

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนีย (zirconia ceramics) เป็นวัสดุประเภทเซรามิกที่มีความเหนียว (toughness) สูงซึ่งแตกต่างจากวัสดุประเภทเซรามิกทั่วไปที่มักจะเปราะ ทั้งยังมีสมบัติทางกลที่ดี ทนต่อการกัดกร่อน และ ทนความร้อนได้สูง ทำให้วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียเป็นที่นิยมในการประยุกต์ใช้งานทางวิศวกรรม โดยอาจใช้วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียเองหรือนำวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียไปเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุอื่น ลักษณะวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ดีต้องมีความหนาแน่นสูง (ไร้รูพรุน) และต้องมีขนาดของเกรนละเอียดเพื่อให้มีสมบัติทางกลที่ดี

ในการผลิตวัสดุเซอร์โคเนียที่ทนความร้อนได้สูง จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิในการเผาขึ้นสูง หรืออาจต้องใช้ผงวัสดุเซอร์โคเนียที่มีขนาดละเอียดมาก เพื่อที่จะให้ได้ชิ้นงานวัสดุเซอร์โคเนียที่มีเกรนละเอียดและมีความหนาแน่นสูง อย่างไรก็ตามในการใช้ผงที่ละเอียดมากอาจทำให้เกิดการโตของเกรนที่ไม่เท่ากันระหว่างที่เผาขึ้นซึ่งอาจทำให้วัสดุมีเนื้อไม่ละเอียดสม่ำเสมอ ในทางเซรามิกส์ เทคนิคการอัดร้อนเป็นเทคนิคที่จะทำให้ได้วัสดุเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง และยังช่วยให้วัสดุที่ได้มีขนาดเกรนไม่โตมาก เนื่องจากระยะเวลาที่ให้ความร้อนในเทคนิคการอัดร้อนนี้สั้นมาก เมื่อเทียบกับการเผาขึ้นโดยไม่ใช้แรงอัดเข้าช่วย

แม้ว่าจะมีการวิจัยการอัดร้อนของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียมาก่อนหน้าแล้ว แต่ยังไม่พบการวิจัยที่ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนของขนาดอนุภาคและขนาดเกรนของผงเซรามิกตั้งต้น และการอัดร้อน ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงทำการเตรียมอนุภาคเซรามิกเซอร์โคเนียตั้งต้นที่มีขนาดต่างกันขณะที่มีเกรนขนาดเท่ากัน เพื่อให้ได้อัตราส่วนของขนาดอนุภาคและขนาดเกรนต่างกัน และทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน และความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้หลังจากการอัดร้อน และจะเปรียบเทียบขนาดของเกรนที่ได้หลังจากการอัดร้อนเพื่อตรวจว่าเกิดการโตของเกรนหรือไม่

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- (1) เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรนและความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้หลังจากการอัดร้อนผงที่ประกอบด้วยอนุภาคแบบพอลิคริสตอลไลน์
- (2) เพื่อศึกษาจุลโครงสร้างของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้หลังจากการอัดร้อนผงที่ประกอบด้วยอนุภาคแบบพอลิคริสตอลไลน์

บทที่ 2

การทบทวนวรรณกรรม

2.1 เซรามิกเซอร์โคเนีย

วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียมีสมบัติที่โดดเด่นเหนือวัสดุเซรามิกประเภทออกไซด์อื่นๆ คือ มีความเหนียว (toughness) สูง ทำให้วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียมีความเหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิศวกรรม ซึ่งวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียยังสามารถแบ่งเป็นกลุ่มย่อยได้ 3 กลุ่ม ได้แก่

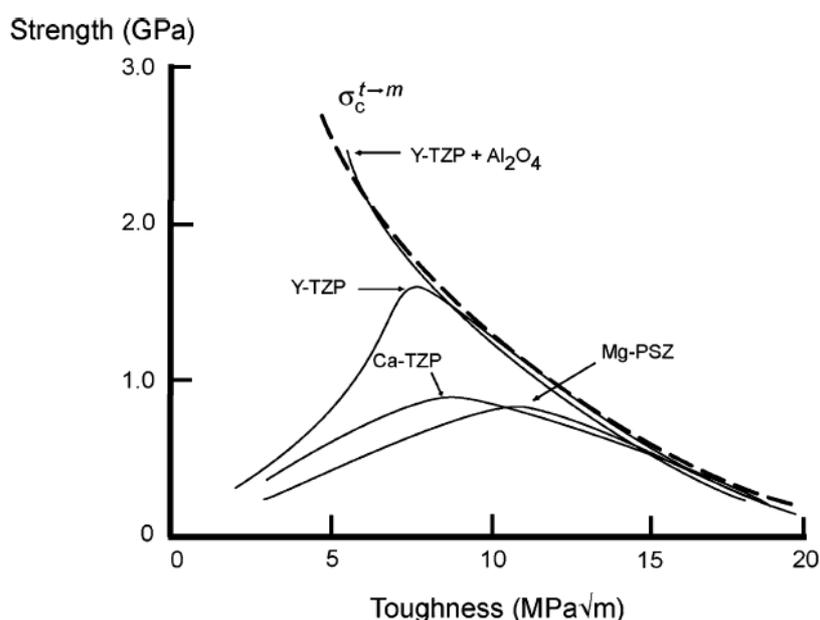
- (1) ทีซีพี หรือ เตตระโกนอลเซอร์โคเนียพอลิคริสตัล (TZP: Tetragonal Zirconia Polycrystals)
- (2) พีเอสซี หรือ พาร์เชียลสตาบิไลซ์เซอร์โคเนีย (PSZ: Partially-stabilized zirconia)
- (3) ซีทีซี หรือ เซอร์โคเนียทัฟเฟนเซรามิก (ZTC: Zirconia-toughened ceramics)

สำหรับ ทีซีพี และ พีเอสซี เป็นวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนีย ที่จะประกอบไปด้วยสารประกอบเซอร์โคเนียออกไซด์หรือเซอร์โคเนียเป็นหลัก และมีสารเพิ่มความเสถียรภาพ เช่น อิตเทรีย (อิตเทรียมออกไซด์) แคลเซียม (แคลเซียมออกไซด์) หรือ แมกนีเซียม (แมกนีเซียมออกไซด์) เป็นต้น อยู่ในปริมาณหนึ่ง โดย ใน ทีซีพี จะเป็นเซรามิกเกรนละเอียด (< 1 ไมโครเมตร) และเกรนนั้นเป็นเฟสเตตระโกนอล โดยมีอิตเทรียหรือซีเซียมเป็นสารเพิ่มความเสถียรภาพ ส่วนพีเอสซีโดยปกติจะมีเฟสเตตระโกนอลกระจาย อยู่ในเนื้อพื้นที่เป็นเฟสคิวบิก ซึ่งพีเอสซีนี้จะมี แมกนีเซียม หรือ แคลเซียม หรือ อิตเทรียอยู่ในปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้ได้โครงสร้างจุลภาคที่ต้องการ และสำหรับ ซีทีซี เป็นวัสดุเซรามิกเนื้อพื้นเป็นวัสดุเซรามิกประเภทอื่น เช่น อะลูมินา มัลไลต์ สปิเนล เป็นต้น และมีเฟสเซอร์โคเนียขนาดละเอียดกระจายอยู่

ความเหนียวของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียเหล่านี้ เป็นผลมาจากกลไกการเปลี่ยนเฟสที่เสถียรที่อยู่ในโครงสร้างภายใต้ภาวะที่มากกว่าซึ่ง Kelly และ Denry (2008) ได้วาดกราฟใหม่แสดงในบทความปริทัศน์ซึ่งแสดงความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียประเภทต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.1

สำหรับเซรามิกเซอร์โคเนียที่เป็นที่สนใจ คือ ทีซีพีที่มีอิตเทรียในปริมาณน้อยเป็นตัวเพิ่มความเสถียรภาพ ทีซีพีนี้มีสมบัติทนความร้อนได้ดี มีความแข็งแรงสูง มีความเหนียวดี และ ยังมี

จุดเด่นเหนือกว่าเซรามิกออกไซด์ทั่วไป คือเซรามิกเซอร์โคเนียแสดงพฤติกรรมการคืบ (creep behavior) หรือมีการเปลี่ยนรูปร่างภายใต้ความเค้นที่อุณหภูมิสูงและสัมพันธ์กับเวลา ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดเกรนที่ละเอียดเป็นสำคัญ พฤติกรรมการคืบของซีพีนี้เอง จะมีบทบาทในการช่วยให้การขึ้นรูปด้วยความร้อนของวัสดุซีพีเกิดขึ้นได้ภายใต้อัตราความเครียดที่สูง และยังผลให้สามารถขึ้นรูปด้วยความร้อนได้ในเวลาอันสั้นเพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงและยังมีเกรนละเอียดคงอยู่หลังการขึ้นรูปได้



รูปที่ 2.1 ความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียประเภทต่างๆ (Kelly และ Denry, 2008)

2.2 การคืบและโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิกเซอร์โคเนีย

วัสดุเซรามิกทั่วไปไม่มีการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก เนื่องจากเกิดสลลิป (slip) ได้ยากโดยเฉพาะที่อุณหภูมิห้อง แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นวัสดุเซรามิกบางชนิดสามารถเกิดการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกได้เมื่ออยู่ภายใต้ความเค้นและการเปลี่ยนรูปร่างแปรไปตามระยะเวลา ในปี ค.ศ. 1986 Wakai และคณะ ค้นพบว่าเซรามิกเซอร์โคเนียชนิดเตตระโกนอลพอลิคริสตอล ที่มีอัตราอยู่ 3 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (3%mol-yttria-tetragonal-stabilized zirconia หรือ 3Y-TZP) เกิดการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกสูงได้ที่อุณหภูมิสูงซึ่งเรียกว่าซูเปอร์พลาสติก ซึ่งต่อมาพบว่าปัจจัย

ภายในวัสดุที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกของเซรามิกนี้ ได้แก่ ขนาดเกรนที่ละเอียด

ขนาดของเกรนที่ละเอียดนี้ทำให้เกิดกลไกการสไลด์ของขอบเกรน (grain boundary sliding) ซึ่งทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกของเซรามิกที่อุณหภูมิสูง วัสดุเซรามิกต้องมีขนาดของเกรนที่เล็กกว่า 1 ไมโครเมตรเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติก นอกจากขนาดของเกรนแล้ว ความเค้นไหล (flow stress) พลังงานพื้นผิว (surface energy) และพลังงานของขอบเกรน (grain boundary energy) ยังส่งผลต่อการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกด้วย และการเกิดคาวิตชัน (cavitation) ยังจะจำกัดการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกนี้ด้วย

สำหรับความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรต่างๆ และ อัตราความเครียดในช่วงสถานะคงตัว (steady state) ของเซรามิกที่มีเกรนละเอียด เป็นดังแสดงในสมการปรากฏการณ์ที่ 2.1 (Jimenez-Melendo et al., 1998)

$$\dot{\epsilon} = A \frac{Gb}{kT} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D \quad \text{สมการ 2.1}$$

เมื่อ A คือค่าคงที่ G คือค่ายังเฉือน (shear modulus) b คือจำนวนเท่าของเวกเตอร์เบอร์เกอร์ (magnitude of the Burgers vector) σ คือความเค้น p คือเลขชี้กำลังของขนาดเกรน (grain size exponent) มีค่าระหว่าง 2-3 และ n คือเลขชี้กำลังของความเค้น (stress exponent) และ D คือค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ ซึ่ง $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ โดย D_0 คือ แฟกเตอร์ความถี่ (frequency factor) Q คือพลังงานกระตุ้น (activation energy) และ R คือ ค่าคงที่ของแก๊ส (gas constant)

กลไกในการเปลี่ยนรูปที่อุณหภูมิสูงหรือการคืบนี้ จะวิเคราะห์ได้ด้วยเลขชี้กำลังของความเค้นดังแสดงในสมการที่ 2.1 โดยเป็นกลไกการแพร่ (diffusion mechanism) เมื่อ $n=1$ เป็นกลไกการสไลด์ของขอบเกรน (grain boundary sliding) เมื่อ $n = 2$ และเป็นกลไกดิสโลเคชันสลิป (dislocation slip) เมื่อ $n = 3 - 5$ และ n ที่สูงมาก (ประมาณ 25) จะเกิดในวัสดุผสมที่มีการทำให้แข็งด้วยเฟสที่กระจายในวัสดุ (dispersion-strengthening)

จากการศึกษาการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกของเซอร์โคเนียชนิดเตตระโกนอลเซอร์โคเนียพอลิคริสตอลโดย Jimenez-Melendo และคณะ (1998) ได้พบว่าในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1250 ถึง 1450 องศาเซลเซียส สำหรับเซอร์โคเนียชนิดนี้ที่มีความบริสุทธิ์สูง เลขชี้กำลังของความเค้น จะเปลี่ยนจาก 2 ในช่วงความเค้นสูง มาเป็น 3 ในช่วงความเค้นต่ำ และจากนั้นจะลดลงสู่ 1 ความเค้นจุดเปลี่ยน (transition stress) ที่เกิดการเปลี่ยนแปลงจากช่วงความเค้นสูงมาช่วงความ

เค้นต่ำ จะขึ้นกับอุณหภูมิและขนาดของเกรน โดยเมื่ออุณหภูมิหรือขนาดเกรนเพิ่มขึ้น ค่าความเค้นจุดเปลี่ยนระหว่างช่วงความเค้นมากและน้อยจะลดลง นอกจากนี้ในช่วง $n = 2$ พลังงานกระตุ้นสำหรับการไหลของวัสดุแข็งจะเท่ากับ 460 กิโลจูลต่อโมล ซึ่งเป็นพลังงานกระตุ้นที่ใกล้เคียงกับพลังงานกระตุ้นในการเกิดการแพร่ของแคโทไอออนในแลตติส และพลังงานกระตุ้นที่คำนวณได้จะเพิ่มเมื่อความเค้นลดลง

นอกจากนี้เมื่อพิจารณาความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยน (threshold stress) ซึ่งเป็นความเค้นที่ค่า n เปลี่ยนจากช่วงความเค้นต่ำมาช่วงความเค้นสูง Jimenez-Melendo และคณะ (1998) เสนอสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรต่างๆ และอัตราความเครียดของเซรามิกที่มีเกรนละเอียดเป็นดังสมการปรากฏการณ์ที่ 2.2

$$\dot{\epsilon} = A \frac{Gb}{kT} \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^2 \left(\frac{b}{d} \right)^2 D'_{Zr} \quad \text{สมการ 2.2}$$

โดย σ_0 คือ ความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยน (threshold stress) D'_{Zr} คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ในแลตติสของเซอร์โคเนียม (lattice diffusion coefficient of zirconium) ซึ่งการแพร่ในแลตติสของเซอร์โคเนียมเป็นขั้นตอนที่จำกัดอัตราการเปลี่ยนรูป Dominguez-Rodriguez และคณะ (1998) ประมาณค่าความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยนของเซอร์โคเนียมชนิดเตตระโกนอลเซอร์โคเนียพอลิคริสตัลที่มีอัตรา 3-4 เปอร์เซ็นต์โมล ดังความสัมพันธ์แสดงในสมการ 2.3

$$\sigma_0 = \frac{3 \times 10^{-4}}{d} \exp \left[\frac{120 \text{ kJ/mol}}{RT} \right] \quad \text{สมการ 2.3}$$

ในปี 2000 Jiménez-Melendo และ Domínguez-Rodríguez ได้พิจารณาค่าเลขชี้กำลังของขนาดเกรนและพลังงานกระตุ้นของ อิตเทรียสเตบิลไซด์เซอร์โคเนียพอลิคริสตัล (yttria-stabilized zirconia polycrystal หรือ Y-SZP) ด้วยสมมติฐานที่ว่ามีการสไลด์ของขอบเกรนเป็นกลไกควบคุมการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติก และพิจารณาความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยนด้วย ได้ค่าเลขชี้กำลังของขนาดเกรนเท่ากับ 2 และพลังงานกระตุ้น 450 ± 75 กิโลจูลต่อโมล ต่อมาในปี ค.ศ. 2002 Gutiérrez-Mora Domínguez-Rodríguez และ Jiménez-Melendo ได้แสดงให้เห็นว่าหากขนาดเกรนมีความละเอียดมากขึ้น พลังงานกระตุ้นในการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกของอิตเทรียสเตบิลไซด์เซอร์โคเนียพอลิคริสตัลจะเพิ่มสูงมากขึ้นทำให้อัตราการเปลี่ยนรูปลดลง ซึ่ง

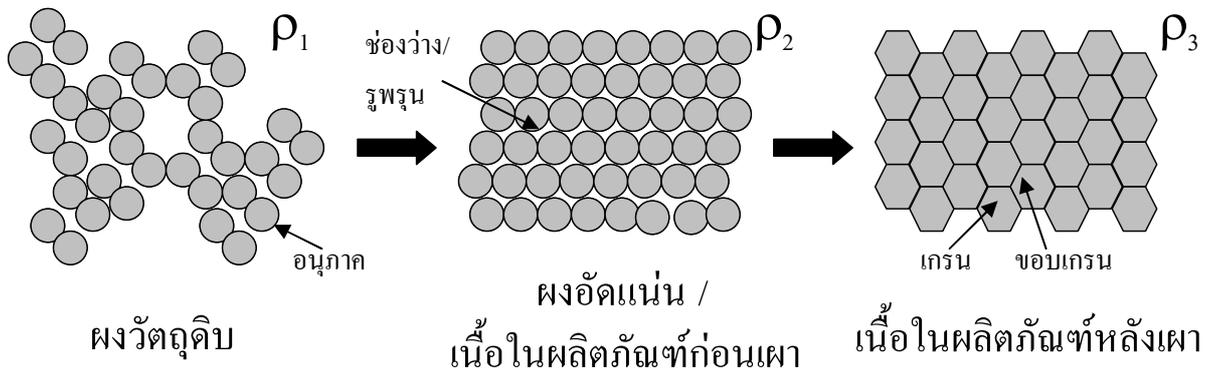
พลังงานกระตุ้นนี้คาดว่าสัมพันธ์กับความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยน ทำให้ฮิตเทรียสเตบิลไลซ์เซอร์โคเนีย-พอลิคริสตอลที่มีเกรนระดับนาโนเมตรมีความเค้นขีดเริ่มเปลี่ยนที่สูงขึ้น

2.3 การผลิตเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีเกรนละเอียด

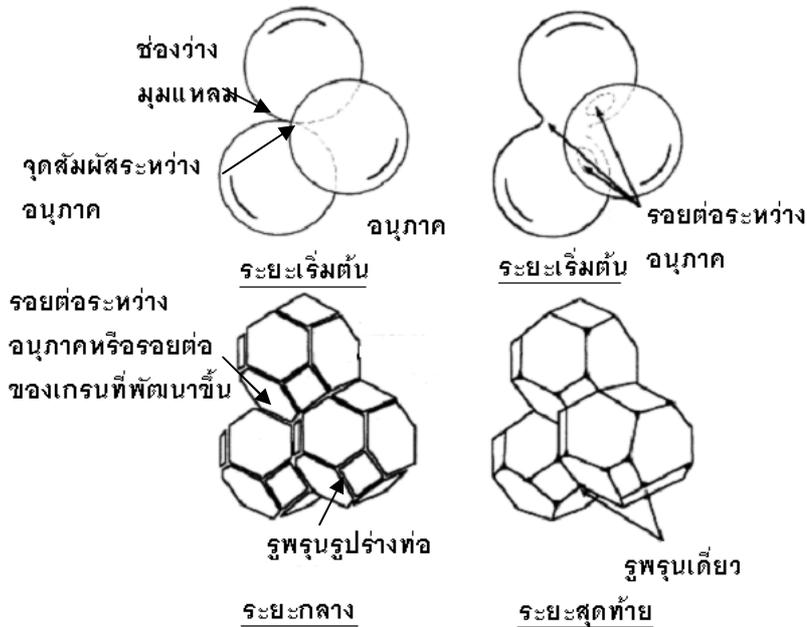
การผลิตเซรามิกโดยหลักเป็นกรรมวิธีทางผงโดยใช้ผงอนุภาควัตถุดิบที่มีส่วนประกอบตามต้องการ มาเตรียมให้มีลักษณะเนื้อผสมเหมาะสมกับวิธีการขึ้นรูป จากนั้นทำการขึ้นรูปอบแห้ง และ เผาเผือก ตามลำดับ ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีว่านอกจากขั้นตอนที่เหมาะสม คุณภาพของวัตถุดิบยังเป็นตัวแปรสำคัญที่จะส่งผลกับขั้นตอนการผลิตและคุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้ หากพิจารณาขั้นตอนการเผาเผือกซึ่งเป็นขั้นตอนที่จะทำให้ได้เซรามิกที่แข็งแรงทนทาน และมีสมบัติที่ดีดังต้องการนั้น ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่จะกำหนดโครงสร้างจุลภาคภายในวัสดุที่จะส่งผลโดยตรงกับสมบัติของเซรามิกที่ผลิตได้

รูปที่ 2.2 แสดงการพัฒนาโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเซรามิก โครงสร้างจุลภาคที่สังเกตเห็นได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์นั้น พัฒนามาจากอนุภาคที่อัดกันแน่นก่อนที่จะทำการเผาเผือก ความร้อนระหว่างการเผาเผือกทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงระดับจุลภาค คือ จากอนุภาคเดี่ยวที่สัมผัสกันจะมีการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาค ช่องว่างหรือรูพรุนระหว่างอนุภาคจะถูกเติมเต็มด้วยอะตอมที่แพร่ได้ ทำให้รูพรุนเปลี่ยนรูปร่างโดยมุมแหลมของรูพรุนจะมนและรูพรุนกลายเป็นรูปท่อ (รูปที่ 2.3) ก่อนที่จะปิดเกิดเป็นรูพรุนเดี่ยวที่จะถูกกำจัดไปเมื่อเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสม ขณะเดียวกันการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้อนุภาคเดี่ยวกลายเป็นเกรน มีขอบเกรนระหว่างเกรน ซึ่งเป็นบริเวณที่มีตำหนิระดับอะตอม เช่น วาแคนซี (vacancy) และ อะตอมเจือปน (impurity atom) เป็นต้น อยู่เป็นจำนวนมาก และในระหว่างการเผาเผือกนี้อะตอมอาจจะมีการจัดเรียงตัวใหม่ได้ทำให้เกิดการโตของเกรนได้ซึ่งหากการแพร่เกิดได้ดี การโตของเกรนก็มีแนวโน้มที่จะเกิดได้ในอัตราสูงไปด้วย ทำให้เกรนอาจโตก่อนที่รูพรุนจะถูกกำจัดไปหมด เพื่อที่จะได้เกรนที่ละเอียด การควบคุมอุณหภูมิและระยะเวลาจึงเป็นส่วนสำคัญ นอกจากนี้ การเติมตัวเติมที่จะช่วยลดหรือชะลอการโตของเกรนก็สามารถทำได้

ดังนั้นในกรรมวิธีแบบปกติหรือแบบดั้งเดิม จะเห็นว่าหากต้องการเกรนที่ขนาดละเอียดมากๆ ผงวัตถุดิบเริ่มต้นควรจะประกอบไปด้วยอนุภาคที่มีขนาดเล็กหรือละเอียดมาก ต้องควบคุมการเผาให้เหมาะสม และอาจต้องเติมตัวช่วยชะลอการโตของเกรนในส่วนผสมเริ่มต้นซึ่งท้ายที่สุดจะคงค้างอยู่ในผลิตภัณฑ์



รูปที่ 2.2 การพัฒนาโครงสร้างทางจุลภาคและการเพิ่มความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์เซรามิก โดยสัญลักษณ์ ρ แทนความหนาแน่น โดย $\rho_1 < \rho_2 < \rho_3$



รูปที่ 2.3 การพัฒนาโครงสร้างทางจุลภาคและการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของรูพรุนระหว่างการเผาผืนึก

ในการเผาผืนึกผงในสภาพของแข็ง นอกจากจะอาศัยความโค้งผิวอนุภาค ให้ได้แรงขับในการผนึกอนุภาคเข้าด้วยกันแล้ว โดยเฉพาะในผงวัสดุที่มีสารประกอบชนิดเดียว อาจจะสามารถดึงแรงดันจากภายนอก หรือ สำหรับผงวัสดุที่มีสารประกอบมากกว่า 1 ชนิด อาจจะสามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีในการขับให้เกิดการผนึกอนุภาคเข้าด้วยกัน แม้ว่าในบรรดาแรงขับที่กล่าวมาแรงขับที่เกิดจากปฏิกิริยาทางเคมีจะมีค่าสูงกว่าแรงขับอื่น แต่การพัฒนาโครงสร้างอาจเกิดอย่างซับซ้อนทำให้โครงสร้างที่เกิดขึ้นซับซ้อนตามไปด้วย สำหรับการอาศัยแรงดันจากภายนอกเข้าช่วย

ระหว่างการเผาผนึกนั้น แรงที่เพิ่มขึ้นจะช่วยเร่งให้กระบวนการเพิ่มความหนาแน่นหรือเดนซิฟิเคชัน (densification) เกิดได้ในอัตราที่เร็วกว่าไม่ใช้แรงดันเข้าช่วย ทำให้การเผาผนึกเสร็จสมบูรณ์ได้ในเวลาอันสั้น หรือด้วยอุณหภูมิที่ต่ำกว่า และทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง ขนาดเกรนละเอียด และมีสมบัติที่เป็นเลิศ แต่วิธีนี้ต้องการเครื่องมือและอุปกรณ์เพิ่มเติมซึ่งมีราคาสูง และมีกำลังการผลิตที่น้อยกว่ามาก

นอกจากนี้ ยังมีการเผาผนึกเซรามิกจากผงอนุภาคที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) หรือผงที่มีสภาพกึ่งเสถียร (meta-stable) เพื่อให้เกิดผลึกหรือเกรนขนาดละเอียดในระดับนาโนเมตร ด้วยการตกผลึก (crystallization) และการเปลี่ยนเฟส (phase transition) โดยที่มีแรงดันภายนอกเข้ามาช่วย ในกรณีที่ใช้ผงที่เป็นอสัณฐานหรือกึ่งเสถียร แรงดันภายนอกจะเป็นตัวช่วยให้เกิดการเปลี่ยนรูปของอนุภาคซึ่งส่งผลทำให้รูพรุนถูกกำจัดไป

ในปี ค.ศ. 1994 Skandan และคณะ ทำการเผาผนึกผงเซอร์โคเนียที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตรในสุญญากาศเพื่อช่วยกำจัดรูพรุนให้หมดไป ได้วัสดุเซอร์โคเนียเกรนละเอียดระดับนาโนเมตรที่มีความหนาแน่นเกือบสมบูรณ์ และแสดงให้เห็นว่าการดูดอากาศออกช่วยให้รูพรุนถูกกำจัดออกก่อนที่จะถูกกักเข้าอยู่ในเกรน

การทุบขึ้นรูปร้อน (hot forging) ซึ่งเป็นการใช้แรงภายนอกเข้าช่วยแบบหนึ่ง ได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการเผาผนึกเซรามิกเซอร์โคเนียชนิดที่มีอัตราเทรีย 3 โมลเปอร์เซ็นต์ ในปี ค.ศ. 1998 โดย Owen และ Chokshi เพื่อให้ได้เซรามิกเซอร์โคเนียชนิดที่มีอัตราเทรียที่มีโครงสร้างจุลภาคระดับนาโนเมตร นอกจากนี้รูปร่างเกรนที่ได้เป็นอีควิแอกซ์ (equiaxed grain shape)

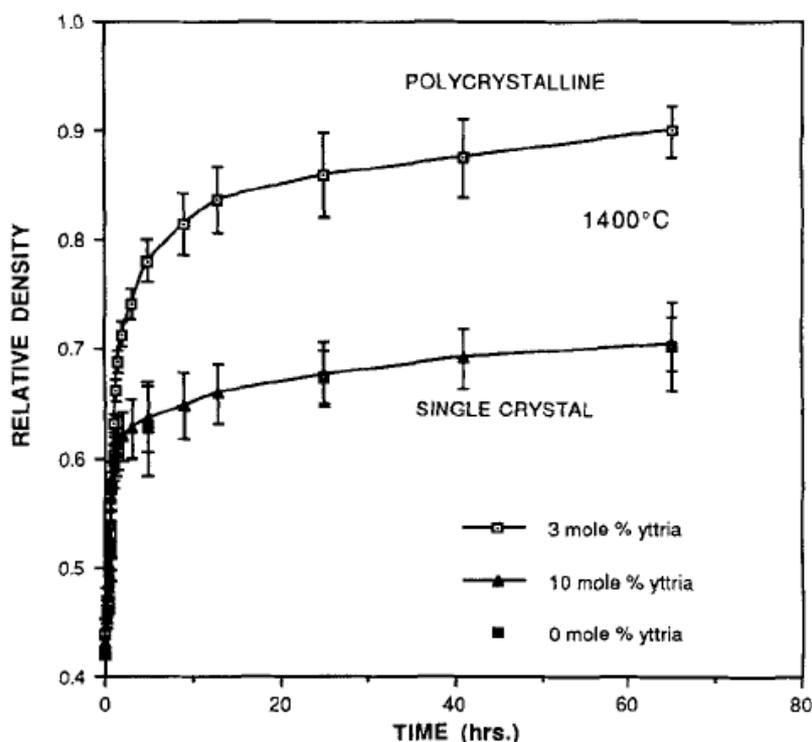
การใช้แรงภายนอกช่วยระหว่างการเผาผนึก ได้ถูกนำไปใช้ในการผลิตเซรามิกที่มีโครงสร้างจุลภาคระดับนาโนเมตรจากผงวัสดุที่ได้จากเทคนิคพลาสมาสเปร์ย์ (plasma spray technique) ซึ่งผงวัสดุที่ได้จากเทคนิคนี้จะมีเฟสกึ่งเสถียร ทำให้เมื่อได้รับแรงภายนอกระหว่างการอัดจึงเกิดการเปลี่ยนเฟสที่ทำให้เกิดเดนซิฟิเคชันมากกว่าที่จะเกิดการโตของเกรน (Kear และคณะ, 2001) นอกจากนี้การผนึกผงพลาสมาสเปร์ย์ ยังนำไปใช้ในการผลิตเซรามิกโปร่งแสง (transparent ceramic) ซึ่งอาศัยการเปลี่ยนเฟสและการเกิดผลึกจากผงกึ่งเสถียร รวมไปถึงการเตรียมเซรามิกมัลติเฟส (multi-phase ceramic) เช่น เซรามิกประเภทอะลูมินา-เซอร์โคเนีย (Freim และ McKittrick, 1998) เป็นต้น

ดังที่กล่าวมาข้างต้น ผงวัตถุดิบที่นำมาขึ้นรูปนั้นต้องมีขนาดละเอียดมากหากต้องการได้วัสดุเซรามิกที่มีเกรนละเอียด แนวทางหลายแนวทางที่สามารถทำให้ได้ขนาดอนุภาควัตถุดิบที่ละเอียด เช่นในแนวทางการผลิตดั้งเดิมจะอาศัยการลดขนาดอนุภาควัตถุดิบ เช่นการบดละเอียด

เพื่อให้ได้อนุภาคเริ่มต้นที่ละเอียด อีกแนวทางหนึ่งที่มีมักจะใช้ในการเตรียมเซรามิกสมัยใหม่หรือเซรามิกในงานวิศวกรรมขั้นสูง คือการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคขั้นสูง เช่น การสังเคราะห์ทางเคมีจากสารละลาย จากการทำปฏิกิริยาของแก๊ส เป็นต้น การสังเคราะห์เหล่านี้จะทำให้ได้ผงขนาดละเอียดมาก มีความบริสุทธิ์สูงและยังมีส่วนประกอบที่สม่ำเสมอ อีกแนวทางหนึ่งซึ่งแตกต่างจากสองแนวทางนี้คือ การเตรียมอนุภาคขนาดไม่ละเอียดเท่าสองแนวทางแรก เนื่องจากผงขนาดเล็กมากๆ เกิดการเกาะกลุ่มง่าย ฟุ้งกระจายได้ง่ายอาจก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้ผลิต และยังยากต่อการเก็บ ขนถ่าย และการควบคุมการผลิต การใช้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้นที่มีโครงสร้างอสัณฐานหรือโครงสร้างขนาดนาโนเมตรภายในซึ่งในระหว่างการขึ้นรูป โครงสร้างในอนุภาคจะเกิดการพัฒนามากลายเป็นเกรนขนาดละเอียดด้วยกลไกการเกิดผลึก หรือการเปลี่ยนเฟส หรือการสลับ เป็นต้น อนุภาคเหล่านี้จะเตรียมด้วยเทคนิคพลาสมาสเปร์ย์ เทคนิคการเกิดผลึกของอนุภาคอสัณฐาน (Kear และคณะ, 2001, Rosenflanz และคณะ, 2004, Balasubramanian และคณะ, 2005) หรือเดนซิฟิเคชันของกลุ่มอนุภาค (Ishizawa, 1986, Slamovich และ Lange, 1990) เป็นต้น

การเตรียมอนุภาคขนาดใหญ่กว่า 1 ไมครอนซึ่งจะทำให้ความโค้งผิวน้อยและทำให้แรงขับเคลื่อนเผาผืนั้นน้อยนั้น เมื่อภายในอนุภาคประกอบด้วยเกรนละเอียด การเผาผืนี้จะเกิดจากการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคที่สัมผัสกันได้ ดังปรากฏในงานวิจัยของ Slamovich และ Lange (1990) จากรูปที่ 2.4 จะเห็นว่าการเผาผืนี้ของอนุภาคแบบพอลิคริสตัล ให้ความหนาแน่นของเซรามิกที่ดีกว่าการเผาผืนี้ของอนุภาคแบบผลึกเดี่ยว

การปรับปรุงการเผาผืนี้ทำได้โดยการอาศัยแรงดันจากภายนอกเข้ามาช่วย ซึ่งแรงดันภายนอกจะเป็นตัวขับให้อนุภาคเชื่อมติดกันและเปลี่ยนรูปเพื่อกำจัดรูพรุนได้ สำหรับอนุภาคที่ประกอบด้วยเกรนละเอียดของวัสดุ เช่น เซอร์โคเนีย เมื่อได้รับแรงภายนอกขณะที่ได้รับความร้อน จะสามารถเกิดการสไลด์ของเกรน เกิดการคืบ ซึ่งจะช่วยให้อนุภาคเปลี่ยนรูปและรูพรุนสามารถถูกกำจัดออกไปได้ระหว่างการอัดร้อน (Auechalitanukul, 2006)

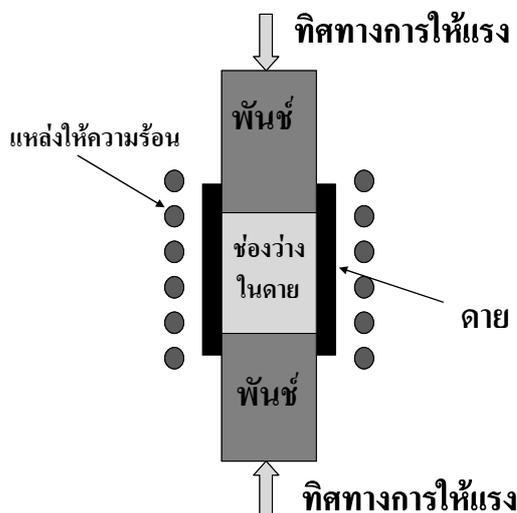


รูปที่ 2.4 การเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์ของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ขึ้นรูปจากอนุภาคแบบผลึกเดี่ยวและแบบพอลิคริสตัล (Slamovich และ Lange, 1990)

2.4 การอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน (Hot Pressing)

การอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน เป็นวิธีในการขึ้นรูปวัสดุจากผงอนุภาคละเอียดที่อาศัยความร้อนและแรงอัดเพื่อให้เกิดการผนึกของผงอนุภาคให้ได้วัสดุที่เป็นเนื้อเดียวกัน และมีความหนาแน่นที่สูง แม้ว่าการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนอาจอาศัยแรงอัดในแนวแกนเดียว (uniaxial pressing) หรืออาศัยแรงอัดจากทุกทิศทาง (isostatic pressing) แต่ปกติคำศัพท์ “การอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน” หรือ “ฮ็อตเพรส” จะหมายถึงการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนที่อาศัยแรงอัดในแนวแกนเดียว (รูปที่ 2.5) โดยกระบวนการจะเริ่มจากการใส่ผงอนุภาคละเอียดในช่องว่างภายในของตาย (die) ภายในช่องเตาของเครื่องอัดร้อน และใช้พันทัน (punch) เคลื่อนกดอัดเข้าไปในช่องว่างของตายในตำแหน่งที่ทำให้ผงอนุภาคในตายเคลื่อนเข้าหากัน และไม่ร่วงออกจากตาย จากนั้นเตาจะเริ่มทำงานตามโปรแกรมให้ความร้อนที่กำหนด พร้อมกับนั้นแรงอัดจะกระทำกับผงอนุภาคภายในตายเพื่อช่วยเร่งการเผาผนึกเพื่อให้ได้วัสดุที่หนาแน่นสูง โดยทั่วไปในเซรามิก ความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปร้อนจะมีค่าประมาณ 20 เมกะพาสคัล แต่ในการอัดขึ้นรูปด้วยความ

ร้อนด้วยความดันจากทุกทิศทางหรือฮิป (HIP: hot isostatic pressing) จะใช้ความดันประมาณ 200 เมกะพาสคัล



รูปที่ 2.5 หลักการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน

กลไกของการเกิดความหนาแน่นในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน โดยทั่วไปในแต่ละระยะจะต่างกัน ในระยะแรกเมื่ออนุภาคได้รับแรงและมีช่องว่างระหว่างอนุภาค การเพิ่มความหนาแน่นจะเกิดจากการเคลื่อนที่ของอนุภาคซึ่งเป็นผลให้เกิดการจัดเรียงอนุภาคใหม่ ทำให้อนุภาคจัดเรียงตัวได้ชิดกันมากขึ้น ในระยะที่สองเมื่ออนุภาคไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อีกต่อไป อนุภาคจึงถูกอัดด้วยแรงทำให้บริเวณจุดสัมผัสได้รับแรงมาก และหากความเค้นสูงเกินช่วงความยืดหยุ่นของอนุภาค อนุภาคจะเกิดการเสียรูปโดยเฉพาะบริเวณจุดสัมผัส ทำให้ช่องว่างถูกบีบแคบลงความหนาแน่นจึงเพิ่มขึ้น ในระยะสุดท้ายการเพิ่มความหนาแน่นจะเกิดจากการแพร่ของสสารในอนุภาคโดยมีความเค้นจากภายนอกที่มากกระทำช่วยเร่งให้การแพร่เกิดเร็วขึ้นและทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น

หากพิจารณากลไกของการเกิดความหนาแน่นในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนที่กล่าวมาข้างต้น หากอนุภาคเป็นอนุภาคเดี่ยวที่มีการเปลี่ยนรูปด้วยกลไกต่างกัน กลไกการเปลี่ยนรูปนั้นๆ จะเป็นตัวกำหนดอัตราการเพิ่มความหนาแน่นในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน ในวัสดุของแข็งเซรามิกทั่วไปการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกหรือช่วงที่เกินช่วงความยืดหยุ่นเกิดได้ยากแม้ในช่วงอุณหภูมิสูง เพราะการเกิดสลิปของโครงผลึกเกิดได้ยาก สำหรับการเกิดความหนาแน่น อัตราการเกิดความ

หนาแน่นในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนจะเป็นไปตามสมการปรากฏการณ์ (Rahaman, 2003) ดังสมการ 2.4

$$\rho = \rho_0 + K \ln \frac{t}{t_0} \quad \text{สมการ 2.4}$$

เมื่อ ρ แทนความหนาแน่นที่เวลาใดๆ t ρ_0 แทนความหนาแน่นเริ่มต้น K แทนค่าตัวแปรที่ขึ้นกับเวลา และ t และ t_0 คือเวลาใดๆ และเวลาเริ่มต้นตามลำดับ ซึ่ง Rahaman (2003) ได้ประยุกต์สมการในการเผานี้ในระยะกลางและสุดท้ายซึ่งกลไกควบคุมเป็นการแพร่แลตติส ได้ดังสมการ 2.5

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{AD_l\gamma_{sv}\Omega}{d^3kT} \quad \text{สมการ 2.5}$$

โดย A คือค่าคงที่ที่ขึ้นกับช่วงระยะการเผานี้ D_l คือสัมประสิทธิ์การแพร่แลตติส γ_{sv} คือพลังงานพื้นผิวระหว่างของแข็งกับไอ Ω คือ ปริมาตรอะตอม d คือ ขนาดเกรน k คือค่าคงที่โบลตซ์มานน์ และ T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์

ในช่วงแรกของการเผานี้ในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน เมื่อพิจารณาความแตกต่างของศักย์ที่สัมพันธ์กับความแตกต่างของความเข้มข้นของวาแคนซีหรือตำหนิประเภทช่องว่างอะตอมบนผิวของอนุภาคผลึกเดี่ยวทรงกลม ซึ่งความสัมพันธ์เป็นไปตามสมการ 2.6

$$\Delta C = \frac{C_0\Omega 4a}{kTX^2} \left(\gamma_{sv} + \frac{p_a a}{\pi} \right) \quad \text{สมการ 2.6}$$

โดย C คือความเข้มข้นของช่องว่างอะตอม p_a คือความดันที่กระทำจากภายนอก a คือขนาดอนุภาค และ X คือขนาดของคอต่อระหว่างอนุภาค จะเห็นว่าความดันจากภายนอกจะเพิ่มความแตกต่างของความต่างศักย์ซึ่งขับให้เกิดการแพร่หรือการเผานี้

ในขณะที่หากพิจารณาการเปลี่ยนรูประหว่างการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนเสมือนการคืบของวัสดุที่มีรูพรุน เมื่อแรงขับจากความดันภายนอกมากกว่าแรงขับจากความต่างของความโค้งผิวอนุภาคมากๆ สมการการเพิ่มความหนาแน่นจะเป็นดังสมการ 2.7

$$\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} = \frac{HD\phi^n}{G^m kT} p_a^n \quad \text{สมการ 2.7}$$

เมื่อ H คือค่าคงที่ D คือสัมประสิทธิ์การแพร่ของสปีซีที่แพร่ ค่าแฟกเตอร์ความเข้มของความเค้น $\phi = \frac{1}{\rho}$ ค่า m และ n คือเลขชี้กำลังของขนาดเกรนและความเค้น ตามลำดับ ซึ่งค่าจะขึ้นกับประเภทของกลไกที่ควบคุมพฤติกรรมกรคืบดังแสดงในตารางที่ 2.1

อัตราการเกิดความหนาแน่นที่มีการแพร่เป็นกลไกที่ควบคุมในการอัดขึ้นรูปร้อน ยังสามารถเขียนได้ดังสมการ $\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} = \frac{3}{\eta_\rho} (p_a \phi + \sigma)$ หรือ $\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} = \frac{3\phi}{\eta_\rho} (p_a + \Sigma)$ เมื่อ η_ρ คือตัวแปรที่มีหน่วยเหมือนความหนืดจึงอาจเรียกว่าค่าความหนืดการเพิ่มความหนาแน่น และ σ แทน ความเค้นประสิทธิผล และ Σ คือความเค้นของการเฉือน

ตารางที่ 2.1 เลขชี้กำลังของขนาดเกรนและความเค้นสำหรับกลไกที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่น (Rahaman, 2003)

กลไกที่ควบคุม	เลขชี้กำลังของขนาดเกรน	เลขชี้กำลังของขนาดความเค้น	สัมประสิทธิ์การแพร่ของสปีซีที่แพร่
การแพร่แลตติส	2	1	D_l
การแพร่ขอบเกรน	3	1	D_{gb}
การเปลี่ยนรูปพลาสติก	0	≥ 3	D_l
การไหลหนืด	0	1	-
การสไลด์ขอบเกรน การจัดเรียงอนุภาคใหม่	1	1 หรือ 2	D_l หรือ D_{gb}

นอกจากนี้ Rahaman (2003) ยังได้ชี้ให้เห็นว่า สำหรับการอัดขึ้นรูปร้อนในแนวแกนเดียวนั้น สัดส่วนระหว่างอัตราการเพิ่มความหนาแน่นและอัตราการคืบหรือ $\frac{\dot{\epsilon}_\rho}{\dot{\epsilon}_c}$ มีแนวโน้มคงที่ของแต่

ลวัสดุเซรามิก กลุ่มออกไซด์ ซึ่ง $\frac{\dot{\epsilon}_\rho}{\dot{\epsilon}_c} = \frac{F\Sigma}{p_z}$ โดย $F = \frac{\eta_c}{\eta_\rho}$

วิทยานิพนธ์ก่อนหน้า (Auechalitanukul, 2006) ยังได้แสดงให้เห็นว่า การคืบของอนุภาคเซรามิกแบบพอลิคริสตัลสำหรับเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีเกรนละเอียดเป็นกลไกที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่นระหว่างการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน

หากพิจารณาสิ่งที่ประกอบด้วยอนุภาคเดียว จะเห็นได้ว่าขนาดของอนุภาคจะมีผลมากต่อการเผาในในระยะแรก เนื่องจากในระยะแรกความโค้งของอนุภาคจะเป็นแหล่งของแรงขับเคลื่อนเทอร์โม ในขณะที่ขนาดของเกรนจะมีผลมากในช่วงการเผาในในระยะกลางและระยะสุดท้าย เนื่องจากการแพร่แลตติสที่ถูกกระตุ้นโดยความดันจากภายนอกที่มากระทำที่อุณหภูมิสูง Gandhi และ Jayaram (2002) ได้ศึกษาพบว่าในการอัดร้อนอนุภาคของวัสดุเซรามิกอสัณฐานที่มีส่วนผสมของเซอร์โคเนียและอะลูมินาที่มีขนาดละเอียดจะทำให้ได้วัสดุที่มีความหนาแน่นที่สูงกว่าการอัดร้อนอนุภาคของวัสดุที่มีส่วนผสมเดียวกันแต่มีขนาดหยาบกว่า

การศึกษาค้นคว้าความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาคซึ่งมีผลโดยตรงต่อการเปลี่ยนรูปวัสดุในระหว่างการเผา และผลต่อเนื่องไปถึงความหนาแน่นของวัสดุที่พัฒนาได้และสมบัติต่างๆ ที่ต้องการ จึงมีความสำคัญอย่างยิ่ง จะเห็นได้ว่ามีงานวิจัยเป็นจำนวนมากที่ได้มุ่งศึกษาความสัมพันธ์ดังกล่าว แต่อย่างไรก็ตามยังไม่ได้นำผลกระทบทั้งจากขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนเข้ามาพิจารณาพร้อมกันโดยประจักษ์ นอกจากนี้การศึกษาหลักๆ ที่เกี่ยวข้องกับกลไกการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกของเซรามิกยังมีไม่มาก การศึกษาที่ใกล้เคียงและได้มีการศึกษามาเป็นระยะเวลาอันยาวนานกว่าจะเป็นการศึกษาการเผาในเชิงโลหะซึ่งมีการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 การออกแบบการวิจัย

ในการอัดร้อน อนุภาคเซรามิกเซอร์โคเนียจะได้รับความเค้นซึ่งหากมากพอจะทำให้เกิดการคืบของอนุภาคเช่นเดียวกับการคืบของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่เป็นโมโนลิติก (monolithic zirconia ceramic) ดังนั้นในการเตรียมอนุภาคให้ใหญ่พอที่จะทำให้การเพิ่มความหนาแน่นเป็นผลจากการคืบเป็นหลัก ในการวิจัยจึงใช้อนุภาคพอลิคริสตอลขนาดไมครอน ทั้งนี้หากใช้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่พอจะทำให้รูพรุนระหว่างอนุภาคมีขนาดใหญ่ซึ่งทำให้การกำจัดรูพรุนเหล่านี้ทำได้ง่ายและป้องกันการเกิดรูพรุนภายในเกรนที่อาจทำให้สมบัติทางกลด้อยลงเนื่องจากความหนาแน่นที่ได้ไม่สูงดังต้องการ

การวิจัยต้องการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนขนาดเกรนต่อขนาดอนุภาค และความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้หลังจากการอัดร้อน ดังนั้นจึงเริ่มต้นโดยการเตรียมอนุภาคที่มีเกรนอยู่ภายใน โดยการเตรียมจะนำแกรนูลของผงเซรามิกเซอร์โคเนีย (อนุภาคปฐมภูมิต้องเล็กมาก) มาเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้อนุภาคปฐมภูมิซึ่งเป็นองค์ประกอบของเม็ดแกรนูลเชื่อมเข้าหากัน และไม่มีรูพรุนเหลืออยู่ภายในอนุภาคทุติยภูมิที่ต้องการ ซึ่งการเผาแกรนูลขนาดต่างกันจะได้อนุภาคต่างกัน ขณะที่ทำการเผาที่เงื่อนไขเดียวกัน ขนาดเกรนในอนุภาคหลังการเผาจะเหมือนกัน จากนั้นเมื่อนำอนุภาคหลังการเผาไปคัดขนาดจะทำให้ได้ กลุ่มอนุภาคที่มีขนาดต่างกันแต่มีขนาดเกรนเท่ากัน ฉะนั้นจะได้อัตราส่วนระหว่างขนาดเกรนและขนาดอนุภาคที่ต่างกัน สำหรับเงื่อนไขในการเผาเพื่อเตรียมอนุภาคที่มีเกรนละเอียดเพื่อให้อนุภาคสามารถเกิดการคืบได้ จะเผาด้วยเงื่อนไขที่จะทำให้ได้เกรนขนาดละเอียด และภายในอนุภาคมีความหนาแน่นสูง

การอัดร้อนที่เงื่อนไขที่อนุภาคจะเกิดกลไกการคืบจะช่วยให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นได้ดี ดังนั้นเงื่อนไขในการอัดร้อนจะอยู่ในช่วงที่วัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียเกิดการคืบได้ดี

3.2 ขอบเขตของการวิจัย

- (1) ศึกษาการอัดร้อนของอนุภาควัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียชนิดที่มีอัตราส่วน
- (2) ศึกษาการอัดร้อนของอนุภาควัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีขนาดระหว่าง 1 ถึง 100 ไมโครเมตร
- (3) ศึกษาการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง

3.3 ระเบียบวิธีวิจัยและขั้นตอนการทดลอง

การวิจัยประกอบไปด้วยขั้นตอนหลัก คือ (1) การเตรียมอนุภาค และ การตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคก่อนการอัดร้อน (2) การอัดร้อน (3) การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานหลังการอัดร้อน (4) การอภิปรายและสรุปผลการทดลองและ (5) การสรุปผลการวิจัย โดยการทดลองมีรายละเอียดของขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.3.1 การเตรียมอนุภาคและการตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคก่อนการอัดร้อน

(1) เมาต์วัตถุดิบตั้งต้นซึ่งได้แก่ แกรนูลเซอร์โคเนียที่มีอัตราส่วนผสมเกรด TZ-3YE จากบริษัท Tosoh Co. Ltd. ประเทศญี่ปุ่น ในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงสุด 1400 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

(2) นำแกรนูลที่ผ่านการเผาตั้งข้อ 1 ซึ่งต่อไปนี้จะเรียกว่า อนุภาค มาบดเปียกในขวดพอลิเอทิลีนแบบความหนาแน่นสูง โดยใช้ลูกบดเซอร์โคเนียและมีเอธานอลเป็นของเหลว บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อแยกไม่ให้อนุภาคเกาะกันเป็นกลุ่ม

- (3) อบให้แห้งหลังจากการบดเปียก
- (4) ร่อนแยกขนาดโดยใช้ชุดตะแกรงร่อน เพื่อให้ได้อนุภาค 4 ขนาด คือ
 - 1) ขนาดระหว่าง 38 ถึง 45 ไมโครเมตร
 - 2) ขนาดระหว่าง 45 ถึง 53 ไมโครเมตร
 - 3) ขนาดระหว่าง 53 ถึง 63 ไมโครเมตร และ
 - 4) ขนาดระหว่าง 63 ถึง 75 ไมโครเมตร
- (5) ทำการตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคขนาดต่างๆ โดย

- 1) ตรวจสอบรูปร่างโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง
- 2) ตรวจสอบความหนาแน่นของผงอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราฟิสิกโนมิเตอร์ (Ultrapyc-nometer 1000, Qantachrome) ซึ่งอาศัยเทคนิคการแทนที่ด้วยก๊าซฮีเลียม
- 3) ตรวจสอบขนาดเกรนของอนุภาค โดยการวัดขนาดเกรนของอนุภาคทางอ้อม เนื่องจากการที่จะวัดขนาดของเกรนของอนุภาคที่เผาแล้วโดยตรงนั้นทำได้ยากเพราะพื้นผิวอนุภาคจะไม่ได้ระนาบทำให้ยากแก่การวัดขนาดจริงๆ ได้ ดังนั้นการวัดขนาดเกรนจึงอาศัยการวัดขนาดเกรนโดยอ้อมโดยทำการเตรียมชิ้นงานจากผงแกรนูลที่ยังไม่ได้เผาที่คัดแยกขนาดแล้ว มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยความดัน 15 เมกะพาสคัล แล้วทำการเผาที่เงื่อนไขเดียวกับที่ทำการเผาแกรนูลในการผลิตอนุภาคที่ใช้ (ดังข้อ (1) ใน 3.3.1) จากนั้นจึงทำการตัดชิ้นงาน ขัดผิวมัน กัดผิวด้วยความร้อน โดยอุณหภูมิในการกัดผิวคือ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5 นาที ในบรรยากาศอากาศเคลือบผิวด้วยทองและทำการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM) ขนาดเกรนที่วัดได้นี้จะสมมติให้มีขนาดเท่ากับขนาดเกรนของอนุภาคก่อนการอัดร้อนเมื่อได้ภาพถ่ายเอสอีเอ็ม (SEM image) แล้วทำการวัดขนาดโดยใช้เทคนิคการตัดกันของเส้น (linear intercept) ในการประมาณขนาดของเกรน ตามมาตรฐาน ASTM E112-96

3.3.2 การอัดร้อน

ในการอัดร้อนทำในเตาอัดร้อน (hot pressing machine) ซึ่งในเตามีแกรไฟต์เป็นเครื่องประกอบเตาภายใน ซึ่งมีช่องว่างสำหรับตายแกรไฟต์ขนาดใหญ่กว่าขนาดตัวอย่าง ผู้วิจัยจึงออกแบบตายแกรไฟต์ให้มีขนาดเหมาะสมเพื่อให้ได้ความดันอัดที่ต้องการ และใช้สอดในช่องว่างตายขนาดใหญ่ และนอกจากนี้เพื่อควบคุมเงื่อนไขการอัดให้เหมือนกันและเพิ่มจำนวนชิ้นงานที่อัดร้อนได้ต่อการทำงานของเตาอัดร้อน 1 ครั้ง ตายที่ออกแบบยังสามารถใช้ทำการอัดแบบซ้อนกันเพื่อให้ผลิตตัวอย่างได้ครบทุกช่วงขนาดพร้อมๆ กันดังรูปที่ 3.1

ขั้นตอนในการอัดร้อนได้แก่

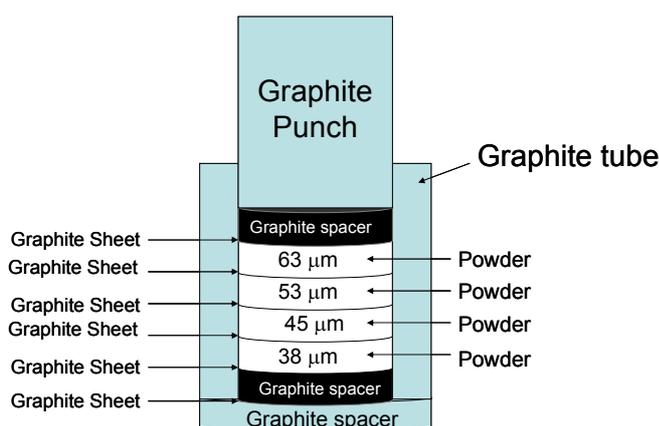
- (1) ชั่งผงอนุภาคขนาดที่กำหนด ปริมาณ 22 กรัม
- (2) บรรจุผงในตายแกรไฟต์ทรงกระบอก (เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 เซนติเมตร) โดยเริ่มจากบรรจุอนุภาคขนาดเล็กก่อนชั้นหนึ่ง จากนั้นเขย่าให้ผงอนุภาคจัดเรียงตัวกันแน่น แล้วจึงใส่

แผ่นแกรไฟต์ (หนา 1 มิลลิเมตร) เพื่อแยกชั้นก่อนที่จะใส่ผงอนุภาคอีกขนาดซึ่งการบรรจุอนุภาคจะทำซ้อนกันเช่นนี้ไปจนถึงขนาดใหญ่ที่สุด

(3) ใส่ตายที่บรรจุผงอนุภาคแล้วในเตาอัดร้อน แล้วปิดฝาเตา

(4) ทำการอัดร้อนโดยกำหนดเงื่อนไขในการอัดร้อนที่ตัวควบคุมอุณหภูมิ โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีและ อุณหภูมิสูงสุดเป็น 1350 องศาเซลเซียส โดยใช้นาน 1 ชั่วโมง ระหว่างการเพิ่มอุณหภูมิ เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 1000 องศาเซลเซียสจะมีการไหลของก๊าซอาร์กอนผ่านเข้าออกในเตาเพื่อควบคุมบรรยากาศให้มีออกซิเจนอยู่น้อยในเตา ในการอัดร้อนนี้จะมีการให้ความดันอัด น้อยกว่า 5 เมกะพาสคัลจนถึงอุณหภูมิสูงสุดที่ตั้งไว้ จึงเพิ่มความดันอัดเป็นความดัน 40 เมกะพาสคัล

(5) หลังจากเย็นตัวจึงเปิดเตานำชิ้นงานที่ได้ออกจากเตา



รูปที่ 3.1 การอัดร้อนชิ้นงาน

3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานหลังการอัดร้อน

หลังจากที่ได้ชิ้นงานที่อัดร้อนมาแล้ว จะต้องกำจัดแกรไฟต์ที่ติดอยู่ที่ผิวหน้าระหว่างชิ้นงานออกโดยทำการขัดด้วยกระดาษทราย จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปตรวจวิเคราะห์ต่างๆ ได้แก่

(1) การวัดความหนาแน่นรวม (bulk density) ทำโดยใช้เทคนิคอะคีมิติส โดยใช้น้ำเป็นของเหลว และใช้เครื่องชั่งดิจิตอล 4 ตำแหน่ง

(2) ตรวจโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ตัดผ่ากลางชิ้นงานแล้วขัดมันผิวหน้าตัด และกัดผิวที่ขัดแล้วด้วยความร้อน โดยอุณหภูมิในการกัดผิวคือ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5

นาที่ ในบรรยากาศอากาศ จากนั้นทำการเคลือบด้วยทองคำก่อนส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope)

(3) การตรวจวัดขนาดของเกรน จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด ทำการวัดขนาดโดยใช้เทคนิคการตัดกันของเส้น (linear intercept) ในการประมาณขนาดของเกรน ตามมาตรฐาน ASTM E112-96

บทที่ 4

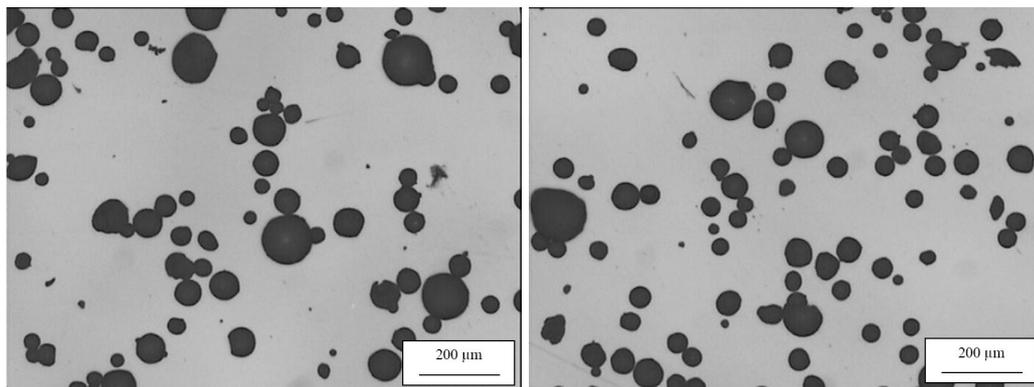
ผลการวิจัย

4.1 ผลการตรวจลักษณะเฉพาะของอนุภาคก่อนการอัดร้อน

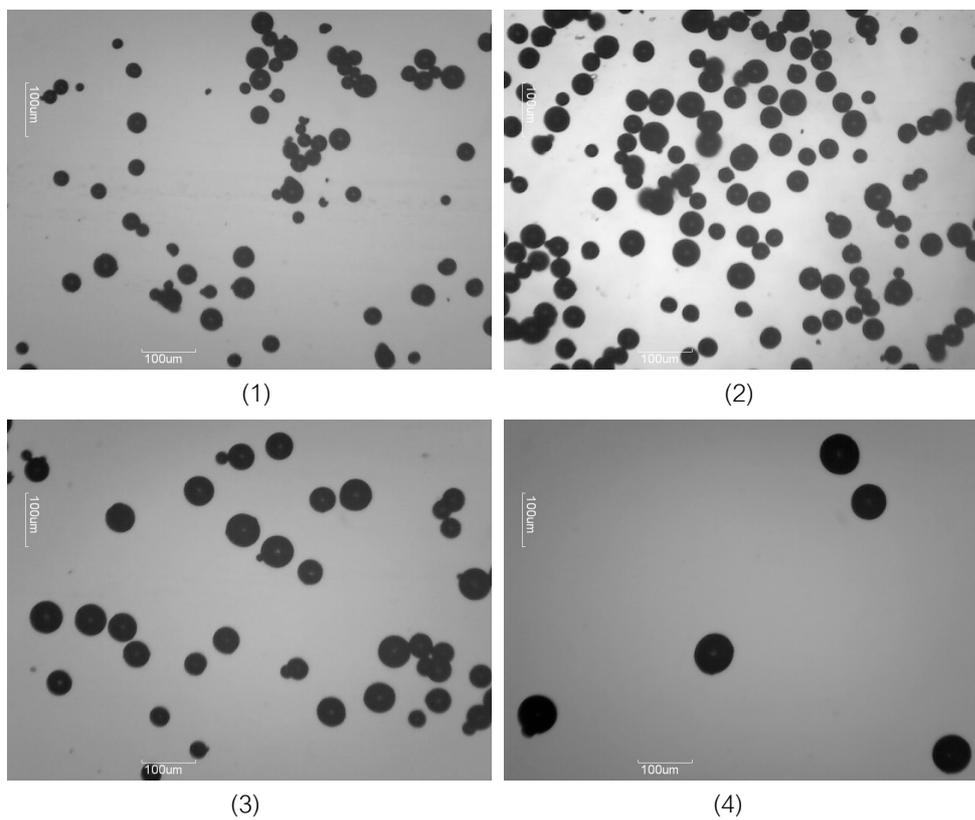
อนุภาคพอลิคริสตอลขนาดไมครอนที่ใช้ในการวิจัยนี้ ได้จากการเผาผนึกแกรนูลเซอร์โคเนียที่มีอัตราส่วนผสม อนุภาคที่ได้มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2 และตารางที่ 4.1 แสดงความหนาแน่นของอนุภาคพอลิคริสตอลช่วงขนาดต่างๆ ที่ใช้ในการวิจัย

รูปที่ 4.1 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของอนุภาคพอลิคริสตอลที่ได้จากการเผาแกรนูลที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 2 ชั่วโมง และหลังการบดเพื่อแยกอนุภาคที่อาจเชื่อมติดกันเนื่องจากการเผาออกเป็นอนุภาคเดี่ยว และรูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายของอนุภาคพอลิคริสตอลในช่วงขนาดต่างๆ ที่ได้จากการร่อนผ่านตะแกรงขนาดต่างๆ จะเห็นว่าอนุภาคพอลิคริสตอลที่ได้มีรูปร่างกลม และค่าความหนาแน่นของอนุภาคช่วงขนาดต่างๆ แสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นของอนุภาคพอลิคริสตอลที่มีขนาดใหญ่กว่าจะมีความหนาแน่นน้อยกว่า

ในกรณีการเผาผนึกที่ไม่มีความดันจากภายนอกมากระทำ การเผาผนึกแกรนูลที่ประกอบด้วยอนุภาคปฐุมภูมิตัวเล็กมากเป็นจำนวนมากนั้น ระหว่างการเผาผนึกภายในแกรนูลมีการเปลี่ยนแปลงพลังงานสูงมากเนื่องจากมีพลังงานพื้นผิวมากเพราะขนาดอนุภาคปฐุมภูมิที่เล็ก สำหรับขนาดแกรนูลที่ต่างกันแต่มีขนาดอนุภาคปฐุมภูมิเท่ากัน แม้ระยะการแพร่ในอนุภาคปฐุมภูมิจะไม่ต่างกัน แต่ระยะทางการนำความร้อนในแกรนูลจะต่างกัน โดยเฉพาะวัสดุเซรามิกที่มีการนำความร้อนต่ำ ระยะการนำความร้อนจึงมีผลต่อระยะเวลาในการเพิ่มอุณหภูมิภายในวัสดุ ดังนั้นในแกรนูลขนาดใหญ่จึงใช้เวลานานกว่าเพื่อให้อุณหภูมิภายในวัสดุสูงเท่ากัน เป็นผลให้แกรนูลขนาดใหญ่มีอัตราการเพิ่มความหนาแน่นที่ต่ำกว่าระหว่างการเผาผนึก และจึงมีความหนาแน่นหลังการเผาผนึกที่ต่ำกว่า



รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายอนุภาคที่ได้จากการเผาผนึกแกรนูล (ข้าว) ก่อนอบ และ (ขวา) หลังการอบ



รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร

ตารางที่ 4.1 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นของผงอนุภาคขนาดต่างๆ วัดโดยเทคนิคการแทนที่ด้วยก๊าซ

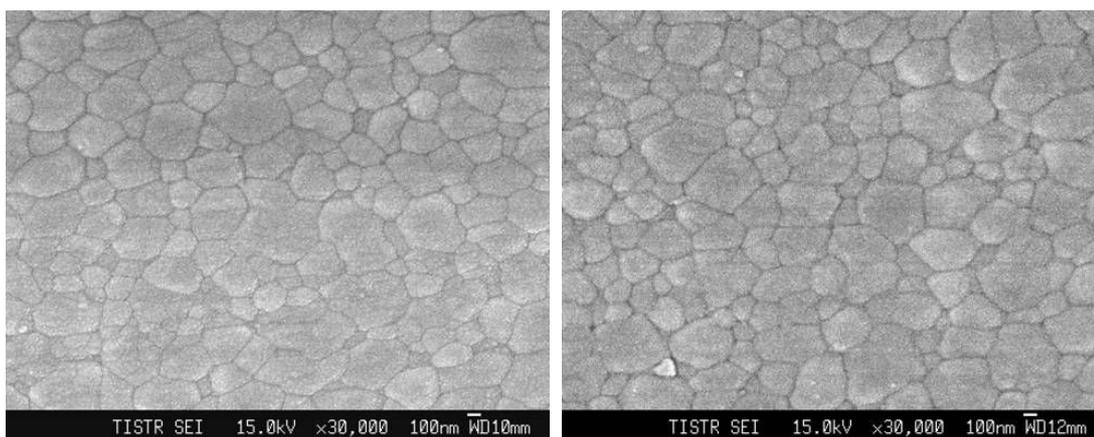
ขนาดอนุภาค	ความหนาแน่นเฉลี่ย (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ค่าแปรปรวนมาตรฐาน
38-45 ไมโครเมตร	6.127	0.015
45-53 ไมโครเมตร	6.096	0.008
53-63 ไมโครเมตร	6.089	0.009
63-75 ไมโครเมตร	6.060	0.018

เนื่องจากการตรวจสอบขนาดของเกรนภายในอนุภาคพอลิคริสตัลขนาดไมครอนโดยตรงจะทำได้ยาก ในการวิจัยนี้จึงดำเนินการโดยอ้อมโดยใช้ชิ้นงานที่เตรียมโดยการอัดแห้งผงแกรนูลและเผาผนึกโดยไม่ใช้ความดันภายนอกด้วยเงื่อนไขเดียวกับการเผาผนึกที่ใช้ในการเตรียมอนุภาคพอลิคริสตัล และทำการตรวจสอบขนาดของเกรนในชิ้นงานเพื่อใช้เป็นตัวแทนขนาดเกรนในอนุภาคพอลิคริสตัลที่ใช้ในการวิจัยนี้

ในการตรวจสอบขนาดเกรนนี้ยังได้ใช้แกรนูลช่วงขนาดต่างๆ เพื่อตรวจสอบความแตกต่างของขนาดเกรนอันอาจเป็นผลมาจากช่วงขนาดแกรนูลที่ต่างกันด้วย รูปที่ 4.3 แสดงภาพถ่ายเอซอีเอ็มของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ได้จากการอัดแกรนูล และเผาที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง และตารางที่ 4.2 แสดงขนาดของเกรนที่วัดได้ อย่างไรก็ตามจะสังเกตเห็นว่าขนาดเกรนใกล้เคียงกันแม้ขนาดแกรนูลที่ใช้ในการตรวจสอบจะต่างกัน โดยความแตกต่างของขนาดเกรนที่ค่าน้อยที่สุดและค่าที่มากที่สุดมีค่าน้อยกว่า 30 นาโนเมตร (0.03 ไมโครเมตร) ซึ่งคิดเป็นร้อยละ 6 ของทั้งขนาดเกรนเฉลี่ยที่น้อยที่สุดและขนาดเกรนเฉลี่ยที่มากที่สุด ในการวิจัยนี้จึงสมมติให้ขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้โดยอ้อมซึ่งเท่ากับ 0.466 ไมโครเมตรนี้ เทียบได้กับขนาดเกรนเฉลี่ยตั้งต้นในอนุภาคพอลิคริสตัลขนาดไมครอน

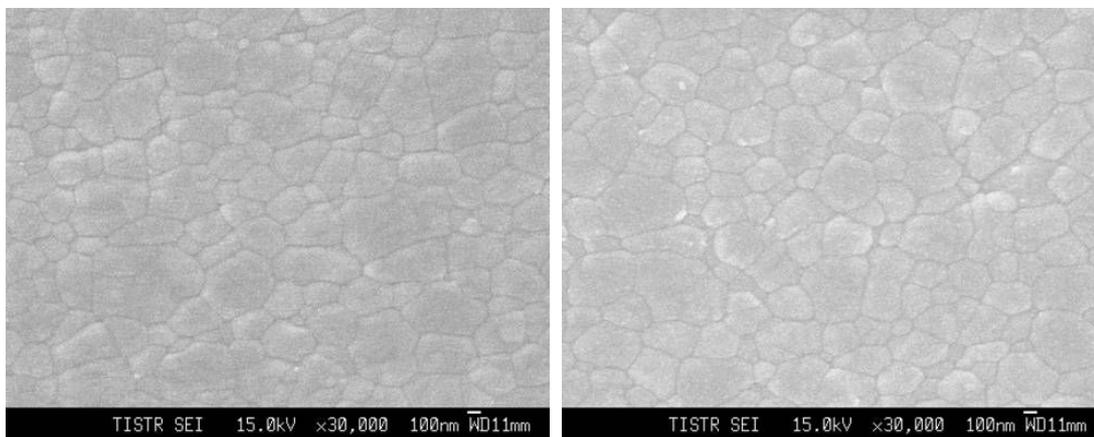
แม้ว่าขนาดเกรนจะแสดงแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามขนาดแกรนูลที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน แต่แนวโน้มการเพิ่มขนาดเกรนนี้น่าจะเป็นผลจากการอัดแห้งแกรนูลในตายก่อนที่จะนำไปเผาผนึกโดยเมื่อทำการอัดแห้งในตาย แกรนูลเกิดการเสียรูปซึ่งหมายถึงอนุภาคปฐมภูมิเปลี่ยนตำแหน่งเพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวแน่นมากขึ้นเกิดเป็นชิ้นงานขึ้น ความร้อนที่ได้รับระหว่างการเผาทำให้อนุภาคปฐมภูมิผนึกกัน ชิ้นงานจึงมีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้นและยังอาจทำให้เกรนเติบโตภายในชิ้นงาน การนำแกรนูลช่วงขนาดต่างกันมาอัดแห้งในตาย ความเสียดทานระหว่างแกรนูลและแกรนูลหรือผนังตายจะทำให้เกิดแรงเฉือนที่บริเวณสัมผัส หากขนาดแกรนูลเล็กพื้นที่สัมผัสที่

เกิดแรงเฉือนหรือแรงเสียดทานต่อปริมาตรจะมีมากขึ้น ดังนั้นจึงมีแรงต้านมากกว่าระหว่างการอัด
 แห้ง นอกจากนี้เนื่องจากขนาดเกรนที่เล็กจะทำให้มีบริเวณช่องว่างระหว่างเกรนต่อปริมาตรมี
 มากขึ้น ทั้งสองปัจจัยส่งผลให้ชิ้นงานที่อัดแห้งที่ใช้เกรนขนาดเล็กกว่ามีความหนาแน่นที่
 น้อยกว่า เมื่อนำไปเผาผนึกจึงทำให้การเพิ่มความหนาแน่นเกิดช้ากว่าและมีการเติบโตของเกรนที่
 น้อยกว่า



(1)

(2)



(3)

(4)

รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเผาผนึกจากผงสเปร์ย์ดรายเกรนขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร

ตารางที่ 4.2 ค่าเฉลี่ยขนาดของเกรนของของชิ้นงานเผาผนึกจากผงสเปร์ยทรายแกรนูล

ขนาดผงสเปร์ยทรายแกรนูล	ขนาดเกรนเฉลี่ย (นาโนเมตร)	ค่าแปรปรวนมาตรฐาน
38-45 ไมโครเมตร	458	1.6
45-53 ไมโครเมตร	457	1.5
53-63 ไมโครเมตร	466	3.6
63-75 ไมโครเมตร	482	3.8

4.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานหลังการอัดร้อน

ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศรีดักชัน มีค่าดังแสดงในตารางที่ 4.3 ซึ่งจะเห็นว่ามีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามขนาดอนุภาคที่เพิ่มขึ้น แต่มีค่าน้อยกว่าเล็กน้อยเมื่อเทียบกับความหนาแน่นของวัสดุชนิดเดียวกัน (98.8%) ที่ได้จากการอัดร้อนอนุภาคพอลิคริสตัลในช่วงขนาดเดียวกันด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง แต่อัดภายใต้บรรยากาศอากาศ (Auechalitanukul, 2006) ทั้งนี้อาจเป็นผลจากบรรยากาศรีดักชันทำให้ออกซิเจนในชิ้นงานน้อยลงจากการเกิดช่องว่างออกซิเจน (oxygen vacancy) ทำให้ความหนาแน่นน้อยกว่าเล็กน้อย

จากภาพถ่ายเอซอีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง (รูปที่ 4.4) พบรูพรุนที่มีมุมแหลมและมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของเกรน ซึ่งน่าจะเป็นรูพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาค และจะเห็นว่าบางบริเวณจะมีรูพรุนขนาดเล็ก (ประมาณ 1 ไมครอน) บางบริเวณจะมีขนาดรูพรุนที่ใหญ่กว่า (ประมาณ 10 ไมครอน) ซึ่งน่าจะเป็นผลจากการกระจายขนาดอนุภาคในแต่ละช่วงขนาด ส่วนเกรนเซอร์โคเนียที่ได้จากการอัดร้อนมีรูปร่างเป็นอีคิแอกซ์ ซึ่งเป็นรูปร่างที่พบในเซอร์โคเนียที่มีพฤติกรรมซูเปอร์พลาสติกและมีกลไกการสไลด์ของขอบเกรนควบคุมการคืบของวัสดุ โดยขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้แสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งการโตของเกรนจากขนาดเกรนตั้งต้นเฉลี่ยคิดเป็นร้อยละ 10 12 13 และ 16 ตามลำดับช่วงขนาดที่เพิ่มขึ้น

การเติบโตของเกรนขณะอัดร้อนเกิดได้มากขึ้นเมื่อขอบเกรนพัฒนาขึ้น และเมื่อช่องว่างบริเวณใกล้เคียงที่อะตอมจะแพร่เข้าหา มีขนาดเล็กหรือมีจำนวนน้อยลง เมื่อกลไกหลักในการเพิ่มความหนาแน่นของเซอร์โคเนียที่ทำการอัดร้อนนี้คือ การสไลด์ของขอบเกรน ความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้นจนกระทั่งการสไลด์ของขอบเกรนเกิดได้ยาก ซึ่งในการอัดร้อนในดาายนั้นที่ว่างที่อำนวยความสะดวกให้ขอบเกรนสไลด์ได้มีขนาดเล็กลงทำให้การสไลด์ของขอบเกรนเกิดได้ลดลง เมื่อนั้นการแพร่ของอะตอมบริเวณขอบเกรนจะทำให้เกรนเติบโต

เมื่อใช้อนุภาคพอลิคริสตอลที่มีขนาดเล็ก ผงอนุภาคที่อัดอยู่ในดาวยจะมีช่องว่างขนาดเล็กระหว่างอนุภาค และช่องว่างนี้จะพบกระจายอยู่มากซึ่งคิดเป็นจำนวนช่องว่างต่อปริมาตรที่มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเมื่อใช้ผงอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า เมื่อขนาดช่องว่างใหญ่กว่าการสไลด์ของขอบเกรนภายในอนุภาคพอลิคริสตอลเกิดได้ง่ายกว่าเนื่องจากมีที่ว่างให้เกิดการเปลี่ยนรูปของอนุภาคพอลิคริสตอลได้มากกว่า แม้ว่าช่องว่างขนาดเล็กจำนวนมากพอจะเสมือนกับว่ามีที่ว่างให้อนุภาคพอลิคริสตอลเปลี่ยนรูปได้เท่ากันก็ตาม แต่เนื่องจากที่ช่องว่างเล็กๆ เหล่านั้นจะเป็นบริเวณที่การสไลด์ของขอบเกรนเกิดชะงักได้ชั่วคราว ก่อนที่การผ่นกันระหว่างอนุภาคจะเกิดมากพอจนกลไกการสไลด์ของขอบเกรนอาจดำเนินต่อไปได้อีกครั้งหนึ่งซึ่งเป็นผลทำให้การเพิ่มความหนาแน่นเกิดช้าลง และส่งผลให้การเริ่มต้นการเติบโตของเกรนเกิดช้าออกไป

ดังนั้นชิ้นงานที่อัดร้อนด้วยขนาดอนุภาคพอลิคริสตอลที่เล็กกว่า จึงมีความหนาแน่นที่น้อยกว่า และมีขนาดของเกรนที่ได้เล็กกว่าในชิ้นงานที่อัดร้อนด้วยอนุภาคพอลิคริสตอลที่ขนาดใหญ่กว่า

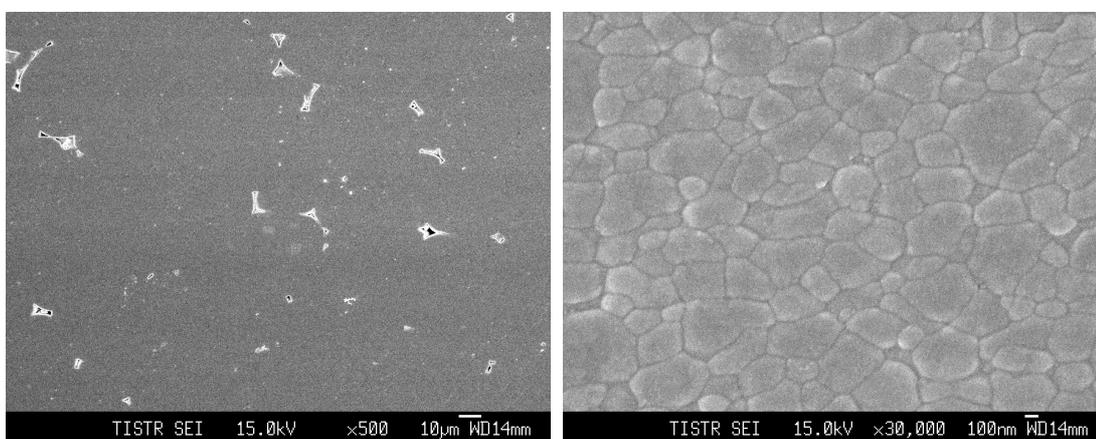
ตารางที่ 4.3 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นรวม (bulk density) ของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้จากการอัดร้อนผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค	ความหนาแน่นรวม (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (เปอร์เซ็นต์)
38-45 ไมโครเมตร	5.979	98.02
45-53 ไมโครเมตร	6.009	98.51
53-63 ไมโครเมตร	6.009	98.51
63-75 ไมโครเมตร	6.014	98.60

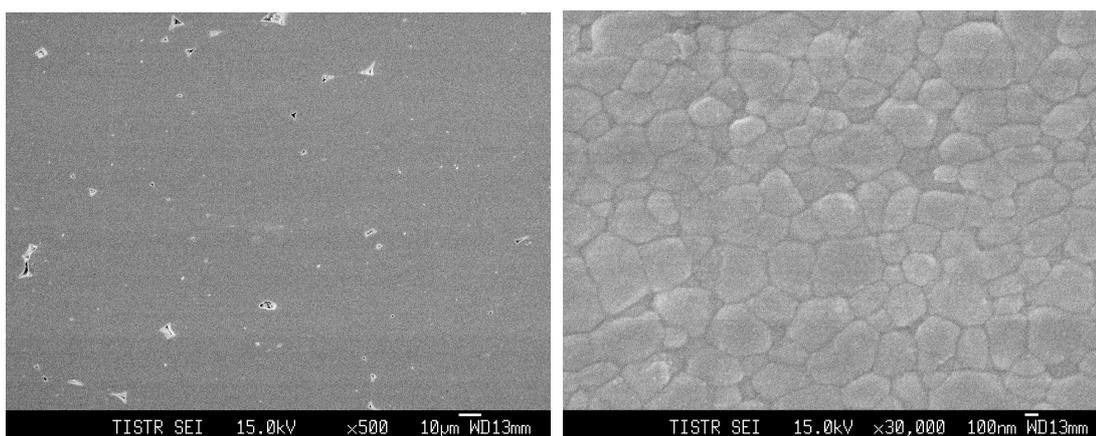
*6.1 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร คิดเป็น 100%

ตารางที่ 4.4 ค่าเฉลี่ยขนาดของเกรนของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาดต่างๆ

ขนาดอนุภาค	ขนาดเกรนเฉลี่ย (นาโนเมตร)	ค่าแปรปรวนมาตรฐาน
38-45 ไมโครเมตร	514	3.1
45-53 ไมโครเมตร	522	2.7
53-63 ไมโครเมตร	526	2.3
63-75 ไมโครเมตร	539	1.3

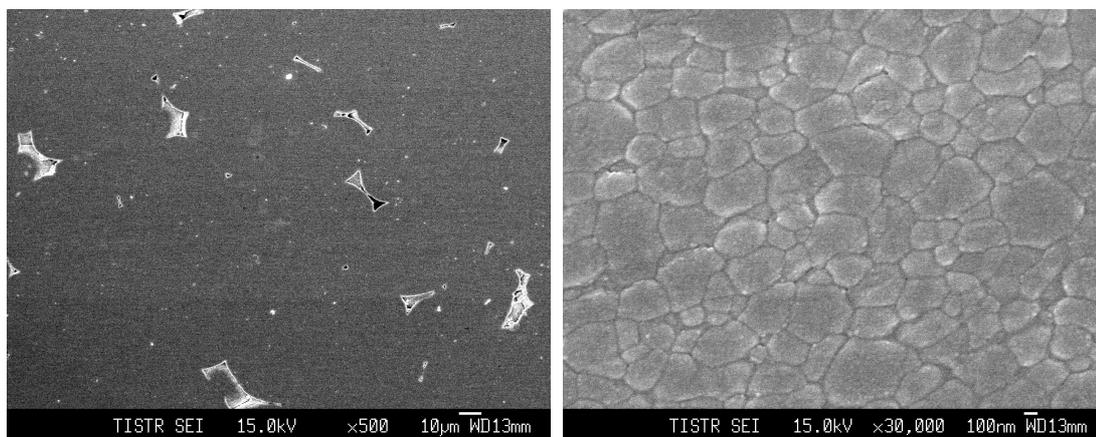


(1)

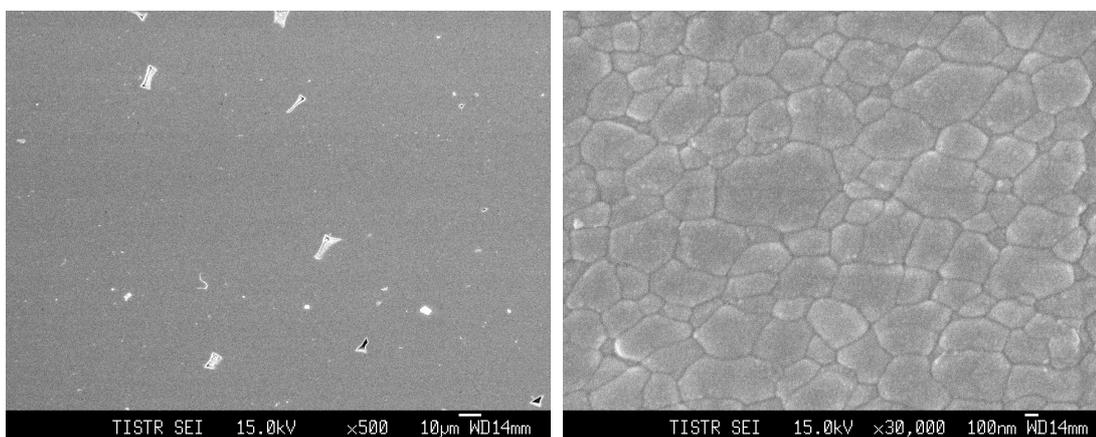


(2)

รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายเอซอีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 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



(3)



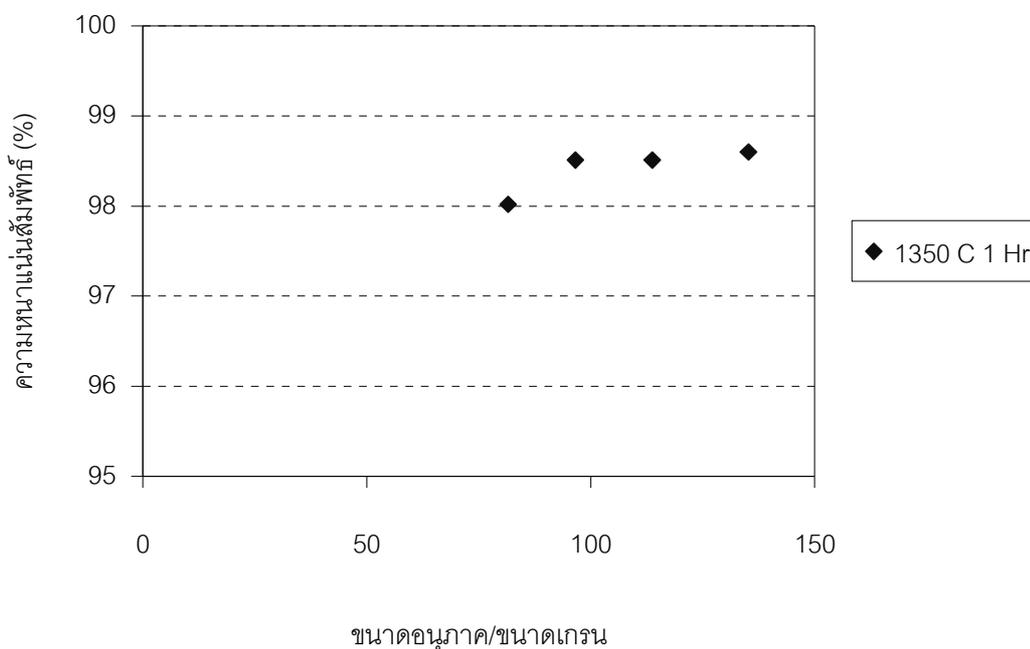
(4)

รูปที่ 4.4 (ต่อ) ภาพถ่ายเอซซีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 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

4.3 บทบาทของขนาดเกรนและขนาดอนุภาคต่อความหนาแน่นของชิ้นงานที่ผ่านการอัดร้อน

ในการศึกษาบทบาทของขนาดเกรนและขนาดอนุภาคที่มีต่อความหนาแน่นของชิ้นงานที่ผ่านการอัดร้อนในงานวิจัยนี้ได้ใช้อัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคพอลิคริสตอล (ขนาดเล็กที่สุดในช่วงขนาด) ต่อขนาดเกรนตั้งต้นเฉลี่ย (0.466 ไมโครเมตร) เป็นตัวแปรต้นในการวิเคราะห์

บทบาทของเกรนและขนาดอนุภาค โดยรูปที่ 4.5 คือกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นที่อัดร้อนได้ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง และอัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคที่เล็กที่สุดในช่วงขนาดต่อขนาดของเกรนตั้งต้นเฉลี่ย จะเห็นว่าเมื่ออัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรนตั้งต้นมีค่ามากขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานจากการอัดร้อนมีค่าสูงขึ้น นอกจากนี้จะสังเกตเห็นค่าขีดเริ่มเปลี่ยนที่อัตราส่วนประมาณ 100 ซึ่งเป็นจุดที่ความหนาแน่นสัมพัทธ์เริ่มคงที่



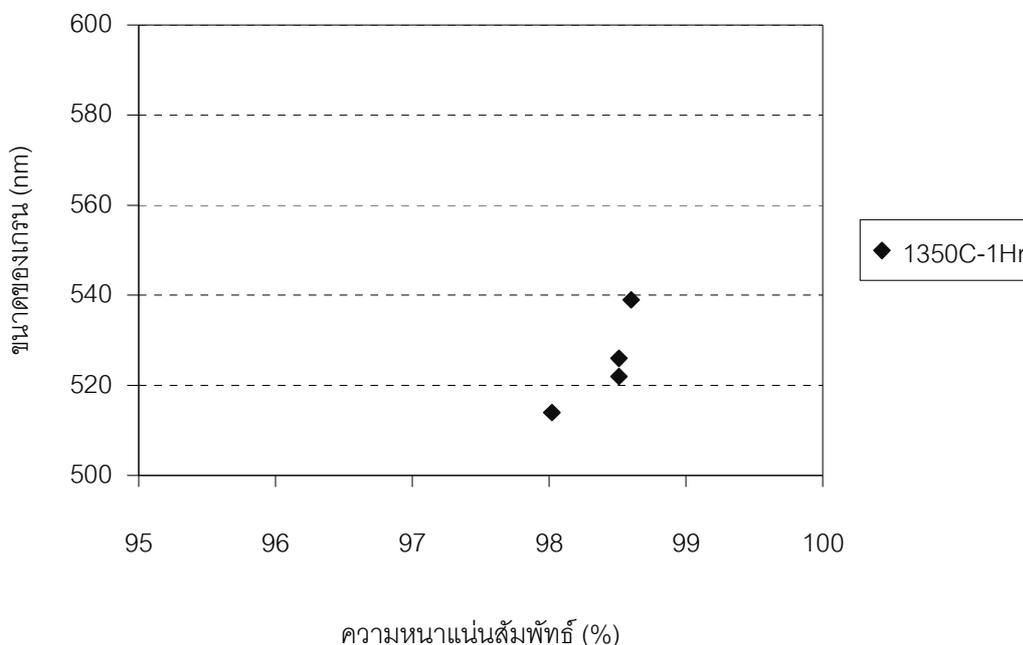
รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมงและอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน

ดังที่วิเคราะห์ในหัวข้อย่อก่อนหน้านี้ การเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานจากการอัดร้อนอนุภาคพอลิคริสตอลในการวิจัยนี้ มีกลไกการสไลด์ของขอบเกรนในอนุภาคพอลิคริสตอลเป็นกลไกหลักควบคุมการเปลี่ยนรูปของอนุภาค และจากกราฟแสดงให้เห็นว่าหากอนุภาคพอลิคริสตอลมีเกรนขนาดเล็กภายในจำนวนมาก เมื่อขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นการสไลด์ของขอบเกรนเกิดได้มากตามจำนวนขอบเกรนที่มีอยู่มากในอนุภาค และในกรณีที่ใช้อนุภาคพอลิคริสตอลขนาดเล็ก สิ่งที่เป็นอุปสรรคชะลอการเพิ่มความหนาแน่นคือรอยต่อระหว่างอนุภาค ซึ่งที่รอยต่อระหว่าง

อนุภาคนั้นการสไลด์ของขอบเกรนจะไม่เกิดขึ้นจนกว่าเกรนที่รอยต่อระหว่างอนุภาคนั้นจะผืนักัน ดังนั้นจำนวนรอยต่อระหว่างอนุภาคที่มากขึ้นเมื่อใช้อนุภาคเล็กลงจึงเป็นสาเหตุของการเพิ่มความหนาแน่นที่น้อยหรือช้ากว่านั่นเอง

นอกจากนี้ยังมีผลกระทบจากความพรุนของอนุภาคขนาดใหญ่กว่า ซึ่งทำให้อัตราการคืบในช่วงเริ่มต้นมีค่ามากกว่าอนุภาคขนาดเล็ก (porosity effect: Langdon, 1976) ส่งผลให้การเพิ่มความหนาแน่นสูงกว่า และยังทำให้การเติบโตของเกรนเริ่มได้เร็วกว่าและทำให้ขนาดของเกรนใหญ่มากกว่าเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ใช้อนุภาคขนาดเล็กดังแสดงในตารางที่ 4.4

รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและขนาดของเกรนของชิ้นงานที่อัดร้อนในงานวิจัยนี้ จะเห็นว่าการโตของเกรนสูงขึ้นเมื่อความหนาแน่นสูงกว่า 98% หรือเข้าสู่การเผาผืนีกระยะสุดท้าย ซึ่งสังเกตได้ว่าเป็นจุดเดียวกับจุดขีดเริ่มเปลี่ยนของอัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคและขนาดของเกรน (~100) จากข้อสังเกตนี้อาจหมายความว่าอัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคพอลิคริสตัลและขนาดของเกรนตั้งต้นมีผลต่อการเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกลไกที่ช่วยให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นในช่วงการเผาผืนีกระยะสุดท้าย



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง

จากการสังเกตโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยการอัดร้อน จะพบว่ารูพรุนที่หลงเหลือจะมีขนาดใหญ่และยังคงมีมุมแหลมปรากฏ (รูปที่ 4.4) ซึ่งขนาดและรูปร่างรูพรุนเช่นนี้แสดงว่ารูพรุนเหล่านี้เป็นช่องว่างระหว่างอนุภาคพอลิคริสตอล แสดงว่าเงื่อนไขการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง ไม่สามารถจะบีบอัดให้รูพรุนระหว่างอนุภาคพอลิคริสตอลถูกกำจัดไปได้

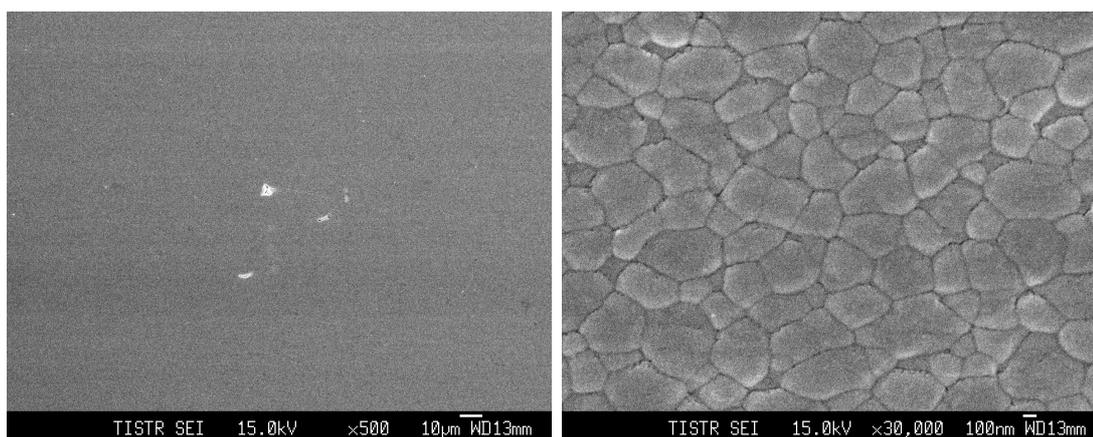
ในการอัดร้อนอนุภาคจะมีการจัดเรียงตัวใหม่เนื่องจากความดันภายนอกที่กระทำต่อผงอนุภาคพอลิคริสตอลในตาย และเมื่อการจัดเรียงตัวหยุดลงอนุภาคจึงเกิดการเสียรูปเนื่องจากความดันภายนอกที่กระทำมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับค่าความเค้นไหลของอนุภาคพอลิคริสตอล ในบริเวณช่องว่างระหว่างอนุภาคนี้ไม่มีบริเวณสัมผัสทำให้การเปลี่ยนรูปในอนุภาคพอลิคริสตอลจะต้องอาศัยการเปลี่ยนรูปภายในอนุภาค จากโครงสร้างที่สังเกตได้ จะเห็นได้ว่าความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ไม่สามารถทำให้อนุภาคภายในเปลี่ยนรูปได้มากพอ ที่จะทำให้เกิดการสไลด์ของขอบเกรนที่อยู่ใกล้บริเวณช่องว่างระหว่างอนุภาค ซึ่งแสดงว่าความเค้นในบริเวณนั้นไม่สูงพอหรือไม่สูงกว่าความเค้นไหล ทำให้การเสียรูปของอนุภาคอาจเกิดได้ยาก รูพรุนจึงคงปรากฏให้เห็นในโครงสร้าง

การที่จะช่วยให้การเสียรูปของอนุภาคโดยเฉพาะบริเวณที่อนุภาคไม่ได้สัมผัสกันโดยตรงนั้น จำเป็นต้องให้ความดันในการอัดร้อนเพิ่มขึ้นเพื่อเพิ่มความเค้นภายในอนุภาคบริเวณที่ไม่สัมผัสอนุภาคอื่นโดยตรง หรือต้องเพิ่มอุณหภูมิการอัดร้อนเพื่อให้ความเค้นไหลมีค่าต่ำลง ดังนั้นในการวิจัยจึงได้เพิ่มอุณหภูมิในการอัดร้อนเป็น 1400 องศาเซลเซียส ตารางที่ 4.5 แสดงความหนาแน่นและขนาดของเกรนเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอัดร้อนเป็น 1400 องศาเซลเซียส ขณะที่ความดันและเวลาเท่าเดิม และรูปที่ 4.7 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ทำการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ารูพรุนที่หลงเหลืออยู่มีขนาดเล็ก และไม่มีรูพรุนขนาดใหญ่ที่มีมุมแหลมเหลืออยู่ จากการเปรียบเทียบกับ การอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง (รูปที่ 4.8 - 4.10) จะเห็นได้ว่าอุณหภูมิจะช่วยให้ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ถูกอัดร้อนเพิ่มขึ้นดังคาดขณะที่ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นไม่มากกว่าร้อยละ 3 จากการโตของเกรนที่ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นว่าเมื่ออุณหภูมิสูงมากพออัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดของเกรนจะส่งผลต่อการเพิ่มความหนาแน่นระหว่างกรขึ้นรูปด้วยการอัดร้อนเพียงเล็กน้อย แต่ขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นจะส่งผลให้เกรนในชิ้นงานที่ได้หลังการอัดร้อนมีขนาดใหญ่ขึ้น

ที่อุณหภูมิสูงขึ้นนี้เมื่อความเค้นไหลมีค่าน้อยกว่าความดันภายนอกที่กระทำกับชิ้นงานที่อัดร้อน อัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนที่มากขึ้นจะส่งผลให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขนาดของอนุภาคที่เล็กจำกัดบริเวณที่มีการสไลด์ของขอบเกรนได้ อีกนัยหนึ่งอาจชี้แนะว่าขนาดของเกรนที่ใหญ่ซึ่งทำให้พื้นที่ขอบเกรนน้อยจะจำกัดการสไลด์ของขอบเกรนในผงอนุภาคพอลิคริสตัลที่มีขนาดใหญ่ได้เช่นกัน

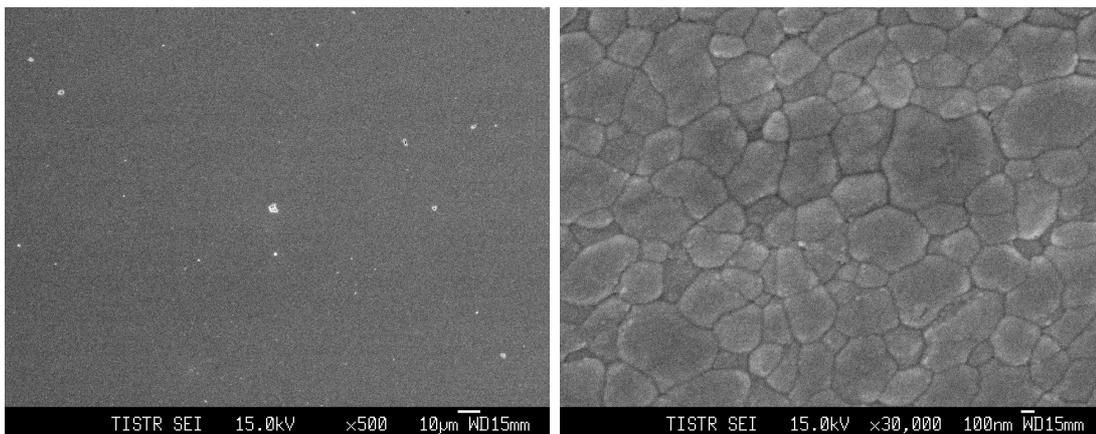
ตารางที่ 4.5 ค่าเฉลี่ยความหนาแน่นปรากฏและขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้จากการอัดร้อนผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค	ความหนาแน่นปรากฏเฉลี่ย (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (นาโนเมตร)
38-45 ไมโครเมตร	6.065	526
45-53 ไมโครเมตร	6.070	524
53-63 ไมโครเมตร	6.075	540
63-75 ไมโครเมตร	6.081	548

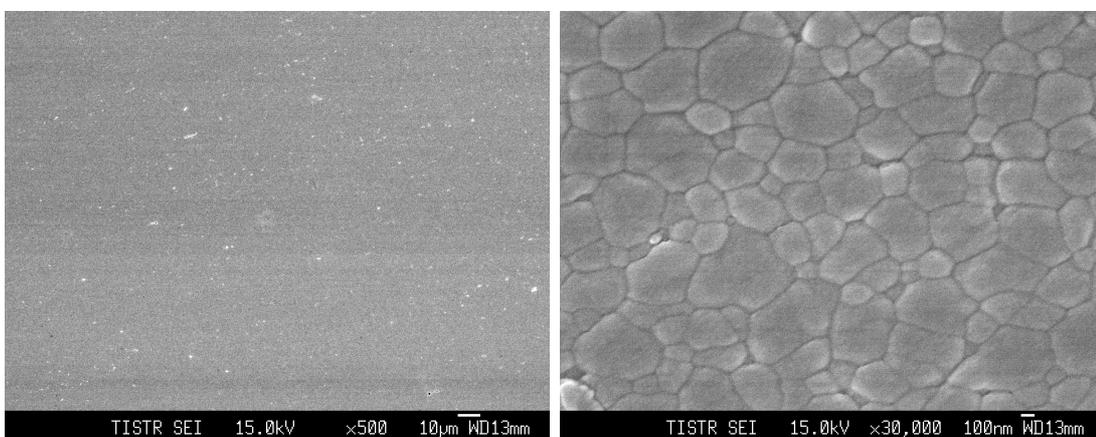


(1)

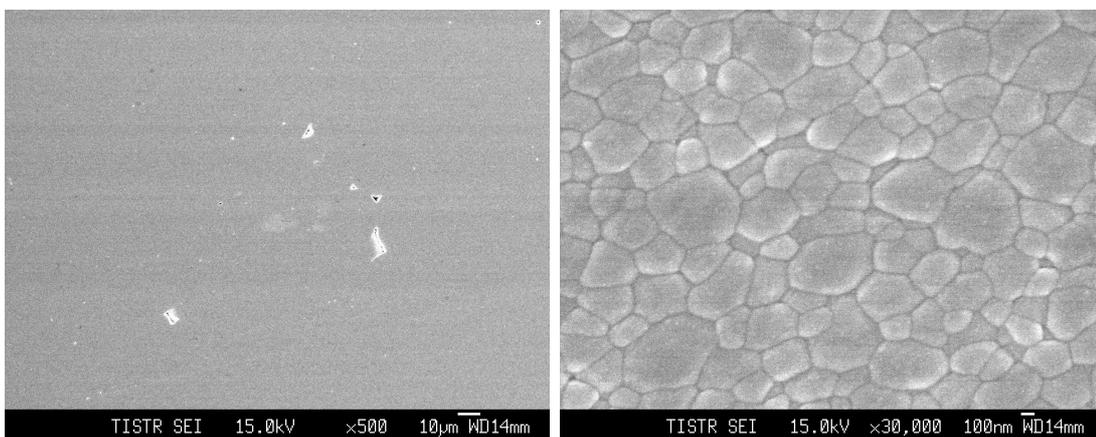
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายเอซซีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร



(2)

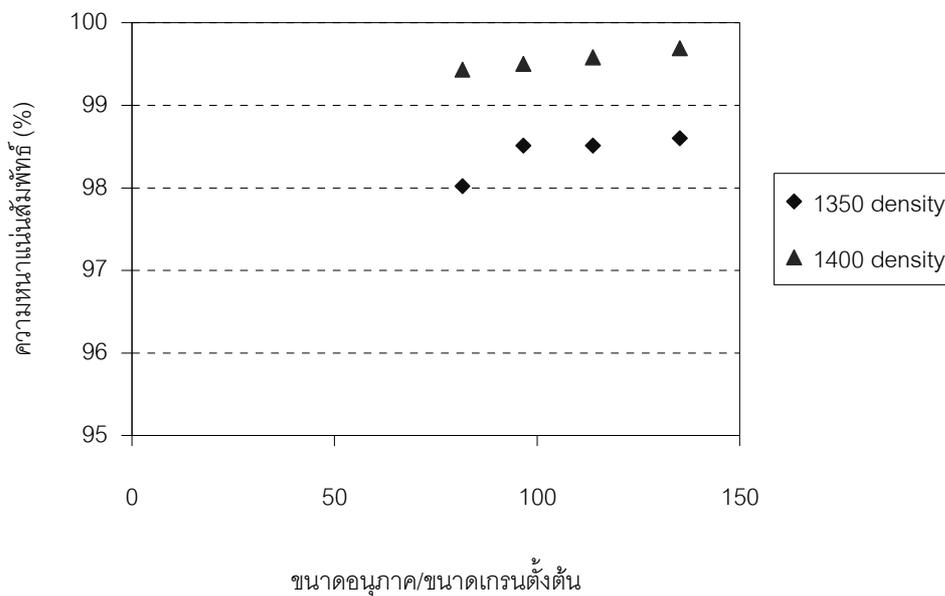


(3)

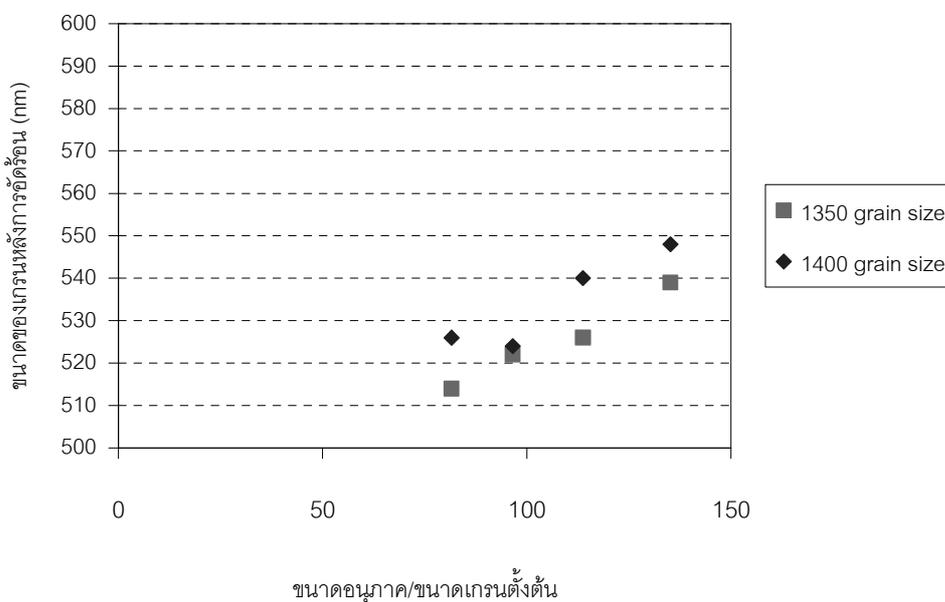


(4)

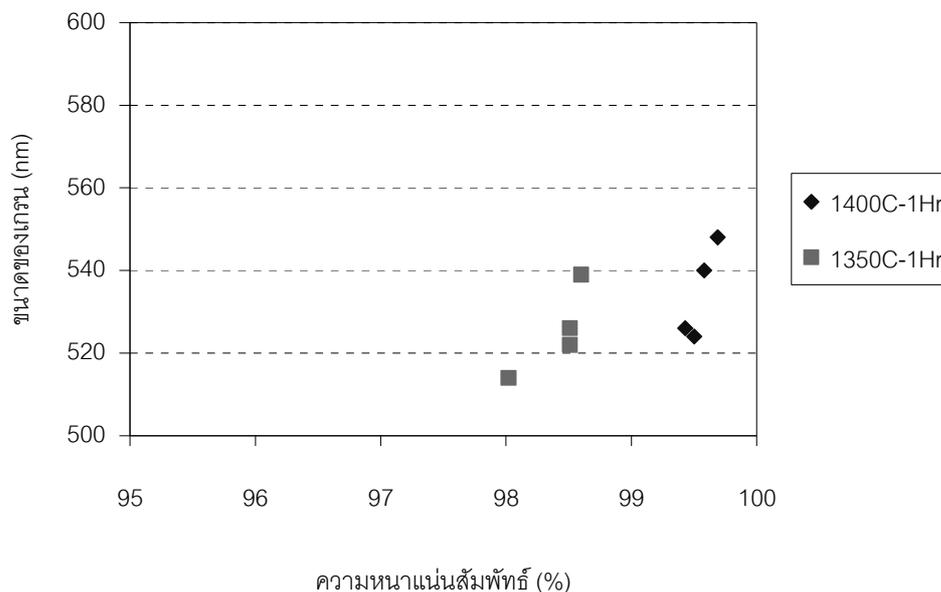
รูปที่ 4.7 (ต่อ) ภาพถ่ายเอชอีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงานที่ได้จากการอัดรีดด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง จากอนุภาคขนาด (1) 38-45 ไมโครเมตร (2) 45-53 ไมโครเมตร (3) 53-63 ไมโครเมตร และ (4) 63-75 ไมโครเมตร



รูปที่ 4.8 ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ในฟังก์ชันของอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน



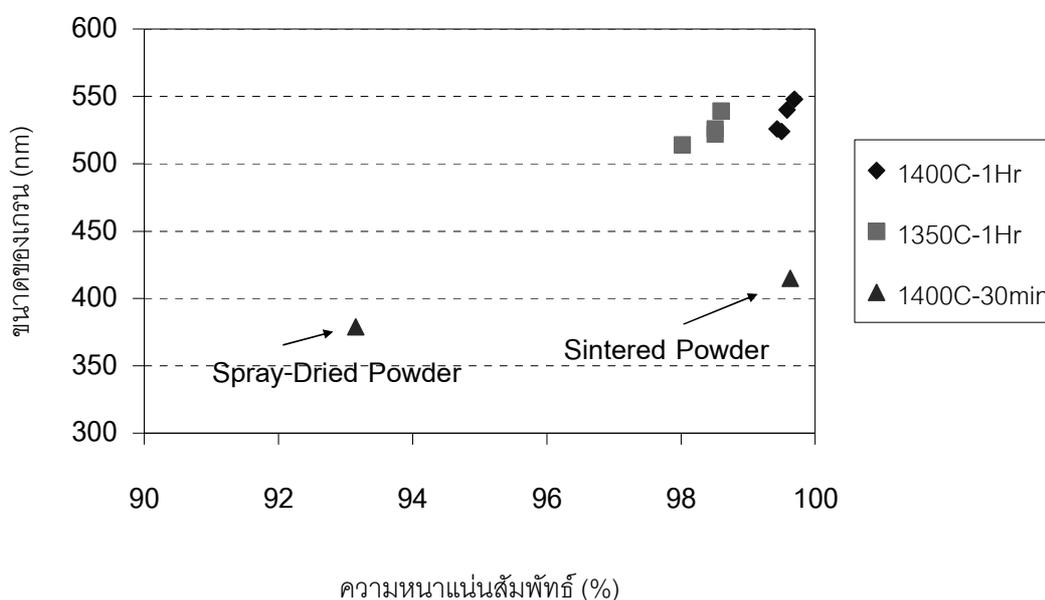
รูปที่ 4.9 ขนาดเกรนของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส ในฟังก์ชันของอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคต่อขนาดเกรน



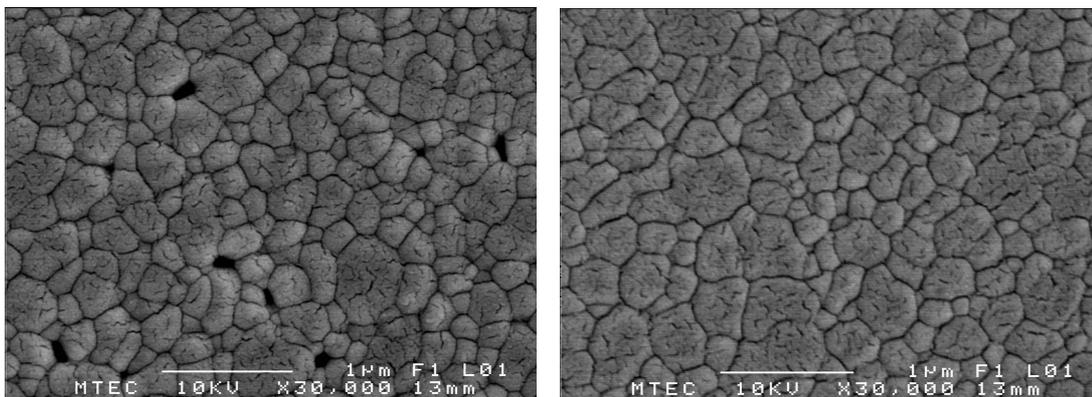
รูปที่ 4.10 ขนาดเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส

ในการอัดร้อนเพื่อให้ได้เกรนขนาดละเอียดและมีความหนาแน่นสูงอาจทำได้โดยการลดระยะเวลาในการอัดร้อนขณะที่อุณหภูมิสูงมากพอที่การคืบหรือการสไลด์ของขอบเกรนในอนุภาคพอลิคริสตัลเกิดได้ดี นอกจากนี้การทำให้อนุภาคอัดตัวกันหนาแน่นตั้งแต่เริ่มต้นจะเป็นการลดระยะเวลาในการอัดร้อนได้ ดังนั้นในการทดลองสุดท้ายจึงเป็นการทดลองอัดร้อนโดยใช้ผงอนุภาคพอลิคริสตัลที่ไม่มีการคัดแยกขนาดเพื่อให้อนุภาคอัดตัวกันแน่นขึ้น และยังเพิ่มพื้นผิวสัมผัสระหว่างอนุภาคเพื่อให้การส่งถ่ายความดันไปอย่างทั่วถึงผ่านจุดสัมผัส และขณะเดียวกันยังทดลองลดระยะเวลาในการอัดร้อนเพื่อควบคุมขนาดเกรนให้ละเอียด รูปที่ 4.11 แสดงความหนาแน่น และขนาดของเกรนหลังจากการอัดร้อนผงอนุภาคพอลิคริสตัลที่ไม่ได้ทำการคัดแยกขนาด (ผงซินเทอร์) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที เปรียบเทียบกับการอัดร้อนผงอนุภาคที่คัดขนาดสองเงื่อนไขที่ทำการศึกษา จะเห็นว่าความหนาแน่นที่ได้จะสูงใกล้เคียงกับอนุภาคขนาดใหญ่ที่คัดขนาดที่อัดร้อนนาน 1 ชั่วโมง และเนื่องจากเวลาการอัดที่สั้นลง เกรนที่ได้จึงมีขนาดละเอียดกว่า นอกจากนี้ยังทดลองการอัดร้อนผงสเปรย์ดรายแกรนูลที่ไม่ได้แยกขนาดเช่นกันเพื่อเปรียบเทียบชิ้นงานที่อัดร้อนได้ ด้วยเงื่อนไขเดียวกันจะพบว่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่อัดร้อนจากผงอนุภาคพอลิคริสตัล จะมีค่าสูงกว่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่อัดร้อนจากผงสเปรย์ดรายแกรนูลอย่างเห็นได้ชัด (ประมาณร้อยละ 6) ทั้งนี้

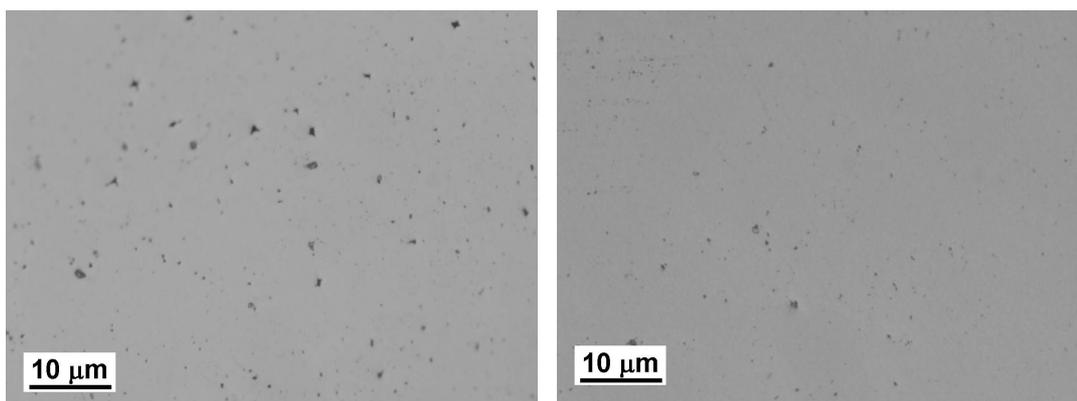
เนื่องจากผงสเปรย์ทรายประกอบด้วยอนุภาคเดี่ยวๆ ซึ่งมีการจัดเรียงตัวใหม่และมีการซินเทอร์ระหว่างอนุภาคเดี่ยวๆ โดยอาศัยความร้อนและความดันภายนอกที่มากระทำเป็นหลัก และยังคงมีปัจจัยจากแรงเสียดทานระหว่างอนุภาคและผนัง และระหว่างอนุภาคกันเองที่มากกว่า ทำให้กว่าที่จะมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดอ่อนทำให้เกิดการคืบก็ใช้เวลาระหว่างการอัดร้อนไปส่วนหนึ่ง ทำให้การเผาผนึกเกิดช้ากว่าเมื่อเทียบกับการอัดร้อนอนุภาคพอลิคริสตอลที่พร้อมที่จะคืบ หรือ เกิดการสไลด์ของขอบเกรนเมื่อทำการอัดร้อน และแม้ว่าการใช้อนุภาคพอลิคริสตอล หรือการซินเทอร์สเปรย์ทรายแกรนูล ก่อนนำมาอัดร้อนจะทำให้ขนาดเกรนของชิ้นงานใหญ่กว่าในการใช้สเปรย์ทรายแกรนูลโดยตรง แต่ขนาดเกรนก็ใหญ่กว่าไม่มาก (รูปที่ 4.12) ซึ่งขนาดเกรนที่ใหญ่กว่านี้เป็นเพราะได้ผ่านกรรมวิธีทางความร้อนเป็นเวลานานกว่านั่นเอง นอกจากนี้จากรูปที่ 4.13 ยังสังเกตได้ว่าชิ้นงานที่ใช้สเปรย์ทรายแกรนูลโดยตรงจะมีรูพรุนขนาดใหญ่กระจายในจำนวนมากกว่าที่สังเกตได้จากชิ้นงานที่ใช้ผงอนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้ทำการคัดแยกขนาดอีกด้วย โดยรูพรุนขนาดเล็กเหล่านี้เป็นรูพรุนระหว่างอนุภาคปฐุมภูมิที่เกิดจากการเสียรูปของแกรนูลเมื่ออัดร้อน



รูปที่ 4.11 ขนาดเกรนและความหนาแน่นของชิ้นงานที่ได้จากการอัดร้อนจากผงสเปรย์ทรายแกรนูล และ จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้คัดแยกขนาด) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที เทียบกับการอัดร้อนผงอนุภาคขนาดต่างๆ ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล ที่ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายเอ็สอีเอ็มของผิวหน้าตัดของชิ้นงาน (ซ้่าย) ที่ได้จากการอ้ดร้อนจากผงสเปร์ย์ดรายแกรนูลและ (ขวา) จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้ค้ดแยกขนาด) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสค้ล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที



รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของผิวหน้าตัดของชิ้นงาน (ซ้่าย) ชิ้นงานที่ได้จากการอ้ดร้อนจากผงสเปร์ย์ดรายแกรนูล และ (ขวา) ชิ้นงานที่ได้จากผงซินเทอร์แกรนูล (อนุภาคพอลิคริสตอลที่ไม่ได้ค้ดแยกขนาด) ด้วยความดัน 40 เมกะพาสค้ล ที่ 1400 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที

จากผลการทดลองนี้ จึงสรุปได้ว้่าสำหรับการขึ้นรูปวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียชนิดที่มีอิตเทรียซึ่งมีพฤติกรรมการค้บหรือซุบเปอร้พลาสติกที่อุณหภูมิสูงด้วยผงอนุภาคพอลิคริสตอลค้ละขนาด โดยการอ้ดร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสค้ล ที่ 1400 องศาเซลเซียส ด้วยระยะเวลาที่ลดลงจาก 1 ชั่วโมงเป็น 30 นาที ทำให้ได้วัสดุที่มีความหนาแน่นเทียบเท่ากับเมื่อใช้ระยะเวลาอ้ด

ร้อน 1 ชั่วโมง แต่ขนาดเกรนที่ได้เล็กกว่า และนอกจากนี้ด้วยเงื่อนไขที่ทำการทดลองนั้น การใช้ผงที่ประกอบด้วยอนุภาคพอลิคริสตอลขนาดไมครอนที่มีเกรนละเอียดอยู่ใน ทำให้ได้วัสดุที่มีความหนาแน่นมากกว่า และยังคงมีขนาดเกรนที่ละเอียด เมื่อเทียบกับการใช้ผงสเปร์ยทรายแกรนูล แม้ว่าแกรนูลจะประกอบด้วยอนุภาคปฐุมภูมิที่มีขนาดละเอียดมากก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคพอลิคริสตอลมีเกรนที่ละเอียดที่พร้อมจะเกิดการสไลด์ของขอบเกรนได้เมื่อทำการอัดร้อน ในขณะที่ในแกรนูลจะต้องใช้เวลาในการฉีกระหว่างอนุภาคปฐุมภูมิก่อนที่จะพัฒนาเป็นเกรน และเกิดการสไลด์ของขอบเกรนได้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

5.1 ข้อสรุปผลการวิจัย

ผลการศึกษารูปร่างแบบร้อนของผงเซอร์โคเนียพอลิคริสตอลช่วงขนาด 38-75 ไมโครเมตรซึ่งที่มีเกรนภายในขนาด 0.466 ไมโครเมตร ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 1350 องศาเซลเซียส พบว่าอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนตั้งต้นมีผลต่อการเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนีย โดยความหนาแน่นจะเพิ่มสูงกว่าเมื่ออัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนมีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลจากจำนวนอนุภาคที่ลดลงเนื่องจากขนาดอนุภาคที่ใหญ่ การสไลด์ของขอบเกรนในอนุภาคที่ควบคุมการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่นของวัสดุ จึงเกิดได้ต่อเนื่องหรือชะงักน้อยกว่า ทำให้การเพิ่มความหนาแน่นเกิดได้ต่อเนื่องกว่า และเมื่อสิ้นสุดการอัดร้อนจึงมีความหนาแน่นมากกว่าเมื่อใช้ขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า แม้ว่าเมื่ออัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนมีค่าสูงกว่า 100 จะเห็นว่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยก็ตาม การโตของเกรนสูงขึ้นเมื่อเข้าสู่การเผาผนึกระยะสุดท้ายซึ่งเป็นจุดเดียวกับจุดขีดเริ่มเปลี่ยนของอัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคและขนาดของเกรน (~100) อาจหมายความว่าอัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคพอลิคริสตอลและขนาดของเกรนตั้งต้นมีผลต่อการเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกลไกที่ช่วยให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นในช่วงการเผาผนึกระยะสุดท้าย

ในการขึ้นรูปแบบร้อนของผงเซอร์โคเนียพอลิคริสตอล ด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 1400 องศาเซลเซียส ทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียเพิ่มสูงขึ้น และพบว่าอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดของเกรนมีผลเล็กน้อยต่อการเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ขึ้นรูปด้วยเงื่อนไขนี้ ทั้งนี้เนื่องจากความเค้นไหลมีค่าต่ำลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ดังนั้น การเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียจึงเกิดได้ง่ายกว่า ไม่ว่าจะใช้ขนาดอนุภาคขนาดเล็กหรือใหญ่ก็ตาม ทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานจึงเพิ่มสูงกว่าที่อัดร้อนที่ 1350 องศาเซลเซียส

ชิ้นงานเซรามิกเซอร์โคเนียที่ได้จากการขึ้นรูปแบบร้อนด้วยความดัน 40 เมกะพาสคัล นาน 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิสูงสุด 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส มีเกรนขนาดเล็กกว่าไมโครเมตร

และมีรูปทรงอีควิแอกซ์ที่สามารถส่งเสริมให้เกิดการคืบด้วยกลไกการสไลด์ของขอบเกรนที่มักพบในเซรามิกเซอร์โคเนียที่มีอิทธิพลเป็นตัวเพิ่มความเสถียรและแสดงพฤติกรรมการคืบที่อุณหภูมิสูง และจากการที่ขนาดของเกรนโตขึ้นไม่มากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นจาก 1350 เป็น 1400 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่าการคืบที่ควบคุมการเพิ่มความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเซอร์โคเนียนี้ น่าจะมีการสไลด์ของขอบเกรนเป็นกลไกหลัก นอกจากนี้เนื่องจากอุณหภูมิทำให้ความเค้นไหลของวัสดุลดลงอำนวยความสะดวกให้เกิดได้ง่ายจึงทำให้อุณหภูมิที่ลดลง รูพรุนในชิ้นงานจึงมีขนาดเล็กลง เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 1400 องศาเซลเซียส

จะเห็นได้ว่าเมื่อทำการอัดร้อนผงอนุภาคพอลิคริสตอลที่มีขนาดเกรนเท่ากัน ขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ หรือมีอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคและขนาดเกรนสูงกว่าจะช่วยให้ได้ความหนาแน่นสูงกว่า โดยเฉพาะที่อุณหภูมิต่ำกว่า แต่เมื่ออัตราส่วนนั้นสูงเกินจุดเริ่มเปลี่ยน ขนาดของอนุภาคจะไม่มีผลช่วยให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ซึ่งอาจหมายความว่าถึงแม้จะใช้ขนาดอนุภาคจะใหญ่ ก็ยังสามารถขึ้นรูปร้อนชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงอยู่ได้ หากสามารถควบคุมโครงสร้างภายในอนุภาคให้อำนวยต่อการเกิดการคืบที่เงื่อนไขการอัดร้อนที่ใช้ได้ พร้อมกับสามารถจำกัดการโตของเกรนเพื่อควบคุมโครงสร้างจุลภาคให้ได้ตามที่ต้องการ

