

**บทบาทของขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนต่อ
การเพิ่มความหนาแน่นในการขึ้นรูปแบบร้อนของผงเซอร์โคเนีย**

**โดย นางสาวจิราภรณ์ เอื้อชลิตานุกูล และ
นางสาวภรณ์ทิพย์ ไข่ออกปัญญา**

บทคัดย่อ

การวิจัยนี้ศึกษาบทบาทของอนุภาคและขนาดของเกรนของผงอนุภาคที่มีต่อการเพิ่มความหนาแน่นของผงเซอร์โคเนียพอลิคริสตอลในการขึ้นรูปแบบร้อน โดยศึกษาอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดเกรน ผงอนุภาคพอลิคริสตอลขนาดระดับไมครอนได้จากการเผาผงสเปร์ยทรายแกรนูลเซอร์โคเนียที่มีอัตราส่วนเป็นตัวเพิ่มความเสถียร การอัดร้อนของผงอนุภาคสี่ช่วงขนาดทำที่ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าที่ 1350 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้ผ่านการอัดร้อนมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของขนาดอนุภาคและขนาดเกรนเพิ่มขึ้น แต่จะมีจุดเริ่มเปลี่ยน (อัตราส่วนมีค่า 100) ซึ่งค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเล็กน้อยแม้อัตราส่วนจะเพิ่มขึ้น โดยอัตราส่วนมีผลต่อการเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกลไกที่ช่วยให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นในช่วงการเผาผืนที่ระยะสุดท้าย การเพิ่มอุณหภูมิในการอัดร้อนเป็น 1400 องศาเซลเซียส ได้เพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานขึ้นเนื่องจากความเค้นไหลที่ลดลงที่อุณหภูมิอัดร้อนที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานไม่ขึ้นกับอัตราส่วนของขนาดอนุภาคและขนาดเกรน การเปลี่ยนแปลงรูปร่างของรูพรุนในชิ้นงานชี้ให้เห็นว่าการเปลี่ยนรูปของอนุภาคมีมากขึ้นขณะอัดร้อนที่ 1400 องศาเซลเซียส ขนาดและรูปร่างของเกรนที่ไม่ต่างกันระหว่างชิ้นงานที่อัดร้อนที่ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ยังชี้ว่าการสไลด์ของขอบเกรนเป็นกลไกการคืบหลัก นอกจากนี้การอัดร้อนที่ 1400 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 30 นาที แสดงให้เห็นว่าหากอนุภาคเซอร์โคเนียที่มีเกรนละเอียดสามารถคืบได้ภายใต้เงื่อนไขการอัดร้อนที่ใช้ ผงอนุภาคผงละเอียดจะไม่จำเป็นต้องใช้เพื่อให้การเพิ่มความหนาแน่นเกิดขึ้นได้สมบูรณ์และได้โครงสร้างที่ละเอียด

คำสำคัญ การอัดร้อน ซุปเปอร์พลาสติคเซอร์โคเนีย เดนซิฟิเคชัน การคืบ อนุภาคพอลิคริสตอล

ROLE OF PARTICLE SIZE AND GRAIN SIZE ON DENSIFICATION DURING HOT FORMING OF ZIRCONIA POWDER

By CHIRAPORN AUECHALITANUKUL and
PORNTIP CHAIEKPANYA

ABSTRACT

This research studied the role of particle size and grain size on the densification of polycrystalline zirconia powder during hot forming. The ratio of particle size to grain size (D/d) was examined. Polycrystalline micron-sized powder was prepared by sintering of yttria-stabilized zirconia spray-dried granules. Hot pressing of four particle size fractions of powder was performed at 1350 and 1400 °C under 40 MPa of applied pressure for 1 hour. The results showed that at 1350 °C the density of the hot pressed specimens increased with an increase in the D/d ; however, there was a transition point ($D/d \sim 100$) where the density slightly increased with further increase of the ratio. The ratio had an affect on the grain growth assisting densification in the final stage of sintering. Increasing the hot pressing temperature to 1400 °C increased the density of specimens due to the lower flow stress created at higher temperatures. It was also found that the specimen density was independent of D/d . The change of the pore shape within the specimens indicated more deformation of particles during hot pressing at 1400 °C. The similarity of the grain size and morphology between specimens hot pressed at 1350 and 1400 °C suggests grain boundary sliding as the dominant creep mechanism. In addition, the results of hot pressing at 1400 °C under 40 MPa of applied pressure for 30 minutes suggest that if the fine-grained zirconia particles are able to creep under the applied hot pressing condition, then the use of loose powder is not required to assure a complete densification and fine microstructure.

