



การขึ้นรูปและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบเซอร์โคเนียผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง
PROCESSING AND PROPERTIES OF ZIRCONIA-ALUMINA COMPOSITE FABRICATED
BY POWDER INJECTION MOULDING



นัทพร แซ่ลี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

2563

การขึ้นรูปและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบเซรามิกเหนียวผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

PROCESSING AND PROPERTIES OF ZIRCONIA-ALUMINA COMPOSITE FABRICATED
BY POWDER INJECTION MOULDING



NALATTAPORN SAELEE

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of MASTER OF SCIENCE

(Materials Science)

Faculty of Science, Srinakharinwirot University

2020

Copyright of Srinakharinwirot University

ปริญญานิพนธ์

เรื่อง

การขึ้นรูปและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบเซรามิกเหนียวผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

ของ

นลัทพร แซ่ลี

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

(รองศาสตราจารย์ นายแพทย์ฉัตรชัย เอกปัญญาสกุล)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์

..... ที่ปรึกษาหลัก	 ประธาน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปณิธาน วนากมล)	(รองศาสตราจารย์ ดร.จนา พรประเสริฐสุข)
..... ที่ปรึกษาร่วม	 กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ณัฐจิตา ชวนเกริกกุล)	(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อนิชา หมั่นนักดี)

ชื่อเรื่อง	การขึ้นรูปและสมบัติของวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนียผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง
ผู้วิจัย	นัทพร แซ่ลี
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
ปีการศึกษา	2563
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปณิธาน วนากมล
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐिता ชวนเกริกกุล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการผลิตวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนียผสมอะลูมินาด้วยกระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง และศึกษาอัตราส่วนของอะลูมินาที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบเฟสและสมบัติทางกลของวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนียผสมอะลูมินา ในการผลิตมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของอะลูมินา ตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% โดยแบ่งออกเป็น 6 เงื่อนไขตามสัดส่วนการเติมอะลูมินาคือ A0 A10 A20 A30 A40 และ A50 การเตรียมชิ้นงานประกอบด้วย 4 ขั้นตอน ขั้นแรกเป็นการเตรียมสารตั้งต้น (Feedstock) ซึ่งประกอบด้วยผงเซรามิกกับวัสดุประสาน โดยใช้สัดส่วนผงต่อวัสดุประสานเท่ากับ 38:62 vol% ผงเซรามิกประกอบด้วยเซอริโคเนียกับอะลูมินา วัสดุประสานประกอบด้วยพอลิเอธิลีนไกลคอลและพอลิไวนิลบิวทีรอลในสัดส่วน 80:20 wt% พอลิเอธิลีนไกลคอลช่วยในการไหลของผง และพอลิไวนิลบิวทีรอลช่วยยึดเกาะผงวัสดุให้ชิ้นงานคงรูปได้ ในขั้นตอนที่สองคือการฉีดขึ้นรูปชิ้นงานใช้อุณหภูมิ 190 °C ชิ้นงานที่ได้มีลักษณะแท่งยาว ในขั้นตอนที่สามคือการกำจัดตัวประสานแยกเป็นสองส่วนคือ การกำจัดตัวประสานด้วยน้ำสำหรับพอลิเอธิลีนไกลคอล และการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนสำหรับพอลิไวนิลบิวทีรอลที่อุณหภูมิ 450 °C ซึ่งต่อเนื่อกับกระบวนการสุดท้ายคือการเผาผนึก ที่อุณหภูมิ 1450 °C ชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ได้หลังการเผาผนึกมีการหดตัวลงเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานก่อนการเผาผนึก โดยชิ้นงาน A0 มีการหดตัวมากที่สุด จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ในชิ้นงาน A0 เนื้อวัสดุมีความเรียบเป็นเนื้อเดียวเมื่อเพิ่มสัดส่วนอะลูมินาเป็น 10 vol% ความเป็นเนื้อเดียวกันลดลงเล็กน้อย และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของอะลูมินามากขึ้น พบว่าทำให้การฉีกตัวของอนุภาคลดลงและมีรูพรุนเกิดขึ้นในชิ้นงาน ผลการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS แสดงการกระจายตัวของอะลูมินาแทรกอยู่ในเซอริโคเนีย ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก เฟสที่พบได้แก่ เซอริโคเนียเฟสเตตระโกนอล อะลูมินาเฟสคอร์ันดัมซึ่งพบเมื่อมีอะลูมินา 10 vol% ขึ้นไปและเพิ่มตามสัดส่วนอะลูมินาใน และเซอริโคเนียเฟสโมโนคลินิกซึ่งเริ่มปรากฏชัดเจนเมื่อมีอะลูมินา 20 vol% ขึ้นไป การวิเคราะห์ความหนาแน่นและความพรุนด้วยวิธีการของอาร์คิมิดีสแสดงความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ลดลงในขณะที่ความพรุนเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินา ที่สัดส่วนอะลูมินา 10 vol% ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มากที่สุดคือ 91% สำหรับผลการทดสอบสมบัติทางกล ความต้านทานการดัดโค้งและมอดูลัสยืดหยุ่นมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติมอะลูมินาและมีค่าสูงสุดเมื่อมีอะลูมินา 10 vol% และมีแนวโน้มลดลงเมื่อมีการเติมอะลูมินา 20 ถึง 50 vol% โดยมีค่าความต้านทานการดัดโค้งสูงสุด 290 MPa และมอดูลัสยืดหยุ่นสูงสุด 47 GPa สำหรับความแข็งมีแนวโน้มลดลงกับสัดส่วนอะลูมินา ซึ่งสัมพันธ์กับโครงสร้างจุลภาคซึ่งปริมาณรูพรุนหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคจะ เพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน โดยความแข็งมีค่าสูงสุด 1343 HV เมื่อไม่เติมอะลูมินา และ 1235 HV เมื่อเติมอะลูมินา 10 vol% วัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนียผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงในงานวิจัยนี้มีความหนาแน่นและสมบัติทางกลที่เหมาะสมที่สุดเมื่อเติมอะลูมินา 10 vol%

คำสำคัญ : การฉีดขึ้นรูปวัสดุผง, เซอริโคเนีย, อะลูมินา

Title	PROCESSING AND PROPERTIES OF ZIRCONIA-ALUMINA COMPOSITE FABRICATED BY POWDER INJECTION MOULDING
Author	NALATTAPORN SAELEE
Degree	MASTER OF SCIENCE
Academic Year	2020
Thesis Advisor	Assistant Professor Dr. Panitarn Wanakamol
Co Advisor	Associate Professor Dr. Nutthita Chuankrerkkul

This work investigates the fabrication of zirconia-alumina composites via powder injection molding and the influence of alumina addition on morphology, phase composition and the mechanical properties of zirconia-alumina composites. The alumina content varied between 0-50 vol% and there were six sample conditions for alumina addition: A0, A10, A20, A30, A40 and A50. The fabrication had four steps. First, feedstock was prepared using ceramic powders and polymeric binders, with a powder-to-binder ratio of 38:62 vol%. The ceramic powders were zirconia and alumina. The binders consisted of polyethylene glycol (PEG) and polyvinyl butyral (PVB) at a ratio of 80:20wt%. PEG enhanced flowability and PVB was the backbone of the injected pieces. Second, feedstock was injected into a rectangular mold, with a 190 °C injection temperature. Third, PEG was removed using water debinding and PVB was removed by thermal debinding at 450°C. Finally, sintering at 1450°C, also used thermal debinding. The samples exhibited large shrinkage and the A0 samples contracted the most. From a SEM microstructure analysis of the sintered samples, the sample with 0 vol% alumina (A0) was smooth, with well-fused zirconia particles. With a small addition of alumina at 10 vol%, the particles appeared slightly disconnected. With more alumina content, the particles were disconnected and more porous. The elemental analysis using EDS revealed alumina aggregates in the zirconia matrix. From x-ray diffraction analysis (XRD), the samples exhibited a tetragonal zirconia phase in all alumina conditions, aluminum oxide phase A10 to A50, and the monoclinic zirconia phase in A20-A50. The density and porosity analyses via Archimedes' method, relative density gradually decreased with increasing alumina content while the porosity change was the opposite. A10 had the highest relative density at 91%. The mechanical properties of zirconia-alumina composites showed flexural strength and the flexural modulus increased at small alumina addition. The flexural strength and flexural modulus were highest at 10 vol% alumina, at 290 MPa and 47 GPa, respectively. With higher alumina addition at 20-50 vol%, strength and modulus became lower. Vickers hardness gradually decreased with increased alumina content. A0 and A10 yielded highest hardness values of 1343HV and 1235HV, respectively. Conclusively, the properties of zirconia-alumina composites, fabricated via powder injection molding in this work, were optimized at 10 vol% alumina addition.

Keyword : Powder injection molding, Zirconia, Alumina

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากการสนับสนุนและช่วยเหลือในด้านวิชาการ การดำเนินงานวิจัยจากบุคคลทั้งหลายและสถานที่ในการทำวิจัยที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปณิธาน วนากมล และอาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ร่วม รองศาสตราจารย์ ดร.ณัฐธิดา ชวนเกริกกุล ให้คำปรึกษาและคำแนะนำดีๆ เพื่อเป็นแนวทางแก้ไขปัญหาลดระยะเวลาในการทำวิจัย อีกทั้งตรวจสอบและแก้ไขข้อผิดพลาด ทำให้ปริญญานิพนธ์นี้ถูกต้องและเสร็จลุล่วง

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อนิชา หมั่นภักดี ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเป็นคณะกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ รวมไปถึงแก้ไขรูปเล่มปริญญานิพนธ์ให้ถูกต้อง

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข จากจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเป็นประธานสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ ให้ความรู้และชี้แนะเพิ่มเติมสำหรับรูปเล่มปริญญานิพนธ์ให้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ อาจารย์ทุกๆ ท่านในภาควิชาวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ให้กำลังใจ สนับสนุนและความช่วยเหลือเสมอในการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบคุณ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒและสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับสถานที่ในการดำเนินงานวิจัย

ท้ายที่สุด ขอขอบคุณพี่ๆ และเพื่อนๆ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ให้ความช่วยเหลือ แนะนำตลอดการดำเนินงานวิจัย

นลัทพร แซ่ลี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย.....	1
วัตถุประสงค์.....	2
ขอบเขตของงานวิจัย	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทบทวนวรรณกรรม.....	4
1. เซอร์โคเนีย (Zirconia).....	4
2. อะลูมินา (Alumina)	9
3. เซอร์โคเนียผสมอะลูมินา (Alumina toughened zirconia: ATZ)	11
4. กระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Powder injection moulding)	14
5. เครื่องมือและวิธีการวิเคราะห์ทดสอบ	17
5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy)	17
5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD).....	19
5.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness test)	20
5.4 การทดสอบการดัด (Flexural test)	22

5.5 การวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)	23
6. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
6.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง.....	24
6.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนีย-อะลูมินาจากการขึ้นรูปอื่นๆ	26
บทที่ 3 วิธีการดำเนินวิจัย.....	30
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	30
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	31
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	31
3.4 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์.....	31
3.5 สถานที่ดำเนินงานวิจัย	32
3.6 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	32
3.6.1 เตรียมและวิเคราะห์สารตั้งต้น.....	34
3.6.2 เตรียม feedstock	34
3.6.3 ผลิตภัณฑ์งานโดยการฉีดขึ้นรูปด้วยผง	36
3.6.4 กำจัดตัวประสาน (Debinding)	37
3.6.5 การเผาผนึก (Sintering)	38
3.6.6 ทดสอบการดัด (Flexural test).....	39
3.6.7 ทดสอบความแข็ง (Hardness test).....	39
3.6.8 ทดสอบวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)	39
3.6.9 วิเคราะห์โครงสร้างผลึก	40
บทที่ 4 ผลการศึกษา	42
4.1 ลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	42
4.1.1 การกระจายตัวของอนุภาคผงเซรามิก (Particle distribution)	42

4.1.2 ลักษณะสัณฐานของผงเซรามิก	42
4.1.3 องค์ประกอบเคมีของผงเซรามิก	45
4.1.4 ความเสถียรทางความร้อนของตัวประสาน	47
4.2 การทดลองการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ (Leaching experiments)	49
4.3 ลักษณะของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก	52
4.4 โครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบเคมีของพื้นผิว	55
4.4.1 ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป	55
4.4.2 ชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ	59
4.4.3 ชิ้นงานหลังการเผาผนึก	62
4.6 ความหนาแน่นและความพรุน (Density and Porosity)	67
4.7 องค์ประกอบทางเฟสของพื้นผิว	72
4.8 สมบัติทางกล (Mechanical properties)	78
4.8.1 ความต้านทานการดัดโค้ง (Flexural strength)	78
4.8.2 โมดูลัสยืดหยุ่น (Flexural modulus)	82
4.9 ความแข็ง (Hardness)	86
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	89
5.1 สรุปผลการทดลอง	89
5.2 ข้อเสนอแนะ	92
บรรณานุกรม	93
ภาคผนวก	97
ประวัติผู้เขียน	115

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 1 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter)	5
ตาราง 2 แสดงสมบัติทางกลของเซอร์โคเนียที่เติมสารรักษาเสถียรภาพชนิดต่างๆ.....	9
ตาราง 3 แสดงสมบัติของ α - Al_2O_3	10
ตาราง 4 สมบัติทางกลของเซอร์โคเนีย-อะลูมินา.....	13
ตาราง 5 แสดงตัวประสานต่างๆ ที่ใช้ในการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง	16
ตาราง 6 แสดงคุณสมบัติของผงวัสดุและวัสดุประสาน	30
ตาราง 7 แสดงสัดส่วนผงและตัวประสานของแต่ละเงื่อนไข	35
ตาราง 8 แสดงความหนาแน่นของสารตัวอย่าง.....	40
ตาราง 9 เงื่อนไขการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก	41
ตาราง 10 เปรียบเทียบค่ามวลก่อนและมวลหลังการกำจัดตัวประสาน	51
ตาราง 11 แสดงค่าคุณสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก ได้แก่ น้ำหนัก ขนาดและปริมาตรโดยเฉลี่ยจากชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข	54
ตาราง 12 เปรียบเทียบการหดตัวของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก	55

สารบัญรูปภาพ

หน้า

ภาพประกอบ 1 แสดงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย (A) โมโนคลินิก (B) เตตระโกนอล (C) คิวบิก	5
ภาพประกอบ 2 แสดงเฟสไดอะแกรมของเซอร์โคเนีย	6
ภาพประกอบ 3 แสดงการเกิด Partially stabilized zirconia (PSZ) และ Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) ในระบบ $ZrO_2 - Y_2O_3$	8
ภาพประกอบ 4 แสดงขนาดเกรนเริ่มต้นเมื่อมีการเติมสัดส่วนต่างๆ ของ Y_2O_3	8
ภาพประกอบ 5 แสดงโครงสร้างผลึกของแอลฟาอะลูมินา	10
ภาพประกอบ 6 แสดงเฟสไดอะแกรมของเซอร์โคเนีย-อะลูมินา	12
ภาพประกอบ 7 แสดงโครงสร้างจุลภาคภาคตัดขวางของ 50 wt% Al_2O_3 + 50 wt% ZrO_2	12
ภาพประกอบ 8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ 20 wt% Al_2O_3 + 80 wt% ZrO_2 เฝื่อนที่ 1,500 °C	13
ภาพประกอบ 9 แสดงกระบวนการขึ้นรูปวัสดุผง	15
ภาพประกอบ 10 แสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	19
ภาพประกอบ 11 แสดงหลักการของ Bragg's Law	20
ภาพประกอบ 12 แสดงรูปร่างของหัวกดแบบวิกเกอร์	21
ภาพประกอบ 13 แสดงการทดสอบความต้านทานแรงดัดแบบกดสามจุด (3-point bending) ...	22
ภาพประกอบ 14 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	33
ภาพประกอบ 15 ผงอะลูมินาที่อุณหภูมิ 100 °C	34
ภาพประกอบ 16 ส่วนผสมผงเซรามิกและพอลิไวนิลบิวทีเรต หลังจากทิ้งไว้ให้แห้งเป็นเวลา 1 วัน	35
ภาพประกอบ 17 ลักษณะของ feedstock ที่ฉีดวนครบก่อนการขึ้นรูป	36
ภาพประกอบ 18 ลักษณะของชิ้นงานที่ยังอยู่ในแม่พิมพ์	36

ภาพประกอบ 19 ลักษณะตัวอย่างของชิ้นงานในแต่ละขั้นตอน ขึ้นบนคือ ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ขึ้นกลางคือชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ ขึ้นล่างคือ ชิ้นงานหลังการเผาผนึก	37
ภาพประกอบ 20 ชิ้นงานในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40 °C ระหว่างการกำจัดตัวประสาน พอลิเอธิลีนไกลคอล	38
ภาพประกอบ 21 แผนภาพการให้ความร้อนแสดงอุณหภูมิและเวลาในการกำจัด PVB และการเผา ผนึก	38
ภาพประกอบ 22 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงเซรามิก	42
ภาพประกอบ 23 เซอร์โคเนียก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพบน) และหลังการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพล่าง) ที่กำลังขยาย 100 และ 500 เท่า.....	43
ภาพประกอบ 24 อะลูมินาก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพบน) หลังการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพ ล่าง) ที่กำลังขยาย 1,000 และ 5,000 เท่า.....	44
ภาพประกอบ 25 ผลการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงเซอร์โคเนียก่อนและหลังการร่อนผ่าน ตะแกรง	45
ภาพประกอบ 26 ผลการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงอะลูมินาก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรง	46
ภาพประกอบ 27 ตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงเซอร์โคเนีย (a) ก่อนการร่อนผ่าน ตะแกรง (b) หลังการร่อนผ่านตะแกรง กำลังขยาย 500 เท่า แถบสเกลยาว 50 ไมโครเมตร.....	46
ภาพประกอบ 28 ตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงอะลูมินา (a) ก่อนการร่อนผ่าน ตะแกรง (b) หลังการร่อนผ่านตะแกรง กำลังขยาย 1,000 เท่า แถบสเกลยาว 10 ไมโครเมตร.....	47
ภาพประกอบ 29 การวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของ PEG.....	48
ภาพประกอบ 30 ผลการวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของ PVB	49
ภาพประกอบ 31 กราฟแสดงมวลของชิ้นงานที่หายไปในแต่ละช่วงเวลา ในชิ้นงานฉีดขึ้นรูปที่มีการ เติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%.....	51
ภาพประกอบ 32 ลักษณะชิ้นงานที่ได้จากการฉีดขึ้นรูป ที่การเติมอะลูมินาที่ต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol%.....	53

ภาพประกอบ 33 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 5,000 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร	57
ภาพประกอบ 34 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 30 vol% (c) 50 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (C1) ถึง (C3) คือ ธาตุคาร์บอน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอโรโคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม.....	58
ภาพประกอบ 35 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 5,000 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร	60
ภาพประกอบ 36 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 30 vol% (c) 50 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (C1) ถึง (C3) คือ ธาตุคาร์บอน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอโรโคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม.....	61
ภาพประกอบ 37 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 2,000 เท่า แถบสเกลยาว 10 ไมโครเมตร	62
ภาพประกอบ 38 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 5,000 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร	63
ภาพประกอบ 39 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 10,000 เท่า แถบสเกลยาว 1 ไมโครเมตร	64
ภาพประกอบ 40 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 (b) 10 (c) 20 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอโรโคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม	65

ภาพประกอบ 41 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (d) 30 (e) 40 (f) 50 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอร์โคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม	66
ภาพประกอบ 42 EDS แสดงปริมาณธาตุภายในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน	67
ภาพประกอบ 43 กราฟแสดงสัดส่วนความพรุนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	71
ภาพประกอบ 44 กราฟแสดงสัดส่วนความหนาแน่นสัมพัทธ์เทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%.....	71
ภาพประกอบ 45 กราฟแสดงสัดส่วนความหนาแน่นสัมพัทธ์และความพรุนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%.....	72
ภาพประกอบ 46 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 vol%	74
ภาพประกอบ 47 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 10 vol%	75
ภาพประกอบ 48 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 20 vol%	75
ภาพประกอบ 49 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 30 vol%	76
ภาพประกอบ 50 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 40 vol%	76
ภาพประกอบ 51 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 50 vol%	77
ภาพประกอบ 52 กราฟแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1,450 °C ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	77