สุดท้าย การลดระยะเวลาการอัดร้อนอนุภาคเซอร์โคเนียพอลิคริสตอลที่ 1400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่วัสดุนี้เกิดการคืบได้ดีพอ เหลือเพียง 30 นาที ประกอบกับการลดขนาดอนุภาคเพื่อให้อนุภาคอัดตัวกันหนาแน่นเพิ่มขึ้น ทำให้ได้ความหนาแน่นเทียบได้กับที่อัดร้อนนาน 1 ชั่วโมง แต่ขนาดเกรนโตน้อยกว่าจึงมีเกรนที่ละเอียดกว่า และยังทำให้ได้ชิ้นงานเซอร์โคเนียที่มีความหนาแน่นสูงกว่าเมื่อทำการอัดร้อนสเปร์ดรายด์แกรนูลที่เงื่อนไขการอัดเดียวกัน

นอกจากความรู้ที่ได้จากการวิจัยแล้ว ผู้วิจัยได้ทำการนำเสนอปากเปล่าเผยแพร่ผลการวิจัยในที่ประชุมวิชาการนานาชาติ 2 ครั้ง ในงาน International Conference on Traditional and Advanced Ceramics ซึ่งได้มาจัดในประเทศไทยเมื่อวันที่ 22-25 สิงหาคม 2555 และในงาน The 17th Regional Symposium on Chemical Engineering ซึ่งได้มาจัดในประเทศไทยเมื่อวันที่ 22-23 พฤศจิกายน 2553 โดยมีบทคัดย่อฉบับขยายตีพิมพ์อยู่ในซีดี Proceeding of RSCE2010 (ISBN 978-974-466-513-3) นอกจากนี้ นักศึกษาภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ซึ่งเป็นผู้ช่วยวิจัยในปีการศึกษา 2552 ยังได้นำผลการทดลองไปประยุกต์ใช้ทดลองผลิตเม็ดเม็ดกลึงเซรามิกเซอร์โคเนียในการศึกษาโครงการวิศวกรรมวัสดุเรื่อง คมตัดเซรามิกเซอร์โคเนียที่ผลิตด้วยวิธีการอัดร้อน ซึ่งผลของการวิจัยนี้ยังถูกนำไปประยุกต์ใช้อีกครั้งในโครงการวิศวกรรมวัสดุ เรื่อง การอัดขึ้นรูปด้วย

ความร้อนและสมบัติของเม็ดมีดกลึงเซรามิกเซอร์โคเนีย โดยนักศึกษาระดับปริญญาโทวิศวกรรมเครื่องมือ และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ในปีการศึกษา 2553

5.2 ปัญหาและอุปสรรค

ผู้วิจัยจำเป็นต้องปรับเปลี่ยนและออกแบบการทดลอง เนื่องจากปัญหาและอุปสรรค ดังนี้

(1) หน่วยงานที่ผู้วิจัยสังกัดไม่มีเตาอัดร้อนเพื่อการวิจัยเองดังได้คาดการณ์ไว้

(2) เนื่องจาก ณ ปัจจุบัน เทคโนโลยีการอัดร้อนเป็นเทคโนโลยีที่สูงเกินความต้องการของภาคอุตสาหกรรมในประเทศ ทั้งยังมีต้นทุนและค่าใช้จ่ายการซ่อมบำรุงสูง จึงไม่เป็นที่แพร่หลายในประเทศไทย ทำให้เตาอัดร้อนเป็นเครื่องมือที่มีใช้อย่างจำกัดในประเทศไทย คือ มีจำนวนน้อย หน่วยงานที่มีมักเป็นหน่วยงานวิจัยเฉพาะทาง และ ในแต่ละหน่วยงานมีข้อจำกัดในการใช้เฉพาะเครื่อง และมักจะใช้กับวัสดุเฉพาะหนึ่งๆ เพื่อลดปัญหาการปนเปื้อน และลดความเสี่ยงในการเกิดความเสียหาย นอกจากนี้บางหน่วยงานเตาเสียและไม่มียงบประมาณในการซ่อม ทำให้เหลือเพียง 1 หน่วยงานที่สามารถขอความร่วมมือใช้เตาอัดร้อนเพื่อการศึกษาวัสดุออกไซด์ชนิดนี้ได้ ปัญหานี้เบื้องต้นทำให้ผู้วิจัยตัดสินใจเปลี่ยนแนวทางการวิจัยเป็นการเผาผนึกแบบไร้ความดัน แต่ในสุดท้ายผู้วิจัยได้ความอนุเคราะห์จากภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย จึงได้ตั้งใจจะดำเนินการวิจัยดังที่นำเสนอไว้ตั้งแต่แรก อย่างไรก็ตามเมื่อได้เห็นการทำงานและความสามารถในการควบคุมและการวัดตัวแปรต่างๆ ทำให้ต้องปรับเปลี่ยนวัตถุประสงค์และวิธีการวิจัยอีกครั้ง

(3) เตาอัดร้อนที่ทดลองได้ความอนุเคราะห์จากภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ออกแบบให้อัดร้อนที่ความดันสูง จึงมีข้อจำกัดเรื่องการวัดแรงอัดโดยเฉพาะที่แรงอัดต่ำ ในการวิจัยจึงเปลี่ยนจากช่วงความเค้นต่ำที่เสนอไว้ก่อนหน้านี้เป็นความเค้น 40 เมกะพาสคัล ที่เป็นความเค้นที่มักใช้ในการอัดร้อนวัสดุ และยังเป็นความเค้นที่สามารถทำให้เกิดการคืบที่อุณหภูมิสูงได้ดี และเนื่องจากตัวอย่างที่ทำการทดลองมีขนาดเล็ก การตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงขนาดของเครื่องจึงไม่ละเอียดพอที่จะนำมาวิเคราะห์อัตราการเปลี่ยนรูปร่างได้ จึงต้องเปลี่ยนแผนการทดลองที่เสนอไว้จากเริ่มแรก เป็นการวัดความหนาแน่นที่ได้แทนการวิเคราะห์อัตราการเพิ่มความหนาแน่น

(4) เต้าอัตร้อนนี้มีขนาดตายบรรจุตัวอย่างเฉพาะ และต้องใช้ตายแกรไฟต์ซึ่งต้องสั่งทำพิเศษเพื่อใช้ในการทดลอง ซึ่งในการศึกษาได้ทดลองออกแบบและใช้้อัตร้อน ก่อนที่จะใช้ในการทดลองได้จริง ซึ่งไม่เป็นไปอย่างราบรื่น และอายุการใช้งานของตายสั้น ดังนั้นเพื่อลดจำนวนการใช้เต้าอัตร้อน เพื่อให้ได้ประโยชน์สูงสุดในการใช้งานเต้าอัตร้อนแต่ละครั้ง ผู้วิจัยจึงจำเป็นต้องออกแบบในการบรรจุตัวอย่างในการอัตร้อนใหม่ ต่างจากที่วางแผนไว้

5.3 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ความอนุเคราะห์จากภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งเต้าอัตร้อนนี้มีผู้เชี่ยวชาญดูแลเป็นอาจารย์ประจำซึ่งสละเวลาทำควบคุมดูแลการใช้งานอย่างรอบคอบเพื่อไม่ก่อให้เกิดความเสียหายต่อเครื่องมือ และเพื่อให้เครื่องมือมีอายุการใช้งานได้ต่อไป ซึ่งจะแสดงให้เห็นว่าบุคลากรในประเทศไทยยังไม่เพียงพอในการพร้อมรับการพัฒนาทางเทคโนโลยี แม้ว่าเทคโนโลยีการอัดขึ้นรูปร้อนยังไม่แพร่หลายในภาคอุตสาหกรรม การวิจัยและพัฒนายังคงเป็นการเตรียมความพร้อมด้านความรู้ และเป็นการเตรียมความพร้อมด้านบุคลากรในประเทศ อย่างไรก็ตามปัญหาและอุปสรรคในปัจจุบันยังคงชะลอการต่อยอดทางความรู้และการพัฒนาบุคลากรเป็นอย่างยิ่ง ซึ่งในอนาคตอันใกล้คาดว่าจะได้รับความสนใจจากภาคอุตสาหกรรมที่มีศักยภาพในการก้าวเข้าสู่เทคโนโลยีนี้ สำหรับในอนาคตสิ่งที่น่าสนใจศึกษาต่อไปคือการศึกษาคือความเป็นไปได้ในการขึ้นรูปร้อนผงวัสดุที่ภาคอุตสาหกรรมมีความต้องการ โดยอาศัยหลักการคืบ หรือการเปลี่ยนรูปแบบซูเปอร์พลาสติกเพื่อช่วยลดปัญหาอันอาจเกิดจากลักษณะผงฝุ่นซึ่งมีผลต่อคุณภาพผลิตภัณฑ์และความปลอดภัยของบุคลากรและชุมชน

บรรณานุกรม

- Auechalitanukul, C. 2006. "Hot Pressing Densification of Spherical Polycrystalline Particles of Superplastic Zirconia." Graduate School-New Brunswick, Rutgers, The State University of New Jersey, New Jersey, U.S.A., 171.
- Balasubramanian, S., Keshavan., H., and Cannon, W.R. 2005. "Sinter forging of rapidly quenched eutectic $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ -glass powders." **Journal of the European Ceramic Society** 25, 8: 1359- 1364.
- Freim, J. and McKittrick, J. 1998. "Modeling and Fabrication of Fine-Grain Alumina-Zirconia Composites Produced from Nanocrystalline Precursors." **Journal of the American Ceramic Society** 81, 7: 1773-1780.
- Gandhi, A. S. and Jayaram, V. 2002. "Pressure consolidation of amorphous ZrO_2 - 40 % Al_2O_3 by plastic deformation of powder particles." **Acta Materialia** 50: 2137-2149.
- Gutiérrez-Mora, F., Domínguez-Rodríguez, A., and Jiménez-Melendo, M. 2002. "Plasticity of nanocrystalline yttria-stabilized tetragonalzirconia polycrystals." **Journal of the European Ceramic Society** 22, 14–15: 2615-2620.
- Ishizawa, H., Sakurai, O., Mizutani, N., and Kato, M. 1986. "Homogeneous Y_2O_3 -Stabilized ZrO_2 Powder By Spray Pyrolysis Method." **American Ceramic Society Bulletin** 65, 10: 1399-1404.
- Jiménez-Melendo, M. and Domínguez-Rodríguez, A. 2000. "High temperature characteristics of superplastic yttria-stabilized zirconia. An examination of the flow process." **Acta Mater.** 48: 3201-3210.
- Jiménez-Melendo, M., Domínguez-Rodríguez, A., and Bravo-León, A. 1998. "Superplastic flow of fine-grained Y_2O_3 -stabilized ZrO_2 polycrystals constitutive equation and deformation mechanisms" **J. Am. Ceram. Soc.** 81: 2761–2776.
- Kear, B.H. Colaizzi, J., Mayo, W.E., and Liao, S.-C. 2001. "On the processing of nanocrystalline and nanocomposite ceramics." **Scripta Mater.** 44: 2065-2068.
- Kelly, J.R., Denry, I. 2008. "Stabilised zirconia as a structural ceramic: an overview." **Dental Materials** 24, 3: 289-298.

- Owen, D.M. and Chokshi., A.H. 1998. "Final stage free sintering and sinter forging behavior of a yttria-stabilized tetragonal zirconia." **Acta Mater.** 46: 719–729.
- Rahaman, M.N. 2003. *Ceramic Processing and Sintering*, 2nd Ed. Marcel Dekker, Inc., New York, U.S.A., 875.
- Rosenflanz, A., Frey, M., Endres, B., Anderson, T., Richards, E., and Schardt, C. 2004. "Bulk glasses and ultrahard nanoceramics based on alumina and rare-earth oxides." **Nature.** 430, 7001: 761-764.
- Skandan, G., Hahn, H., Roddy, M., and Cannon, W. R. 1994. "Ultrafine-Grained Dense Monoclinic and Tetragonal Zirconia." **Journal of the American Ceramic Society** 77, 7: 1706-1710.
- Slamovich, E. B. and Lange, F. F. 1990. "Densification Behavior of Single-Crystal and Polycrystalline Spherical Particles of Zirconia." **Journal of the American Ceramic Society**, 73: 3368–3375.
- Wakai, F., Sakagushi, S, and Matsuno, Y. 1986 "Superplasticity of Yttria-Stabilized Tetragonal ZrO₂ Polycrystals." **Advanced Ceramic Materials** 1, 3: 259-263.

ภาคผนวก

ประวัติผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ดร. จิราภรณ์ เอื้อชลิตานุกูล

Dr. Chiraporn Auechalitanukul

การทำงาน

ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์ และ เลขานุการภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ
สถานที่ทำงาน มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมศาสตร์

126 ถ. ประชาอุทิศ แขวงบางมด เขตทุ่งครุ

จังหวัด กรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10140

โทรศัพท์ 0-2470-9357/ 0-2470-9213 โทรสาร 0-2872-9080

อีเมล chiraporn.aue@kmutt.ac.th

ประวัติการศึกษา

ปริญญาเอก ปี พ.ศ. 2549 คุณวุฒิปริญญา PH.D. (Ceramic & Materials Science & Engineering),
Rutgers, The State University of New Jersey, USA.

ปริญญาโท ปีพ.ศ. 2547 คุณวุฒิปริญญา M.S. (Ceramic & Materials Science & Engineering),
Rutgers, The State University of New Jersey, USA.

ปริญญาโท ปีพ.ศ. 2543 คุณวุฒิปริญญา วท.ม. (เทคโนโลยีเซรามิกส์), จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปริญญาตรี ปีพ.ศ. 2540 คุณวุฒิปริญญา วท.บ. (วัสดุศาสตร์), จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนการศึกษาที่ได้รับ

ทุนนักเรียนรัฐบาลกระทรวงวิทยาศาสตร์ (ป.เอก ก.พ. บุคคลทั่วไป) พ.ศ. 2544

สาขาเชี่ยวชาญ

Processing of Ceramics, Structural Ceramics, Hot Pressing, Superplastic Ceramics

ผลงานวิชาการ

1. Auechalitanukul, C., Buggakupta, W., Imaram, T., Singgul, T., Praphitphaisan, S., Carbon Dioxide Adsorption Capability of Steel-Making Slags, Proceedings of 14th Asian Chemical Congress 2011 (14 ACC), 378-383, 2011 (Available online).
2. Auechalitanukul, C., Wasanapiarnpong, T., McCuiston, R., Boriboon, P., Chaiekpanya, P. and Kongjam, J., Fabrication of Zirconia Ceramics by Hot Pressing of Polycrystalline Particles: Effect of Particle Size on Densification and Hardness, Proceeding of RSCE2010 The 17th Regional Symposium on Chemical Engineering, Bangkok, Thailand, 22-23 November 2010 (DVD).
3. Satana, W., Tuchinda, K., Auechalitanukul, C., Finite Element Modeling of a Geometrically Complex ABS Plastic Part Made by Vacuum Forming, Proceeding of RSCE2010 The 17th Regional Symposium on Chemical Engineering, Bangkok, Thailand, 22-23 November 2010 (DVD).
4. Auechalitanukul, C., Imaram, T., Singgul, T., Praphitphaisan, S., and Buggakupta, W., Investigation of Carbon Dioxide Adsorption using Local Steel-making Slag, The Sixth Thailand Materials Science and Technology Conference Proceedings, 320-322, 2010 (DVD).
5. Auechalitanukul, C. and Cannon, W. R., Hot Pressing of Spherical, Polycrystalline 3Y-TZP Particles, the Journal of the American Ceramic Society, 93[9] 2617-2621, 2010.
6. Auechalitanukul, C. and Cannon, W. R., Fabrication of Fine-Grained Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals from Polycrystalline Beads, The Third International Conference of Materials Processing for Properties. August 2009 (DVD).
7. Cannon, W. R., Auechalitanukul, C., Cuitino, A., Experimental and Model Hot Pressing of Spherical Polycrystalline Zirconia Particles, Sintering 2008, November 2008, La Jolla, CA, USA.

8. Cannon W.R, Petersson A, Auechalitanukul C, Keshavan H, Cuitino A. Hot-Pressing and Hot-Forging of Polycrystalline Powder Particles with Unique Microstructures. *Advances in Science and Technology* 2006; 45.
9. Auechalitanukul C, Cannon W.R. Densification of Single-Grain vs. Multi-Grain Zirconia Powders. *Proceedings of the 107th Annual Meeting & Exposition of The American Ceramic Society* 2005 (CD-ROM).
10. Auechalitanukul C, Roddy M.J., Cannon W.R. Plastic Densification and Grain Growth of Nanocrystalline Zirconia Powders. *Ceramic Nanomaterials and Nanotechnology*, Edited by S.W. Lu, M.Z. Hu and Y. Gogotsi, Ceramic Transactions 2004; 159.
11. Balasubramanian S, Keshavan H, Auechalitanukul C, Cannon W.R. Fabrication of Nanocrystalline Ceramics by Hot Pressing of Superplastically Deforming Powders. *Sintering 2003*, Penn State University, PA, USA.

ประวัติผู้วิจัย

ผู้ช่วยวิจัย

นางสาวภรณ์ทิพย์ ไข่เอกปัญญา

Miss Porntip Chaiekpanya

ที่อยู่

72/78 หมู่ 4 ต.คอกกระบือ อ.เมือง จ. สมุทรสาคร 74000

ประวัติการทำงาน

ปีพ.ศ. 2554 – ปัจจุบัน Heat treatment engineer บริษัท Musashi Auto Parts Co., Ltd.

ปีพ.ศ. 2552 ผู้ช่วยวิจัยโครงการ ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

ประวัติการศึกษา

ปี พ.ศ. 2552 คุณวุฒิ วศ.บ. (วิศวกรรมวัสดุ), มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

ปี พ.ศ. 2549 มัธยม 6 โรงเรียนศึกษานารีวิทยา

ผลงานวิชาการ

1. Auechalitanukul, C., Wasanapiampong, T., McCuiston, R., Boriboon, P., Chaiekpanya, P. and Kongjam, J., Fabrication of Zirconia Ceramics by Hot Pressing of Polycrystalline Particles: Effect of Particle Size on Densification and Hardness, Proceeding of RSCE2010 The 17th Regional Symposium on Chemical Engineering, Bangkok, Thailand, 22-23 November 2010 (DVD).