Keyword: hot forming, superplastic zirconia, densification, creep, polycrystalline particle

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจาก

ศูนย์ประสานงานนักเรียนทุนรัฐบาลทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

และสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

และ

คณะวิจัยขอขอบพระคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และ

ผศ.ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อนุเคราะห์เครื่องมือ และให้ความช่วยเหลือ

พร้อมทั้งศิษย์ทั้งหลายที่คอยช่วยเหลือสนับสนุนเสมอมา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ก
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
บทที่ 2 การทบทวนวรรณกรรม	3
2.1 เซรามิกเซอร์โคเนีย	3
2.2 การคืบและโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิกเซอร์โคเนีย	4
2.3 การผลิตเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีเกรนละเอียด	7
2.4 การอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน (Hot Pressing)	11
บทที่ 3 วิธีการวิจัย	16
3.1 การออกแบบการวิจัย	16
3.2 ขอบเขตการวิจัย	17
3.3 ระเบียบวิธีวิจัยและขั้นตอนการทดลอง	17
3.3.1 การเตรียมอนุภาคและการตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคก่อนการอัดร้อน	17
3.3.2 การอัดร้อน	18
3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานหลังการอัดร้อน	19
บทที่ 4 ผลการวิจัย	21
4.1 ผลการตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคก่อนการอัดร้อน	21
4.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานหลังการอัดร้อน	25

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 บทบาทของขนาดเกรนและขนาดอนุภาคต่อความหนาแน่นของ ชิ้นงานที่ผ่านการอัดร้อน	28
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย	39
5.1 ข้อสรุปผลการวิจัย	39
5.2 ปัญหาและอุปสรรค	41
5.3 ข้อเสนอแนะ	42
บรรณานุกรม	43
ภาคผนวก	45
ประวัติผู้วิจัย	46

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 เลขชี้กำลังของขนาดเกรนและความเค้นสำหรับกลไกที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่น	14
ตารางที่ 4.1 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นของผงอนุภาคขนาดต่างๆ วัดโดยเทคนิคการแทนที่ด้วยก๊าซ	23
ตารางที่ 4.2 ค่าเฉลี่ยขนาดของเกรนของของขึ้นงานเผาผนึกจากผงสเปร์ยทรายแกรนูล	25
ตารางที่ 4.3 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นรวม (bulk density) ของขึ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้จากการอัดร้อนผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง	26
ตารางที่ 4.4 ค่าเฉลี่ยขนาดของเกรนของขึ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาดต่างๆ	27
ตารางที่ 4.5 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นปรากฏและขนาดเกรนของขึ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้จากการอัดร้อนผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง	32

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียประเภทต่างๆ	4
รูปที่ 2.2 การพัฒนาโครงสร้างทางจุลภาคและการเพิ่มความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์เซรามิก โดยสัญลักษณ์ ρ แทนความหนาแน่น โดย $\rho_1 < \rho_2 < \rho_3$	8
รูปที่ 2.3 การพัฒนาโครงสร้างทางจุลภาคและการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของรูพรุนระหว่างการเผาผนึก	8
รูปที่ 2.4 การเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์ของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ขึ้นรูปจากอนุภาคแบบผลึกเดี่ยวและแบบพอลิคริสตอล	11
รูปที่ 2.5 หลักการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน	12
รูปที่ 3.1 การอัดร้อนขึ้นงาน	19
รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายอนุภาคที่ได้จากการเผาผนึกแกรนูล (ซ้าย) ก่อนบด และ (ขวา) หลังการบด	22
รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร	22
รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของขึ้นงานเผาผนึกจากผงสเปร์ยด์รายแกรนูลขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร	24
รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายเอสอีเอ็มของผิวหน้าตัดของขึ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร	27
รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของขึ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง และอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน	29

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง	30
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายเอ็กซีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร	32
รูปที่ 4.8 ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ในฟังก์ชันของอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน	34
รูปที่ 4.9 ขนาดเกรนของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ในฟังก์ชันของอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน	34
รูปที่ 4.10 ขนาดเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส	35
รูปที่ 4.11 ขนาดเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดจากผงสเปรย์ดรายแกรนูล และ จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้คัดแยกขนาด) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที เทียบกับการอัดรีดผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง	36
รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายเอ็กซีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงาน (ซ้าย) ที่ได้จากการอัดรีดจากผงสเปรย์ดรายแกรนูลและ (ขวา) จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้คัดแยกขนาด) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที	37
รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของผิวหน้าตัดของชิ้นงาน (ซ้าย) ชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดจากผงสเปรย์ดรายแกรนูล และ (ขวา) ชิ้นงานที่ได้จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้คัดแยกขนาด) ด้วยความ	37

ต้น 40 เมกะพาสคัล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที