

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

บทนี้นำเสนอรายละเอียดของวิธีการทดลองที่ใช้ในงานวิจัย ซึ่งประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก คือ 1) การเตรียมผงพอร์ซเลน 2) การเตรียมพอร์ซเลนเซรามิกชนิดที่มีการเสริมแรงด้วยอนุภาคนาโนของอะลูมินา 3) การตรวจสอบเฟส สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล และโครงสร้างจุลภาคของวัสดุที่เตรียมได้ โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.1 การเตรียมผงพอร์ซเลน

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการผสมผงพอร์ซเลนทางการค้ากับผงอะลูมินาที่มีขนาดของอนุภาคแตกต่างกัน 2 ขนาด ด้วยการผสมแบบ ball-milling โดยมีรายละเอียดแสดงดังตาราง 3.1 และได้มีการตรวจสอบสารตั้งต้นทั้งหมดด้วยเทคนิค XRD อีกครั้งก่อนจะนำมาใช้

ตาราง 3.1 รายละเอียดของสารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัย

ผง	บริษัทที่ผลิต	มวลโมเลกุล	ความบริสุทธิ์ (%)	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)
พอร์ซเลน	Vita [*]	-	-	25-30
อะลูมินา ^a	Struers ^{**}	101.96	99.99	0.01
อะลูมินา ^b	Fluka ^{***}	101.96	99.99	7-15

^a แกมมาอะลูมินา โครงสร้างผลึกแบบ cubic

^b แอลฟาอะลูมินา โครงสร้างผลึกแบบ rhombohedral

^{*} VMK 68, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany

^{**} Alumina suspension type FF, Struers A/P, Denmark

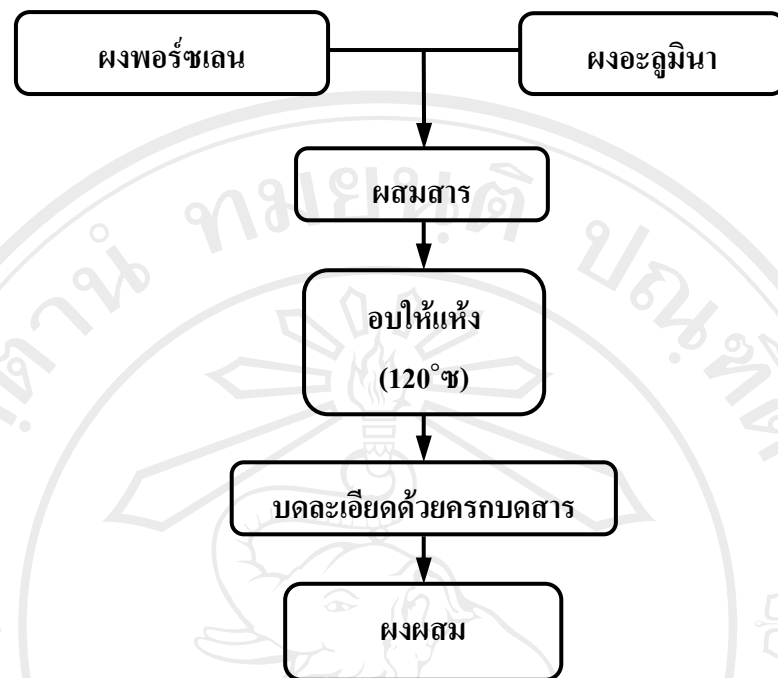
^{***} Fluka Chemical GmbH, Switzerland

ทำการเตรียมผงพอร์ซเลนตามแผนภาพดังรูป 3.1 โดยเริ่มจากการชั่งสารตั้งต้น (ผงพอร์ซเลนและอะลูมินา) ตามสูตรต่าง ๆ ดังรายละเอียดแสดงในตาราง 3.2 ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 4 กลุ่ม ตามร้อยละโดยปริมาตรของอะลูมินาที่ผสมลงไป ดังนี้ **กลุ่มที่ 1** (D) เป็นผงพอร์ซเลนบริสุทธิ์ที่ใช้เป็นชุดควบคุม **กลุ่มที่ 2** $D(An_3)$, $D(An_{2.5})(Am_{2.5})$ และ $D(Am_3)$ เป็นกลุ่มที่มีการผสมผงอะลูมินาร้อยละ