ภาพประกอบ 53 กราฟแสดงความต้านทานการตัดโค้งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	80
ภาพประกอบ 54 กราฟแสดงความต้านทานการตัดโค้งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	81
ภาพประกอบ 55 กราฟแสดงความต้านทานการตัดโค้งเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปและหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	82
ภาพประกอบ 56 กราฟแสดงมอดูลัสยืดหยุ่นเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	84
ภาพประกอบ 57 กราฟแสดงมอดูลัสยืดหยุ่นเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%	85
ภาพประกอบ 58 กราฟแสดงมอดูลัสยืดหยุ่นเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปและหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%.....	85
ภาพประกอบ 59 กราฟแสดงความแข็งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%.....	88

บทที่ 1

บทนำ

ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ปัจจุบันประเทศไทยกำลังก้าวเข้าสู่สังคมผู้สูงอายุ โดยมีประชากรวัยสูงอายุที่มีอายุเกิน 60 ปีบริบูรณ์ขึ้นไปจำนวนมาก โดยมีจำนวนผู้สูงอายุร้อยละ 16.80 ของประชากรทั้งหมดของประเทศ ในอนาคตจำนวนผู้สูงอายุมีแนวโน้มจะเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ ปัญหาที่พบในผู้สูงอายุคือปัญหาด้านสุขภาพปาก เช่นปัญหาภายในช่องปาก การทำงานของอวัยวะลดประสิทธิภาพลง เนื่องจากการเสื่อมสภาพตามวัย อันเกิดจากพฤติกรรมกรรมการทำความสะอาดช่องปากและพฤติกรรมอื่นๆ เช่นการสูบบุหรี่และการดื่มแอลกอฮอล์ ทำให้เป็นปัญหาสำหรับผู้สูงอายุ ส่งผลต่อการรับประทานอาหารและการสื่อสารกับบุคคลสาธารณะ วิธีการแก้ปัญหาคือการใส่ฟันเทียมใส่รากเทียมและการครอบฟันเป็นต้น

วัสดุเซรามิกเป็นวัสดุที่นิยมในการบูรณะฟัน (Dental implant) สามารถใช้ผลิตวัสดุฟันสำหรับการจัดฟันแบบแน่น (Orthodontic brackets) ครอบฟัน (Crowns) และสะพานฟัน (Bridges) เป็นต้น (Moraes, Elias, Filho, & Oliveira, 2004) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเซอโรโคเนีย (Zirconia) ซึ่งเป็นสารประกอบประเภทเซรามิกที่รู้จักกันในชื่อของเซอโรโคเนียไดออกไซด์ (Zirconium dioxide) เนื่องจากให้สีที่ใกล้เคียงกับสีธรรมชาติของฟัน ชุ่มและทึบแสง เข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) ทนต่อการสึกกร่อน (Wear-resistant) และทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion resistant) (Khemaleelakul & Suphannakorn, 2006; Sequeira, Fernandes, Neves, & Almeida, 2017) เซอโรโคเนียมีคุณสมบัติทางกลที่ดี ได้แก่ความแข็งแรงสูง (High flexural strength) และความแกร่งสูง (High toughness) ความแกร่งที่สูงเกิดจากการที่เซอโรโคเนียบริสุทธิ์มีการเปลี่ยนเฟส (Phase transformation) อันเนื่องมาจากความเค้น (Stress) เป็นตัวชักนำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสแบบมาร์เทนซิติค (Martensitic transformation) จากเฟสเตตระโกนอล (Tetragonal phase) ไปเป็นเฟสโมโนคลินิก (Monoclinic phase) (H. L. C. s. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) ทำให้เซอโรโคเนียมีความแกร่งสูงกว่าแก้วและเซรามิกทั่วไป นอกจากการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุฝังชีวภาพ (Implant biomaterial) เซอโรโคเนียยังนิยมใช้เป็นเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ชนิดแข็ง (Solid oxide fuel cells) (Green, Hannink, & Swain, 2018; Maji & Choubey, 2018; H. L. C. s. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) ดังนั้นเซอโรโคเนียจึงเป็นวัสดุที่สำคัญในการพัฒนาทางการแพทย์และทางด้านพลังงาน ที่ผ่านมามีการปรับปรุงคุณภาพของเซอโรโคเนียโดยการผสมธาตุอื่นๆเข้ากับเซอโรโคเนีย เพราะแม้จะมีคุณสมบัติที่โดดเด่นคือ

ความแข็งแรงและความแกร่งสูง แต่มีมอดูลัสยืดหยุ่นต่ำ (Low Young's modulus) ในงานวิจัยนี้สนใจศึกษาเซอโรโคเนียผสมอะลูมินาที่เรียกว่า Alumina Toughened Zirconia หรือ ATZ เนื่องจากอะลูมินามีค่ามอดูลัสยืดหยุ่นที่สูงกว่าเซอโรโคเนียเป็น 2 เท่าจึงอาจช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางมอดูลัสยืดหยุ่นด้วยอนุภาคของอะลูมินาที่เติมเข้าไปในเมทริกซ์เซอโรโคเนีย (Lange & Rockwell International Thousand Oaks Ca Science, 1981) โดยปกติแล้วสารประกอบ ATZ จะถูกใช้ในงานที่ด้านความสึกหรอหรือด้านรอยขีดข่วนในเครื่องมือตัดและวัสดุชีวการแพทย์สำหรับฝังในสโวก (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015)

โดยทั่วไปกระบวนการผลิต ATZ จะถูกขึ้นรูปด้วยการเทหล่อ (Slip casting) (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) หรือการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressed) (Kern & Gadow, 2012; Sequeira et al., 2017; Tang, Lim, Lee, Lee, & Cho, 2012) สำหรับกระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Powder Injection Moulding หรือ PIM) เป็นกระบวนการขึ้นรูปอีกประเภทที่ยังไม่มีการศึกษาแพร่หลายนักในเซอโรโคเนีย กระบวนการ PIM เป็นการฉีดขึ้นรูปโดยมีผงเป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนหลักอยู่ 4 ขั้นตอน คือ การเตรียมส่วนผสม (Feedstock preparation) การฉีดขึ้นรูป (Injection moulding) การกำจัดตัวประสาน (Debinding) และการเผาผนึก (Sintering) ข้อดีสำหรับ PIM คือสามารถผลิตวัสดุที่มีความซับซ้อนและมีขนาดเล็กหรือวัสดุที่มีรูปร่างใกล้เคียงกับผลิตภัณฑ์มากที่สุด วัสดุดิบส่วนเกิน (Excess feedstock) จะสามารถนำกลับมาใช้ได้อีกและที่น่าสนใจคือในกระบวนการนี้การฉีดขึ้นรูปใช้อุณหภูมิต่ำ (Chuankrerkkul, Charoenkijmongkol, Somboonthanasarn, Auechalitanukul, & McCuiston, 2015) ในงานวิจัยนี้มีความมุ่งหมายที่จะขึ้นรูปและศึกษาสมบัติของ ATZ ที่ผลิตด้วยกระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงโดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่เป็นตัวแปรในการผลิตและผลของตัวแปรในการผลิตต่อสมบัติของชิ้นงาน

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาวิธีการผลิตเพื่อผลิตชิ้นงานเซอโรโคเนียและเซอโรโคเนียผสมอะลูมินาโดยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง
2. ศึกษาผลของอัตราส่วนของอะลูมินาที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของชิ้นงาน
3. ศึกษาผลของอัตราส่วนอะลูมินาที่มีต่อสมบัติทางกลของชิ้นงาน

ขอบเขตของงานวิจัย

1. ผลิตชิ้นงานเซอริโคเนียและเซอริโคเนียผสมอะลูมินาโดยการฉีดขึ้นรูปด้วยผงโดยปรับอัตราส่วนของอะลูมินาของสารตั้งต้น (Feedstock) ในช่วง 0 ถึง 50 vol% แล้วนำชิ้นงานไปเผาผนึก อุณหภูมิการเผาผนึก 1450 °C
2. ศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติของชิ้นงาน
3. หาความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)
4. วิเคราะห์โครงสร้างผลึก (XRD) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์
5. วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)
6. ทดสอบสมบัติทางกลโดยการทดสอบการดัด (Flexural Test) และการทดสอบความแข็ง (Hardness Test)

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการขึ้นรูปชิ้นงานเซอริโคเนียและเซอริโคเนียผสมอะลูมินาด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง และทราบถึงผลของอัตราส่วนอะลูมินาที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างผลึกและสมบัติทางกลของชิ้นงานเซอริโคเนียผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

บทที่ 2

บททวนวรรณกรรม

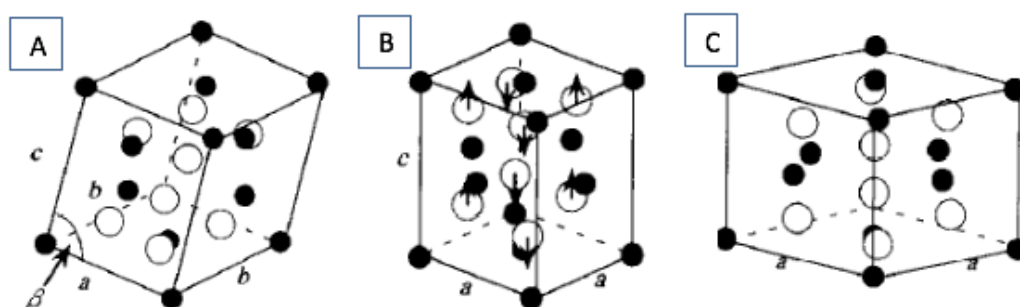
ในการทำงานวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยตามหัวข้อดังต่อไปนี้

1. เซอร์โคเนีย (Zirconia)
2. อะลูมินา (Alumina)
3. เซอร์โคเนียผสมอะลูมินา (Alumina toughened zirconia: ATZ)
4. กระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Powder injection moulding)
5. เครื่องมือและวิธีการวิเคราะห์ทดสอบ
 - 5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy)
 - 5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD)
 - 5.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness test)
 - 5.4 การทดสอบการดัด (Flexural test)
 - 5.5 การวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)
6. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
 - 6.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง
 - 6.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุเชิงประกอบเซอร์โคเนีย-อะลูมินาจากการขึ้นรูปอื่นๆ

1. เซอร์โคเนีย (Zirconia)

เซอร์โคเนียหรือเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ เป็นที่รู้จักกันในการค้าอัญมณีว่า เซอร์คอน (Zircon) เป็นเซรามิกที่มีคุณสมบัติเหมาะสมต่อการใช้งานหลายประการได้แก่ วัสดุผงเนื่องจากเข้าได้ทางชีวภาพกับร่างกายเช่นฟันหรือกระดูกข้อต่อ (Green et al., 2018) มีความแข็งและความแกร่งสูง ทนต่อรอยขีดข่วน ไม่ทำปฏิกิริยาและทนการกัดกร่อน ทำให้สามารถประยุกต์ใช้ในโรงหล่อ รวมทั้งประยุกต์ใช้กับเครื่องยนต์เผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงเหมาะสำหรับทำ อิเล็กโทรไลต์ชนิดของแข็งในเซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells) และออกซิเจนเซนเซอร์ (Piconi & Maccauro, 1999)

เซอร์โคเนียมีสูตรทางเคมีคือ ZrO_2 เซอร์โคเนียบริสุทธิ์มีรูปผลึก 3 รูปแบบ โมโนคลินิก (Monoclinic), เตตระโกนอล (Tetragonal) และคิวบิก (Cubic) ดังภาพประกอบ 1 โดยมีแลตทิซพารามิเตอร์ที่ต่างกัน ดังตาราง 1 ทั้งสามเฟสเกิดในช่วงอุณหภูมิที่ต่างกัน ได้แก่ โมโนคลินิกในช่วงอุณหภูมิห้องถึง $1,170^\circ\text{C}$ เตตระโกนอล (Tetragonal) ในช่วงอุณหภูมิ $1,170$ ถึง $2,370^\circ\text{C}$ และคิวบิก (Cubic) ในช่วงอุณหภูมิ $2,370^\circ\text{C}$ ขึ้นไปจนถึงจุดหลอมเหลว (Yashima, Kakihana, & Yoshimura, 1996) ดังภาพประกอบ 2



ภาพประกอบ 1 แสดงโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย (A) โมโนคลินิก (B) เตตระโกนอล (C) คิวบิก

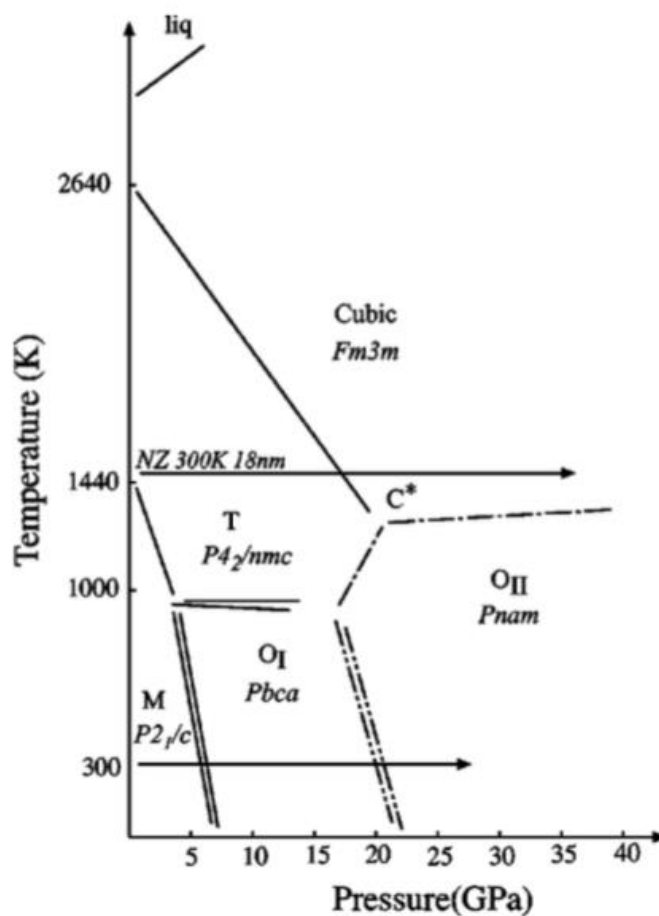
ที่มา: (Yashima et al., 1996)

ตาราง 1 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter)

Type Zirconia	Temperature ($^\circ\text{C}$)	a	b	c	β	Ref.
Monoclinic	room	0.5169	0.5232	0.5341	99.15°	[1]
	1,200	0.5159	0.5211	0.5321	99.16°	[2]
Tetragonal	1,250	0.3640	-	0.5270	-	[1]

[1] ที่มา: (Green et al., 2018)

[2] ที่มา: (Scott, Commonwealth, Industrial Research Organization, & s Bend, 1975)



ภาพประกอบ 2 แสดงเฟสไดอะแกรมของเซอร์โคเนีย

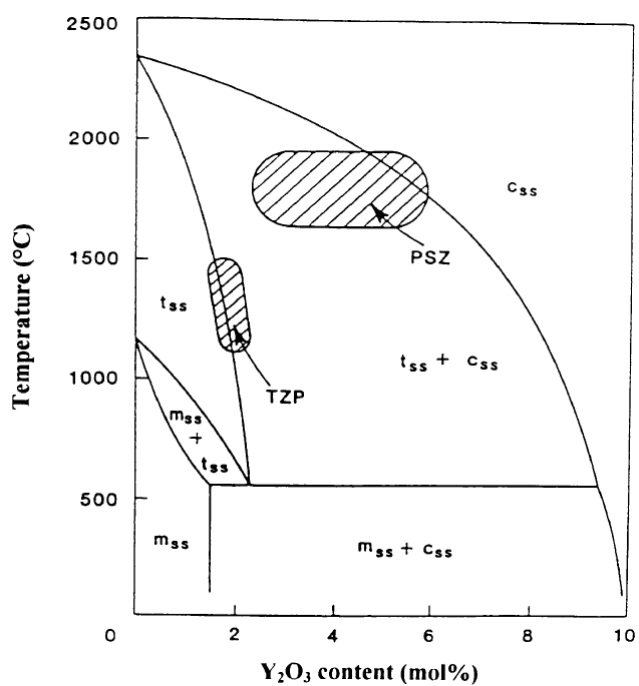
ที่มา: (Bouvier, Djurado, Lucazeau, & Le Bihan, 2000)

วัสดุเซรามิกและแก้วมีข้อด้อยคือความเปราะ การปรับปรุงความแกร่ง (Fracture toughness) ของเซรามิกจึงเป็นประเด็นที่มีการศึกษาพัฒนาเพื่อให้เซรามิกใช้งานได้ดีขึ้น ซึ่งมีหลายกลไกที่ช่วยพัฒนาความแกร่ง กลไกหนึ่งเกิดได้โดยกระบวนการเปลี่ยนเฟส (Transformation toughening) ตามปกติเมื่อเซอร์โคเนียเย็นตัวจากอุณหภูมิสูงสู่อุณหภูมิต่ำจะเกิดการเปลี่ยนเฟสจากเตตระโกนอลไปเป็นเฟสโมโนคลินิกทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรประมาณ 3 ถึง 4 เปอร์เซ็นต์ (Green et al., 2018; H. L. C. s. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) วิธีการเสริมสร้างความแกร่งและชะลอการแล่นของรอยร้าวในเซอร์โคเนียคือการทำให้เฟสเตตระโกนอลมีความเสถียรที่อุณหภูมิห้องซึ่งทำได้ด้วยการเติมสารรักษาเสถียรภาพ (Stabilizer) เช่น ออกไซด์ของโลหะบางชนิด เซอร์โคเนียที่มีเฟสเตตระโกนอลกึ่งเสถียรนี้เมื่อได้รับ

ความเค้นจะเกิดการเปลี่ยนเฟสแบบมาร์เทนซิทิก บีบให้รอยร้าวปิดตัวลงและทำให้หยุดการขยายของรอยร้าว สมบัติทางกลโดยเฉพาะความแข็งแรงทำให้เซอร์โคเนียรองรับกับการใช้งานได้ดีกว่าแก้วและเซรามิกทั่วไป สารรักษาเสถียรภาพที่ใช้ในเซอร์โคเนียมีหลายชนิด เช่น แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซีเรียออกไซด์ (CeO₂) หรืออิทเทรียมออกไซด์ (Y₂O₃) (Mohd Foudzi, Muhamad, Bakar Sulong, & Zakaria, 2013; Nevarez-Rascon, Aguilar-Elguezabal, Orrantia, & Bocanegra-Bernal, 2009) การเติมสารรักษาเสถียรภาพในปริมาณที่ต่างกัน ทำให้ได้โครงสร้างจุลภาคต่างกัน ส่งผลให้มีคุณสมบัติที่แตกต่างกัน สามารถแบ่งได้ 2 ชนิดตามโครงสร้างจุลภาคคือ Partially stabilized zirconia (PSZ) และ Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) ดังแสดงในแผนภาพเฟสเซอร์โคเนียอิทเทรียมออกไซด์ ดังภาพประกอบ 3

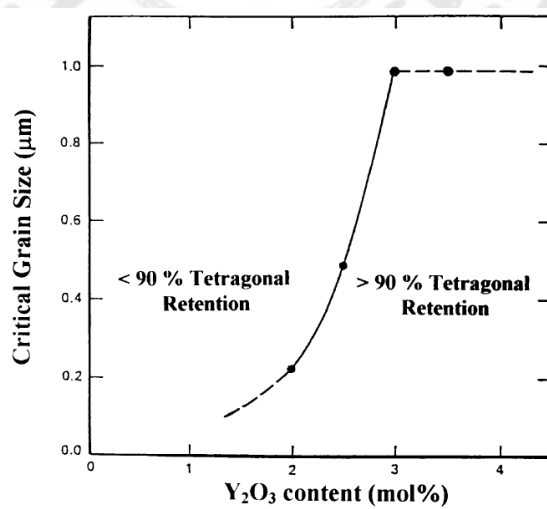
1. เซอร์โคเนียที่มีเสถียรภาพบางส่วน (Partially stabilized zirconia: PSZ) เกิดโดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิมากกว่า 1700 °C และการเติมสารรักษาเสถียรภาพพวกออกไซด์เช่น Y₂O₃ 5 ถึง 10 mol% ดังภาพประกอบ 3

2. เตตระโกนอลเซอร์โคเนียพอลิคริสตัล (Tetragonal zirconia polycrystal: TZP) ประกอบไปด้วย Y₂O₃ ประมาณ 2 ถึง 3 mol% ดังภาพประกอบ 3 หรือ CeO₂ 10 ถึง 20 mol% การเติมออกไซด์ทำให้เฟสเตตระโกนอลคงอยู่ได้ที่อุณหภูมิห้องแบบกึ่งเสถียร เนื่องจากระบบต้องใช้พลังงานกระตุ้น (Activation energy) สูงในการเปลี่ยนเฟสเป็นโครงสร้างโมโนคลินิกที่เสถียร ณ อุณหภูมิห้อง เกรนของเตตระโกนอลมีขนาดหลายร้อยนาโนเมตร สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลที่เสถียรที่อุณหภูมิห้องขึ้นอยู่กับขนาดของเกรน ปริมาณ Y₂O₃ และเมทริกซ์ ดังภาพประกอบ 4 ตัวแปรดังกล่าวมีผลต่อคุณสมบัติทางกลของ TZP ซึ่งสมบัติทางกลของเซอร์โคเนียผสมสารรักษาเสถียรภาพชนิดต่างๆ ของ PSZ และ TZP แสดงดังตาราง 2 (Narayan, International, & Handbook, 2012; Piconi & Maccauro, 1999)



ภาพประกอบ 3 แสดงการเกิด Partially stabilized zirconia (PSZ) และ Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) ในระบบ ZrO_2 - Y_2O_3

ที่มา: (Green et al., 2018)



ภาพประกอบ 4 แสดงขนาดเกรนเริ่มต้นเมื่อมีการเติมสัดส่วนต่างๆ ของ Y_2O_3

ที่มา: (Piconi & Maccauro, 1999)

ตาราง 2 แสดงสมบัติทางกลของเซอร์โคเนียที่เติมสารรักษาเสถียรภาพชนิดต่างๆ

Zirconia-doped	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ความแข็ง (GPa)	มอดุลัสยืดหยุ่น (GPa)	ความต้านทานการดัดโค้ง (MPa)	Ref.
Mg-PSZ	5.79	14.40	200	685 ± 48	[1]
Ca-PSZ	5.85	17.10	210	661 ± 33	[1]
Y-PSZ	6.08	13.60	233	1,384 ± 80	[1]
Y-TZP	6.00	11.77	210	900	[2]

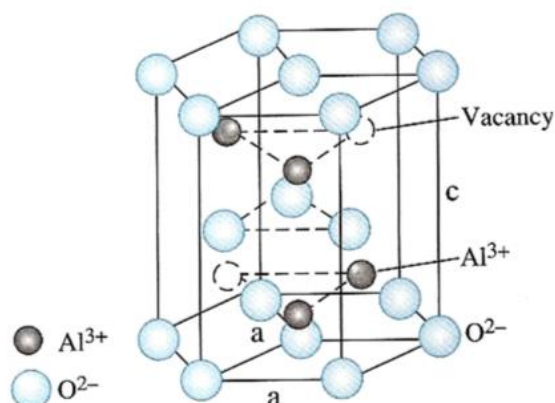
[1] ที่มา: (Green et al., 2018)

[2] ที่มา: (Piconi & Maccauro, 1999)

2. อะลูมินา (Alumina)

อะลูมินาหรืออะลูมิเนียมออกไซด์มีสูตรทางเคมีคือ Al_2O_3 ซึ่งเรียกทางธรรมชาติว่า คอรันดัม เป็นแร่ที่ไม่บริสุทธิ์ มีประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ใช้ทำ ลูกบิด เครื่องมือตัดแต่งวัสดุ วัสดุทนไฟและขึ้นส่วนทดแทนในทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อกระดูกเทียม (Sequeira et al., 2017)

อะลูมินาประกอบไปด้วย 3 เฟส คือ γ , θ และ α อะลูมินาที่เสถียรมากที่สุดอยู่ในรูป แอลฟาอะลูมินา (α - Al_2O_3) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนเรียงตัวกันแบบเฮกซะโกนอลและมีอะลูมิเนียมที่มีขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะฮีดรอล (Octahedral) ทั้งหมด 2 ใน 3 ส่วน แสดงดังภาพประกอบ 5



ภาพประกอบ 5 แสดงโครงสร้างผลึกของแอลฟาอะลูมินา

ที่มา: (Ćurković, Jelača, & Kurajica, 2008)

α -alumina จะฟอร์มตัวที่อุณหภูมิสูงประมาณ $1,000\text{ }^{\circ}\text{C}$ คุณสมบัติของ α -alumina จะไม่เหมือนกับเฟสอื่นขึ้นกับการประยุกต์ใช้ สำหรับ γ -alumina จะมีโครงสร้างแบบ spinel (Aswad Mohsin Abbas; และ University of Manchester.2012) เหมาะกับการประยุกต์ใช้ในงานเซรามิกโครงสร้าง (Structural ceramic) เนื่องจากมีคุณสมบัติทางกลที่ดีคือ มีความแข็งแรงสูง (High strength) และมีคุณสมบัติทางความร้อนที่ดีมาก ทนอุณหภูมิสูง ใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ทนการกัดกร่อนสูง เช่น ครอบคด (Crucible) ตาราง 3 แสดงสมบัติของ α -alumina

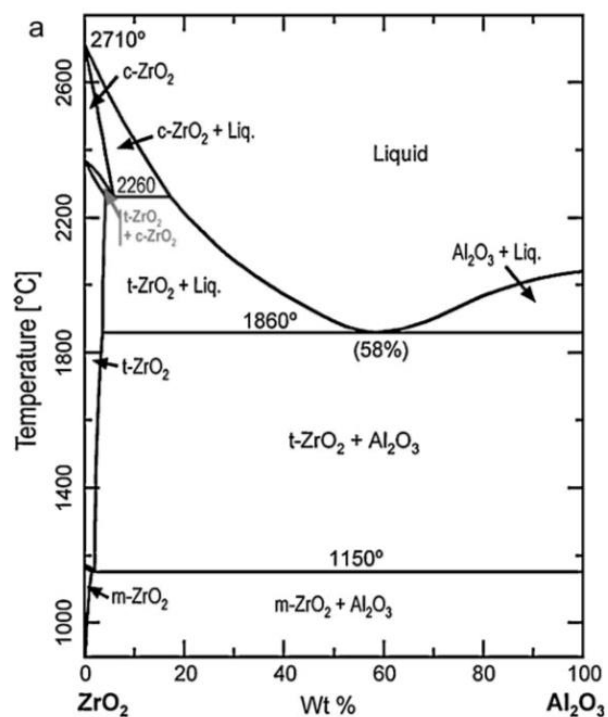
ตาราง 3 แสดงสมบัติของ α - Al_2O_3

(Cheremisinoff, 1990)

สมบัติ	α - Al_2O_3
Density (g/cm^3)	3.96
Melting temperature ($^{\circ}\text{C}$)	2,054
Coefficient of thermal expansion (25 - $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$), $10^{-6} / ^{\circ}\text{K}$	8.50
Elastic modulus (MPa)	520
Flexural strength (MPa)	200-400

3. เซอร์โคเนียผสมอะลูมินา (Alumina toughened zirconia: ATZ)

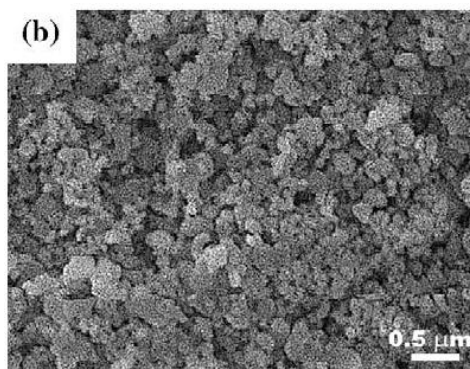
เซอร์โคเนียและอะลูมินาเป็นเซรามิกที่มีสมบัติโดดเด่นต่างกัน โดยเซอร์โคเนียมีความแกร่งสูงและอะลูมินามีมอดูลัสยืดหยุ่นสูง การพัฒนาระบบผสมมีความมุ่งหมายเพื่อให้ได้วัสดุที่ดีตรงกับความต้องการในการใช้งาน ทั้งนี้ สัดส่วนในการผสมจะส่งผลต่อโครงสร้างของระบบที่ได้และสมบัติของระบบโดยรวม สำหรับระบบเซอร์โคเนีย-อะลูมินานั้นอาจอยู่ในรูปของสารละลาย หรือเกิดการแยกเฟสก็ได้ ขึ้นกับสัดส่วนการผสม แสดงดัง แผนภาพเฟสในภาพประกอบ 6 จุดยูเทคติกเกิดที่อุณหภูมิ $1,860^{\circ}\text{C}$ สัดส่วนอะลูมินา 58 wt% เมื่อสารละลายของเหลวเย็นตัวลง จะแข็งตัวเกิดเป็นของแข็งสองเฟสคือเซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอลและอะลูมินา และเมื่อระบบเย็นตัวลงที่อุณหภูมิต่ำกว่า $1,150^{\circ}\text{C}$ เซอร์โคเนียในเฟสเตตระโกนอลและอะลูมินา จะเปลี่ยนเป็นเซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิกและอะลูมินา สำหรับสัดส่วนระบบที่มีเซอร์โคเนียมาก เมื่อมีการเย็นตัวแล้ว การเปลี่ยนเฟสคล้ายกับเซอร์โคเนียปกติ คือเปลี่ยนจากคิวบิกไปเป็นเตตระโกนอลและเปลี่ยนจากเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิก ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนเฟสจากคิวบิกไปเป็นเตตระโกนอลที่จุดยูเทคติกอุณหภูมิ $2,260^{\circ}\text{C}$ และเกิดการเปลี่ยนเฟสจากเตตระโกนอลไปเป็นเฟสโมโนคลินิกที่จุดยูเทคติกอุณหภูมิ $1,150^{\circ}\text{C}$ นอกจากนี้ถ้าพิจารณาช่วงของการละลายได้ในของแข็ง พบว่าอะลูมินาละลายได้ในเซอร์โคเนียไม่เกิน 2 wt% ในขณะที่เซอร์โคเนียละลายได้ในอะลูมินาน้อยมาก เข้าใกล้ 0 wt% จากแผนภาพนี้แสดงให้เห็นว่าในการผสมเซอร์โคเนียกับอะลูมินาช่วงสัดส่วนการผสมโดยมากจะให้ของแข็งที่แยกเฟส (Tarasi, Medraj, Dolatabadi, Oberste-Berghaus, & Moreau, 2011)



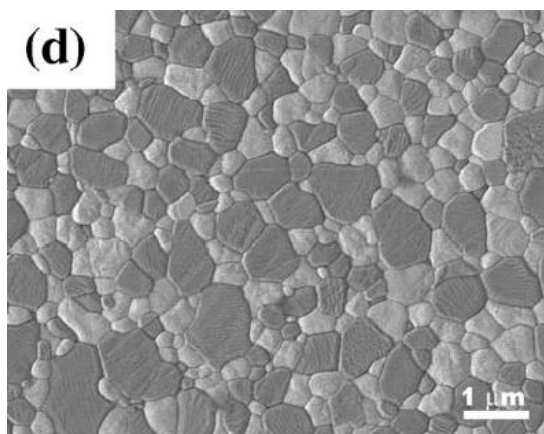
ภาพประกอบ 6 แสดงเฟสไดอะแกรมของเซอร์โคเนีย-อะลูมินา

ที่มา: (Tarasi et al., 2011)

สำหรับโครงสร้างจุลภาคของเซอร์โคเนีย-อะลูมินา แสดงดังภาพประกอบ 7 และ 8 ในภาพประกอบ 8 สีขาวเป็นเซอร์โคเนีย เนื่องจากมีเลขอะตอมที่สูงกว่า ส่งผลต่อค่าความหนาแน่น โดยที่สัดส่วนของเซอร์โคเนียมากกว่า จะมีค่าความหนาแน่นสูงกว่า



ภาพประกอบ 7 แสดงโครงสร้างจุลภาคภาคตัดขวางของ 50 wt% Al_2O_3 + 50 wt% ZrO_2



ภาพประกอบ 8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ 20 wt% Al_2O_3 + 80 wt% ZrO_2 เผาผนึกที่ 1,500 °C

ที่มา: (Nevarez-Rascon et al., 2009)

สมบัติทางกลของเซอร์โคเนีย-อะลูมินาเป็นดังตาราง 4 ในระบบที่ผสม 2 mol% Y_2O_3 ตัวอย่างที่มีสัดส่วนเซอร์โคเนีย (Zirconia content) 0 wt% หรือ (อะลูมินา 100 wt%) มีความอดุลย์ยืดหยุ่นเป็น 2 เท่าของตัวอย่างที่มีสัดส่วนเซอร์โคเนีย 100 wt% และเมื่อมีสัดส่วนเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้น ทำให้ค่าความแกร่ง (Fracture toughness) เพิ่มขึ้น (Lange & Rockwell International Thousand Oaks Ca Science, 1981)

ตาราง 4 สมบัติทางกลของเซอร์โคเนีย-อะลูมินา

(Lange & Rockwell International Thousand Oaks Ca Science, 1981)

Y_2O_3 content (mol%)	Zirconia content	Temperature (°C)	Density (g/cm ³)	Hardness (GPa)	Young's modulus (GPa)	Fracture toughness (MPa.m ^{1/2})
-	7.5	1,500	4.12	17.2	-	5.88
-	10	1,500	4.15	15.8	-	6.73
-	12.5	1,500	4.22	16.9	-	6.21
-	15	1,500	4.25	17.3	-	5.71
-	20	1,600	-	10.1	-	5.25

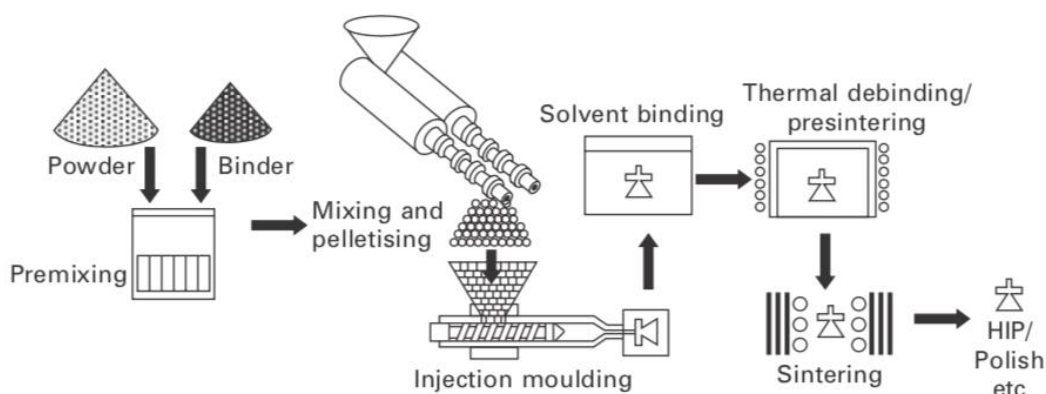
ตาราง 4 (ต่อ)

Y ₂ O ₃ content (mol%)	Zirconia content	Temperature (°C)	Density (g/cm ³)	Hardness (GPa)	Young's modulus (GPa)	Fracture toughness (MPa.m ^{1/2})
2	0	1,400	3.98	17.60	390	4.89
2	6	1,600	4.12	16.80	-	5.97
2	12.30	1,600	4.26	15.90	-	6.22
2	18.20	1,600	4.38	16.10	356	6.58
2	23.90	1,600	4.50	16.40	-	6.38
2	29.50	1,600	4.62	15.70	-	7.43
2	45	1,600	4.89	15.10	291	8.12
2	60	1,600	5.24	13.70	-	7.45
2	80	1,400	5.57	12.60	237	6.79
2	100	1,400	6.01	11.60	210	6.62
7.5	20	1,600	4.46	15.80	-	4.54
7.5	40	1,600	4.89	15.90	-	3.75
7.5	60	1,600	5.28	15	-	3.50
7.5	80	1,600	5.63	14.30	-	3.14
7.5	100	1,600	5.95	11.40	-	3.90

4. กระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Powder injection moulding)

วิธีการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงถูกพัฒนามาจากกรรมวิธีการฉีดขึ้นรูป (Injection moulding: IM) ที่ใช้งานกันอย่างแพร่หลายในพลาสติก สำหรับเซรามิกและโลหะสารตั้งต้นมีลักษณะเป็นผง จึงมีชื่อเรียกว่าการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Powder injection moulding: PIM) โดยกลุ่มเซรามิกเรียกว่า Ceramic injection moulding หรือ CIM และกลุ่มโลหะเรียกว่า Metal injection moulding หรือ MIM เป็นต้น ข้อดีของการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงคือ สามารถผลิตชิ้นงานรูปทรงซับซ้อนที่มีขนาดเล็กได้รวดเร็วและผลิตซ้ำได้หลายชิ้นงาน ทั้งยังสามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปทรงใกล้เคียงกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้ในกระบวนการเดียว (Near-net shape) นอกจากนี้ยังใช้ต้นทุนในการฉีดต่ำ จึงเป็น

วิธีการที่นำศึกษาเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการผลิตงานเซรามิก (Chuankrerkkul et al., 2015) กระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงประกอบไปด้วย 4 ขั้นตอนหลัก ดังภาพประกอบ 9



ภาพประกอบ 9 แสดงกระบวนการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

ที่มา: (Todd & Sidambe Dr, 2013)

ขั้นตอนที่ 1 การผสม (Mixing) เป็นการนำผงวัสดุซึ่งขึ้นอยู่กับองค์ประกอบที่ต้องการไปผสมกับวัสดุประสาน (Binder) ตามอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการฉีด ส่วนผสมที่รวมกันแล้วเรียกว่า Feedstock โดยทั่วไปวัสดุประสานจะเป็นพอลิเมอร์ พอลิเมอร์ที่ใช้มี 2 ประเภท คือ พอลิเมอร์ตัวหลัก (Backbone) เป็นตัวช่วยยึดเกาะกับผงวัสดุให้ชิ้นงานสามารถคงรูปได้ ซึ่งจะถูกกำจัดออกได้ด้วยความร้อน และอีกประเภทเป็นพอลิเมอร์โมเลกุลต่ำ (Low molecular weight) ที่ช่วยทำให้เนื้อของ Feedstock มีความเหลวและไหลได้ดีขึ้น ในบางงานวิจัยใช้พอลิเมอร์ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เช่น พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ซึ่งจะกำจัดออกได้ด้วยตัวทำละลายในขั้นตอน (Debinding) นอกจากวัสดุประสานแล้ว ใน Feedstock อาจผสมสารหล่อลื่น (Lubricant) เพื่อช่วยในการไหลของผงวัสดุเข้าสู่แม่พิมพ์และทำให้ฉีดขึ้นรูปได้ง่าย ตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ใช้ในการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง ดังตาราง 5

ตาราง 5 แสดงตัวประสานต่างๆ ที่ใช้ในการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

Binders	Type	Mw* (g/mol)	Tm* (°C)	Debinding	Ref.
Polypropylene (PP)	Backbone	-	160	Thermal	[1]
Polyvinyl butyral (PVB)		-	-	Thermal	[2]
Ethylene-vinyl acetate (EVA)		-	70	Thermal	[3], [4]
High-density polyethylene (HDPE)		-	139	Thermal	[3]
Polyethylene glycol (PEG)	Low Mw*	1500,4000	55	Water	[2]
		1,000-20,000	-	-	[5]
Palm stearin		-	70	Heptane	[1]
Acrawax (AW)		593.02	-	-	[5]
Carnaubar (CW)		1,000	-	-	[5]
Bee wax (BW)		415	64	-	[3]
Paraffin wax (PW)		353	59	-	[3], [4]
Oleic acid (OA)	Lubricant	-	-	-	[4]
Tween 80 (T80)		-	-	-	[4]
Stearic acid (SA)		284	-	-	[3]

Mw* คือ น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight)

Tm* คือ อุณหภูมิหลอมเหลว (Melting temperature)

[1] ที่มา: (Mohd Foudzi et al., 2013)

[2] ที่มา: (Chuankrerkkul, Sooksaen, Pakunthod, Kosalwit, & Pinthong, 2013)

[3] ที่มา: (Liu, Ni, Yin, & Qu, 2015)

[4] ที่มา: (Xie, Luo, Wang, Li, & Huang, 2005)

[5] ที่มา: (Bleyan, Hausnerova, & Svoboda, 2015)

ขั้นตอนที่ 2 การฉีดขึ้นรูป (Injection moulding) เป็นการนำ Feedstock มาให้ความร้อนและใช้แรงดันเข้าแม่พิมพ์ ทำให้เกิดชิ้นงานตามรูปร่างของแม่พิมพ์ ชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการนี้เรียกว่า Green part ในกระบวนการนี้ต้องมีการควบคุมความดันและอุณหภูมิที่ให้กับ Feedstock ให้เหมาะสม ถ้าหากอุณหภูมิต่ำเกินไปจะทำให้ Feedstock ไหลได้เพียงเล็กน้อย และไม่สามารถไหลเข้าเต็มแม่พิมพ์ ถ้าหากอุณหภูมิสูงเกินไปทำให้วัสดุประสานเสื่อมสภาพได้

ขั้นตอนที่ 3 การกำจัดวัสดุประสาน (Debinding) แยกออกเป็น 2 ส่วนคือ

1. การกำจัดวัสดุประสานด้วยตัวทำละลาย (Solvent debinding) คือการแช่ชิ้นงานในตัวทำละลายที่สามารถกำจัดวัสดุประสานและไม่ส่งผลต่อตัวชิ้นงาน

2. การกำจัดวัสดุประสานด้วยความร้อน (Thermal debinding) คือการให้ความร้อนสูงพอที่ทำให้วัสดุประสานแปรสภาพเป็นแก๊สต่างๆ ชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการนี้เรียกว่า Brown part

ขั้นตอนที่ 4 การเผาผนึก (Sintering) เป็นการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงทำให้อนุภาคเซรามิกเชื่อมกันเป็นเนื้อเดียวกัน ส่งผลให้รูพรุนในชิ้นงานลดลง ความหนาแน่นสูงขึ้นและเกิดการหดตัวของชิ้นงาน (Chuankrerkkul et al., 2015)

5. เครื่องมือและวิธีการวิเคราะห์ทดสอบ

5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายสูงให้ความละเอียดสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร การเตรียมชิ้นงานไม่ต้องผ่านการขัดและกัดผิว แต่ชิ้นงานต้องนำไฟฟ้าได้ ถ้าวัสดุไม่นำไฟฟ้าจะต้องเคลือบผิวด้วยโลหะหรือวัสดุที่นำไฟฟ้า ชิ้นงานไม่จำเป็นต้องมีขนาดบางเพราะไม่ได้ตรวจวัดจากการให้อิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงาน แต่การสร้างภาพเกิดจากการอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับพื้นผิวหน้าของชิ้นงาน ภาพที่ได้มีลักษณะ 3 มิติ ดังนั้นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจึงนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) และรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน (Callister & Rethwisch, 2014)

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังภาพประกอบ 10 เริ่มจากอิเล็กตรอนที่ถูกสร้างขึ้นโดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) กลุ่มอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี

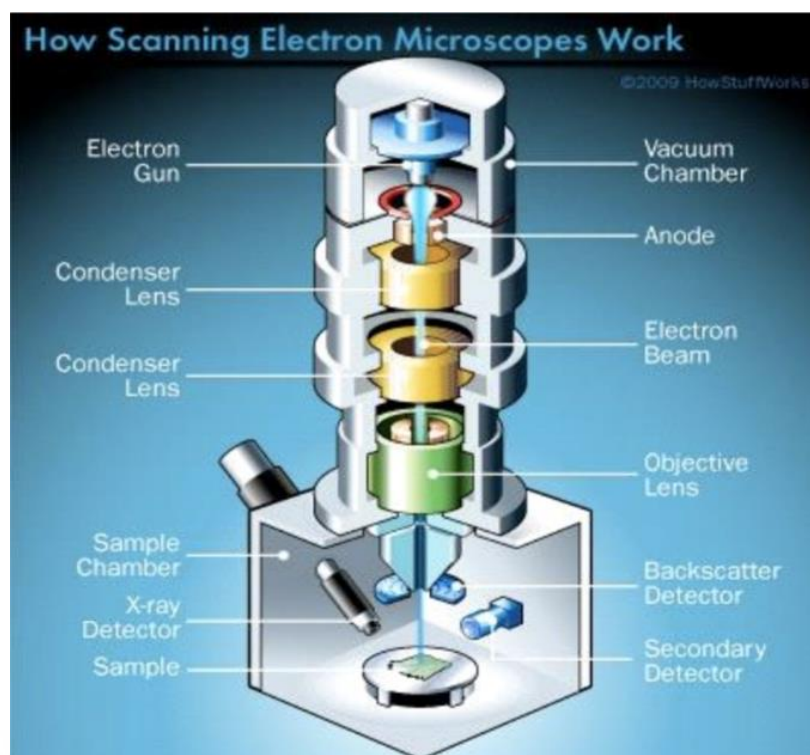
(Condenser lens) เพื่อให้กลายเป็นลำอิเล็กตรอน ลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสด้วยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปในชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบ สัญญาณที่ได้จะถูกเปลี่ยนเป็นภาพบนจอแสดงผล เมื่ออิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่เรียกว่า อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electrons) กระแทบผิวชิ้นงาน สัญญาณที่ได้มี 4 รูปแบบคือ

1. สัญญาณจากอิเล็กตรอนพลังงานต่ำหรืออิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons: SE) เกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปชนกับอิเล็กตรอนที่ผิวชิ้นงานหลุดออกมา โดยจะหลุดจากบริเวณชิ้นงานที่เล็กไม่เกิน 10 นาโนเมตร ความเข้มของอิเล็กตรอนทุติยภูมิขึ้นกับมุมที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิตกกระทบและสภาพพื้นผิวชิ้นงาน

2. สัญญาณจากอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (Back scattered electrons: BSE) เมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนกับนิวเคลียสของอะตอมบนผิวชิ้นงาน จะเกิดการเปลี่ยนทิศทางกระเจิงกลับออกมาจากผิวชิ้นงาน โดยจะเกิดขึ้นกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูงและสัญญาณจะเข้มข้นตามเลขอะตอม

3. สัญญาณจากการแผ่รังสีเอกซ์ (Characteristic X-ray) เกิดจากอิเล็กตรอนวงในของธาตุภายในชิ้นงานถูกชนด้วยอิเล็กตรอนปฐมภูมิจนหลุดออกไป ทำให้เกิดเป็นระดับชั้นพลังงานที่ว่าง ทำให้อิเล็กตรอนที่ระดับพลังงานสูงกว่าลดพลังงานลง พร้อมกันนี้ก็จะปล่อยพลังงานในรูปรังสีเอกซ์ออกมา รังสีเอกซ์ที่ให้ออกมามีลักษณะเฉพาะตามชนิดของธาตุจึงทำให้สามารถวิเคราะห์หาธาตุที่ประกอบอยู่ในชิ้นงาน โดยอาศัยการวิเคราะห์พลังงานหรือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น

4. สัญญาณแคโทโดลูมิเนสเซนซ์ (Cathodoluminescence: CL) เป็นลักษณะการเรืองแสงของชิ้นงาน ธาตุบางชนิดเท่านั้นจะปลดปล่อยพลังงานในรูปของแสงในช่วงที่ตามองเห็น (Callister & Rethwisch, 2014)



ภาพประกอบ 10 แสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ที่มา: (Atteberry, 2009)

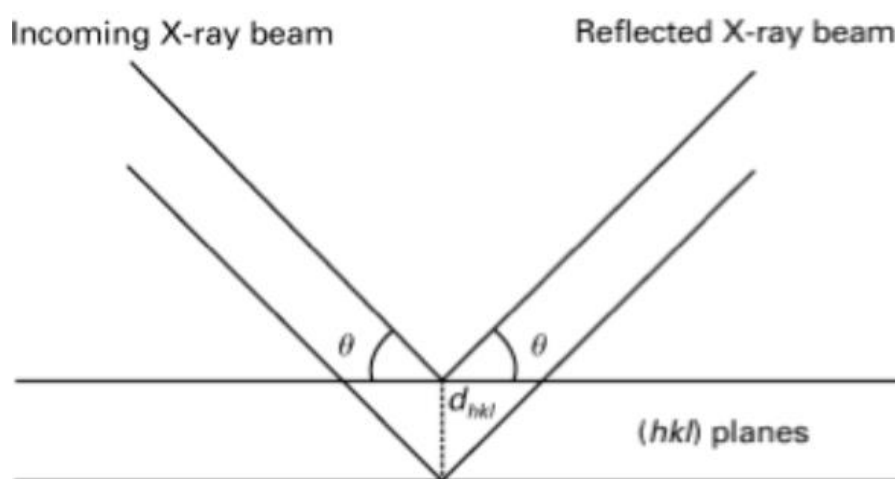
5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าอำนาจการทะลุทะลวงสูง ข้อมูลที่ได้สามารถนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่างๆ โดยให้ข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกหรือเฟสของชิ้นงาน การเตรียมชิ้นงานไม่ยุ่งยากและใช้ปริมาณน้อย

กฎของแบร็กก์ (Bragg's Law)

แนวคิดการมองโครงสร้างผลึกตาม Bragg's Law แสดงดังภาพประกอบ 11 โครงสร้างผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือระนาบ (Plane) ของอะตอมที่สามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบได้ โดยมุมที่ตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้ลำคลื่นที่ถูกสะท้อนออกมาจากระนาบต่างๆ จะมีความเข้มสูง (เกิดการแทรกสอดแบบเสริม) ก็ต่อเมื่อความแตกต่างระหว่างระยะเดินทาง (Path) ของคลื่นที่ถูกสะท้อนจากระนาบใดๆ กับระนาบที่อยู่ข้างเคียงกัน มีค่าเป็นจำนวนเท่าของ

ความยาวคลื่นที่ตกกระทบ ถ้าหากรังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบนในระนาบชุดเดียวกันจะเป็นไปตามสมการ 1



ภาพประกอบ 11 แสดงหลักการของ Bragg's Law

ที่มา: (Kvick, 1999)

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

(1)

โดยที่ d คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

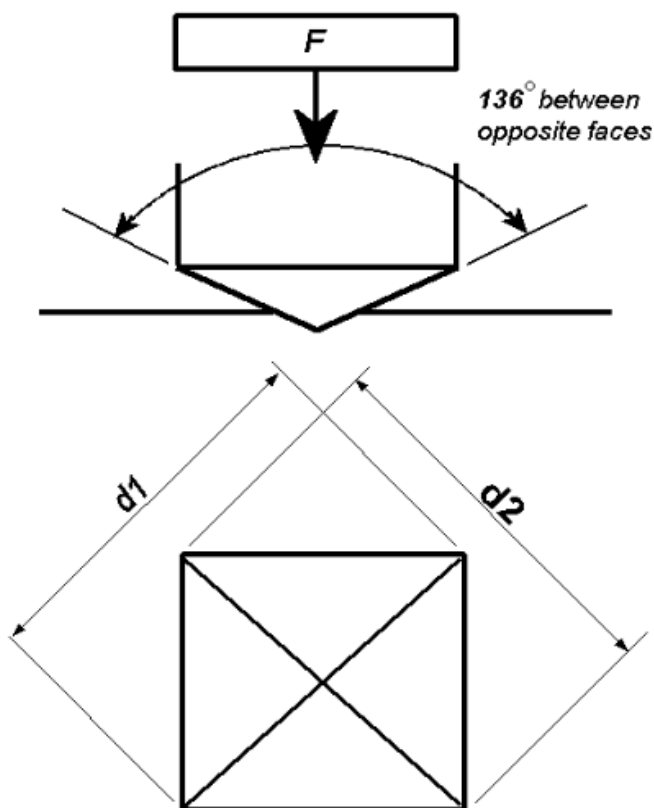
θ คือมุมตกกระทบ

n คือลำดับการเลี้ยวเบนเมื่อ $n = 1, 2, 3, \dots$

λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

5.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness test)

ความแข็งเป็นสมบัติที่บอกระดับความต้านทานของวัสดุต่อการแปรรูปถาวรเฉพาะที่ใช้หัวกด (Indenter) และประเมินค่าความแข็งออกมาเป็นตัวเลข ตัวอย่างหัวกดการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers microhardness tests) แสดงดังภาพประกอบ 12 การกดลงบนผิวของชิ้นงานมีเงื่อนไขที่ควบคุมคือแรงที่ใช้กดและความเร็วในการกด การวัดขนาดหรือความลึกของรอยกดที่เกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานจะทำให้ได้ค่าที่บ่งบอกถึงความแข็ง ถ้าหารอยกดมีขนาดใหญ่และลึกแสดงว่า วัสดุมีลักษณะอ่อนและมีค่าความแข็งต่ำ



ภาพประกอบ 12 แสดงรูปร่างของหัวกดแบบวิกเกอร์

ที่มา: (England, 2018)

การทดสอบแบบวิกเกอร์หรือแบบไดมอนด์พีระมิด (Diamond pyramid) ใช้หัวกดที่มีลักษณะเหมือนพีระมิดกดลงบนชิ้นงาน แรงกดที่ใช้ต้องมีค่าตั้งแต่ 1 ถึง 1,000 กรัม ทำให้ได้รอยกดขนาดเล็กที่มองเห็นด้วยกล้องจุลทรรศน์ เมื่อวัดขนาดเส้นทแยงมุมของรอยกด สามารถนำมาคำนวณหาค่าความแข็งได้ การเตรียมชิ้นงานทำได้ด้วยการขัดผิวชิ้นงานให้เรียบโดยขัดหยาบด้วยกระดาษทรายและขัดละเอียดด้วยผงขัดเพื่อให้เกิดรอยกดที่สมบูรณ์ ค่าความแข็งสามารถคำนวณได้จากสมการ 2 (Callister & Rethwisch, 2014)

$$HV = 1.8544 \times \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (2)$$

โดยที่ P คือ แรงกด (กรัม)

d คือ เส้นทแยงมุม (เมตร)

5.4 การทดสอบการดัด (Flexural test)

ในการทดสอบโดยวิธีดัดตามขวาง ชิ้นงานจะเป็นลักษณะสี่เหลี่ยมหรือทรงกระบอก ชิ้นงานจะถูกกดให้งอจนเกิดการแตกหักโดยเทคนิคการให้แรง 3 จุด ดังภาพประกอบ 13 ความเค้นที่เกิดกับชิ้นงานมี 2 ลักษณะคือความเค้นอัดด้านบนและความเค้นดึงด้านล่าง ค่าความเค้นสูงสุด ให้ค่าความต้านทานการดัดโค้งหรือค่าความแข็งแรงต่อการดัด (Flexural strength หรือ Fracture strength) สามารถคำนวณจากความหนาของชิ้นงาน โมเมนต์ดัดและโมเมนต์ความเฉื่อยของหน้าตัดชิ้นงาน ความแข็งแรงต่อการดัดสำหรับพื้นที่หน้าตัดที่เป็นสี่เหลี่ยมสามารถคำนวณได้จากสมการ 3 (Callister & Rethwisch, 2014)

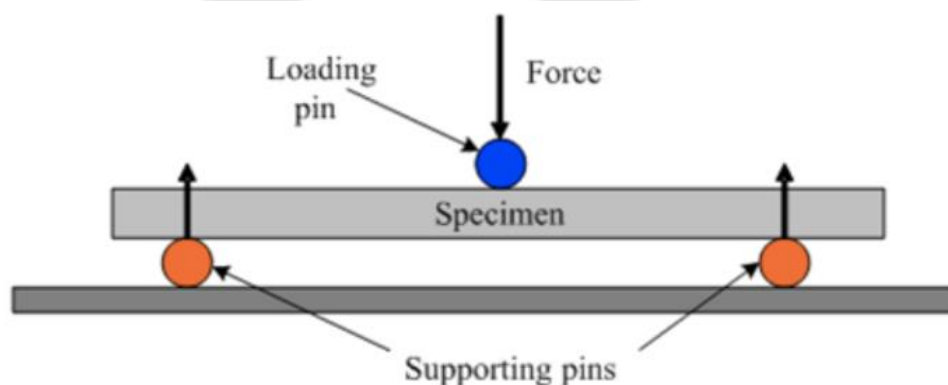
$$\sigma_f = \frac{3F_f L}{2bd^2} \quad (3)$$

โดยที่ F_f คือ แรงกระทำ (นิวตัน)

L คือ ระยะระหว่างจุดรองรับ 2 ข้างของชิ้นงาน (เมตร)

b คือ ความกว้างของชิ้นงาน (เมตร)

d คือ ความหนา (เมตร)



ภาพประกอบ 13 แสดงการทดสอบความต้านทานแรงดัดแบบกดสามจุด (3-point bending)

ที่มา: (Curkovic, Bakic, Kodvanj, & Haramina, 2010)

5.5 การวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)

1. ความหนาแน่นของตัวอย่างก่อนเผา (Green density: ρ_{green})

ความหนาแน่นของตัวอย่างก่อนเผา (Green density: ρ_{green}) สามารถหาได้ โดยการชั่งน้ำหนักชิ้นงานที่ได้จากการฉีดขึ้นรูป (m) การวัดขนาดความกว้าง (W) ความยาว (L) และความหนา (T) ของชิ้นงานด้วยเวอร์เนียคาร์ลิปเปอร์ หลังจากนั้นนำค่าที่วัดได้มาทำการคำนวณหาปริมาตร (V) และความหนาแน่น ดังสมการ 4

$$\rho_{\text{green}} = \frac{m}{V} \quad (4)$$

2. ความหนาแน่นของตัวอย่างหลังเผา (Sintered density: ρ_{sintered})

สำหรับตัวอย่างหลังเผา สามารถหาความหนาแน่นรวม (Bulk density: ρ_{bulk}) ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density) และความพรุนตัวปรากฏ (Apparent porosity) โดยใช้หลักการการแทนที่ของน้ำ (Archimedes principle) ขั้นตอนเริ่มจากการวัดน้ำหนักแห้ง (D) ของชิ้นงาน จากนั้นต้มชิ้นงานในน้ำเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 100 °C แล้วทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงให้อิ่มตัวด้วยน้ำ ชั่งน้ำหนักเป็นน้ำหนักชั่งในน้ำ (S) หลังจากนั้นแช่ชิ้นงานด้วยฟองน้ำหมาดๆ ก่อนเพื่อดูดซับน้ำส่วนที่เกินออก แล้วทำการชั่งน้ำหนักอีกครั้งในอากาศ (W) ด้วยเครื่อง Digital analysis balance ความหนาแน่นสัมพัทธ์และความพรุนสามารถคำนวณได้ดังสมการ 5-8 (Somboonthanasarn & Charoenkijmongkol, 2012)

$$\text{Bulk density} = \frac{D}{W-S} \times 100 \quad (5)$$

$$\text{Apparent density} = \frac{D}{D-S} \times 100 \quad (6)$$

$$\text{Apparent porosity} = \frac{W-D}{W-S} \times 100 \quad (7)$$

$$\text{Relative density (\% Theoretical)} = \frac{\text{Bulk density}}{\text{Density theoretical}} \times 100 \quad (8)$$

โดยที่ D คือ น้ำหนักแห้ง

S คือ น้ำหนักชั่งในน้ำ

W คือ น้ำหนักเปียก

6. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

6.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

ในปี ค.ศ.2005 Xie และคณะ (Xie et al., 2005) ได้ศึกษาการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงเซอร์โคเนีย โดยใช้สัดส่วนผง 58 vol% และใช้วัสดุประสานคือ Paraffin wax (PW), Ethylene-vinyl acetate copolymer (EVA) และ Polypropylene (PP) ใช้ alternative plasticizers เป็น organic alcohol glyceryl (OAG) และ Dibutyl phthalate (DBP) แปรค่าสัดส่วน 13 และ 16 wt% อุณหภูมิในการกำจัดตัวประสาน 600 °C และการเผาผนึก 1,550 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเมื่อมีการเติมวัสดุประสาน DBP 16 wt% ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้ง 612 เมกะปาสกาล ความหนาแน่น 5.99 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรและความแข็งแบบวิกเกอร์ 144.71 กิกะปาสกาล และเมื่อมีการเติมวัสดุประสาน DBP 13 wt% ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้ง 590 เมกะปาสกาล ความหนาแน่น 6 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรและความแข็งแบบวิกเกอร์ 131.36 กิกะปาสกาล

ในปี ค.ศ.2013 Mohd และคณะ (Mohd Foudzi et al., 2013) ได้ศึกษาการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงระดับจุลภาค (μ CIM) ของเซอร์โคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 โดยแปรค่าสัดส่วนผง 37 ถึง 43 vol% และใช้วัสดุประสานคือ พอลิโพรพิลีน และ Palm stearin อุณหภูมิในการฉีดขึ้นรูป 190 °C กำจัดตัวประสานด้วยสารละลายเฮปเทนที่อุณหภูมิ 50 60 และ 70 °C และกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนที่ 450 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อุณหภูมิการเผาผนึก 1,350 °C เป็นเวลา 6 นาที พบว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน 70 °C มีขนาดของรูพรุน (Porous) ใหญ่กว่ากรณีอุณหภูมิ 50 และ 60 °C ส่งผลให้ที่อุณหภูมิ 70 °C มีค่าสมบัติทางกลที่ต่ำกว่า การกำจัดตัวประสานสามารถกำจัดด้วยสารละลายได้ 92 ถึง 98 เปอร์เซ็นต์ ค่าความหนาแน่นหลังเผาผนึก (Sintered density) ทดสอบด้วยหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes method) ที่อุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน 60 °C มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 97.9 เปอร์เซ็นต์ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังเผาผนึกค่อยๆ เพิ่มขึ้นกับสัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) และหลังจากเผาผนึกเกิดการหดตัว (Shrinkage) 17 ถึง 21 เปอร์เซ็นต์ ค่าความแข็ง (Hardness) ทดสอบด้วยการกดแบบวิกเกอร์จะเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) ที่อุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน 60 °C และสัดส่วนผง 43 vol% ให้ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ที่มากที่สุดคือ 760 HV และที่อุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน 60 °C สัดส่วนผงวัสดุ 41 vol% ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้งสูงสุดคือ 39.90 เมกะปาสกาล

ในปี ค.ศ.2014 Md Ani และคณะ (Md Ani, Muchtar, Muhamad, & Ghani, 2014) ได้ศึกษาการขึ้นรูปวัสดุผงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาผสมเซอร์โคเนีย (ZTA) ในสัดส่วน 80:20 wt% โดยเซอร์โคเนียที่ใช้เป็นเซอร์โคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 และใช้วัสดุประสานคือพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (HDPE) Paraffin wax และกรดสเตียริกในสัดส่วน 50:46:4 wt% ใช้สัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) 53 ถึง 59 vol% ผสมด้วยวิธีการบดผสม (Ball-milled) อุณหภูมิในการเผา 1,400 ถึง 1,600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การกำจัดตัวประสานใช้ตัวทำละลายเฮปเทน (Heptane) ที่ 2 อุณหภูมิคือ 65 และ 70 °C พบว่าในการแช่เพียง 2 ชั่วโมงสามารถกำจัดตัวประสานได้อย่างรวดเร็วและเมื่อเวลาในการแช่ที่มากขึ้นทำให้สามารถกำจัดตัวประสานได้มากขึ้น ที่อุณหภูมิ 60 °C การแช่ตัวทำละลายเฮปเทน เป็นเวลา 16 ชั่วโมงสามารถกำจัดตัวประสานได้มากถึง 82.26 เปอร์เซ็นต์ สำหรับผลของการเผานี้ อุณหภูมิที่เปลี่ยนไปมีอิทธิพลต่อการหดตัว (Shrinkage) ความหนาแน่นสัมพัทธ์และความแข็ง ซึ่งการหดตัวจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผานี้สูงขึ้นเนื่องจากการแพร่ออกของโมเลกุลทำให้ปริมาตรของรูพรุนลดลง ที่อุณหภูมิ 1,560 °C จะหดตัวประมาณ 6 ถึง 15 เปอร์เซ็นต์ สำหรับค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์และความแข็งจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผานี้สูงขึ้น ที่อุณหภูมิ 1,600 °C มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 97.89 เปอร์เซ็นต์และมีค่าความแข็ง 1,582.40 HV

ในปี ค.ศ.2015 Chuankrerkkul และคณะ (Chuankrerkkul et al., 2015) ได้ศึกษาการขึ้นรูปวัสดุผงของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินาผสมเซอร์โคเนีย (ZTA) ในสัดส่วน 80:20 wt% โดยเซอร์โคเนียที่ใช้เป็นเซอร์โคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 และใช้วัสดุประสานคือพอลิเอทิลีนไกลคอล พอลิไวนิลพิวทีรอล และกรดสเตียริก ในสัดส่วน 78:20:2 wt% เตรียม Feedstock ด้วยสัดส่วนผงวัสดุ 48 50 และ 52 vol% กำจัดวัสดุประสานด้วยตัวทำละลายคือน้ำ (Water leaching) ที่อุณหภูมิ 40 °C เผานี้ที่อุณหภูมิ 1,600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าในการกำจัดวัสดุประสานด้วยน้ำ อัตราการกำจัดลดลงเมื่อเวลาในการกำจัดเพิ่มขึ้นจากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค พบว่าเซอร์โคเนียจะยับยั้งการโตของเกรนอะลูมินาที่ส่งผลดีต่อคุณสมบัติทางกายภาพและคุณสมบัติทางกล การเตรียม Feedstock ที่ 52 vol% ทำให้ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังการเผานี้ (Sintered density) มากกว่า 97 เปอร์เซ็นต์ ค่าความต้านทานการดัดโค้ง (Flexural strength) มีค่า 334 เมกะปาสกาลและความแข็งมีค่า 2,093 HV

6.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนีย-อะลูมินาจากการขึ้นรูปอื่นๆ

ในปี ค.ศ.2003 Celli และคณะ (Celli, Tucci, Esposito, & Palmonari, 2003) ได้ศึกษาเทคนิค colloidal shaping ของวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 และแอลฟาอะลูมินา โดยมีการเติมอะลูมินาในเซอโรโคเนีย 0 20 40 60 80 และ 100 wt% อุณหภูมิในการเผาผนึก 1,500 ถึง 1,600 °C พบว่าค่าความแกร่ง (Fracture toughness) เพิ่มขึ้นกับการเติมอะลูมินา โดยมีค่าสูงสุดที่อะลูมินา 40 wt% จากนั้นจะลดลงเมื่อสัดส่วนอะลูมินามาก ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นจากการทดสอบ 4-point bending มีค่าเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนการเติมอะลูมินา โดยสัดส่วนการเติมอะลูมินา 20 40 60 และ 80 wt% มีค่ามอดูลัสยืดหยุ่น 246 285 316 และ 348 เมกะปาสกาลตามลำดับ สำหรับการแตกของรอยร้าว เมื่อสัดส่วนอะลูมินาสูง รอยร้าวเกิดขึ้นตามขอบเกรน (Intergranular) และเมื่อสัดส่วนเซอโรโคเนียสูง รอยร้าวแตกแบบผ่าเกรน (Transgranular)

ในปี ค.ศ.2004 Moraes และคณะ (Moraes et al., 2004) ได้ศึกษาการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressed) ของวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนียผสมอะลูมินา โดยใช้เซอโรโคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 สองประเภทคือ เซอโรโคเนีย TZ3YSB (ZT) และเซอโรโคเนีย 3Y-TZP (ZM) ใช้วัสดุประสานพอลิเอทิลีนไกลคอล 2 wt% โดยมีการเติมอะลูมินา 0 และ 20 wt% อุณหภูมิในการเผาผนึก 1,500 และ 1,600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเซอโรโคเนียทั้งสองประเภทให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์และมอดูลัสยืดหยุ่นใกล้เคียงกัน โดยค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มีค่ามากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์ สำหรับค่ามอดูลัสยืดหยุ่น การเติมอะลูมินา 0 wt% มีค่า 210 กิกะปาสกาลและเมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น 20 wt% มีค่า 231 กิกะปาสกาล สำหรับค่าความแข็งแรงแบบวิกเกอร์ของเซอโรโคเนีย ZT ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 และ 20 wt% มีค่า 13.20 และ 15.44 กิกะปาสกาล ตามลำดับ เซอโรโคเนีย ZM ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 และ 20 wt% มีค่าความแข็งแรงแบบวิกเกอร์ 12.78 และ 14.32 กิกะปาสกาลตามลำดับและสำหรับค่าความต้านทานการดัดโค้งของเซอโรโคเนีย ZT ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 และ 20 wt% มีค่า 736.50 และ 755.30 เมกะปาสกาล ตามลำดับ เซอโรโคเนีย ZM ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 และ 20 wt% มีค่า 635 และ 471.30 เมกะปาสกาลตามลำดับ

ในปี ค.ศ.2012 Kern และ Gadow (Kern & Gadow, 2012) ได้ศึกษาการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressed) ของวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนียผสมอะลูมินา โดยมีการเติมอะลูมินา 20 และ 40 vol% สำหรับเซอโรโคเนียที่ใช้เป็นโมโนคลินิกเซอโรโคเนียผสม 2.5 mol% Y_2O_3 เคลือบด้วยไนไตรด์ การผสมทำโดยวิธีการบด (Attrition-milled) ใช้อุณหภูมิในการเผาผนึก 1,400 1,425 1,450 1,475 และ 1,500 °C จากการทดสอบความแข็งแรงแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)

ที่อะลูมินา 20 vol% มีค่าความแข็ง (Hardness) เพิ่มขึ้น 1.5 กิกะปาสกาล ในขณะที่ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นเพิ่มขึ้น 35 กิกะปาสกาลเมื่อเทียบกับเซอร์โคเนียล้วน

ในปี ค.ศ.2014 Calambás Pulgarin และ Albano (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) ได้ศึกษาวิธีการเทหล่อ (Slip casting) ของวัสดุเชิงประกอบเซอร์โคเนียผสมอะลูมินาโดยใช้เซอร์โคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 สองประเภทคือ เซอร์โคเนียที่มีการโดปด้วยอะลูมินา 0.3 wt% (Al-doped Y-PSZ) โดยมีสัดส่วนการเติมอะลูมินาในเซอร์โคเนีย 10.5 22 และ 50 vol% และเซอร์โคเนียที่ไม่มีการโดปอะลูมินา (Y-PSZ) มีการเติมอะลูมินาในเซอร์โคเนีย 50 wt% อุณหภูมิในการเผาผนึก 1,100 ถึง 1,600 °C อัตราเร็วในการเผาผนึกเพิ่มมากขึ้นในงาน Al-doped Y-PSZ 22 และ 50 vol% และใน Y-PSZ 50 vol% ที่สัดส่วนเซอร์โคเนีย 50 vol% อัตราการโตของเกรนอะลูมินาลดลง ในทางตรงข้ามอัตราการโตของเกรนเซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นเล็กน้อยกับการเพิ่มสัดส่วนเซอร์โคเนีย สำหรับ Al-doped Y-PSZ ที่เติมอะลูมินา 50 vol% มีการกระจายตัวของเกรนเซอร์โคเนียที่น้อยกว่า Y-PSZ ที่เติมอะลูมินา 50 vol% สำหรับผลของความแข็ง (Vickers hardness) พบว่าเมื่อค่าเฉลี่ยของขนาดเกรนอะลูมินามากกว่า 1 ไมครอนจะทำให้ความแข็งลดลงซึ่งเกิดกับกรณีอะลูมินาล้วนเผาผนึกที่อุณหภูมิมากกว่า 1,400 หรืออะลูมินาผสมเซอร์โคเนีย 10.5 vol% เผาผนึกที่อุณหภูมิมากกว่า 1,500 °C

ในปี ค.ศ.2015 Pulgarin และ Albano (H. L. C. s. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) ได้ศึกษาขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ (Slip casting) ของอะลูมินาผสมเซอร์โคเนีย โดยใช้เซอร์โคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 สามประเภทคือ เซอร์โคเนียที่มีการโดปด้วยอะลูมินา 0.3 wt% (Y-PSZA) เซอร์โคเนียที่ไม่มีการโดป (Y-PSZ) และเซอร์โคเนียขึ้นรูปด้วยวิธี Colloidal method (ZN) ที่สัดส่วน 10.5 22 และ 50 vol% ขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ (Slip casting) อุณหภูมิในการเผาผนึก 1,100 ถึง 1,600 °C พบว่าการเพิ่มสัดส่วนเซอร์โคเนีย ในช่วง 10 ถึง 22 vol% ทำให้ความแข็ง (Hardness) เพิ่มขึ้น แต่ถ้ามากกว่า 22 vol% จะทำให้ความแข็งลดลง เมื่อเซอร์โคเนียมากกว่า 22 wt% ความแกร่ง (Toughness) เพิ่มขึ้นกับสัดส่วนของเซอร์โคเนีย โดยกลไกการเปลี่ยนเฟส สำหรับ 10.5 wt% ระบบที่ใช้ ZN ให้เกรนของเซอร์โคเนียที่เล็กกว่าและมีประสิทธิภาพในการป้องกันการโตของเกรนอะลูมินามาก ส่งผลให้ความแข็งสูงกว่า แต่ทว่าระหว่างการเย็นตัวการเปลี่ยนเฟสเดเทรโกนอลไปเป็นโมโนคลินิกสำหรับบางเกรนของเซอร์โคเนียที่ไม่เสถียรสามารถลดค่ามอดูลัสยืดหยุ่นและความแกร่ง

ในปี ค.ศ.2017 Sequeira และคณะ (Sequeira et al., 2017) ได้ศึกษาการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressed) และการอัดแบบไอโซสตาติก (Cold isostatic pressing: CIP) ของวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนีย (3Y-TZP) และอะลูมินา โดยใช้เซอโรโคเนียผสม Y_2O_3 2 ประเภท คือ 2 mol% yttria stabilized zirconia (2YSZ) และ 3 mol% yttria stabilized zirconia (3YSZ) โดยมีสัดส่วนการเติมอะลูมินาในเซอโรโคเนีย (ATZ) 10 15 และ 20 wt% สัดส่วนการเติมเซอโรโคเนียในอะลูมินา (ZTA) 10 15 และ 20 wt% ผสมด้วยวิธีการบดผสม (Nano bead milled) อุณหภูมิในการเผาผลาญ 1,400 °C พบว่าค่าความหนาแน่นทดสอบด้วยหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes method) จากการขึ้นรูปด้วย CIP มีค่าเพิ่มขึ้น 2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ในกรณี ZTA โดยมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 98 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าเพิ่มขึ้น 3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ในกรณี ATZ โดยมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 97.5 เปอร์เซ็นต์ สำหรับการทดสอบความแข็งแรงด้วยการกดแบบวิกเกอร์ใน ZTA มีค่าความแข็งแรงสูงกว่า ATZ เพราะความความแข็งแรงของอะลูมินามากกว่าเซอโรโคเนีย ZTA การเติมเซอโรโคเนีย 10 wt% มีค่าสูงสุดคือ 1,846 HV สำหรับค่าความแกร่ง (Fracture toughness) ATZ มีค่าสูงกว่า ZTA เพราะเซอโรโคเนียสามารถทนทานต่อการร้าวได้ด้วยการเปลี่ยนเฟส (Phase transformation) จึงทำให้มีค่าความแกร่งที่สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ 2YSZ ใน ZTA และ 3YSZ ใน ATZ 2YSZ มีการเปลี่ยนเฟสมากกว่าใน 3YSZ ทำให้ค่าความแกร่งของ ZTA ที่มีเซอโรโคเนีย 20 wt% (80A20Z) มากกว่า ATZ ที่มีเซอโรโคเนีย 80 wt% (80Z20A) สำหรับค่าความต้านทานการดัดโค้งจะลดลงเมื่ออะลูมินาเพิ่มขึ้น

ในปี ค.ศ.2018 Maji และคณะ ได้ศึกษาการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressed) ของวัสดุเชิงประกอบเซอโรโคเนีย (3Y-TZP) และอะลูมินา โดยมีการเติมอะลูมินาในเซอโรโคเนียผสม 3 mol% Y_2O_3 ในสัดส่วน 0 10 15 20 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์ ใช้อุณหภูมิในการเผาผลาญ 1,350 1,450 1,500 1,550 1,600 และ 1,650 °C พบว่าการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสตั้งแต่ 10 ถึง 80° เมื่อมีการเติมอะลูมินาในชิ้นงานพบเซอโรโคเนียเฟสเตตระโกนอลและเฟสโมโนคลินิกและเฟสคอรันดัม สำหรับขนาดของเกรนอะลูมินาเพิ่มขึ้นกับการเติมอะลูมินาและขนาดเกรนของเซอโรโคเนียลดลงเมื่อมีการเติมอะลูมินา เนื่องจากการโตของเกรนอะลูมินาทำให้ขนาดของเกรนเซอโรโคเนียลดลง การเติมอะลูมินา 10 ถึง 30 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเกรนของอะลูมินาอยู่ในช่วง 0.67 ถึง 0.87 ไมครอนและการเติมอะลูมินา 10 ถึง 30 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเกรนของอะลูมินาอยู่ในช่วง 0.21 ถึง 0.36 ไมครอน สำหรับค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาเมื่อไม่มีการเติมอะลูมินาหรือเซอโรโคเนียล้วนมีค่า 12.70 กิโลปาสกาล และเมื่อสัดส่วนอะลูมินา

เพิ่มขึ้น 30 เปอร์เซ็นต์ มีค่าความแข็งแรงมากที่สุด 13.45 กิโลปาสกาล เพราะว่าอะลูมินาแข็งกว่า เซอร์โคเนีย และรอยแตกกว้าง (crack length) ลดลงเมื่อการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น



บทที่ 3

วิธีการดำเนินวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการขึ้นรูปและสมบัติของเซรามิกเคลือบผงอะลูมินาที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผงโดยสัดส่วนผงวัสดุ (Powder) กับวัสดุประสาน (Binder) คือ 38:62 vol% ผงวัสดุประกอบด้วยเซรามิกเคลือบ (3 mol% yttria stabilized zirconia หรือ TZ-3YE) กับอะลูมินาโดยใช้สัดส่วนอะลูมินา 0 ถึง 50 vol% วัสดุประสานประกอบด้วยพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลบิวทีรอล (PVB) ในสัดส่วน 80:20 wt% โดยมีองค์ประกอบในการดำเนินงานวิจัยดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. ผงเซรามิกเคลือบ (TZ-3YE) จาก TOSOH Corporation
2. ผงอะลูมินาสูตรเคมี Al_2O_3 จาก Nippon Light Metal Co.,Ltd.
3. พอลิไวนิลบิวทีรอล (Polyvinyl butyral: PVB)
4. พอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol: PEG) น้ำหนักโมเลกุล 1,500 กรัมต่อโมล
5. เอทานอล (Ethanol) ความบริสุทธิ์ 99.70 เปอร์เซ็นต์

คุณสมบัติของผงวัสดุและวัสดุประสานแสดงดังตาราง 6

ตาราง 6 แสดงคุณสมบัติของผงวัสดุและวัสดุประสาน

Powders		Particle size (μm)	Density (g/cm^3)
Zirconia		0.60	6.05
Alumina		1.10	3.90

Binders	Molecular weight	Density (g/cm^3)	Tm* ($^{\circ}C$)
PVB	40,000-70,000	1.10	140-200
PEG	1,500	1.10	44-48

Tm* คือ อุณหภูมิหลอมเหลว (Melting temperature)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. จานแก้ว
2. แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์
3. ซ้อนตักสาร
4. ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาดอนุภาค 45 ไมครอน
5. ปีกเกอร์
6. หลอดหยด
7. ถาดสเตนเลส
8. แม่พิมพ์ในการฉีดขึ้นรูป
9. ขวดสำหรับผสมวัสดุผง
10. คีม

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องชั่งดิจิตอลทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
2. เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier Calipers)
3. เต้าอบไมโครเวฟยี่ห้อ Electrolux
4. เครื่องให้ความร้อน (Hot plate)
5. เครื่องฉีดขึ้นรูปวัสดุผง (Plunger-type injection moulding)
6. อุปกรณ์วัดความหนาแน่นขึ้นงานด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำ
7. โกร่งอะลูมินา
8. เต้าเผา
9. เครื่องหมุนผสม (Ball-milled)
10. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Water bath)

3.4 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ยี่ห้อ JSM-IT500HR JEOL
2. เครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค (Laser particle size distribution analyzer) ยี่ห้อ Mastersizer3000 รุ่น Hydro EV

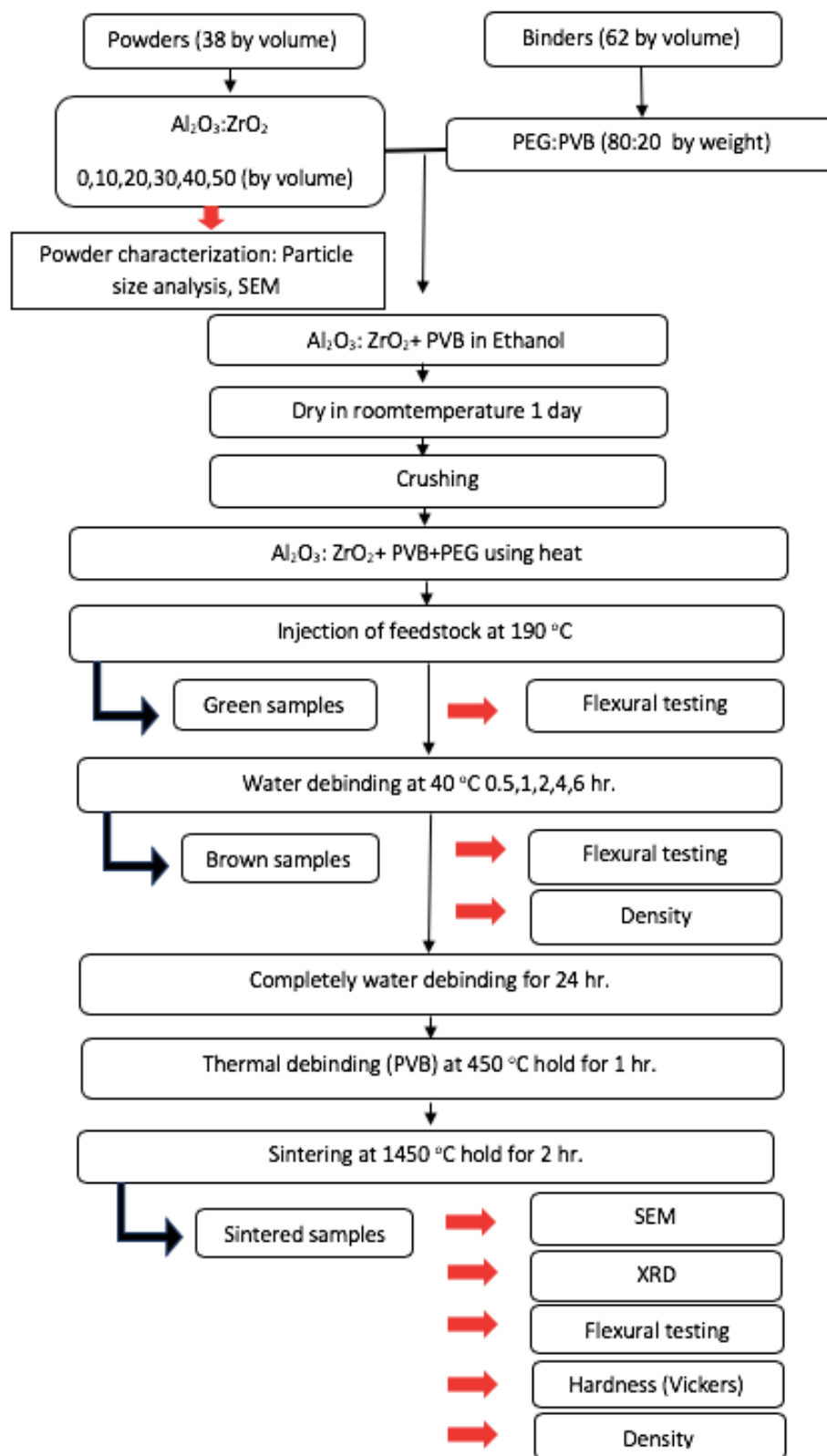
3. เครื่องเทอร์โมเกรวิเมตริก แอแนลิซิส (Thermogravimetric analyzer) ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น TG209 F1 Libra
4. เครื่องทดสอบความต้านทานแรงดัด 3-point bending test ยี่ห้อ Instron รุ่น 5882
5. เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Micro-Vickers hardness test ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น HMV-2
6. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น D8 Discover

3.5 สถานที่ดำเนินงานวิจัย

1. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
2. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.6 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย แสดงรายละเอียดของขั้นตอนต่างๆ ดังภาพประกอบ 14



ภาพประกอบ 14 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.6.1 เตรียมและวิเคราะห์สารตั้งต้น

1. อบผงเซอร์โคเนียและอะลูมินาแต่ละ 20 กรัมจำนวน 6 ถาดให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงดังภาพประกอบ 15



ภาพประกอบ 15 ผงอะลูมินาที่อุณหภูมิ 100°C

2. วิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค (Particle size distribution) โดยใช้เทคนิค Laser light scattering
3. วิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน (Morphology) ของผงเซรามิกตั้งต้นคือผงเซอร์โคเนียและผงอะลูมินาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด การเตรียมชิ้นงานใช้เทปคาร์บอนเป็นวัสดุยึดติดตัวอย่าง โดยโรยผงบนเทปคาร์บอนแล้ว เป่าส่วนที่ไม่ติดกับเทปคาร์บอนออก ทำการฉาบด้วยทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า จากนั้นจึงนำเข้ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้ความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์
4. วิเคราะห์อุณหภูมิเสื่อมสภาพของพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis โดยให้อัตราการให้ความร้อน 20°C ต่อนาที ในช่วง 25 ถึง 600°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (N_2) และในช่วง 600 ถึง 800°C ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน (O_2)

3.6.2 เตรียม feedstock

1. ทำการผสมผงเซอร์โคเนียและอะลูมินาด้วยเครื่อง ball mill ความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที สัดส่วนผงแสดงดังตาราง 7 เพื่อผสมผงวัสดุให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน

ตาราง 7 แสดงสัดส่วนผงและตัวประสานของแต่ละเงื่อนไข

ชิ้นงาน	ผงเซอร์โคเนีย (กรัม)	ผงอะลูมินา (กรัม)	ผงพอลิเอธิลีนไกลคอล (กรัม)	ผงพอลิไวนิลบิวทีรอล (กรัม)
A0	38.56	0	9.15	2.29
A10	35.68	2.56	9.41	2.35
A20	32.64	5.26	9.68	2.42
A30	29.41	8.13	9.97	2.49
A40	25.99	11.17	10.28	2.57
A50	22.34	14.40	10.60	2.65

2. ผสมผงเซรามิกกับพอลิไวนิลบิวทีรอลโดยใช้เอทานอล 18 มิลลิลิตรช่วยในการผสม หลังจากได้ส่วนผสมที่มีลักษณะเหนียวเป็นเนื้อเดียวกัน เทส่วนผสมทิ้งไว้บนแผ่นฟอยล์อะลูมิเนียม ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วันเพื่อให้แห้งแล้วบดให้เป็นผง หลังจากทิ้งไว้ 1 วันจะมีลักษณะแข็ง จับตัวกันเป็นแผ่นสามารถหยิบจับได้ ไม่เปราะ ดังภาพประกอบ 16



ภาพประกอบ 16 ส่วนผสมผงเซรามิกและพอลิไวนิลบิวทีรอล หลังจากทิ้งไว้ให้แห้งเป็นเวลา 1 วัน

3. นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ผ่านมาซึ่งน้ำหนักอีกครั้ง เพื่อคำนวณพอลิเอธิลีนไกลคอล ที่ใช้จริงในการผสมตามอัตราส่วนที่กำหนด ในการผสมพอลิเอธิลีนไกลคอลใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 8 นาทีเพื่อให้พอลิเมอร์หลอมเหลวแล้วค่อยๆ เติมผงที่ได้จากขั้นตอนที่ผ่านมา คนผสมกันเป็นเวลา 1 นาทีต่อครั้งจนเป็นเนื้อเดียว จะได้เป็น feedstock สำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วย ผง

3.6.3 ผลิตชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูปด้วยผง

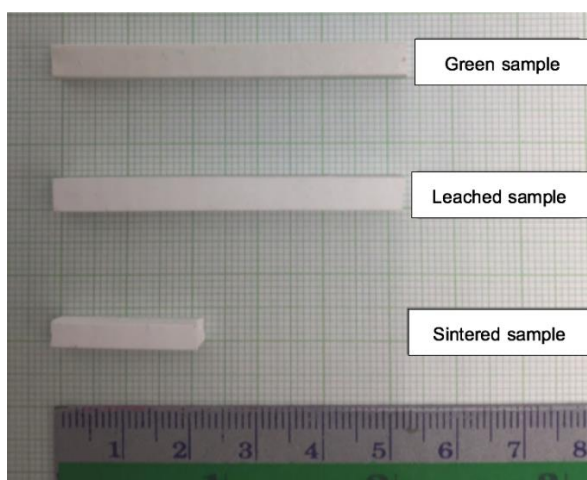
ในการผลิตชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูป ทำการขึ้นรูปโดยใช้เครื่อง Plunger-type machine ความดัน 22 เมกะปาสกาล ที่อุณหภูมิ 190 °C โดยก่อนการฉีดเข้าแม่พิมพ์จะนำ feedstock มาฉีดวนจำนวน 9 รอบ ในการวน 1 รอบใช้เวลาประมาณ 10 นาที การนำ feedstock มาฉีดวนเป็นการทำให้ feedstock เข้ากันเป็นเนื้อเดียว ลักษณะของ feedstock ที่ผ่านการฉีดมีรูปร่างลักษณะดังภาพประกอบ 17 ในการฉีดเข้าแม่พิมพ์ ใช้แม่พิมพ์ลักษณะเป็นแท่งยาว ขนาด 5 x 5 x 55 มิลลิเมตร ลักษณะของชิ้นงานในแม่พิมพ์เป็นดังภาพประกอบ 18 หลังการฉีดขึ้นรูปจะทิ้งชิ้นงานไว้เป็นเวลา 1 วัน แล้วนำมาชั่งน้ำหนักและวัดขนาด เพื่อเข้าสู่อำนาจจัดตัวประสานในขั้นตอนถัดไป สำหรับชิ้นงานที่ได้หลังการฉีดขึ้นรูปเป็นดังชิ้นงานบนสุดในภาพประกอบ 19



ภาพประกอบ 17 ลักษณะของ feedstock ที่ฉีดวนครบก่อนการขึ้นรูป



ภาพประกอบ 18 ลักษณะของชิ้นงานที่ยังอยู่ในแม่พิมพ์



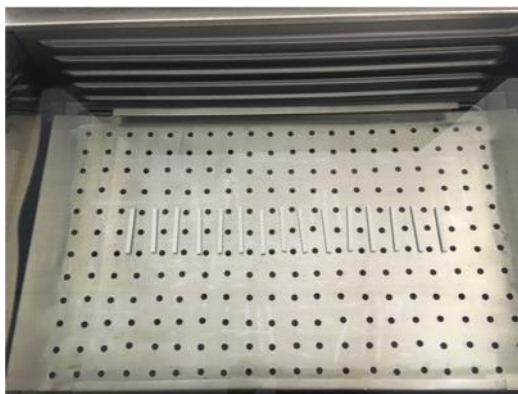
ภาพประกอบ 19 ลักษณะตัวอย่างของชิ้นงานในแต่ละขั้นตอน ชิ้นบนคือ ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ชิ้นกลางคือชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ ชิ้นล่างคือ ชิ้นงานหลังการเผาผนึก

3.6.4 กำจัดตัวประสาน (Debinding)

1. กำจัดตัวประสานพอลิเอธิลีนไกลคอลโดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย โดยวางชิ้นงานในอ่างควบคุมอุณหภูมิ (Water bath) ที่อุณหภูมิ 40 °C จำนวนชิ้นงานทั้งหมด 15 ตัวอย่าง สำหรับ 5 เงื่อนไข (A0, A10, A20, A30, A40 และ A50) เงื่อนไขละ 3 ชิ้นงาน ดังภาพประกอบ 20 เพื่อทดสอบอัตราการกำจัดตัวประสาน แช่ชิ้นงานในน้ำเป็นเวลา 30 นาที 1 2 4 และ 6 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน ชั่งน้ำหนักก่อนและหลังการแช่น้ำเพื่อคำนวณเปอร์เซ็นต์ของพอลิเอธิลีนไกลคอลที่หายไปในแต่ละช่วงเวลา

2. ในการกำจัดตัวประสานทั้งหมดที่เหลือ ทำโดยแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

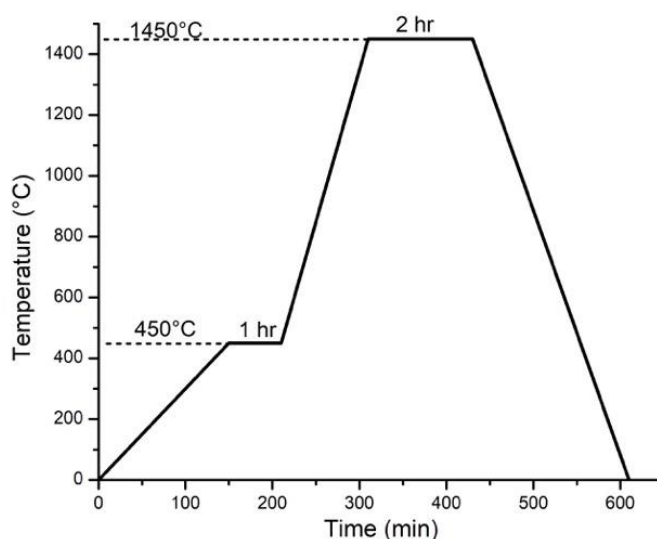
3. กำจัดตัวประสานพอลิไวนิลบิวทีรอลโดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 450 °C โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 3 °C ต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กระบวนการนี้ทำต่อเนื่องกับการเผาผนึกในขั้นตอนต่อไป



ภาพประกอบ 20 ชิ้นงานในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40 °C ระหว่างการกำจัดตัวประสาน
พอลิเอธิลีนไกลคอล

3.6.5 การเผาผนึก (Sintering)

ทำการเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1,450 °C ต่อเนื่องจากการกำจัดตัวประสาน ด้วยความร้อนในขั้นตอนก่อนหน้านี้ โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 °C ต่อนาทีและ ทำการคงอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิ 1,450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้ชิ้นงานเย็นในเตา แผนภาพการให้ความร้อนแสดงดังภาพประกอบ 21



ภาพประกอบ 21 แผนภาพการให้ความร้อนแสดงอุณหภูมิและเวลาในการกำจัด PVB และการเผา
ผนึก

3.6.6 ทดสอบการดัด (Flexural test)

ทดสอบการดัดโดยใช้เทคนิคการกดสามจุด (3-points bending) ด้วยเครื่อง Universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D790 สำหรับชิ้นงานแบบแท่งยาวเส้นใย 5 ชิ้นงาน จำนวน 6 เส้นใย รวมจำนวนทั้งหมด 30 ชิ้นงาน ชิ้นงานมีลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมขนาด 5 x 5 x 55 มิลลิเมตร นำตัวอย่างไปทดสอบและคำนวณความต้านทานการดัดโค้งตามสมการ 9

$$\sigma_f = \frac{3F_f L}{2bd^2} \quad (9)$$

โดยที่ F คือ แรงกระทำ (นิวตัน)

L คือ ระยะระหว่างจุดรองรับ 2 ข้างของชิ้นงาน มีขนาด 25 มิลลิเมตร

b คือ ความกว้างของชิ้นงาน (เมตร)

d คือ ความหนา (เมตร)

3.6.7 ทดสอบความแข็ง (Hardness test)

เตรียมผิวของตัวอย่างด้วยการขัดละเอียดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 220 400 800 1,000 และ 1,200 เพื่อให้พื้นผิวเป็นระนาบ เช็ดผิวหน้าตัวอย่างให้แห้ง ทดสอบความแข็งของชิ้นงานด้วยเครื่อง Micro-Vickers hardness test ตามมาตรฐาน ASTM C1327-08 โดยใช้หัวกดรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส แรงในการกด 4.903 นิวตันแช่เป็นเวลา 15 วินาที

3.6.8 ทดสอบวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density) และความพรุน (Porosity)

ในการหาความหนาแน่นและความพรุนของชิ้นงาน(หลังเผา) ใช้หลักการการแทนที่ของน้ำ (Archimedes principle) การชั่งน้ำหนักชิ้นงานใช้เครื่อง Digital analysis balance โดยขั้นตอนการทดสอบเริ่มจากการชั่งน้ำหนักแห้ง (D) ของชิ้นงานหลังเผาผืนึก จากนั้นต้มชิ้นงานในน้ำเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 100 °C แล้วทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงให้อิ่มตัวด้วยน้ำ ชั่งน้ำหนักเป็นน้ำหนักชั่งในน้ำ (S) หลังจากนั้นแช่ชิ้นงานด้วยฟองน้ำหมาดๆ เพื่อดูดซับน้ำส่วนที่เกินออก แล้วทำการชั่งน้ำหนักอีกครั้งในอากาศได้เป็นน้ำหนักเปียก (W) ส่วนค่าความหนาแน่นของสารตามทฤษฎีเป็นดังตาราง 8

น้ำหนักที่ชั่งได้ในขั้นตอนที่กล่าวมาสามารถนำไปคำนวณ ความหนาแน่นรวม (Bulk density: ρ_{bulk}) ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density) ความพรุนตัวปรากฏ (Apparent porosity) และความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ตามสมการที่ (5) และ (8) ที่กล่าวในหัวข้อ 5.5 เมื่อ

$$\text{Bulk density} = \frac{D}{W-S} \times 100 \quad (5)$$

$$\text{Apparent density} = \frac{D}{D-S} \times 100 \quad (6)$$

$$\text{Apparent porosity} = \frac{W-D}{W-S} \times 100 \quad (7)$$

$$\text{Relative density (\% Theoretical)} = \frac{\text{Bulk density}}{\text{Density theoretical}} \times 100 \quad (8)$$

ตาราง 8 แสดงความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

สารตัวอย่าง	ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)
เซอโรโคเนีย	6.05
อะลูมินา	3.90
พอลิเอธิลีนไกลคอล	1.10
พอลิไวนิลบิวทีรอล	1.10

3.6.9 วิเคราะห์โครงสร้างผลึก

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง Bruker AXS model D8 Discover เพื่อหาองค์ประกอบเฟสของผงเซอโรโคเนีย อะลูมินาและเซอโรโคเนียผสมอะลูมินา ตัวอย่างชิ้นงานก่อนและหลังการเผา เงื่อนไขการวิเคราะห์เป็นดังตาราง 9 ในการเตรียมชิ้นงาน หั่นตัวอย่างให้มีขนาดสี่เหลี่ยมเล็กทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีสัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ตาราง 9 เงื่อนไขการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

Scan angle (degree)	20-100
Scan rate (degree) (Step)	0.02
Step time (sec)	78.80
Target	Cu
Generator voltage (kV)	40
Generate current (mA)	40

3.6.10 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ เนื่องจากลักษณะชิ้นงานเป็นแบบแท่ง ใช้เทปกาวคาร์บอนยึดติดด้านข้างของตัวอย่างเข้ากับแท่นวางตัวอย่าง ทำการฉาบผิวตัวอย่างด้วยทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า ก่อนการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกแล้ว ใช้ความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์ สำหรับชิ้นงานหลังการฉีดยึดขึ้นรูปและหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ มีส่วนประกอบของพอลิเมอร์จึงใช้ความต่างศักย์ 5 กิโลโวลต์ เนื่องจากหากใช้เวลานานและใช้ความต่างศักย์สูงจะทำให้พอลิเมอร์เหลว

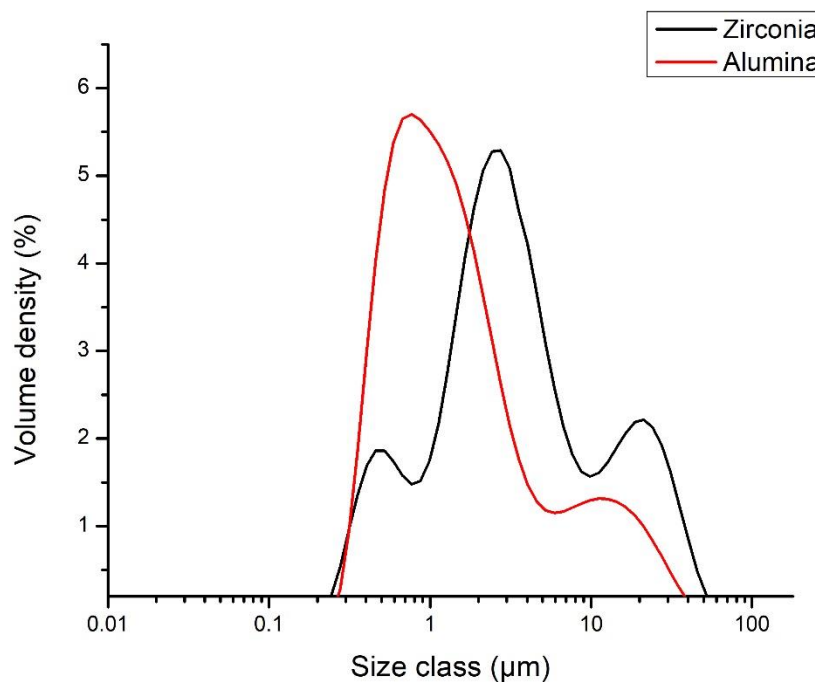
บทที่ 4

ผลการศึกษา

4.1 ลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การกระจายตัวของอนุภาคผงเซรามิก (Particle distribution)

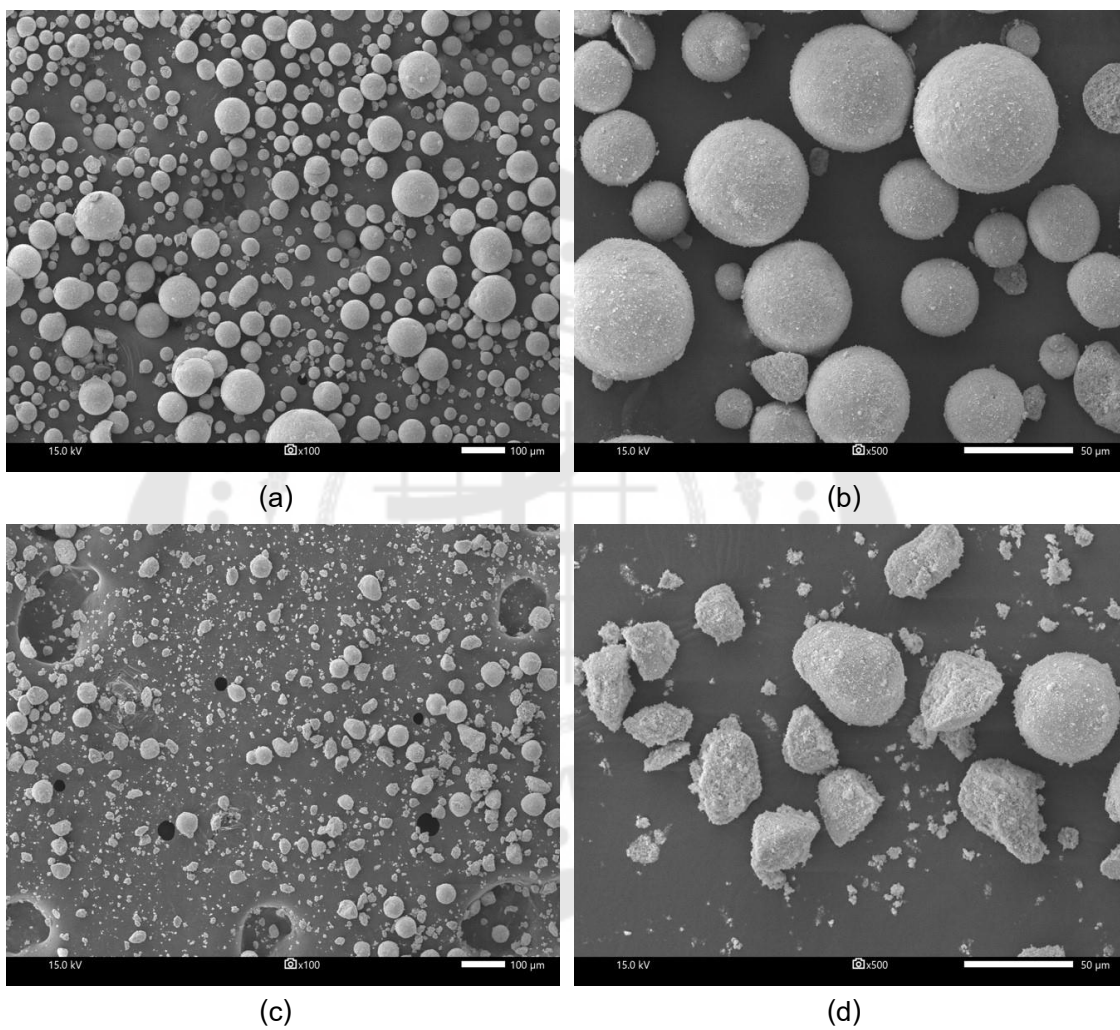
ผงเซรามิกที่ใช้ในงานวิจัยประกอบด้วย ผงเซอร์โคเนียและผงอะลูมินา จากการวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค พบว่าผงเซอร์โคเนียมีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.243 ถึง 163 ไมครอน โดยมีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงแคบ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 (d_{50}) มีค่าเท่ากับ 3.19 ไมครอน ผงอะลูมินามีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.276 ถึง 45.60 ไมครอน โดยมีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงแคบ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 (d_{50}) มีค่าเท่ากับ 1.28 ไมครอน ซึ่งขนาดของผงอะลูมินามีขนาดเล็กกว่าผงเซอร์โคเนีย เมื่อนำข้อมูลมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนปริมาณกับขนาดแบบล็อกสเกล (Log scale) ได้ผลแสดงดังภาพประกอบ 22



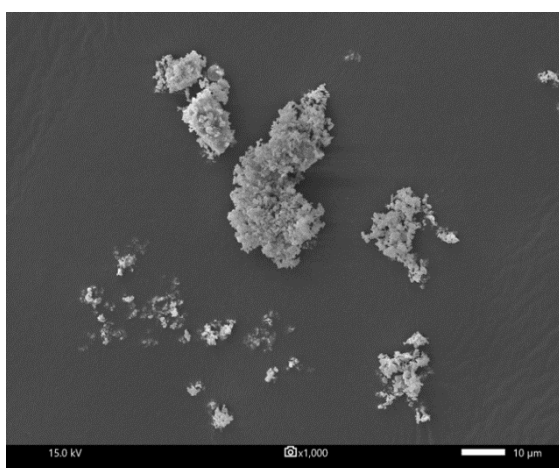
ภาพประกอบ 22 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงเซรามิก

4.1.2 ลักษณะพื้นฐานของผงเซรามิก

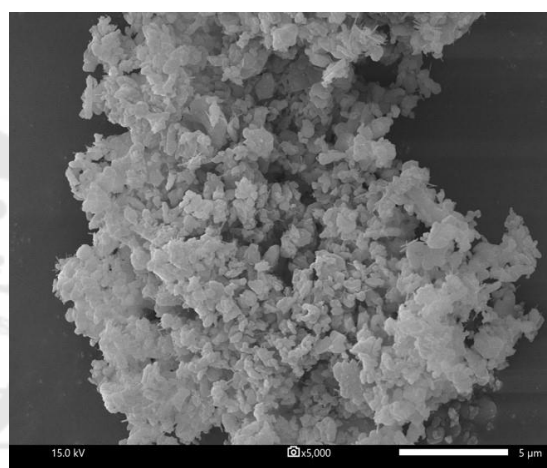
การพิจารณาพื้นฐานของผงเซรามิกสามารถแบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ ก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรง (Sieve) ภาพประกอบ 23 แสดงผลการวิเคราะห์อนุภาคเซอริโคเนียด้วย SEM โดยใช้กำลังขยาย 100 และ 500 เท่า ก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (สองภาพบน) ลักษณะทางกายภาพมีความเรียบสม่ำเสมอและมีรูปร่างทรงกลม อนุภาคขนาดเล็กกระจายปนกับขนาดอนุภาคใหญ่ หลังจากการร่อนผ่านตะแกรง (สองภาพล่าง) อนุภาคมีลักษณะผิวขรุขระ รูปร่างกลมไม่สม่ำเสมอ ภาพประกอบ 24 แสดงผลการวิเคราะห์อนุภาคอะลูมินาด้วย SEM โดยใช้กำลังขยาย 1,000 และ 5,000 เท่า ก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (สองภาพบน) มีรูปร่างเป็นเกล็ดขนาดเล็กเกาะตัวกันเป็นกลุ่ม หลังจากการร่อนผ่านตะแกรง (สองภาพล่าง) ลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาเป็นเกล็ดขนาดเล็กเช่นเดิม แต่เกาะตัวเป็นกลุ่มก้อนเล็กลง ผลจาก SEM สอดคล้องกับการกระจายตัวขนาดอนุภาคที่วัดด้วย Laser particle size distribution analyzer โดยมีขนาดอนุภาคเล็กปนกระจายอยู่กับอนุภาคใหญ่และส่วนใหญ่อนุภาคเล็กกว่า 5 ไมครอน ซึ่งการร่อนผ่านตะแกรงทำให้อนุภาคของเซอริโคเนียและอะลูมินาที่ปรากฏมีขนาดลดลง ในกระบวนการผสมจึงไม่ใช้ลูกบดหรือการผสมแบบแห้ง (Dry mixing)



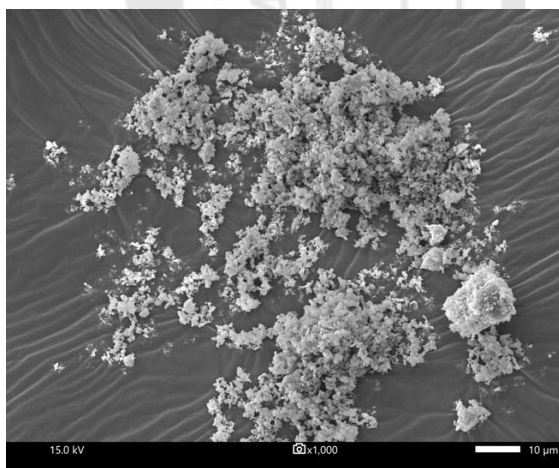
ภาพประกอบ 23 เซอร์โคเนียก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพบน) และหลังการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพล่าง) ที่กำลังขยาย 100 และ 500 เท่า



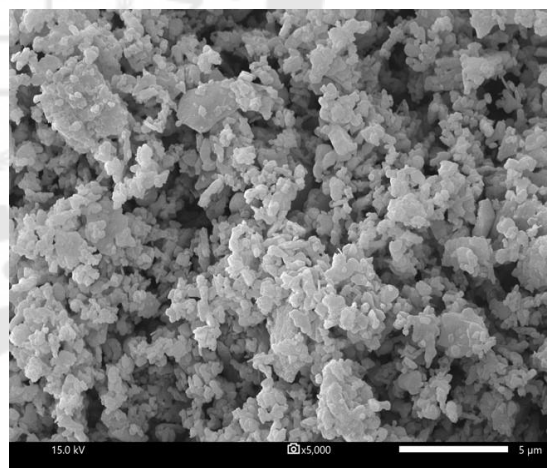
(a)



(b)



(c)

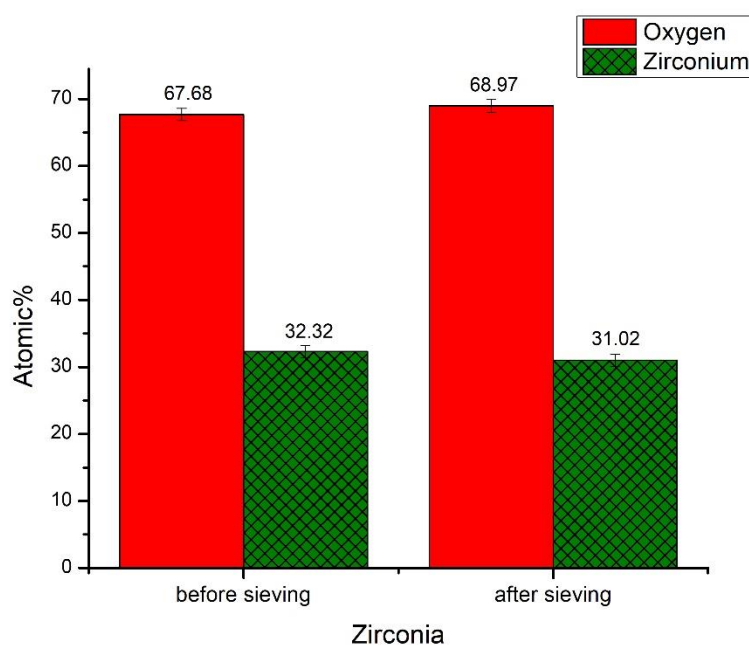


(d)

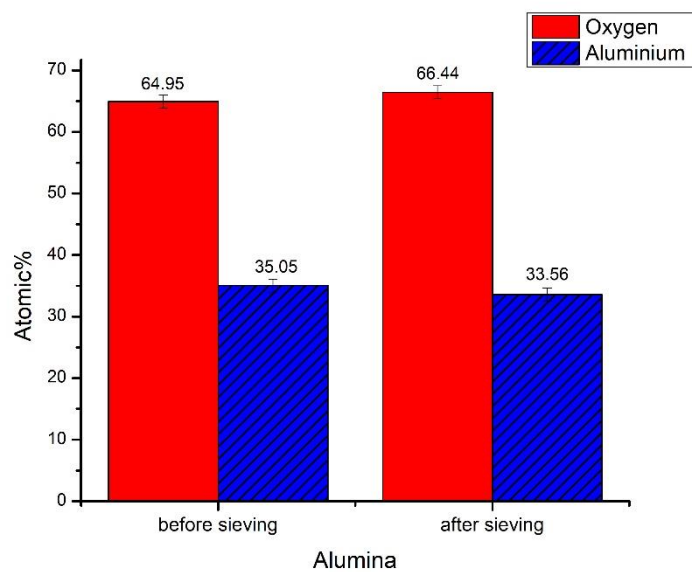
ภาพประกอบ 24 อะลูมินาก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพบน) หลังการร่อนผ่านตะแกรง (ภาพล่าง) ที่กำลังขยาย 1,000 และ 5,000 เท่า

4.1.3 องค์ประกอบเคมีของผงเซรามิก

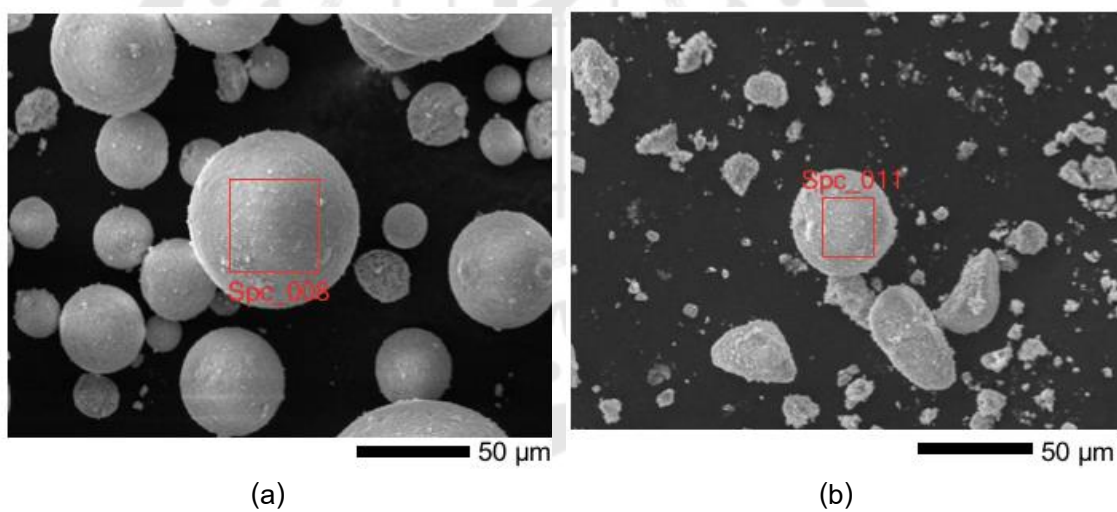
ภาพประกอบ 25 และ 26 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในผงเซอร์โคเนียและอะลูมินาก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรง ด้วยเครื่องเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) แบบ mapping โดยใช้ภาพกำลังขยาย 2,000 เท่า อนุภาคผงเซอร์โคเนียทั้งก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรงประกอบด้วยธาตุเซอร์โคเนียม (Zr) และออกซิเจน (O) ในอัตราส่วนอะตอมใกล้เคียง 1:2 สอดคล้องกับสูตรโครงสร้างของเซอร์โคเนีย (ZrO_2) สำหรับอนุภาคอะลูมินาก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรงประกอบด้วยธาตุอะลูมิเนียม (Al) และออกซิเจน (O) อัตราส่วนอะตอมของ Al:O ใกล้เคียง 3:2 ตามสูตรโครงสร้างของอะลูมินา (Al_2O_3) จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าในกระบวนการร่อนไม่ได้มีการปนเปื้อนของธาตุอื่นใด ภาพประกอบ 27 และ 28 แสดงส่วนของผงเซอร์โคเนียและอะลูมินาที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS



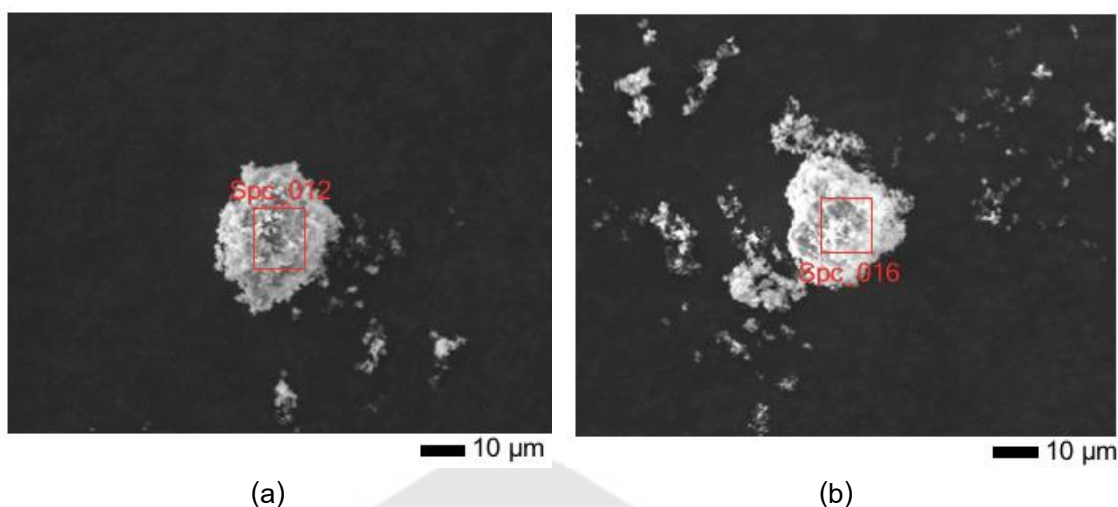
ภาพประกอบ 25 ผลการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงเซอร์โคเนียก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรง



ภาพประกอบ 26 ผลการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงอะลูมินาก่อนและหลังการร่อนผ่านตะแกรง



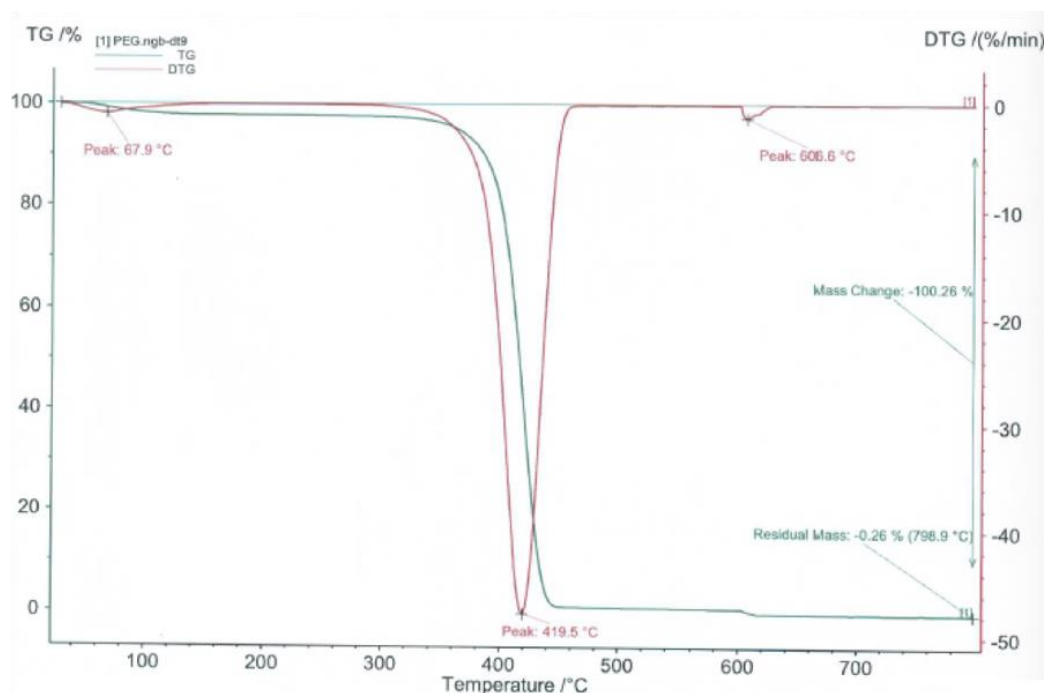
ภาพประกอบ 27 ตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงเซอร์โคเนีย (a) ก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (b) หลังการร่อนผ่านตะแกรง กำลังขยาย 500 เท่า แถบสเกลยาว 50 ไมโครเมตร



