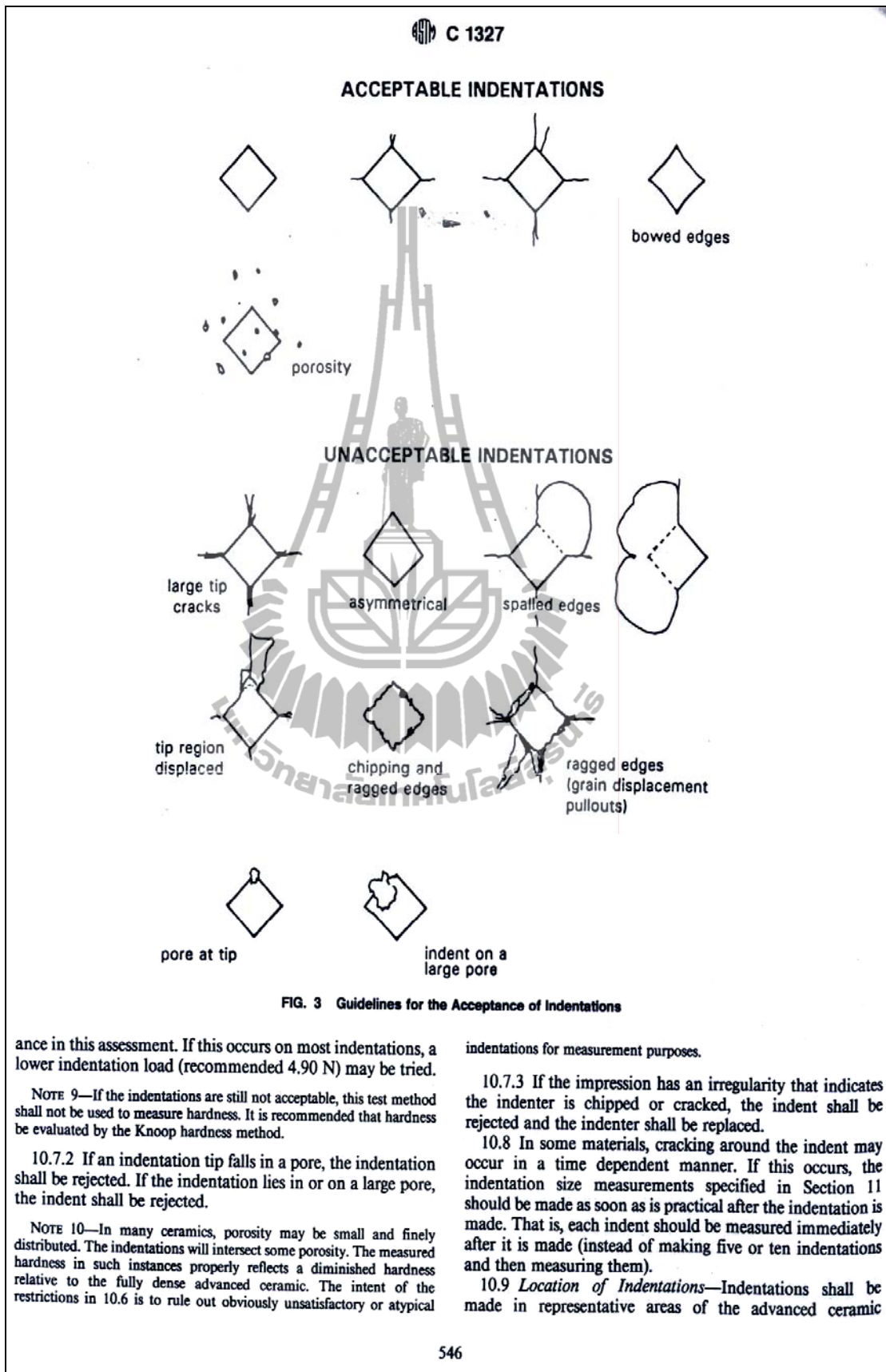


FIG. 2 Closest Permitted Spacing for Vickers Indentations

⁸ National Institute of Standards and Technology, Standard Reference Materials Program, Gaithersburg, MD 20899.

⁹ The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is the Tukon Tester leveling device, available from the Wilson Division of Instron Corp. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend.



 C 1327

microstructure. They shall not be restricted to high density regions if such regions exist.

10.10 *Number of Indentations*—For homogeneous and fully dense advanced ceramics, at least five and preferably ten acceptable indentations shall be made. If the ceramic is multiphase, not homogeneous, or not fully dense, ten acceptable indentations shall be made.

11. Measurement of Indentation

11.1 The accuracy of the test method depends to a very large extent on this measurement, as follows:

11.1.1 If the measuring system contains a light source, take care to use the system only after it has reached equilibrium temperature. This is because the magnification of a microscope depends on the tube length.

11.1.2 Calibrate the measuring system carefully with an accurate and precision stage micrometer or with an optical grating.

11.1.3 Adjust the illumination and focusing conditions carefully as specified in Test Method E 384 to obtain the optimum view and clarity of the impression. Proper focus and illumination are critical for accurate and precise readings. Both indentation tips shall be in focus at the same time. Do not change the focus once the measurement of the diagonal length has begun.

NOTE 11—The lighting intensity and the settings of the field and aperture diaphragms can have a noticeable effect upon the apparent location of the tips in Vickers indentations. Consult the manufacturer's guidelines for optimum procedures. Additional information is presented in Test Method E 384. In general, the field diaphragm can be closed so that it barely enters or just disappears from the field of view. The aperture diaphragm can be closed in order to reduce glare and sharpen the image, but it should not be closed so much as to cause diffraction that distorts the edges of the indentation.

NOTE 12—Uplift and curvature of the sides of the impressions may be substantial in impressions in advanced ceramics, which may cause the sides of the impression to be slightly out of focus. The tips of the impression shall be focused on for measurement of the indentation diagonals. It may be helpful to focus on a small microstructural feature on the flat specimen surface just beyond the indentation tips.

11.1.4 If either a measuring microscope or a filar micrometer eyepiece is used, always rotate the drum in the same direction to eliminate backlash errors.

11.1.5 Follow the manufacturer's guidelines for the use of crosshairs or graduated lines. To eliminate the influence of the thickness of the line, always use the same edge of the crosshair or graduation line. CAUTION—Serious systematic errors can occur due to improper crosshair usage. Procedures vary considerably between different equipment. In nearly all instances, the crosshairs should not be placed entirely over or fully cover the indentation tip as shown in Fig. 4a. The indentation tip should be just visible in the fringe of light on the side of the crosshair or graduated line as shown in Fig. 4b or 4c. In some measuring systems with twin crosshairs, the measurement is made with the inside edge of the two lines as shown in Fig. 4b. In other measuring systems, particularly those with a single moveable crosshair, the measurement is made with the same side of the crosshair as shown in Fig. 4c.

11.1.6 Read the two diagonals of the indent to within 0.00025 mm and determine the average of the diagonal lengths.

11.1.7 Use the same filters in the light system at all times. Usually a green filter is used.

11.1.8 For transparent or translucent ceramics, where contrast is poor, the specimen may be coated (for example, a gold/palladium coating) to improve the measurability of the indents (4). Such coatings shall be less than 50 nm thick and shall be applied after the indentations have been made. Never indent into coatings made to enhance visibility.

12. Calculation

12.1 Vickers hardness may be calculated and reported either in units of GPa (12.2) or as Vickers hardness number (12.3).

12.2 The Vickers hardness with units of GPa is computed as follows:

$$HV = 0.0018544 (P/d^2) \quad (1)$$

where:

P = load, N, and

d = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 13—This computation and set of units are in accordance with the recommendations of Practice E 380.

12.3 The Vickers hardness number is computed as follows:

$$HV = 1.8544 (P/d^2) \quad (2)$$

where:

P = load, kgf, and

d = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 14—This computation is consistent with Test Method E 384.

Alternately, the Vickers hardness number also may be computed as follows:

$$HV = (0.102)(1.8544)(P/d^2) \quad (3)$$

where:

P = load, N, and

d = average length of the two diagonals of the indentation, mm.

NOTE 15—This computation is consistent with ISO 6507/2, ENV 843-4, and JIS R 1610.

NOTE 16—Equations 2 and 3 compute the Vickers hardness number, which is a dimensionless number; for example, $HV = 1500$. HV formerly had been assigned units of kgf/mm². Equations 2 and 3 produce the same Vickers hardness number.

NOTE 17—The factor 0.102 in Eq 3 becomes necessary through the introduction of the SI unit newton for the test force instead of kilogram-force to avoid changing the value of the Vickers hardness number from its traditional units.

12.4 The mean hardness, \overline{HV} , is:

$$\overline{HV} = \frac{\sum HV_n}{n} \quad (4)$$

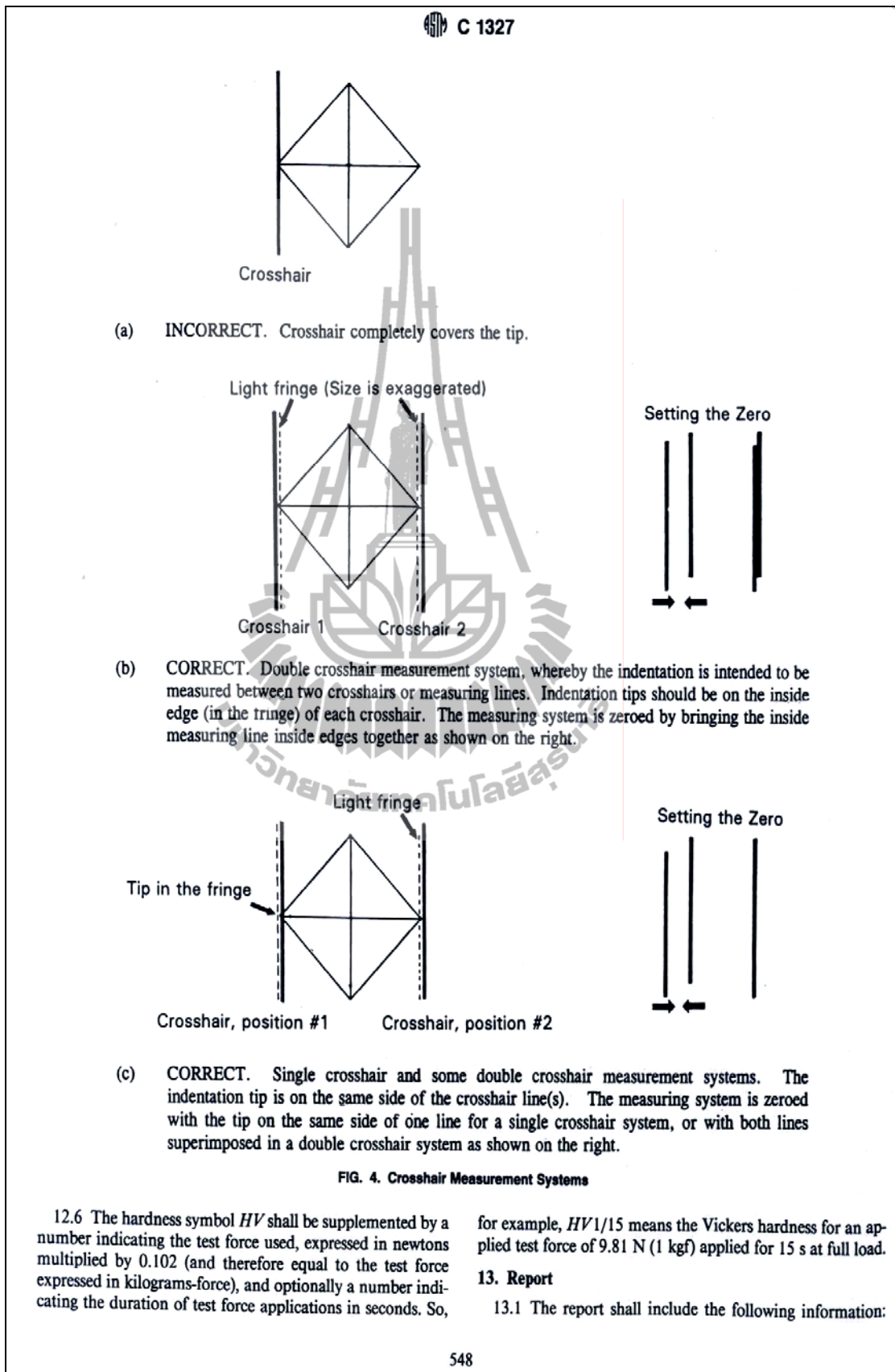
where:

HV_n = HV obtained from n th indentation and

n = number of indentations.

12.5 The standard deviation, S , is:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\overline{HV} - HV_n)^2}{n - 1}} \quad (5)$$



 C 1327

- 13.1.1 Mean HV ,
- 13.1.2 Test load,
- 13.1.3 Duration of test load,
- 13.1.4 Standard deviation,
- 13.1.5 Test temperature and humidity,
- 13.1.6 Number of satisfactory indentations measured, as well as the total number of indents made,
- 13.1.7 Surface conditions and surface preparation,
- 13.1.8 Thermal history of the sample,
- 13.1.9 The extent of cracking (if any) observed, and
- 13.1.10 Deviations from the specified procedures, if any.

14. Precision and Bias

14.1 The precision and bias of microhardness measurements depend on strict adherence to the stated test procedure and are influenced by instrumental and material factors and indentation measurement errors.

14.2 The consistency of agreement for repeated tests on the same material is dependent on the homogeneity of the material, repeatability and reproducibility of the hardness tester, and consistent, careful measurements of the indents by a competent operator.

14.3 Instrumental factors that can affect test results include accuracy of loading, inertia effects, speed of loading, vibrations, the angle of indentation, lateral movement of the indenter or sample, indentation, and indenter shape deviations. Results are particularly sensitive to vibration or impact, which will produce larger indents and lower apparent hardness results.

14.4 The largest source of error or uncertainty in hardness usually arises from the error and uncertainty in the measurement of the diagonal length.

14.4.1 The harder the material, the smaller the indent size is. Therefore, hardness uncertainties are usually greater for harder materials.

14.4.2 Diagonal length measurement errors include inaccurate calibration of the measuring device, inadequate resolving power of the objective, insufficient magnification, operator bias in sizing the indents, poor image quality, and nonuniform illumination. These can contribute to both bias and precision errors.

14.4.3 The numerical aperture (NA) of the objective lens determines the maximum useful magnification and the resolving power of the microscope. The higher the NA of the lens, the longer the indentation will appear. This limited resolution leads to a bias error since the microscope is not able to resolve the exact tip and thus leads to underestimates

TABLE 1 Precision of Diagonal Length Measurements Estimated from an Interlaboratory Round Robin Project (10, 11)

Load, P (N)	Number of Laboratories	Average Diagonal Length, d (μm)	Within-Laboratory Repeatability		Between-Laboratory Reproducibility	
			Expanded Uncertainty ^C (μm)	Coefficient of Variation, %	Expanded Uncertainty ^C (μm)	Coefficient of Variation, %
9.81 ^A	10	34.52	0.56	0.58	2.94	3.05
9.81 ^B	8	34.57	0.62	0.64	2.70	2.79

^A Indentations made by organizing laboratory. Outlier results from one laboratory deleted.

^B Indentations made by participating laboratories. Outlier results from two laboratories deleted. One other laboratory did not do this part of the exercise.

^C Coverage factor of 2.8, corresponding to a 95 % confidence interval.

of the true length. The theoretical shortening is estimated to be $\lambda/2NA$, where λ is the wavelength of the light used (2, 5). Experimental evidence indicates that actual shortening is less than this, but the use of different NA objective lenses will contribute to a reproducibility (between-laboratory) uncertainty of less than $\pm 0.2 \mu\text{m}$ (5, 6). (This error is substantially less for Vickers indentations than for Knoop indentations.)

14.5 A round robin was conducted to evaluate the suitability of tungsten carbide-cobalt specimens as standard hardness test blocks (10, 11). The results of this eleven-laboratory round robin can be used to evaluate the precision of Vickers hardness measurements for a hard material (~15 GPa) that does not pose difficult measuring problems. Within-laboratory repeatability and between-laboratory reproducibility were evaluated in accordance with Practices E 177 and E 691. The results are listed in Table 1, which shows the repeatability and reproducibility in measured diagonal lengths. The hardness repeatability interval when expressed as a percentage is double the diagonal-length repeatability interval. Participants read five indents made at 9.81 N at the organizing laboratory, and also made and measured five of their own indents at the same load. The within-laboratory hardness repeatabilities were 1.2 and 1.3 % (coefficient of variation, COV), respectively. The between-laboratory hardness reproducibilities were 6.1 and 5.6 % (COV), respectively. The reproducibility estimates were made after deleting one or two outlier sets as noted in Table 1. The reproducibility uncertainty includes both the hardness measurement uncertainty and the variations in hardness (± 2.8 %, COV) of the eight blocks used in the round robin.

15. Keywords

15.1 advanced ceramics; cracks; indentation; microscope; Vickers hardness

 C 1327

REFERENCES

- (1) Small, L., *Hardness Theory and Practice (Part I: Practice)*, Service Diamond Tool Co., Ann Arbor, MI, 1960, pp. 241-243.
- (2) Mott, B. W., *Micro-Indentation Hardness Testing*, Butterworth's Scientific Publications, London, 1956.
- (3) Blau, P. J., "Methods and Applications of Microindentation Hardness Testing," *Applied Metallography*, Vander Voort, G. F., ed., Van Nostrand-Reinhold, 1986, pp. 123-138.
- (4) Clinton, D. J., and Morrell, R., "Hardness Testing of Ceramic Materials," *Material Chemistry and Physics*, Vol 17, 1987, pp. 461-473.
- (5) Brown, A. R. G., and Ineson, E., "Experimental Survey of Low-Load Hardness Testing Machines," *Journal of Iron and Steel Institute*, Vol 169, 1951, pp. 376-388.
- (6) Gahn, J., "Neuere Erkenntnisse zur Mikro-Härte," (New Results on Microhardness), *Verein Deutscher Ingenieure-Berichte (Society of German Engineers, Reports)*, Nr 160, 1972, pp. 25-41.
- (7) Naylor, M. G. S., and Page, T. F., "Microhardness, Friction and Wear of SiC and Si₃N₄ Materials as a Function of Load, Temperature and Environment," Third Annual Technical Report, October 1981, Cambridge University, England.
- (8) Thibault, N. W., and Nyquist, H. L., "The Measured Hardness of Hard Substances and Factors Affecting Its Determination," *Transactions of the American Society of Metals*, Vol 38, 1947, pp. 271-330.
- (9) Mulhearn, T. O., and Samuels, L. E., "The Errors Introduced into Diamond Pyramid Hardness Testing by Tilting the Specimen," *Journal of Iron and Steel Institute*, August 1955, pp. 354-359.
- (10) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Development of Ceramic Hardness Reference Materials," *New Horizons for Materials, Proceedings of the 8th World Congress on Ceramics*, Florence, Italy, July 1994, Vincenzini, P., ed., Techna, Faenza, 1995, pp. 617-624.
- (11) Gettings, R. J., Quinn, G. D., Ruff, A. W., and Ives, L. K., "Hardness Standard Reference Materials (SRM) for Advanced Ceramics," *Verein Deutscher Ingenieure Reports*, 1194, 1995, pp. 255-264.

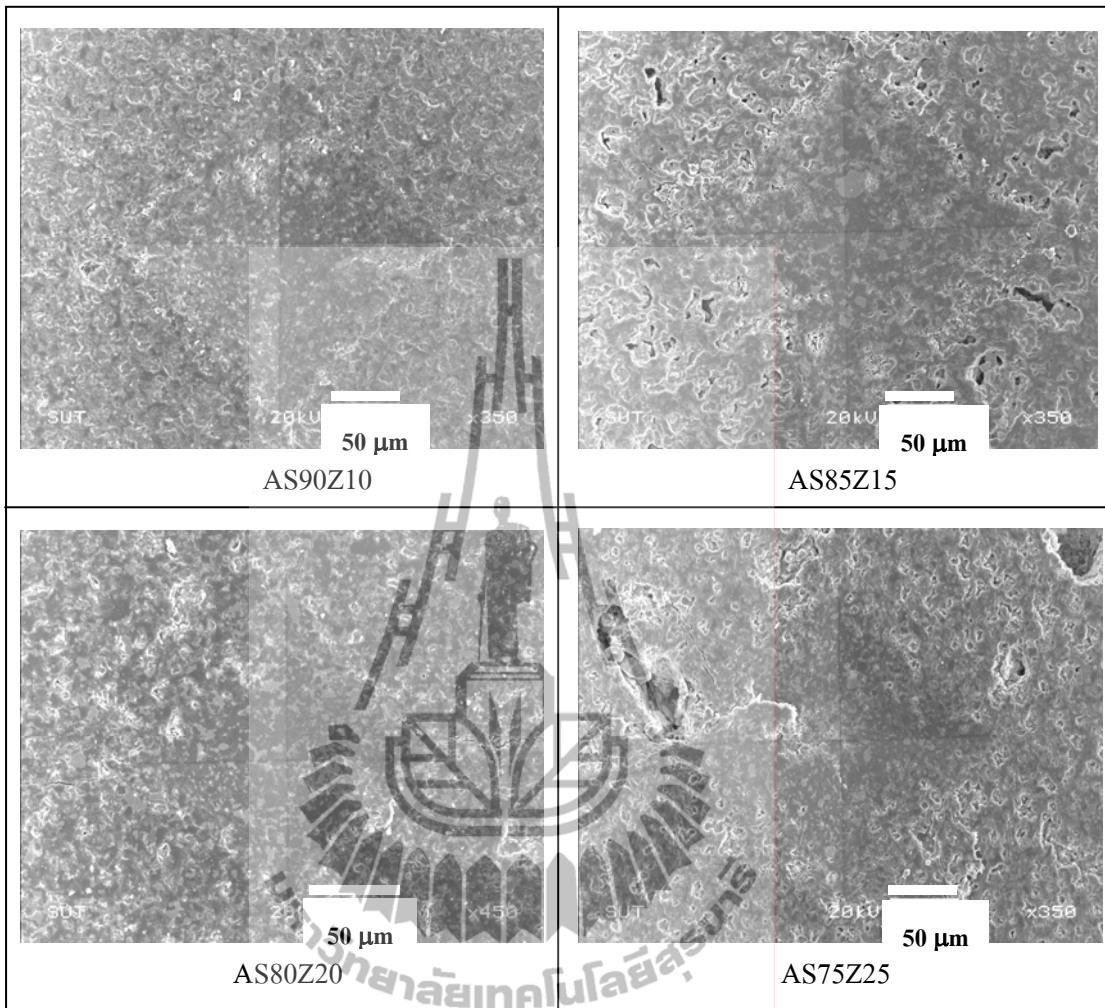
The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

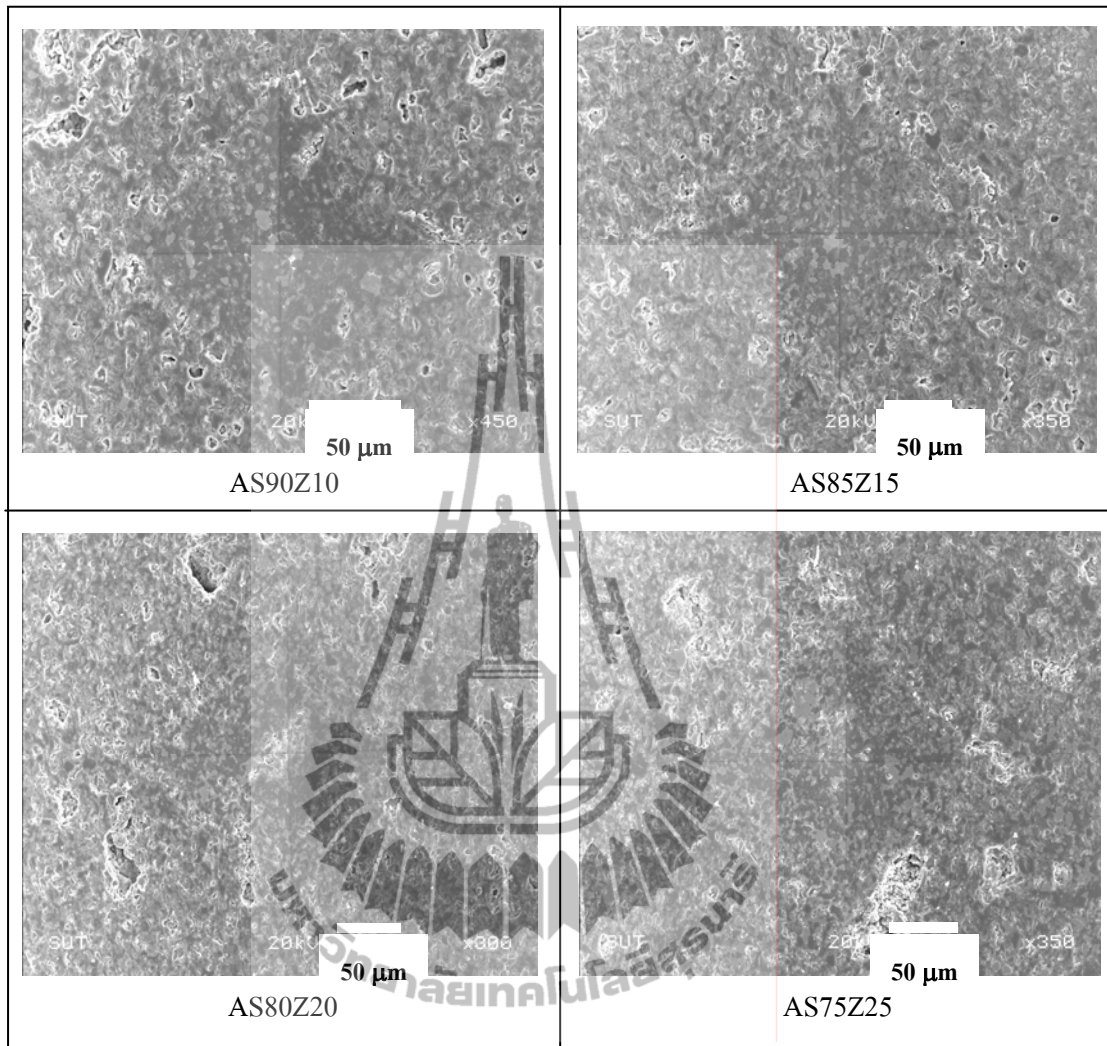


ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล

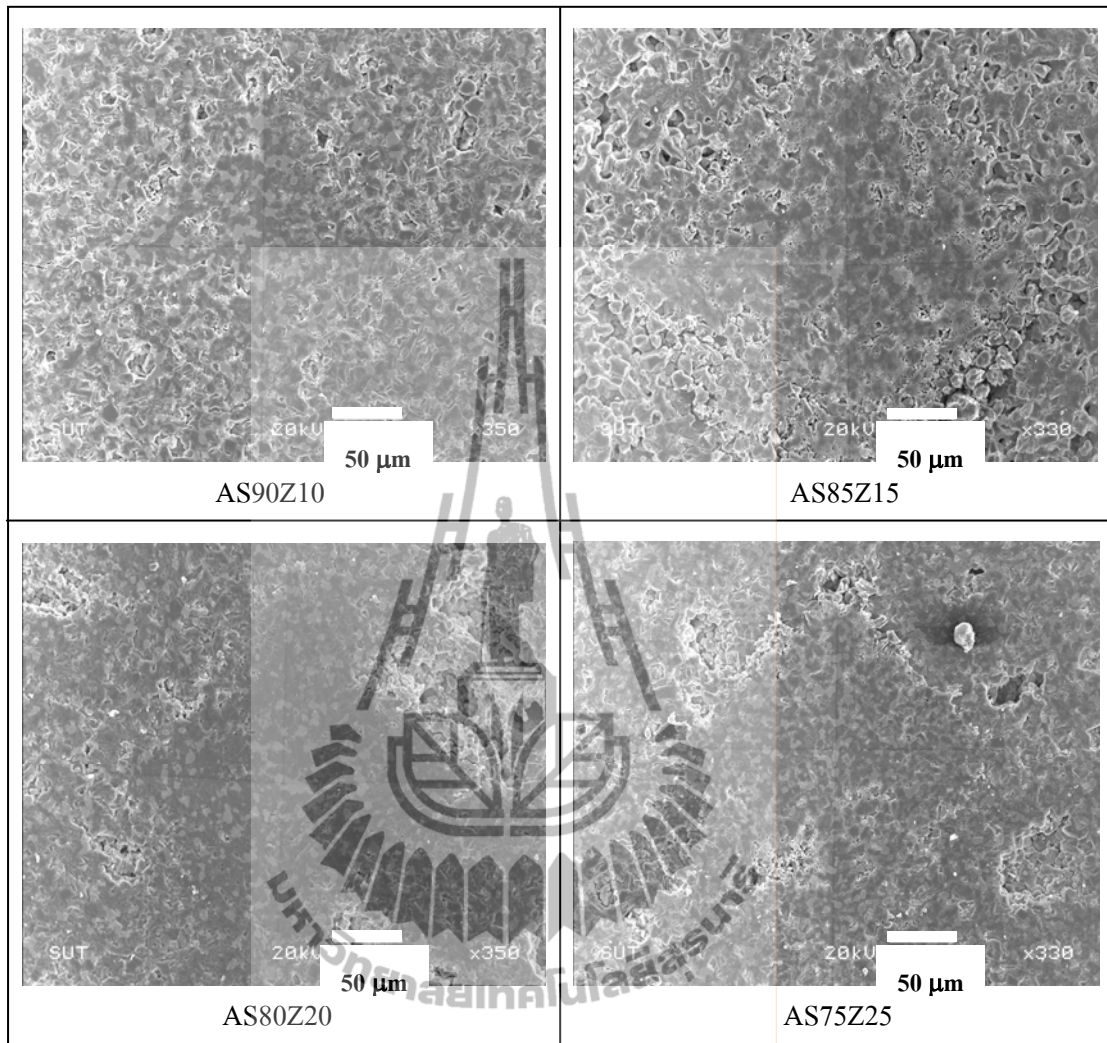
โครงสร้างจุลภาคของรอยกดจากการทดสอบด้วยเครื่อง
Microhardness Tester



รูปที่ ค.1 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1550°C



รูปที่ ค.2 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1600°C



รูปที่ ค.3 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยกดของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1650°C



การออกแบบการทดลองและการทดสอบ ANOVA TEST

ตารางที่ ง.1 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert

Std	Run	Factor 1 Formula	Factor 2 Temperature	Response 1 Toughness	Response 1 Strength	Response 1 Hardness
1	9	A	1550			
2	4	A	1550			
3	10	A	1550			
4	23	B	1550			
5	13	B	1550			
6	25	B	1550			
7	20	C	1550			
8	21	C	1550			
9	27	C	1550			
10	5	D	1550			
11	14	D	1550			
12	19	D	1550			
13	29	A	1600			
14	24	A	1600			
15	11	A	1600			
16	28	B	1600			
17	3	B	1600			
18	17	B	1600			
19	36	C	1600			
20	7	C	1600			
21	22	C	1600			
22	32	D	1600			
23	2	D	1600			
24	15	D	1600			
25	31	A	1650			
26	12	A	1650			
27	8	A	1650			

ตารางที่ ง.1 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert ต่อ

Std	Run	Factor 1 Formula	Factor 2 Temperature	Response 1 Toughness	Response 1 Strength	Response 1 Hardness
28	18	B	1650			
29	16	B	1650			
30	34	B	1650			
31	1	C	1650			
32	6	C	1650			
33	33	C	1650			
34	26	D	1650			
35	35	D	1650			
36	30	D	1650			



ตารางที่ ง.2 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert เพื่อสุ่มทดสอบสมบัติเชิงกล
(Run Sheet)

	Run #9		Run #4		Run #10
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	A		A		A
Temperature	1550		1550		1550
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #23		Run #13		Run #25
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	B		B		B
Temperature	1550		1550		1550
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #20		Run #21		Run #27
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	C		C		C
Temperature	1550		1550		1550
Toughness					
Strength					
Hardness					

ตารางที่ ง.2 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert เพื่อสุ่มทดสอบสมบัติเชิงกล
(Run Sheet) (ต่อ)

	Run #5		Run #14		Run #19
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	D		D		D
Temperature	1550		1550		1550
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #29		Run #24		Run #11
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	A		A		A
Temperature	1600		1600		1600
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #28		Run #3		Run #17
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	B		B		B
Temperature	1600		1600		1600
Toughness					
Strength					
Hardness					

ตารางที่ ง.2 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert เพื่อสุ่มทดสอบสมบัติเชิงกล
(Run Sheet) (ต่อ)

	Run #36		Run #7		Run #22
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	C		C		C
Temperature	1600		1600		1600
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #32		Run #2		Run #15
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	D		D		D
Temperature	1600		1600		1600
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #31		Run #12		Run #8
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	A		A		A
Temperature	1650		1650		1650
Toughness					
Strength					
Hardness					

ตารางที่ ง.2 ตารางออกแบบการทดลองโดยโปรแกรม Design Expert เพื่อสุ่มทดสอบสมบัติเชิงกล
(Run Sheet) (ต่อ)

	Run #18		Run #16		Run #34
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	B		B		B
Temperature	1650		1650		1650
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #1		Run #6		Run #33
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	C		C		C
Temperature	1650		1650		1650
Toughness					
Strength					
Hardness					

	Run #26		Run #35		Run #30
Block	Block 1		Block 1		Block 1
Formula	D		D		D
Temperature	1650		1650		1650
Toughness					
Strength					
Hardness					

ตารางที่ ง.3 วิธีการใช้ ANOVA TEST เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลต่าง ๆ จากการเติมสารเติมแต่ง 3Y-ZrO₂ (ข้อมูลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสคาล) ดังนี้

Vol.% ZrO ₂	อุณหภูมิเผาผนึก (°C)					
	1550		1600		1650	
10	146.33	153.71	183.79	179.79	72.12	80.00
	158.60		172.65		72.50	
15	75.26	66.95	111.30	103.63	51.12	60.00
	70.89		122.61		50.39	
20	100.89	112.56	118.29	111.59	101.34	84.31
	105.35		110.45		84.97	
25	117.57	111.98	236.74	286.58	73.10	72.87
	101.56		225.55		85.00	

ตารางที่ ง.3 วิธีการใช้ ANOVA TEST เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลต่าง ๆ จากการเติมสารเติมแต่ง 3Y-ZrO₂ ข้อมูลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความแข็ง (จิกกะปาสคาล) ดังนี้

Vol.% ZrO ₂	อุณหภูมิเผาผนึก (°C)					
	1550		1600		1650	
10	5.13	4.49	8.89	8.80	5.40	5.88
	5.71		9.76		6.16	
15	3.55	4.01	4.78	5.32	4.19	4.76
	3.61		4.98		4.20	
20	3.51	4.11	5.19	4.80	4.36	4.80
	4.10		5.54		4.12	
25	5.78	5.89	6.91	6.12	5.03	5.57
	5.46		7.32		5.26	

ตารางที่ 3 วิธีการใช้ ANOVA TEST เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลต่าง ๆ จากการเติมสารเติมแต่ง 3Y-ZrO₂ ข้อมูลการทดสอบสมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว (เมกกะปาสกาลxเมตร^{1/2}) ดังนี้

Vol.% ZrO ₂	อุณหภูมิเผาพูนิก (°C)					
	1550		1600		1650	
10	1.50	1.23	3.33	3.12	1.01	1.18
	1.62		3.04		1.13	
15	1.51	1.65	3.22	3.07	1.23	1.35
	1.43		3.38		1.11	
20	3.60	3.45	5.76	5.63	2.99	2.56
	3.15		5.60		2.78	
25	4.41	4.33	4.29	3.96	1.53	1.72
	4.67		4.23		1.60	

ตารางที่ 4 ตารางวิเคราะห์ความแปรปรวนของการทดลองเชิงแฟกทอเรียล 2 ตัวแปร

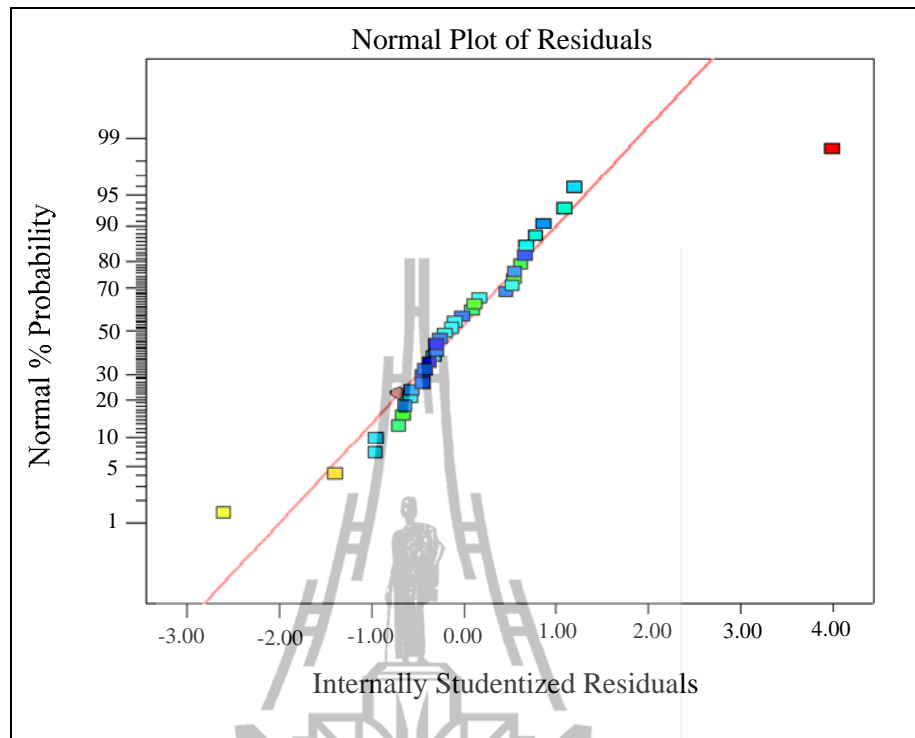
Source of Variation	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean Square	F ₀	P-Value
A Treatment	SS _A	a-1	MS _A = SS _A / a-1	F ₀ = MS _A / MS _E	ค่าได้จากโปรแกรม Design Expert
B Treatment	SS _B	b-1	MS _A = SS _B / b-1	F ₀ = MS _B / MS _E	
Interaction	SS _{AB}	(a-1)(b-1)	MS _{AB} = SS _{AB} / (a-1)(b-1)	F ₀ = MS _{AB} / MS _E	
Error	SS _E	ab(n-1)	MS _E = SS _E / ab(n-1)		
Total	SS _T	abn-1			

สมการที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

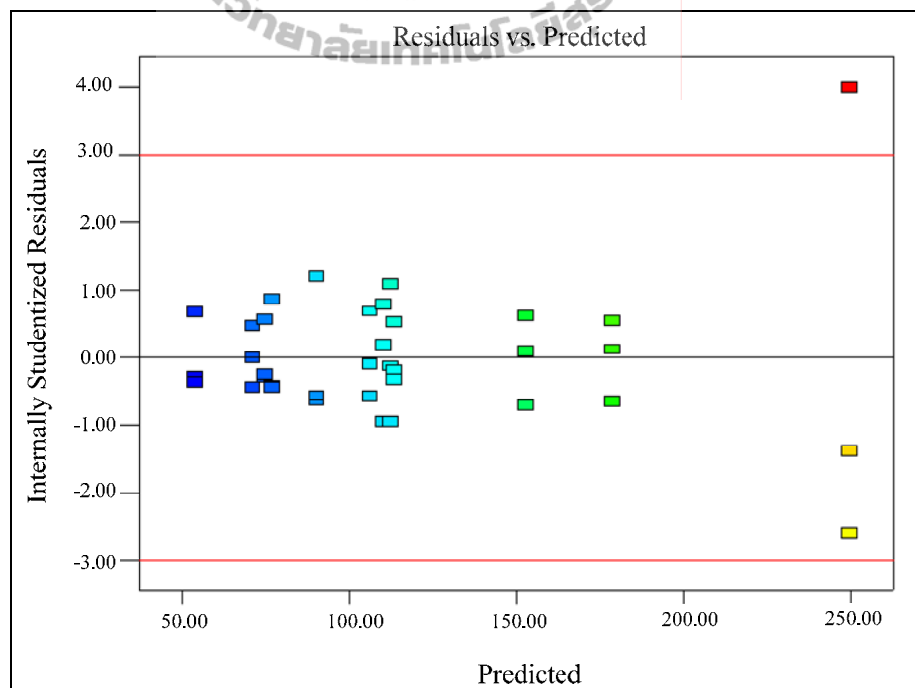
$$\begin{aligned}
 SS_T &= \sum \sum y_{i,j,k}^2 - y_{...}^2 / abn \\
 SS_A &= \frac{1}{bn} \sum y_{i..}^2 - y_{...}^2 / abn \\
 SS_B &= \frac{1}{an} \sum y_{.j.}^2 - y_{...}^2 / abn \\
 SS_{Submodel} &= \frac{1}{n} \sum y_{ij.}^2 - y_{...}^2 / abn \\
 SS_{AB} &= SS_{Sub} - SS_A - SS_B \\
 SS_E &= \text{Subtraction}
 \end{aligned}$$

ตารางที่ ง.5 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความทนต่อการดัดโค้งด้วย ANOVA
(ยังไม่ได้ตัด Out liner)

ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Classical sum of squares - Type II]						
Source*	Sum of Squares*	Df*	Mean Square*	F Value*	P-value* Prob > F	
Model	99185.4585	11	9016.859864	70.155716	< 0.0001	significant
A-vol%ZrO ₂	25025.90874	3	8341.969581	64.90472933	< 0.0001	
B-Temp.(°C)	48770.80972	2	24385.40486	189.7307448	< 0.0001	
AB	25388.74004	6	4231.456673	32.9228664	< 0.0001	
Error	3084.633	24	128.526375			
Total	102270.0915	35				



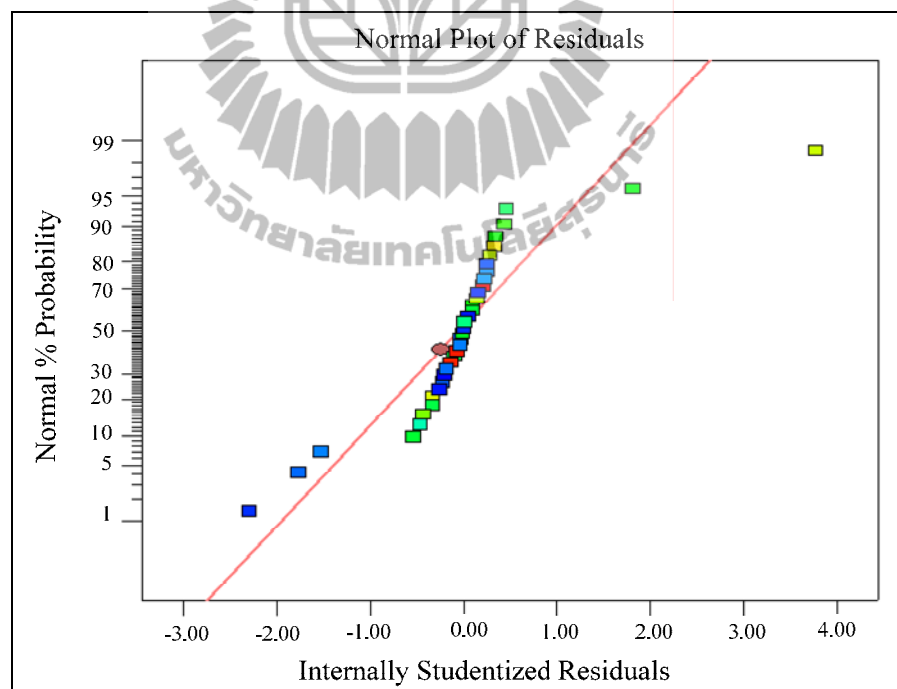
รูปที่ ง.1 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Flexural Strength)



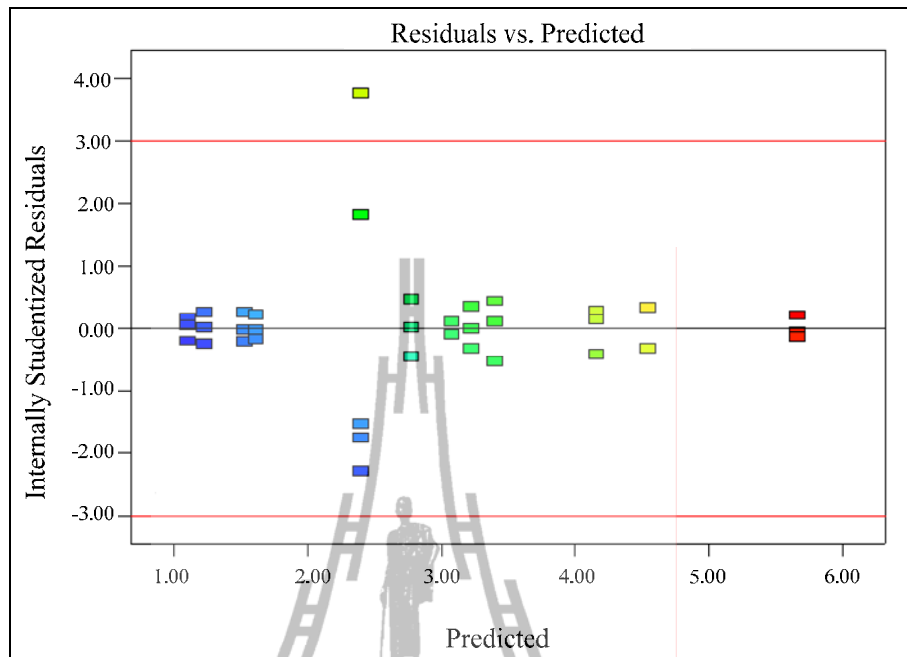
รูปที่ ง.2 แสดงกราฟ Residuals vs. Predicted (Flexural Strength)

ตารางที่ ๓.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลทางด้านความเหนียว ด้วย ANOVA (ยังไม่ได้ตัด Out liner)

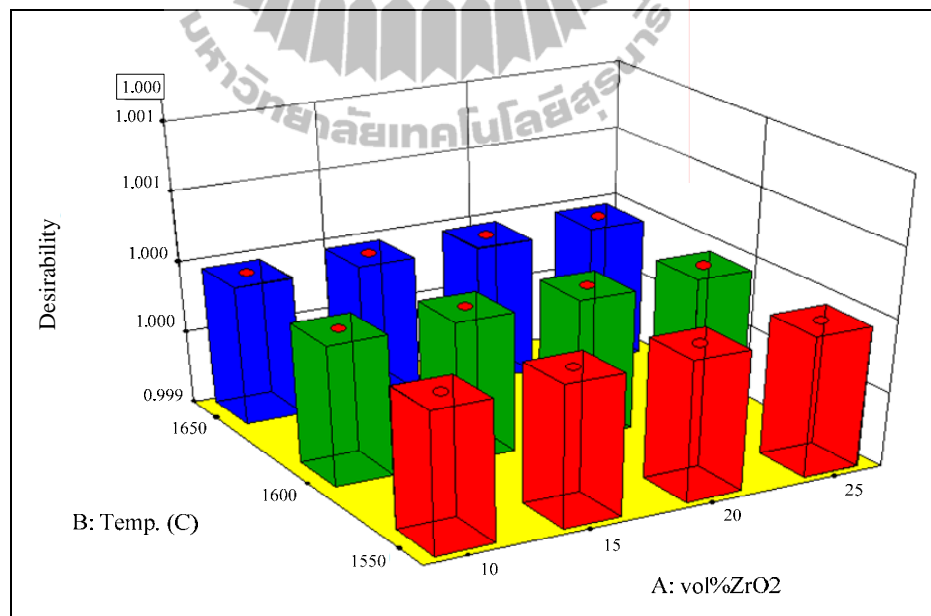
ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Classical sum of squares - Type II]						
Source*	Sum of Squares*	Df*	Mean Square*	F Value*	P-value* Prob > F	
Model	63.81858981	11	5.801689982	17.78507664	< 0.0001	significant
A-vol%ZrO ₂	22.2584542	3	7.419484734	22.74442533	< 0.0001	
B-Temp.(°C)	32.4641213	2	16.23206065	49.75937073	< 0.0001	
AB	7.435283515	6	1.239213919	3.798809415	0.0084	
Error	7.829067167	24	0.326211132			
Total	71.64765697	35				



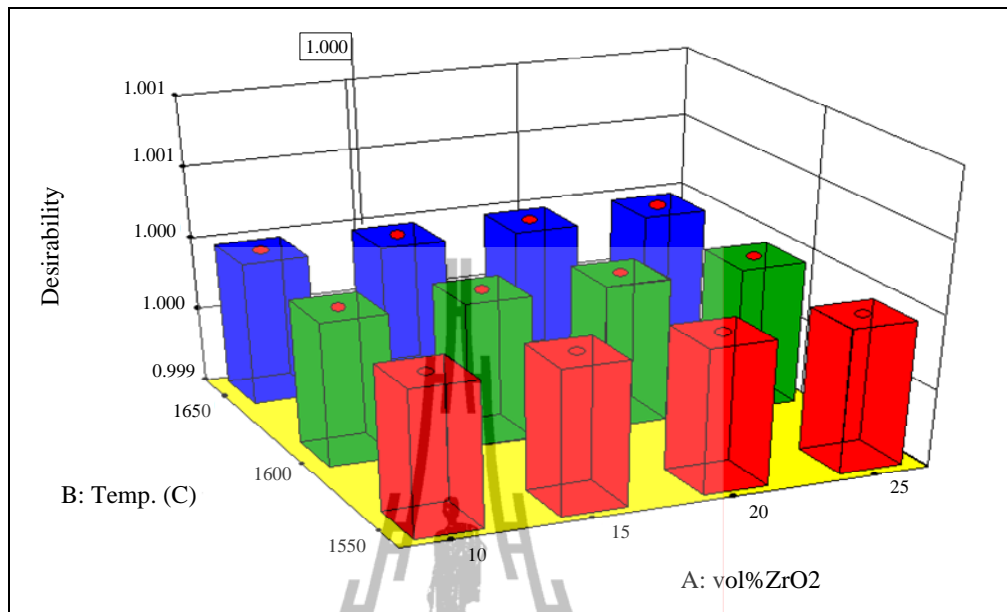
รูปที่ ๓.3 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Toughness)



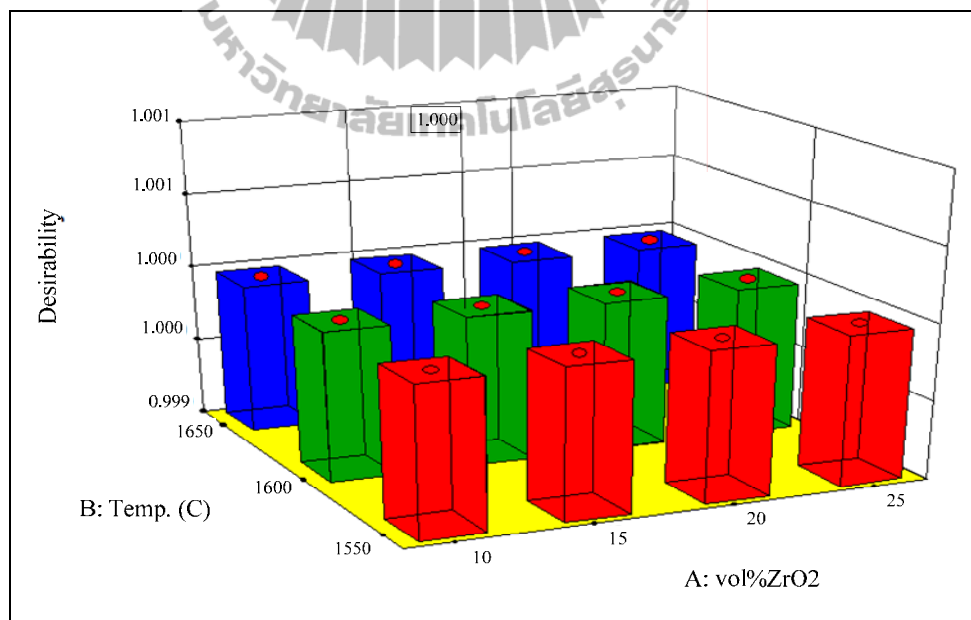
รูปที่ ๓.4 แสดงกราฟ Normal Probability vs. Residuals (Toughness)



รูปที่ ๓.5 แสดงกราฟทำนายค่าความเหนียวเมื่อเติม 3Y-ZrO₂ และการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ (Flexural Strength)



รูปที่ ๖.6 แสดงกราฟทำนายค่าความเหนียวเมื่อเติม 3Y-ZrO₂ และการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ (Hardness)



รูปที่ ๖.7 แสดงกราฟทำนายค่าความเหนียวเมื่อเติม 3Y-ZrO₂ และการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ (Toughness)



ภาคผนวก ข

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

Promsen, A., and Kangwantrakool, S. (2012). **Improvement of Mechanical Properties of Alumina-Silicon Carbide Composite With Zirconia Particles**, Suranaree Journal of Science and Technology, Suranaree University of Technology, *Nakhon Ratchasima, Thailand*.(Acceptance)





บันทึกข้อความ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

หน่วยงาน Suranaree Journal of Science and Technology Tel / Fax : 4756 / 4750
 ที่ No 5621/C. 220 วันที่ 10 MAY 2012
 เรื่อง Letter of acceptance

Dear Miss Ampaporn Promsen,

I am pleased to inform you that your article entitled "IMPROVEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF ALUMINA-SILICON CARBIDE COMPOSITE WITH ZIRCONIA PARTICLES" has been accepted to be published in Suranaree Journal of Science and Technology. The galley proof will be later sent to you for the final corrections.

Thank you for publishing with Suranaree Journal of Science and Technology.

Sincerely,

Suksun Horpibulsuk, Ph.D.

Professor

Editor in Chief

1 **IMPROVEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF**
2 **ALUMINA-SILICON CARBIDE COMPOSITE WITH ZIRCONIA**
3 **PARTICLES**

4 **Running head:** Improvement of Mechanical Properties of Al₂O₃-SiC Composite with ZrO₂

5 Particle

6

7 **Ampaporn Promsen and Sukasem Kangwantrakool***

8 *School of Ceramic Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology 111*

9 *University Avenue, Muang District, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand.*

10 *E-mail:sukasemk@yahoo.com*

11 ** Corresponding author*

12

13 **Abstract**

14 **The mechanical properties of Al₂O₃-SiC based composites were improved by the**
15 **addition of ZrO₂(3Y) particles. The addition of ZrO₂(3Y) particles was 10, 15, 20**
16 **and 25 vol.% , respectively and sintered at 1550, 1600, and 1650°C by embedding**
17 **method. Sintered Al₂O₃-SiC/ZrO₂(3Y) composites were characterized on the**
18 **density, XRD and microstructure. Mechanical properties were measured on the**
19 **flexural strength, fracture toughness and hardness. The results showed that the**
20 **highest flexural strength of 250 MPa was obtained with 25 vol.% ZrO₂(3Y)**
21 **composite sintered at 1600°C, while the maximum fracture toughness of 5.66**
22 **MPa.m^{1/2} was obtained with 20 vol.% ZrO₂(3Y) sintered at 1600°C.**

23

24 **Keywords:** ZrO₂(3Y) particles, Al₂O₃-SiC composites, mechanical properties

1 Introduction

2 Al₂O₃ ceramic has been widely used as a matrix material because of their good
3 mechanical properties such as high hardness, low electrical conductivity, good chemical
4 stability and oxidation resistance, but low fracture toughness leads to limitation of
5 structural applications. Thus, most research studies focused on mechanical properties
6 improvement of Al₂O₃ to increase structural applications, by using reinforcing particle
7 such as SiC, ZrO₂, TiN/TiC/TiO₂, BN and metal particles, Moreno *et al.* (1996); Ye *et*
8 *al.* (1998); Enrique *et al.* (2010). Much work has focused on the mechanical properties
9 improvement of Al₂O₃ by SiC addition. Shi *et al.* (2010) studied the improvement of
10 mechanical properties of Al₂O₃-SiC composites with the different SiC additions 5, 10,
11 15, and 20 wt%. The flexural strength was increased with 20 wt% SiC and highest
12 fracture toughness was obtained from 5 wt% SiC. Ko *et al.* (2004) particularly focused
13 their study on the effect of SiC contents with subnanometer, reinforced in Al₂O₃ matrix.
14 It showed that SiC can improve flexural strength properties of Al₂O₃ matrix while the
15 toughness properties were less improved. Ma *et al.* (2008) studied ZrO₂ toughening
16 mechanism in Al₂O₃ matrix. The result showed that ZrO₂(2Y) and ZrO₂(3Y) could
17 increase the fracture toughness of Al₂O₃ matrix. The present work aimed to improve
18 mechanical properties such as flexural strength, fracture toughness and hardness of
19 Al₂O₃-SiC composite with different amounts of ZrO₂(3Y) additive, sintered by using
20 the embedding method which could reduce the production cost of the industry.

21

22 Experimental Procedures

23 Al₂O₃ 98.50% with a mean particle size of 3 μm, β-SiC particle size (100 nm) and
24 ZrO₂(3Y) with 3 mol% Y₂O₃ stabilizer was used as starting powders. Batch

1 composition and sintering conditions were shown in Table 1. The $ZrO_2(3Y)$ with the
2 amount of 10-25 vol.% was added to Al_2O_3 -SiC matrix in order to investigate the effect
3 of $ZrO_2(3Y)$ addition on mechanical properties of the composite. Mixed powders of
4 Al_2O_3 -SiC/ $ZrO_2(3Y)$ composites were ball-milled in ethanol for 24 h using Al_2O_3 ball
5 and a polyethylene jar. The mixed slurry was dried, subsequently sieved through a 60
6 mesh screen to prepare granule powders. Then the granulated powders were pressed
7 under 25 MPa to obtain the compact sample. Then compacted samples were sintered at
8 1550, 1600, and 1650°C for 4 h by using embedding method. The density of the sintered
9 material was determined by the Archimedes method using distilled water. The sintered
10 specimens were ground and polished up to 1 μm , then etched thermally. The
11 microstructure was observed by SEM. The phase identification was analyzed by XRD.
12 The flexural strength was measured by the three point bending method, Mariappan *et al.*
13 (2002). The hardness was measured using a Vickers indenter. The fracture toughness
14 was determined by indentation method from Vickers impression marks.

15

16 **Results and Discussion**

17 **Microstructure**

18 Figure 1 shows the SEM micrographs of the AS90Z10 (90 vol.% (95:5 Al_2O_3 -
19 SiC) • 10 vol.% $ZrO_2(3Y)$) sintered at different temperatures of 1550, 1600, and 1650°C
20 respectively. The etched surfaces showed that the addition of nano-SiC particles can
21 improve the microstructure of the composites and enhance the grain boundaries due to
22 the residual compressive stress that comes from the different thermal expansion
23 coefficients between SiC and Al_2O_3 which appeared as the microcrack, Gao *et al.*
24 (1999). The amount of porosity is decreased with increasing of the sintering temperature

1 resulting in higher density of the composite as shown in Figure 1. However, with the
2 same amount of $ZrO_2(3Y)$ vol.%, the quantity of ZrO_2 phase was increased with the
3 sintering and located at the grains boundaries of Al_2O_3 , Tuan *et al.* (2002). At $1650^\circ C$,
4 with increasing of $ZrO_2(3Y)$ content up to 25 vol.%, the compressive stress around
5 grain boundaries of Al_2O_3 are increased with higher than another composite that appears
6 as the microcrack which comes from the ZrO_2 phase transformation of t- ZrO_2 to m-
7 ZrO_2 as shown in Figure 2.

8

9 XRD Pattern

10 Figure 3 shows the XRD pattern of 90-75 vol.% (95:5 Al_2O_3 -SiC) • 10-25 vol.%
11 $ZrO_2(3Y)$ sintered $1650^\circ C$. All the Al_2O_3 -SiC/ $ZrO_2(3Y)$ composites samples contain the
12 phase of Al_2O_3 , β -SiC, m(monoclinic)- ZrO_2 and t(tetragonal)- ZrO_2 . However, the
13 t- ZrO_2 phase was increased while m- ZrO_2 decreased due to phase transformation in
14 Figure 3, Mariappan *et al.* (2002).

15

16 Densification

17 Figure 4 shows the density of Al_2O_3 -SiC/ $ZrO_2(3Y)$ composites was increased
18 with the increasing amount of $ZrO_2(3Y)$ vol.% at the higher sintering temperature
19 $1650^\circ C$.

20

21 Mechanical Properties

22 Figure 5 shows the flexural strength of composite, the values were decreased
23 with 10-20 vol.% $ZrO_2(3Y)$ and increased with 25 vol.% $ZrO_2(3Y)$. The highest flexural
24 strength was obtained from $1600^\circ C$ with 25 vol.% $ZrO_2(3Y)$ due to higher amount of

1 t-ZrO₂ phase transformation as appeared in XRD pattern. At 1650°C, t-ZrO₂ phase was
2 increased due to the phase transformation t to m-ZrO₂ in comparison with lower
3 sintering temperature. However, with the same amount of 25 vol.% ZrO₂(3Y) at 1650°C
4 the thermal expansion coefficient mismatch between SiC and Al₂O₃ it could generate
5 the microcrack yielding the lower flexural strength in comparison with 1600°C while at
6 the lowest sintering temperature of 1550°C the lower density with high porosity leads to
7 their poor in mechanical properties.

8 Figure 6 shows the fracture toughness of composite. The highest fracture
9 toughness was 5.66 MPa.m^{1/2} obtained from 1600°C with 20 vol.% ZrO₂(3Y). The
10 toughening mechanisms of the composites came from the addition of effects of
11 ZrO₂(3Y) particles in Al₂O₃-SiC composites that could be determined in various kinds
12 of toughening mechanism. The first is the dynamic t-m phase transformation toughening
13 effect during fracturing revealed by X-ray analysis as shown in Figure 3. The second is
14 the microcrack toughening effect induced by the volume expansion from the t-m phase
15 transformation during cooling in the sintering process. In addition, ZrO₂(3Y) particles
16 can effectively enhance the crack deflection to inhibit further propagation of the main
17 crack, Lin *et al.* (1998).

18 Figure 7 shows hardness, the highest hardness was 9.16 GPa with 10 vol.%
19 ZrO₂(3Y) sintered at 1600°C. This is because the larger amount of the porosity at low
20 sintering temperature results in lower hardness. Nevertheless, at 1650°C the value is
21 lower than 1600°C because the different thermal expansion coefficients between Al₂O₃
22 and SiC lead to the occurrence of microcrack. That has the effect on hardness
23 properties, as shown in Figure 7.

24

1 **Conclusions**

2 The addition of $ZrO_2(3Y)$ particles can significantly enhance the mechanical properties
3 of Al_2O_3-SiC composites. The highest fracture toughness was $5.66 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ obtained
4 from 1600°C with 20 vol.% $ZrO_2(3Y)$. The toughening mechanisms of $ZrO_2(3Y)$
5 particles included the dynamic t-m phase transformation toughening effect during
6 fracturing and the microcrack toughening effect by the volume expansion which comes
7 from the t-m phase transformation during cooling in the sintering process, Wang *et al.*
8 (1999). The $ZrO_2(3Y)$ particles can effectively enhance the crack deflection to inhibit
9 further propagation of the main crack. The amount of the porosity is increased with
10 lower sintering temperature, while at high sintering temperature, the higher thermal
11 expansion and the compressive stress around boundaries of Al_2O_3 and SiC generated the
12 microcrack which is correlated to the mechanical properties.

14 **Acknowledgement**

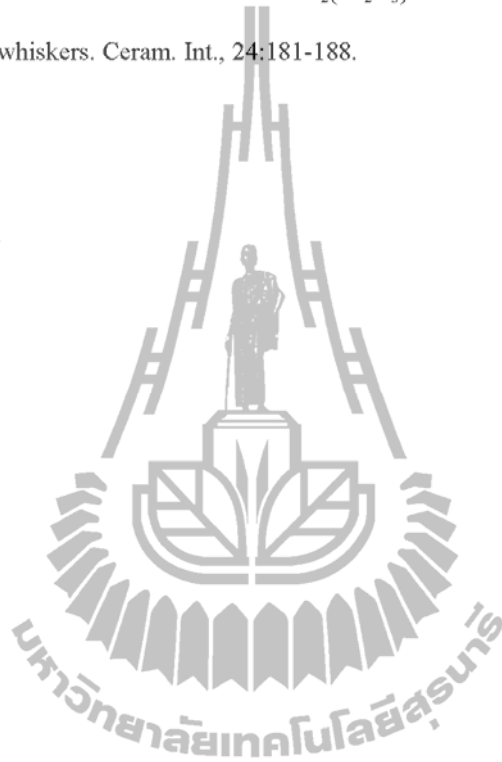
15 Financial support was granted by the Institute of Research and Development, Suranaree
16 University of Technology.

18 **References**

19 Enrique, P.C., Enrique, R.R. and Mario, R.R. (2010). Production, microstructural
20 comparison and mechanical behavior of reinforced alumina composites
21 containing zirconia, silicon carbide, nickel and titanium. *J. Ceram. Process. Res.*,
22 11(3):372-376.

- 1 Gao, L., Wang, H.Z., Hong, J.S., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Nishikawa, Y., and
- 2 Torre, A.D.D.L. (1999). SiC-ZrO₂(3Y)-Al₂O₃ Nanocomposites Superfast
- 3 Densified By Spark Plasma Sintering. *Nanostruct. Mater.*, 11(1):43-49.
- 4 Ko, Y.M., Kwon, W.T., and Kim, Y.W. (2004). Development of Al₂O₃-SiC composite
- 5 tool for machining application. *Ceram. Int.*, 30:2081-2086.
- 6 Lin, G.Y., and Lei. T.C. (1998). Microstructure, Mechanical Properties and Thermal
- 7 Shock Behavior of Al₂O₃+ ZrO₂+SiC_w composites. *Ceram. Int.*, 24:313-326.
- 8 Ma, W., Lei, W., Renguo, G., Xudong, S., and Xikun. L. (2008). Sintering
- 9 densification, microstructure and transformation behavior of Al₂O₃-ZrO₂(Y₂O₃)
- 10 composites. *Mater. Sci. Eng., A* 477:100-106.
- 11 Mariappan, L., Kannan, T.S., and Umarji. A.M. (2002). In situ synthesis of Al₂O₃-ZrO₂-
- 12 SiC_w ceramic matrix composites by carbothermal reduction of natural silicates.
- 13 *Mater. Chem. Phys.*, 75:284-290.
- 14 Moreno, J.M., Lopez, A.R., Rodriguez, A.D., and Routbort, J.L. (1996). High-
- 15 temperature deformation of ZrO₂- Al₂O₃/SiC whisker composites fabricated by
- 16 two techniques. *Mater. Sci. Eng., A* 209:111-115.
- 17 Shi, X.L., Xu, F.M., Zhang, Z.J., Tan, Y., Wang, L., and Yang, J.M. (2010). Mechanical
- 18 properties of hot-pressed Al₂O₃-SiC composites. *Mater. Sci. Eng., A* 527:4646-
- 19 4649.
- 20 Tuan, W.H., Chen, R.Z., Wang, T.C., Cheng, C.H., and Kuo. P.S. (2002). Mechanical
- 21 properties of Al₂O₃-ZrO₂ composites. *J. Euro. Ceram. Soc.*, 22:2827-2833.
- 22 Wang, H.Z., Gao L., and Guo. J.K. (1999). Fabrication and Microstructure of Al₂O₃-
- 23 ZrO₂(Y₂O₃)-SiC nanocomposites. *J. Euro. Ceram. Soc.*, 19:2125-2131.

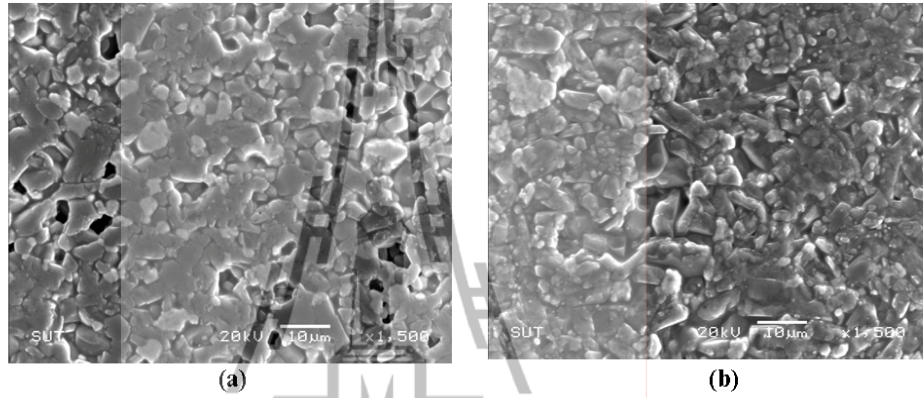
- 1 Ye, F., Lei, T.C., Zhou, Y.C., and Yang J.M., & Zhang. L. T. (1998). Effect of Loading
2 speed on Fracture Behavior of $ZrO_2(Al_2O_3)$ Matrix Composites Reinforced with
3 SiC whiskers. *Ceram. Int.*, 24:181-188.



1

2

3



4

5

6 **Figure 1. SEM micrographs of thermal etched of AS90Z10 sintered at (a) 1550°C**7 **(b) 1600°C, and (c) 1650°C**

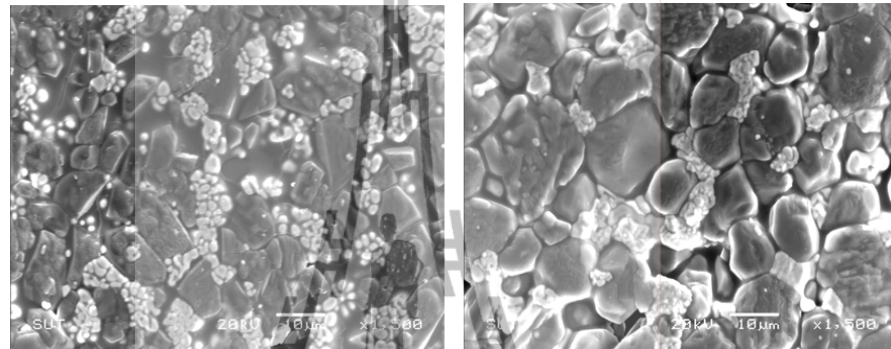
8

9

10

1

2

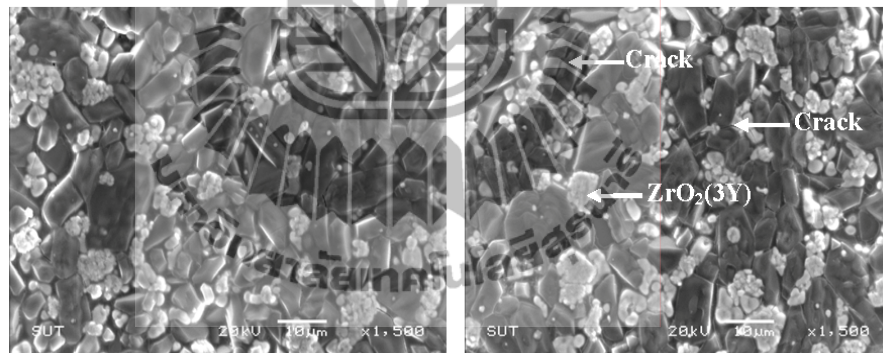


3

4

(a)

(b)



5

6

7

(c)

(d)

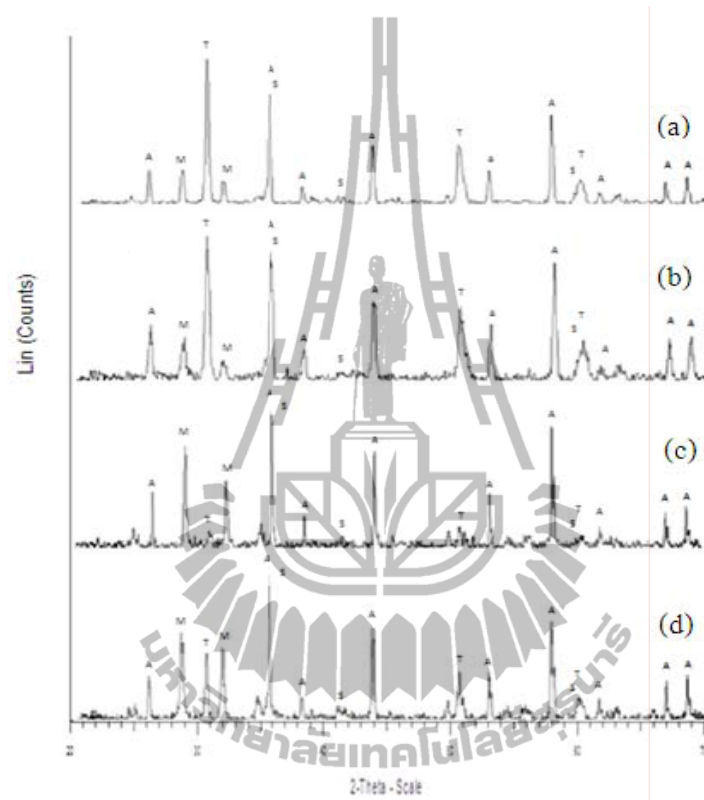
8 **Figure 2. SEM micrographs of thermal etched of composites at sintering**9 **temperature 1650°C, (a) AS90Z10 (b) AS85Z15 (c) AS80Z20 (d)**10 **AS75Z25**

11

12

1

2



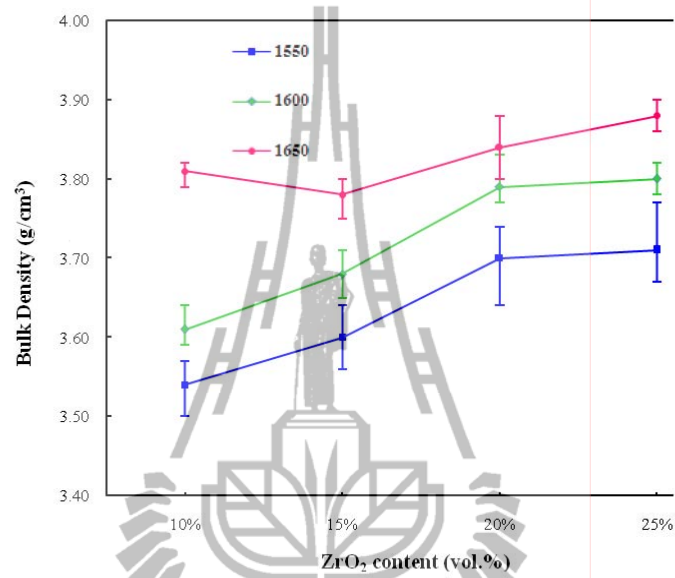
3

4 **Figure 3.** XRD patterns of composite sample (a) AS75Z25 (b) AS80Z20 (c)5 AS85Z15 (d) AS90Z10 sintered at 1650°, A = Al₂O₃, S = β-SiC, M =6 m-ZrO₂, T = t-ZrO₂

7

8

1



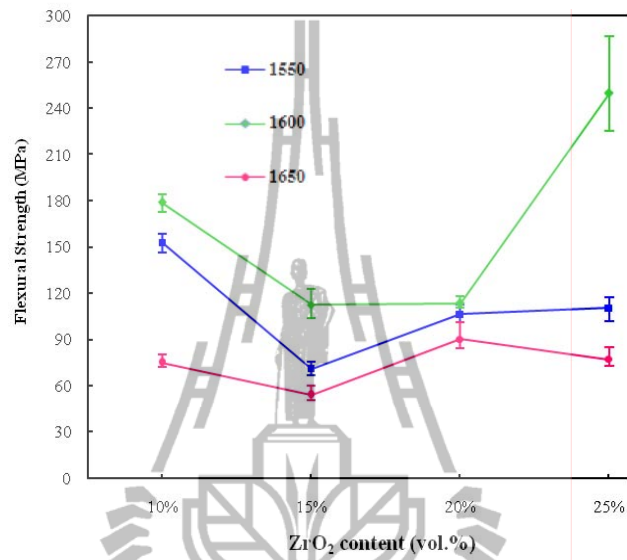
2

3 **Figure 4.** Densities of Al₂O₃-SiC/ZrO₂ (3Y) composites as a function ZrO₂(3Y)
4 content sintered at 1550, 1600, and 1650°C

5

6

1



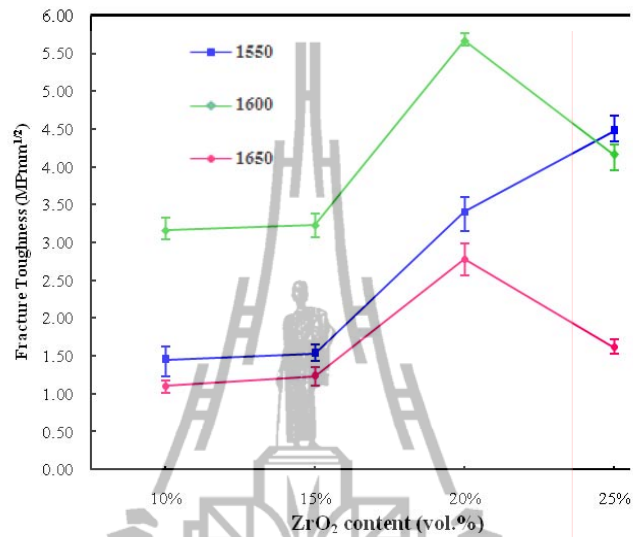
2

3 **Figure 5. Flexural strength of composite as a function of ZrO₂(3Y) content**
4 **sintered at 1550, 1600, and 1650°C**

5

6

1



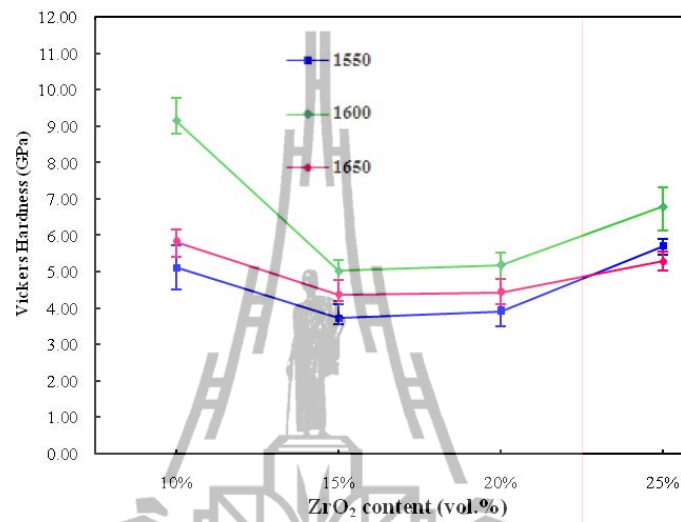
2

3 **Figure 6. Fracture toughness of composite as a function of ZrO₂(3Y) content**
4 **sintered at 1550, 1600, and 1650°C**

5

6

1



2

3 **Figure 7. Hardness of composite as a function of ZrO₂(3Y) content sintered**
4 **at 1550, 1600, and 1650°C**

5

6

Format checking 3: Jan 16, 2011

16

1

2 **Table 1. Batch composition and sintering condition**

3	Designation	Batch composition (vol.%)		Sintering condition	
		95 Al ₂ O ₃ :5 SiC	ZrO ₂ (3Y)	Temperature (°C)	Time (h)
5	AS90Z10	90	10	1550	4
6	AS85Z15	85	15	1550	4
7	AS80Z20	80	20	1550	4
8	AS75Z25	75	25	1550	4
9	AS90Z10	90	10	1600	4
10	AS85Z15	85	15	1600	4
11	AS80Z20	80	20	1600	4
12	AS75Z25	75	25	1600	4
13	AS90Z10	90	10	1650	4
14	AS85Z15	85	15	1650	4
15	AS80Z20	80	20	1650	4
16	AS75Z25	75	25	1650	4

17

ประวัติผู้เขียน

นางสาวอำภาพร พรหมเสน เกิดเมื่อวันที่ 19 สิงหาคม พ.ศ. 2528 ที่จังหวัดเชียงใหม่ เริ่มการศึกษาชั้นประถมศึกษาที่โรงเรียนสันมหาพนวิทยา จังหวัดจังหวัดเชียงใหม่ ชั้นมัธยมศึกษาตอนต้น-ตอนปลาย ที่โรงเรียนแม่แตง จังหวัดเชียงใหม่ และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี (วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต) สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปี พ.ศ. 2550 จากนั้นจึงได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีในปีการศึกษา 2552