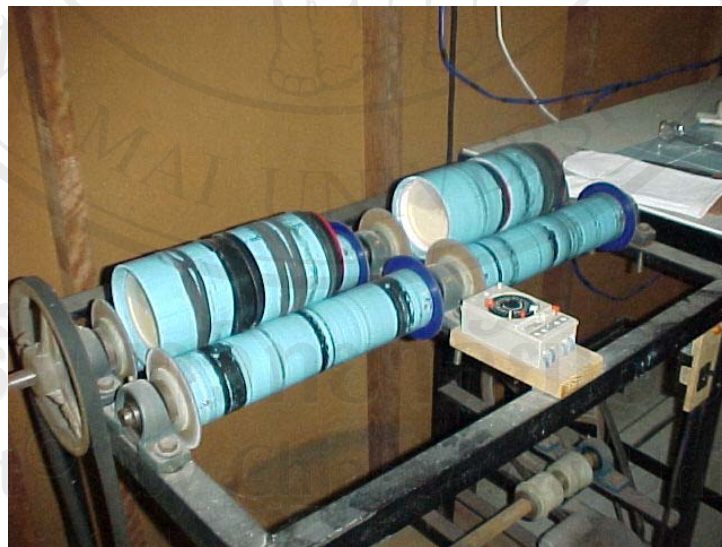
5 โดยปริมาตรลงไป โดยแต่ละสูตรแตกต่างกันที่ขนาดของผงอะลูมินา กล่าวคือ สูตรที่ 2 ใช้ผงอะลูมินาขนาดนาโนเมตรทั้งหมด ($D(An_5)$) สูตรที่ 3 เป็นการผสมระหว่างผงอะลูมินาขนาดนาโนเมตรและไมโครเมตรในอัตราส่วน 1:1 ($D(An_{2.5})(Am_{2.5})$) และสูตรที่ 4 ใช้ผงอะลูมินาขนาดไมโครเมตรทั้งหมด ($D(Am_5)$) ในทำนองเดียวกับกลุ่มที่ 2 กลุ่มที่ 3 $D(An_{10})$, $D(An_5)(Am_5)$ และ $D(Am_{10})$ และกลุ่มที่ 4 $D(An_{15})$, $D(An_{7.5})(Am_{7.5})$ และ $D(Am_{15})$ เป็นกลุ่มที่มีการผสมผงอะลูมินาร้อยละ 10 และ 15 โดยปริมาตร ตามลำดับ นำผงผสมเหล่านี้ที่มาสกัดลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบอลอะลูมินา เติมน้ำจนล้นลงไปช่วยในการหล่อลื่น ปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปทำการผสมสารด้วยเครื่อง ball-milling (รูป 3.2) เป็นเวลานาน 30 นาที แล้วจึงนำสารที่ได้ไปตรวจสอบเฟสด้วยการใช้เทคนิค XRD ต่อไป

ตาราง 3.2 องค์ประกอบของผงผสมระหว่างพอร์ซเลนกับอนุภาคอะลูมินาทั้ง 10 สูตร ที่ใช้ในงานวิจัย [31]

สูตร	ผงพอร์ซเลน (D) (ร้อยละโดยปริมาตร)	อะลูมินา ขนาดนาโนเมตร (An) (ร้อยละโดยปริมาตร)	อะลูมินา ขนาดไมโครเมตร (Am) (ร้อยละโดยปริมาตร)
1. D	100	-	-
2. $D(An_5)$	95	5	-
3. $D(An_{2.5})(Am_{2.5})$	95	2.5	2.5
4. $D(Am_5)$	95	-	5
5. $D(An_{10})$	90	10	-
6. $D(An_5)(Am_5)$	90	5	5
7. $D(Am_{10})$	90	-	10
8. $D(An_{15})$	85	15	-
9. $D(An_{7.5})(Am_{7.5})$	85	7.5	7.5
10. $D(Am_{15})$	85	-	15



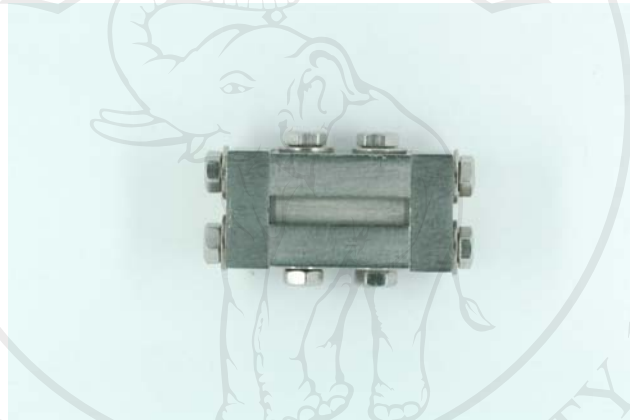
รูป 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผงผสมสูตรต่าง ๆ



รูป 3.2 เครื่องผสมสารแบบ ball-milling

3.2 การเตรียมพอร์ซเลนเซรามิก

นำผงที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.1 มาขึ้นรูป เพื่อให้ได้พอร์ซเลนเซรามิกสูตรละ 20 ชิ้น โดยใช้แม่พิมพ์โลหะ open multipart mould (รูป 3.3) ด้วยวิธีการเทแบบ (slip-casting) แสดงดังรูป 3.4 ตามมาตรฐาน ISO 6872:1995 (E) [35] ใช้ผงครั้งละประมาณ 2 กรัม ผสมกับ PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักลงไปด้วยประมาณ 2-3 หยด เพื่อเป็นตัวช่วยประสานให้ผงเกาะกันดีขึ้น แล้วนำมาเทลงในแม่พิมพ์โลหะ (รูป 3.4 (a)) หลังจากนั้นจับตัวช่วยประสานส่วนเกินออกด้วยกระดาษทิชชู (รูป 3.4 (b)) ปาดหน้าให้เรียบด้วยไม้พายโลหะแล้วจึงถอดชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ (รูป 3.4 (c - e)) โดยชิ้นงานที่ขึ้นรูปได้จะมีลักษณะเป็นแท่ง (bar) ที่มีความกว้างและความยาว 5 และ 25 มิลลิเมตร ตามลำดับ ดังรูป 3.5



รูป 3.3 open multipart mould



(a)



(b)



(c)



(d)



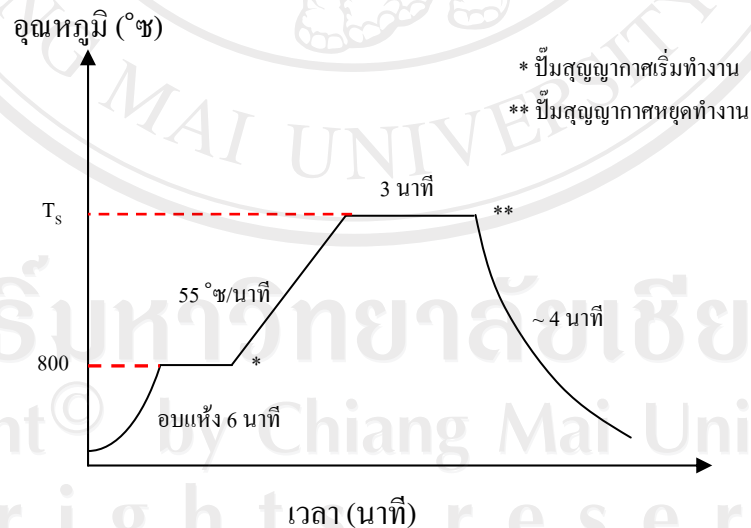
(e)

รูป 3.4 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการเทแบบ (slip-casting)



รูป 3.5 ตัวอย่างชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยวิธีการเทแบบ

จากนั้นนำชิ้นงานที่ขึ้นรูปได้ไปเผาซินเทอร์โดยอาศัยแผนผังการเผาซินเทอร์ดังรูป 3.6 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ภายใต้เงื่อนไขในการเผา ดังแสดงไว้ในตาราง 3.3 โดยใช้เตาเผาพอร์ซเลนแบบสุญญากาศ (Automatic porcelain furnace: Master Spirit 120, KDF) ซึ่งจะเริ่มทำการอบแห้งชิ้นงานเป็นเวลา 6 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิสูงถึง 800°C ปุ่มสุญญากาศจึงเริ่มทำการดูดอากาศออกและปล่อยอากาศเข้าหลังจากการเผาซินเทอร์เสร็จ



รูป 3.6 แผนผังการเผาซินเทอร์ (T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเทอร์)

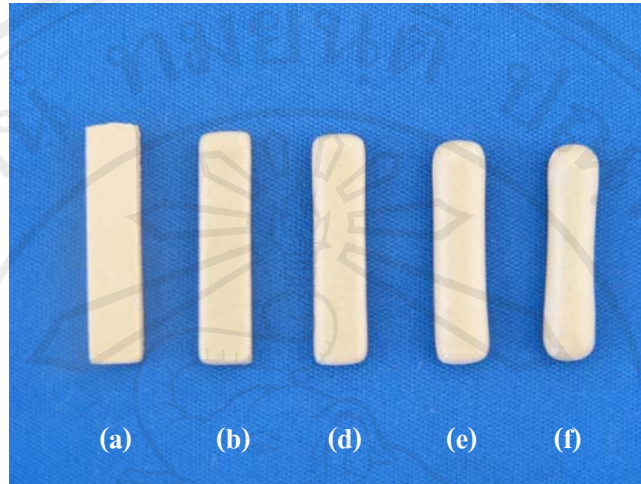
ตาราง 3.3 เงื่อนไขที่เลือกใช้ในการเผาซินเทอร์ชิ้นงานทั้ง 10 สูตร

สูตร	อุณหภูมิ ในการเผาซินเทอร์ (°ซ)	เวลา ในการเผาซินเทอร์ (นาท) [14]	อัตราการขึ้นอุณหภูมิ (°ซ/นาท) [14]
1. D	1020	3	55
2. D(An ₅)	1120	3	55
3. D(An _{2.5})(Am _{2.5})	1125	3	55
4. D(Am ₅)	1135	3	55
5. D(An ₁₀)	1125	3	55
6. D(An ₅)(Am ₅)	1130	3	55
7. D(Am ₁₀)	1140	3	55
8. D(An ₁₅)	1135	3	55
9. D(An _{7.5})(Am _{7.5})	1150	3	55
10. D(Am ₁₅)	1200	3	55



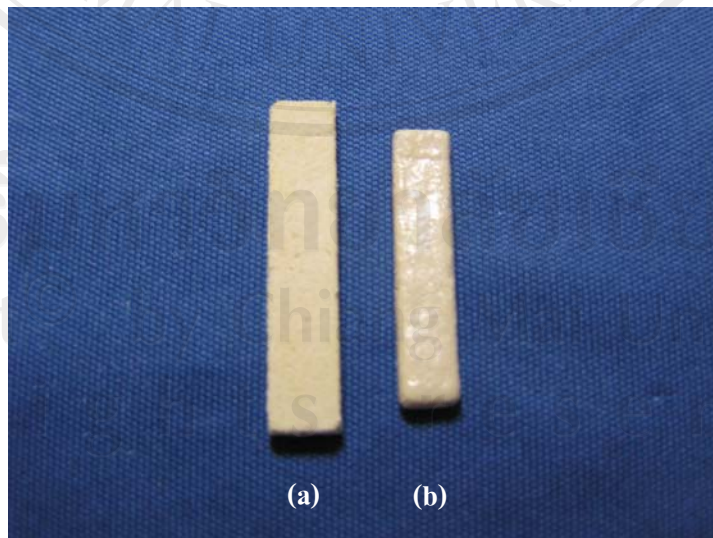
รูป 3.7 เตาเผาพอร์ซเลนแบบสุญญากาศ (Automatic porcelain furnace: Master Spirit 120, KDF)

เมื่อนำผงพอร์ซเลนทั้ง 10 สูตรมาทำการขึ้นรูปเป็นแท่งรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า (รูป 3.5) โดยเริ่มต้นที่ผงพอร์ซเลนบริสุทธิ์ (D) เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 950, 1000, 1050, 1100 และ 1150°C ตามลำดับ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 55°C/นาทีก และเผาแช่เป็นเวลานาน 3 นาทีก



รูป 3.8 ลักษณะของเซรามิกที่เตรียมจากผงพอร์ซเลนบริสุทธิ์ (D) หลังการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ (a) 950 (b) 1000 (c) 1050 (d) 1100 และ (e) 1150°C ตามลำดับ

จากรูป 3.8 แสดงผลการเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพอร์ซเลนเซรามิกที่เตรียมได้พบว่าอุณหภูมิเผาซินเทอร์ที่ 950°C ผงพอร์ซเลนไม่สุกตัวขึ้นหรือมีความแน่นตัวต่ำมาก ซึ่งสังเกตได้จากขนาดของชิ้นงานที่แทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลง ดังรูป 3.9



รูป 3.9 ลักษณะของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ (a) 950°C และ (b) 1020°C

และที่อุณหภูมิเผา 1000°C ก็ยังไม่สามารถทำให้เนื้อเซรามิกเกิดการสุกตัวได้อย่างทั่วถึงเช่นกัน โดยสังเกตได้จากมุมของชิ้นงานที่เริ่มมีความโค้งมนแต่ก็ยังมีผิวบางส่วนที่ยังไม่สุกตัว และเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิเผาขึ้นเป็น 1050°C จะทำให้ได้พอร์ซเลนเซรามิกที่มีความสุกตัวขึ้น มุมของชิ้นงานโค้งมนและผิวมีความมันวาวอย่างทั่วถึง อย่างไรก็ตาม ได้ทดลองเผาชิ้นเทอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นอีก เพื่อยืนยันช่วงอุณหภูมิการเผาขึ้นเทอร์ที่ถูกต้อง ซึ่งจากรูป 3.8 (e) และ (f) แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าชิ้นงานถูกเผาที่อุณหภูมิสูงเกินไป จึงเกิดการบวมและมีรูปร่างที่ผิดเพี้ยนไปจากที่ขึ้นรูปไว้ ทั้งนี้ในการทดลองไม่ได้เปลี่ยนอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิและเวลาเผาขึ้นเทอร์เนื่องจากการศึกษาของ Cheung และ Darvell [14] ดังที่ได้กล่าวแล้วในหัวข้อ 2.1.2

เมื่อได้ช่วงอุณหภูมิเผาขึ้นเทอร์ที่เหมาะสม คือ 1000 – 1050°C จึงทำการเผาซ้ำอีกครั้งที่อุณหภูมิในช่วงระหว่าง 1000 ถึง 1050°C เพื่อหาอุณหภูมิเผาขึ้นเทอร์ที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้พอร์ซเลนเซรามิกมีความหนาแน่นสูงที่สุด ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิ 1020°C พอร์ซเลนเซรามิกสูตร 1 มีความหนาแน่นสูงที่สุด คือ 2.38 g/cm^3 [36] เมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น ๆ เมื่อทำซ้ำในทำนองเดียวกันกับพอร์ซเลนบริสุทธิ์จะได้อุณหภูมิขึ้นเทอร์ที่เหมาะสมกับผงผสมสูตรต่าง ๆ โดยใช้ความหนาแน่นของชิ้นงานเป็นเกณฑ์

3.3 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) โดยใช้เครื่อง Siemens-D500 diffractometer (รูป 3.10) ในการตรวจสอบหาเฟสที่สนใจ (Al_2O_3 และ KAlSi_2O_6) โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบน โดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้น ๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับวัดตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่าง ๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีคของรังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.11) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) [37] เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer แล้วจึงเดินเครื่อง

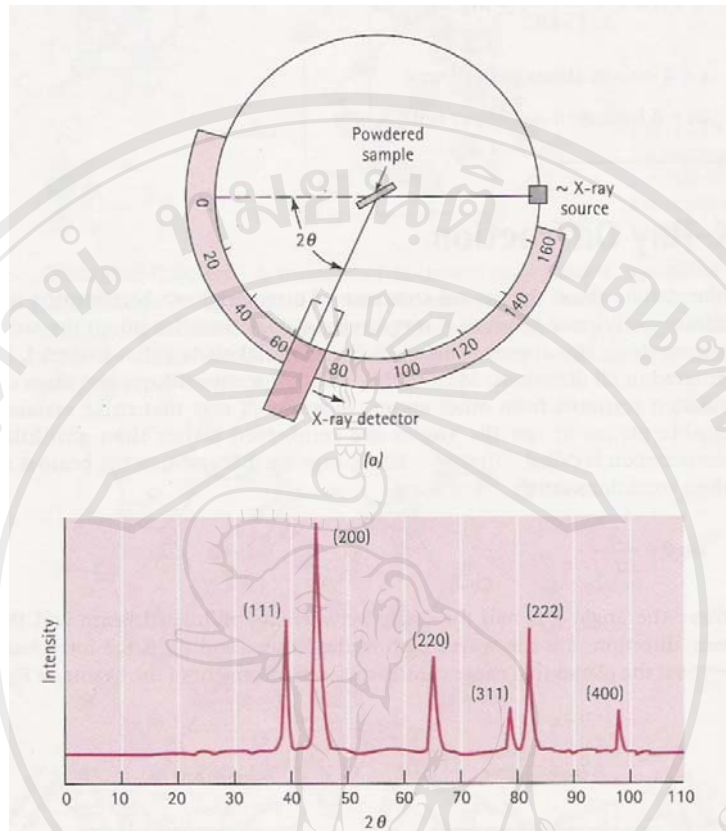
โดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ $1.54 \text{ \AA}$ ออกมาด้วย step ประมาณ 5 องศา/นาทิจากค่ามุม 2θ ที่ 10 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 60 องศา และจากรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สามารถนำข้อมูลมาหาคำนวณหาขนาดของเฟสที่ต้องการศึกษาได้โดยอาศัยสมการของ Scherrer [38]

$$t = \frac{K\lambda}{B_{\text{size}} \cos \theta_B} \quad (3.1)$$

เมื่อ	t	คือ ขนาดของผลึก
	K	คือ ค่าคงที่ มีค่าประมาณ 0.9
	λ	คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ในการทดลองนี้คือ 1.5405 นาโนเมตร
	B_{size}	คือ Full Width at Half Maximum (เรเดียน)
	θ_B	คือ มุมแบรกก์ (องศา)



รูป 3.10 เครื่อง X-ray diffractometer (รุ่น Siemens-D500)



รูป 3.11 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงทองคำ [39]

3.4 การตรวจสอบพฤติกรรมการแจกแจงขนาดอนุภาค (particle size distribution analysis)

ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมการแจกแจงขนาดของอนุภาคอะลูมินาที่ใช้ในการทดลองทั้งขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรและไมโครเมตร โดยใช้เครื่อง particle size analyzer ยี่ห้อ CILAS รุ่น 1064 ดังรูป 3.12 ซึ่งเครื่องนี้อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์ (laser diffraction) กล่าวคือเมื่อมีอนุภาคที่กระจายตัวอยู่ในตัวกลางผ่านลำแสงชั่วระยะเวลาหนึ่ง โดยการใช้สมมติฐานของฟรอนโฮเฟอร์ (Fraunhofer's approximation) ที่ว่าความเข้มของแสงที่เกิดการเลี้ยวเบนมีความสัมพันธ์กับปริมาณของอนุภาคแต่ละขนาด แต่มุมเลี้ยวเบนกลับเป็นสัดส่วนผกผันกับขนาดของอนุภาค และเมื่ออาศัยคอมพิวเตอร์ก็จะสามารถประมวลผลจากข้อมูลการเลี้ยวเบนของแสงเป็นการกระจายตัวของอนุภาคได้ [40]



รูป 3.12 เครื่อง particle size analyzer ยี่ห้อ CILAS รุ่น 1064

3.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

3.5.1 การหาค่าความหนาแน่น (density)

ทำการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) [41] เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดอากาศที่อยู่ภายในเนื้อเซรามิกออก ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ชั่งขณะเปียก (W_2) และนำไปอบในเตาอบให้แห้งเพื่อนำมาชั่งขณะแห้ง (W_1) แล้วจึงนำค่าที่ได้ทั้งหมดมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นตามสมการ 3.2 ดังนี้

$$\rho_c = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.2)$$

เมื่อ ρ_c คือ ความหนาแน่นของเซรามิก

ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิ 25 °C ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.997 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

W_1, W_2 และ W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง ขณะเปียก และในน้ำตามลำดับ

3.5.2 การหาค่าการหดตัวหลังการเผา (shrinkage)

หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเทอร์เรียบร้อยแล้วจึงนำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาค่าการหดตัวของเซรามิกภายหลังการเผาในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) ด้วยการวัดความยาวของแท่งเซรามิกทั้งก่อนและหลังการเผาซินเทอร์ จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาร้อยละการหดตัวของเซรามิกจากสมการ 3.3 ดังนี้

$$\text{การหดตัว (\%)} = \left(\frac{d_1 - d_2}{d_1} \right) \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ d_1 และ d_2 เป็น ความยาวของแท่งเซรามิกก่อนและหลังการเผาซินเทอร์ตามลำดับ

3.5.3 การหาค่าร้อยละของความพรุน

หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเทอร์แล้วจึงนำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาร้อยละของความพรุนด้วยวิธีเศษส่วนปริมาตร (volume fraction) [42] ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงอัตราส่วน (โดยทั่วไปคิดเป็นเปอร์เซ็นต์) ของปริมาตรของเฟสที่สนใจ (รูพรุน) ต่อปริมาตรของเฟสทั้งหมด

เศษส่วนจุด (point fraction) เป็นค่าที่แสดงถึงอัตราส่วน (โดยทั่วไปคิดเป็นเปอร์เซ็นต์) ของจุดที่นับได้ของเฟส หรือองค์ประกอบที่สนใจบนภาพสองมิติของเฟสหรือองค์ประกอบที่ทาบแสงต่อจำนวนของตารางจุดทั้งหมด ซึ่งในทางปฏิบัติสามารถวัดได้โดยการนำตารางสี่เหลี่ยมที่มีจุดตัดที่แน่นอนวางลงบนภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน แล้วนับจำนวนจุดตัดของตารางที่ตัดกับเฟสที่สนใจแล้วหารด้วยจำนวนจุดตัดของทุกเฟส เรียกวิธีการแบบนี้ว่า การหารเศษส่วนปริมาตรแบบ point-fraction โดยมีสูตรในการคำนวณ ดังนี้

$$P_p(i) = \frac{P_i}{P_T} \times 100\% \quad (3.4)$$

เมื่อ $P_p(i)$ คือ ร้อยละของความพรุนของเซรามิก
 P_i คือ จำนวนรูพรุนที่ทับกับจุดตัดของตาราง และ
 P_T คือ จำนวนจุดตัดของตาราง

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกลของเซรามิก

เริ่มต้นจากการเตรียมเซรามิกที่จะนำมาทำการทดสอบโดยการขัดผิวของเซรามิกด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600 800 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาขัดผิวด้วยผงขัดอะลูมินาที่มีความละเอียดประมาณ 1 ไมโครเมตรอีกครั้ง เพื่อที่จะทำให้ผิวทั้งสองด้านของเซรามิกอยู่ในแนวระนาบและเรียบสม่ำเสมอ จากนั้นจึงนำเซรามิกที่ผ่านกระบวนการขัดไปอบในตู้อบอุณหภูมิประมาณ 80°ซ เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง เพื่อให้แห้งหลังจากนั้นจึงนำชิ้นงานมาทำการทดสอบสมบัติทางกลต่าง ๆ ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.6.1 การหาค่าความแข็ง (hardness)

ค่าความแข็งของวัสดุเป็นค่าดัชนีที่สามารถบ่งถึงความสามารถในการต้านทานต่อการรอยขีดข่วนที่บริเวณผิวของวัสดุ โดยปกติแล้วเซรามิกจะถูกจัดอยู่ในกลุ่มของวัสดุที่มีค่าความแข็งสูงมาก หรืออาจกล่าวได้ว่าเซรามิกเป็นวัสดุที่สามารถทนทานต่อการขีดข่วนได้ดี โดยวิธีการวัดค่าความแข็งนั้นสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 รูปแบบ ตามลักษณะของการวัด คือ 1) ค่าความแข็งเชิงเปรียบเทียบ เป็นวิธีการบ่งบอกถึงค่าความแข็งแรงของวัสดุโดยอาศัยการเปรียบเทียบกับค่าความแข็งของวัสดุมาตรฐานซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 10 ระดับ ในสเกลของ Mohs และ 2) ค่าความแข็งที่ได้จากการกด (indentation) เป็นวิธีที่นิยมใช้ในการหาค่าความแข็งของวัสดุมากที่สุดเนื่องจากให้ค่าเป็นตัวเลขที่แน่นอน โดยอาศัยหลักการกดวัสดุที่มีปลายขนาดเล็กลงไปบนผิวหน้าของวัสดุ ด้วยแรงขนาดหนึ่งที่ทราบค่า จากนั้นจึงทำการตรวจสอบลักษณะของรอยกดที่เกิดขึ้นบนผิวของชิ้นงาน ซึ่งค่าความแข็งที่ได้จะเป็นการคำนวณจากแรงที่ให้เทียบกับพื้นที่ของรอยกดที่เกิดขึ้น

ทำการวัดค่าความแข็งด้วยวิธีการกด เพื่อหาค่าความแข็งในหน่วยของนูป (Knoop) และความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (Vickers) โดยใช้เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester : Musushida MXT-07 และ Galileo Microscan 2) ดังแสดงในรูป 3.13 และ 3.14 ซึ่งการหาค่าความแข็งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.5 และ 3.6 ตามลำดับ [43-44] ดังนี้

$$HK = (14.23 \times P) / d^2 \quad (3.5)$$

$$HV = (1.854 \times P) / d^2 \quad (3.6)$$

เมื่อ HK คือ ค่าความแข็งในหน่วยของนูป

HV คือ ค่าความแข็งในหน่วยวิกเกอร์

P คือ น้ำหนักที่ให้แก่หัวกด และ

d คือ ค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด



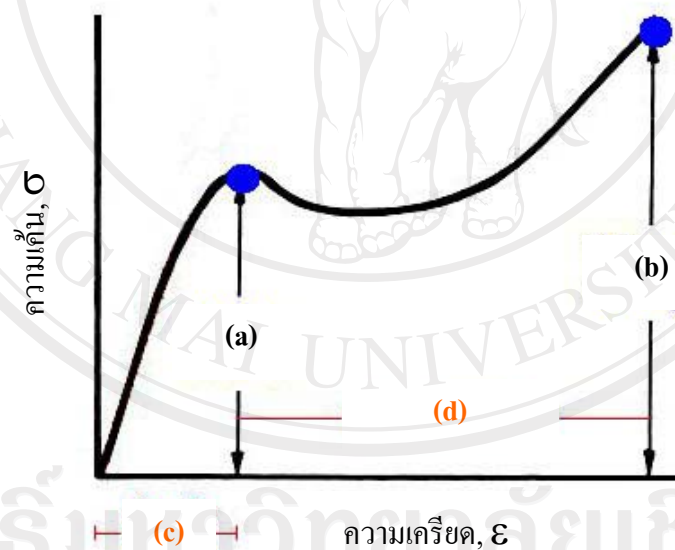
รูป 3.13 เครื่องวัดความแข็งจุลภาค (microhardness tester) รุ่น MXT-07 (Knoop)



รูป 3.14 เครื่องวัดความแข็งจุลภาค (microhardness tester) รุ่น Microscan 2 (Vickers)

3.6.2 การหาค่ามอดูลัสของยัง (Young's Modulus)

ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดในวัสดุนั้นสามารถแสดงได้ดังรูป 3.15 ซึ่งมีรายละเอียดของข้อมูลที่เป็นดัชนีบ่งชี้ถึงพฤติกรรมทางกลของวัสดุ เช่น (a) ความเค้น ณ จุดคราก (yield stress) ที่บ่งบอกถึงจุดสุดท้ายที่ความเครียดของวัสดุยังคงเพิ่มขึ้นตามความเค้นด้วยความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงอยู่ ซึ่งถ้ามีการให้ความเค้นแก่วัสดุไม่เกินจุดนี้ เมื่อเอาความเค้นออก วัสดุจะยังคงสามารถคืนตัวกลับสู่รูปร่างเหมือนเดิมก่อนที่จะได้รับความเค้น ซึ่งจัดอยู่ในช่วงการเปลี่ยนรูปอย่างยืดหยุ่น (elastic region) (ช่วง (c)) ทำให้สามารถบ่งบอกถึงค่าความแข็งแรงของวัสดุในรูปของค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่น (modulus of elasticity, E) ที่สามารถหาได้จากค่าอัตราส่วนระหว่างความเค้นกับความเครียดหรือจากค่าความชันของกราฟในช่วงที่มีการเปลี่ยนรูปอย่างยืดหยุ่น

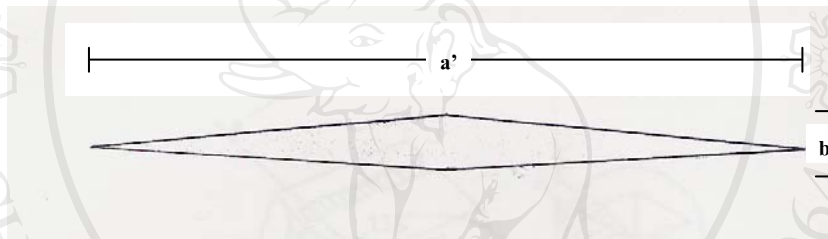


รูป 3.15 รายละเอียดของพฤติกรรมเชิงกลของวัสดุจากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด [45]

ได้ทำการหาค่ามอดูลัสของยังของชิ้นงานพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิตที่มีสัดส่วนองค์ประกอบต่าง ๆ กัน โดยอาศัยการคำนวณจากขนาดของรอยกดที่เกิดขึ้นจากหัวกดแบบนูป (Knoop) ดังแสดงในรูป 3.16 พร้อมกับใช้สมการที่ 3.7 [46] ดังนี้

$$E = \frac{\alpha HK}{[(b/a) - (b'/a')]} \quad (3.7)$$

เมื่อ	E	คือ ค่ามอดูลัสของยัง (GPa)
	α	คือ ค่าคงที่ที่ได้จากการทดลอง สำหรับเซรามิกโดยทั่วไปมีค่าประมาณ 0.45
	HK	คือ ค่าความแข็งในหน่วยของนูน (GPa)
	b/a	คือ ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านยาว สำหรับหัวกดนูนมีค่าเป็น 0.14 และ
	b'/a'	คือ ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาว



รูป 3.16 ลักษณะรูปร่างของรอยกดที่เกิดจากหัวกดนูน

3.6.3 การหาค่าความต้านทานต่อรอยแตก (fracture toughness, K_{IC})

นอกจากนี้ กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดในรูป 3.15 ยังสามารถใช้ในการหาค่าสมบัติทางกลได้อีกค่าหนึ่ง คือ ค่าความต้านทานต่อรอยแตก (fracture toughness, K_{IC}) โดยสามารถหาได้จากพื้นที่ใต้กราฟตั้งแต่จุดเริ่มต้นไปจนถึงจุดแตกหัก (failure point, (b)) แต่เนื่องจากเซรามิกนั้นเป็นวัสดุที่มีช่วงของการเปลี่ยนรูปอย่างถาวร (c) น้อยมาก ทำให้พื้นที่บริเวณใต้กราฟระหว่างความเค้นกับความเครียดของเซรามิกนั้นมีค่าน้อย แต่ก็สามารถทำการหาความต้านทานต่อรอยแตกของเซรามิกได้จากสมการที่ 3.8 โดยทำการหาความต้านทานต่อรอยแตก (K_{IC}) ของพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิตที่มีสัดส่วนองค์ประกอบต่าง ๆ กัน โดยอาศัยการคำนวณจากขนาดของรอยกดที่เกิดขึ้นจากหัวกดแบบวิกเกอร์ (Vickers) ซึ่งทำให้ผิวหน้าของเซรามิกเกิดเป็นรอยแตกจากมุมทั้งสี่ของหัวกด ดังแสดงในรูป 3.17 ซึ่งค่าความต้านทานต่อรอยแตก (K_{IC}) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.8 [47-48] ดังนี้

$$K_{IC} = \frac{\xi P \sqrt{E/H}}{C^{3/2}} \quad (3.8)$$

เมื่อ	K_{IC}	คือ ค่าความต้านทานต่อรอยแตก ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
	ξ	คือ ค่าคงที่ (prefactor) จากการทดลองของ Fischer และ Marx [18] มีค่าประมาณ 0.018
	P	คือ น้ำหนักที่กด (MPa)
	E	คือ ค่ามอดูลัสของยังที่หาได้จากการใช้สมการที่ 3.5
	H	คือ ค่าความแข็งวิกเกอร์ที่หาได้จากสมการที่ 3.4 และ
	C	คือ ค่าความยาวของรอยแตก (m)



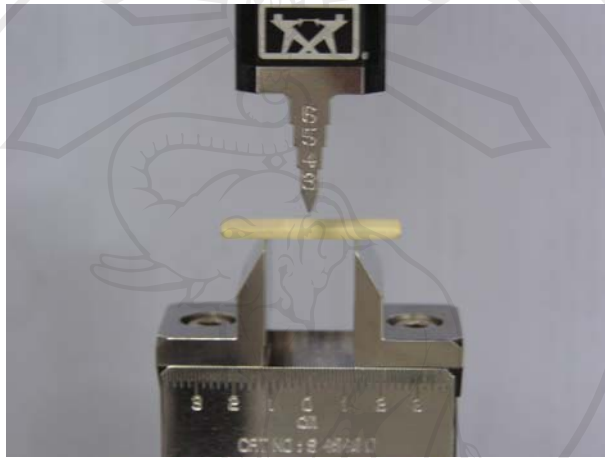
รูป 3.17 ลักษณะของรอยกดที่เกิดจากการใช้หัวกดแบบวิกเกอร์
(C คือ ค่าความยาวของรอยแตก)

3.6.4 การหาค่าความทนแรงดัดโค้ง (flexural strength, M)

ได้ทำการหาค่าความทนแรงดัดโค้ง (M) ของพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิตที่มีสูตรต่าง ๆ เริ่มต้นด้วยการเตรียมเซรามิกที่จะนำมาทดสอบโดยการขัดผิวของเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 100 400 800 1200 ตามลำดับ แล้วจึงนำชิ้นงานมาขัดด้วยผงขัดเพชรที่มีความละเอียดประมาณ 3 และ 1 ไมโครเมตร ตามลำดับ เพื่อให้ชิ้นงานขนาดตามมาตรฐาน ISO 6872:1999 ในการทดสอบแบบกด 3 จุด (three-point bending test) กล่าวคือ ชิ้นงานเซรามิกมีความกว้าง ความยาว และความหนา 4, 20 และ 1.2 มิลลิเมตร ตามลำดับ จากวิธีการทดสอบแบบกด 3 จุด ดังรูป 3.18 โดยการกดน้ำหนักลงตรงกลางชิ้นงานจนกระทั่งชิ้นงานหักด้วยเครื่อง universal testing machine (Instron, Model 5566, MA, USA) ดังรูป 3.19 และการคำนวณจากสมการที่ 3.9 [35] ดังนี้

$$M = \frac{3Wl}{2bd^2} \quad (3.9)$$

เมื่อ	M	คือ ค่าความทนแรงดัดโค้ง (MPa)
	W	คือ น้ำหนักที่กดจนชิ้นงานแตกหัก (N)
	l	คือ ระยะห่างระหว่างจุดกดของเครื่อง (mm)
	b	คือ ความกว้างของชิ้นงาน (mm) และ
	d	คือ ความหนาของชิ้นงาน (mm)



รูป 3.18 การทดสอบแบบกด 3 จุด (three-point bending)



รูป 3.19 universal testing machine (Instron, Model 5566, MA, USA)

3.7 การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองให้หัวข้อ 3.5 และ 3.6 มาวิเคราะห์เพื่อหาค่าเฉลี่ยเลขคณิต ($\bar{X}$) จากสมการ 3.10

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.10)$$

เมื่อ $\bar{X}$ คือ ค่าเฉลี่ยเลขคณิต
 x_i คือ ข้อมูลดิบจากการทดลอง
 n คือ จำนวนข้อมูล

การทดลองนี้เลือกใช้ค่าเฉลี่ยเลขคณิตเป็นตัวแทนของข้อมูล เนื่องจากค่าเฉลี่ยเลขคณิตเป็นการแสดงตัวแทนข้อมูลโดยใช้ข้อมูลดิบทั้งหมด ซึ่งเมื่อข้อมูลดิบมีปริมาณมากพอ (มากกว่า 30 ข้อมูล) ค่าเฉลี่ยเลขคณิตที่คำนวณได้ก็จะมีควมน่าเชื่อถือ และสามารถนำมาใช้เป็นตัวแทนของข้อมูลได้

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation, SD) ของข้อมูลสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.11

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (3.11)$$

เมื่อ SD คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
 x_i คือ ข้อมูลดิบจากการทดลอง
 $\bar{x}$ คือ ค่าเฉลี่ยเลขคณิต
 n คือ จำนวนข้อมูล

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป็นการวัดการกระจายตัวของข้อมูล การวัดการกระจายด้วยวิธีนี้หาจากรากที่สองของกำลังสองของข้อมูลดิบที่เบี่ยงเบนจากค่าแนวโน้มเข้าสู่ส่วนกลาง (ค่าเฉลี่ยเลขคณิต) ถ้าข้อมูลกระจายมาก ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานจะมีค่ามาก และในทางตรงกันข้าม ถ้าข้อมูลกระจายน้อย ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานจะมีค่าน้อย วิธีนี้สามารถวัดการกระจายของได้ดีเพราะใช้ข้อมูลดิบทุกตัวมาคิดคำนวณ [49]

3.8 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก

นำชิ้นงานพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิต ที่ผ่านกระบวนการเผาซินเทอร์ด้วยเงื่อนไขที่แตกต่างกันมาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาคด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy หรือ SEM) ดังแสดงในรูป 3.20 เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาประกอบในการอธิบายถึงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาค และการแน่นตัวของเซรามิก โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานมาทำความสะอาดพื้นผิวก่อนด้วยการใช้เครื่องอัลตราโซนิคส์เป็นเวลานาน 15 - 30 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออกไปจากผิวหน้าชิ้นงานจากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงนำแต่ละชิ้นไปติดบนแท่นทองเหลือง (stub) ด้วยเทปกาวสองหน้าแบบบางโดยจัดให้ผิวหน้า (surface) และรอยแตก (fracture) ของชิ้นงานเซรามิกวางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการตรวจสอบด้วยเทคนิค SEM ทำการเคลือบผิวหน้า และรอยหักของชิ้นงานเซรามิกด้วยทองคำสำหรับทำเป็นขั้วไฟฟ้า โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 40 วินาที จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดต่อไป



รูป 3.20 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รุ่น JSM 840A)