ภาพประกอบ 28 ตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS ของอนุภาคผงอะลูมินา (a) ก่อนการร่อนผ่านตะแกรง (b) หลังการร่อนผ่านตะแกรง กำลังขยาย 1,000 เท่า แถบสเกลยาว 10 ไมโครเมตร

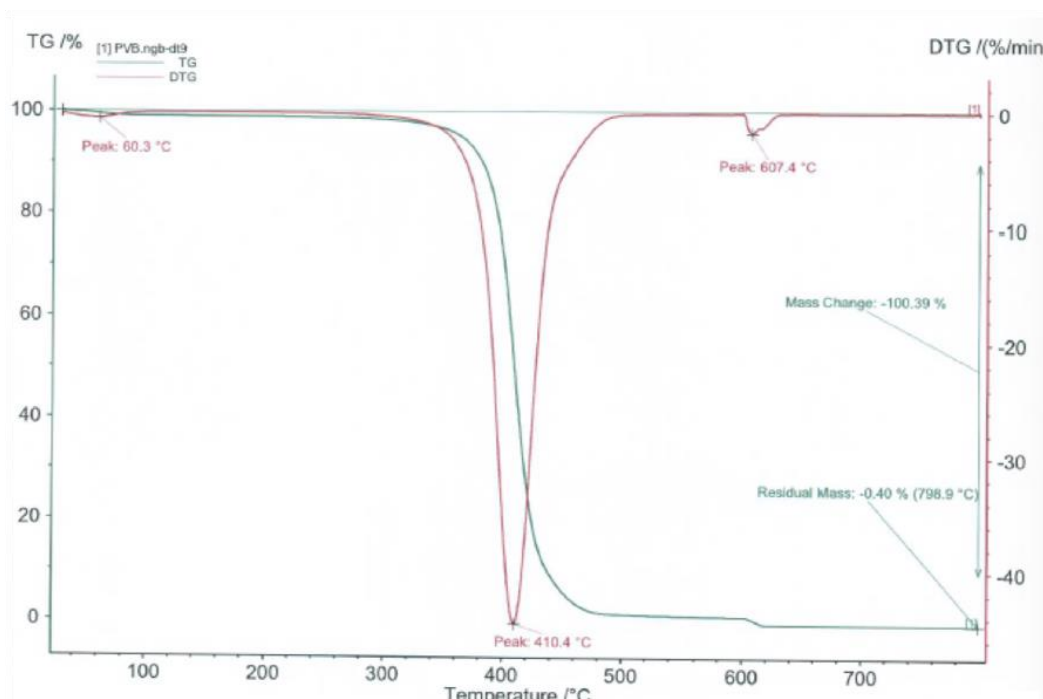
4.1.4 ความเสถียรทางความร้อนของตัวประสาน

พอลิเอธิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลบิวทีรอล (PVB) ซึ่งใช้เป็นตัวประสานผงเซอโรโคเนียและผงอะลูมินา จะถูกกำจัดออกหลังจากการฉีดขึ้นรูป ในขั้นตอนนี้จึงมีการวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ เพื่อพิจารณาอุณหภูมิในการกำจัดตัวประสาน (Debinding) โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลซิส (TGA) โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 20°C ต่อนาที ในช่วง 25 ถึง 600°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (N_2) และในช่วง 600 ถึง 800°C ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน (O_2) ผลการทดสอบความเสถียรทางความร้อนของ PEG ดังภาพประกอบ 29 แสดงให้เห็นว่ามวลของ PEG มีการสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนอยู่ 2 ช่วง ช่วงแรกที่ประมาณ 50°C มีการสูญเสียมวลเพียงเล็กน้อย ซึ่งสอดคล้องกับการระเหยของน้ำจากความชื้นในชิ้นงาน และช่วงที่ 2 มีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 320 ถึง 419.50°C ในช่วงนี้มวลของ PEG มีการสลายตัวไปเกือบทั้งหมด



ภาพประกอบ 29 การวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของ PEG

ผลการทดสอบความเสถียรทางความร้อนของ PVB ดังภาพประกอบ 30 แสดงให้เห็นว่ามวลของ PVB มีการสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนอยู่ 2 ช่วง ในช่วงแรกมีการสูญเสียมวลเล็กน้อยสอดคล้องกับความชื้นในชิ้นงานเช่นเดียวกับในกรณี PEG และช่วงที่ 2 ในช่วงอุณหภูมิ 280 ถึง 410.40 °C มีการสลายตัวของ PVB เกือบทั้งหมด ผลที่ได้นี้บ่งชี้ถึงข้อมูลอุณหภูมิที่เหมาะสมในการกำจัดตัวประสานทั้งสอง โดยเฉพาะ PVB ที่ถูกกำจัดโดยการให้ความร้อนเป็นหลักจากการวิเคราะห์ด้วย TGA ผู้วิจัยจึงเลือกอุณหภูมิ 450 °C สำหรับการกำจัดตัวประสาน (Debinding) ก่อนเริ่มขั้นตอนในการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,450 °C



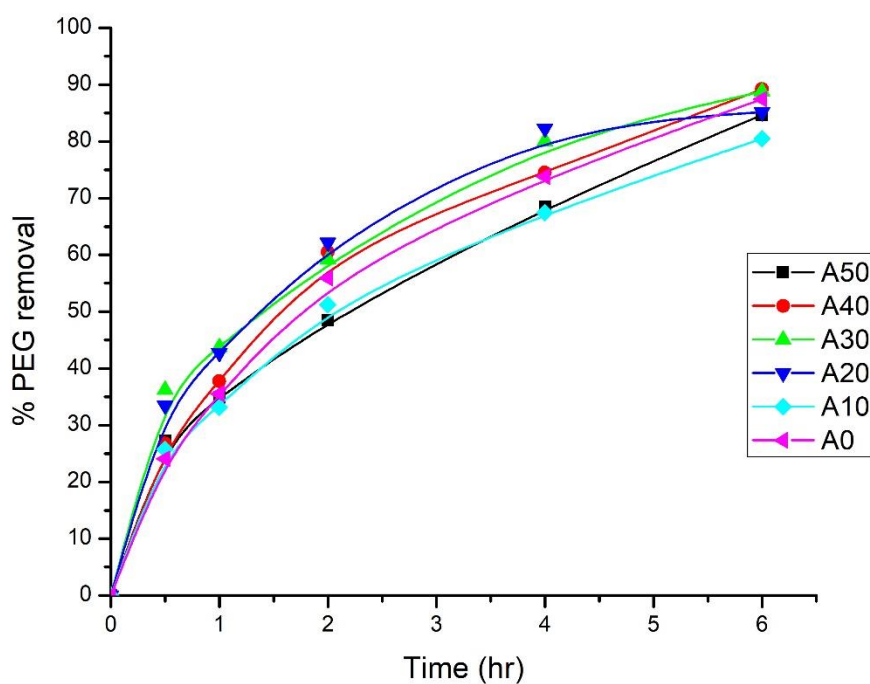
ภาพประกอบ 30 ผลการวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของ PVB

4.2 การทดลองการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ (Leaching experiments)

การกำจัดตัวประสาน (Debinding) เป็นกระบวนการสำคัญในการผลิตชิ้นงานเซรามิก โดยเฉพาะจากการขึ้นรูปด้วยผง ซึ่งใช้ตัวประสานในสัดส่วนที่สูง ในงานวิจัยนี้ การผลิตชิ้นงานเซรามิกเหนียวผสมอะลูมินามีตัวประสานคือ PEG และ PVB โดย PEG เป็นตัวประสานรองที่สามารถกำจัดได้ด้วยตัวทำละลาย (Solvent debinding) คือน้ำ ส่วน PVB เป็นตัวประสานหลักที่กำจัดได้ด้วยความร้อน (Thermal debinding) การกำจัด PEG โดยการละลายน้ำอาศัยเวลาในการละลายและแพร่ของ PEG เพื่อศึกษาอัตราเร็วในการกำจัด PEG ออกจากชิ้นงาน จึงมีการทดสอบหามวลของ PEG ที่ละลายออกไปจากชิ้นงานที่เวลาต่างๆ กัน โดยทดสอบที่เวลา 0.5 1 2 4 และ 6 ชั่วโมง และเพื่อให้ PEG ละลายน้ำได้ดีขึ้น จึงเลือกอุณหภูมิในการกำจัดที่ 40 °C ใกล้กับจุดหลอมเหลวของ PEG น้ำหนักโมเลกุล 1,500 กรัมต่อโมลที่ 45 ถึง 55 °C

การเลือกใช้ตัวประสาน 2 ตัวสามารถช่วยลดการเกิดรุกรุนในชิ้นงานหลังกำจัดตัวประสานและหลังการเผาขึ้น โดยทั่วไป การกำจัดตัวประสานจะนิยมใช้ wax-based เนื่องจากสามารถกำจัดได้รวดเร็วและช่วยประหยัดเวลา สาเหตุที่เลือกใช้ PEG สามารถกำจัดได้ด้วยน้ำเพื่อหลีกเลี่ยงการใช้สารเคมีและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม (Chuankrerkkul et al., 2013) ภาพประกอบ 31 แสดงผลการทดสอบการกำจัด PEG ด้วยน้ำ ในลักษณะกราฟระหว่างมวลของ

ชิ้นงานที่หายไปเทียบกับเวลา สำหรับชิ้นงานเมื่อมีการเติมอะลูมินา 0 ถึง 50 vol% เมื่อเวลาผ่านไป 6 ชั่วโมง สามารถกำจัด PEG ได้เกือบ 80 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้องค์ประกอบอื่นในชิ้นงานไม่ละลายน้ำ มวลของชิ้นงานที่หายไปจึงสอดคล้องกับมวลของ PEG การกำจัดตัวประสานด้วยน้ำเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่น พบว่าการกำจัดตัวประสาน PEG น้ำหนักโมเลกุล 1,500 กรัมต่อโมล น้ำหนักโมเลกุลที่แตกต่างกันไม่มีผลต่อการกำจัดตัวประสาน (Chuankrerkkul et al., 2013) สำหรับอุณหภูมิในช่วง 30 ถึง 60 °C ไม่มีความแตกต่างในนัยสำคัญ สามารถกำจัดตัวประสานเมื่อเวลาผ่านไป 8 ชั่วโมง สามารถกำจัดได้มากกว่า 85 เปอร์เซ็นต์ (Chen, Cao, Wen, & Edmonds, 2013; Chuankrerkkul et al., 2013; Yang, Xie, Liu, & Huang, 2009) ดังนั้นจึงเลือกใช้อุณหภูมิในการกำจัดตัวประสาน PEG ที่อุณหภูมิ 40 °C ในช่วงแรกของการกำจัดด้วยน้ำ อัตราการกำจัด PEG มีค่าสูง เนื่องจาก PEG ที่ถูกกำจัดออกในช่วงนี้แทรกอยู่บริเวณพื้นผิวของตัวอย่าง ง่ายต่อการทำปฏิกิริยากับน้ำและแพร่ออกได้เร็ว สามารถถูกกำจัดด้วยน้ำในทันที เมื่อเวลาผ่านไป อัตราการกำจัด PEG ลดต่ำลง เนื่องจากน้ำและ PEG ทำปฏิกิริยากันยากขึ้นน้ำต้องแพร่เข้าสู่ตัวอย่างเพื่อละลาย PEG ที่แทรกอยู่ภายในชิ้นงาน หลังจากกำจัด PEG ชิ้นงานจะเกิดรูพรุนและมีน้ำหนักน้อยลง รูพรุนที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการกำจัดตัวประสาน PEG นี้เป็นช่องว่าง ช่วยให้ PVB มีช่องทางออกในกระบวนการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน (Thermal debinding) (Chen et al., 2013; Chuankrerkkul et al., 2015; Yang et al., 2009) เมื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ดังภาพประกอบ 35 พบว่ามีรูพรุนที่เกิดจากการกำจัดตัวประสาน PEG เมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่น สำหรับการกำจัดตัวประสาน Palm stearin ด้วยเฮปเทนที่อุณหภูมิ 70 °C ทำให้เกิดรูพรุน (Porous) และรอยแตกภายในชิ้นงาน (Internal crack) ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังการเผาผนึกและความแข็งมีค่าน้อย (Md Ani et al., 2014) หลังจากการทดสอบเพื่อศึกษาอัตราเร็วในการกำจัด PEG ชิ้นงานถูกแช่น้ำต่ออีกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากขั้นตอนนี้พบว่าเหลือ PEG ในชิ้นงานน้อยมาก การกำจัดตัวประสานเข้าใกล้ 100 เปอร์เซ็นต์ ดังข้อมูลในตาราง 10



ภาพประกอบ 31 กราฟแสดงมวลของชิ้นงานที่หายไปในแต่ละช่วงเวลา ในชิ้นงานฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

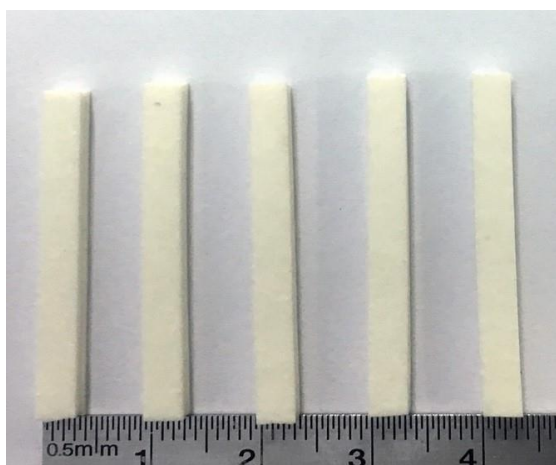
ตาราง 10 เปรียบเทียบค่ามวลก่อนและมวลหลังการกำจัดตัวประสาน

ชิ้นงาน	มวลชิ้นงาน	มวล	มวลชิ้นงาน	มวลที่หายไปจากการ
	ก่อนกำจัดตัวประสาน	PEG	หลังกำจัดตัวประสาน	กำจัดตัวประสาน
	(กรัม)	(กรัม)	(กรัม)	(กรัม)
A0	3.85	0.70	3.11	0.69
A10	3.68	0.76	3.29	0.73
A20	3.63	0.81	3.19	0.75
A30	3.72	0.76	3.06	0.76
A40	3.82	0.75	2.90	0.73
A50	3.94	0.78	2.91	0.76

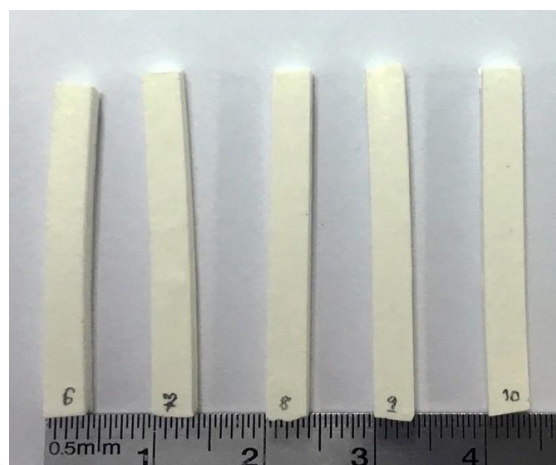
4.3 ลักษณะของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก

การผลิตชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูปเซรามิกใช้เครื่อง Plunger-type machine การฉีดผงเซอริโคเนียผสมอะลูมินาและตัวประสานทำให้ความดัน 22 เมกะปาสกาล อุณหภูมิ 190 °C ชิ้นงานที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งสี่เหลี่ยมยาว ดังภาพประกอบ 32 ซึ่งชิ้นงานที่มีสัดส่วนของอะลูมินาต่างกันทำให้เกิดสีผิวที่ปรากฏต่างกัน ชิ้นงาน A0 จะมีลักษณะสีผิวค่อนข้างเหลืองขุ่นเมื่อมีอะลูมินาเพิ่มขึ้น สีจะขาวมากขึ้นกับการเพิ่มขึ้นของอะลูมินา ชิ้นงาน A50 มีลักษณะผิวเป็นสีขาว

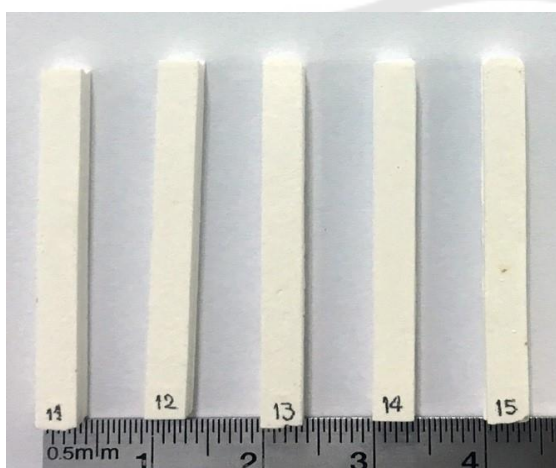
ในงานวิจัยอื่นๆ ที่มีการผลิตชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูปที่ผ่านมา มีการเติมกรดสเตียริก (Stearic acid) เพื่อจะช่วยให้การฉีดขึ้นรูป โดยทำให้ feedstock สามารถไหลเข้าแม่พิมพ์ได้ง่าย แต่ในงานวิจัยนี้ การเติมอะลูมินาช่วยให้การไหลดีอยู่แล้ว จึงไม่มีการผสมกรดสเตียริกซึ่งเป็นการลดสารเคมีในสารตั้งต้น ทำให้องค์ประกอบของสารตั้งต้นและขั้นตอนในการเตรียมน้อยลง อย่างไรก็ตาม ชิ้นงานที่มีสัดส่วนของอะลูมินาต่างกันจะมีความสามารถในการไหลต่างกัน โดย A0 ฉีดเข้าแม่พิมพ์ยากกว่า A50 เนื่องจากไม่มีอะลูมินาที่ช่วยให้ไหลดี จึงมีการอุ่นแม่พิมพ์ด้วย hotplate ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 30 วินาที ก่อนนำไปขึ้นรูป ความร้อนช่วยให้ feedstock ไหลเข้าแม่พิมพ์ง่ายขึ้น ถ้าหากไม่ทำการอุ่นแม่พิมพ์ให้ร้อนก่อนฉีดขึ้นงาน A0 เข้าแม่พิมพ์ เมื่อทำการแกะชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ ชิ้นงานจะมีลักษณะแข็งและที่ผิวพบรอยแตกเนื่องจากเย็นตัวที่เร็วเกินไป สำหรับ A50 ที่มีอะลูมินาที่ช่วยให้การไหลดีขึ้น เมื่อทำการอุ่นแม่พิมพ์ที่ hotplate ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 30 วินาที พบว่า feedstock ไหลเข้าแม่พิมพ์อย่างรวดเร็ว และเมื่อแกะชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ ชิ้นงานมีลักษณะอ่อนจนไม่คงสภาพเป็นแท่ง ทั้งนี้ผิวจะมีรูพรุนขนาดเล็ก ถ้าไม่อุ่นแม่พิมพ์ก่อนฉีด A50 พบว่า feedstock มีลักษณะตามที่ต้องการ มีลักษณะเป็นแท่ง ไม่มีรูพรุนและผิวเรียบ ดังนั้นจึงทำการอุ่นแม่พิมพ์เฉพาะ A0 ถึง A20 เท่านั้น เมื่อนำชิ้นงานไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานเปลี่ยนแปลง โดยมีขนาดลดลงจากการหดตัว (Shrinkage) ตาราง 11 แสดงขนาดเฉลี่ยของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก เมื่อเปรียบเทียบขนาดชิ้นงานก่อนการเผาผนึกและหลังการเผาผนึกดังตาราง 12 พบว่าชิ้นงาน A0 มีการหดตัวมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนการเติมอะลูมินาอื่นๆ การเติมอะลูมินาทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวน้อยลงในการเผาผนึก



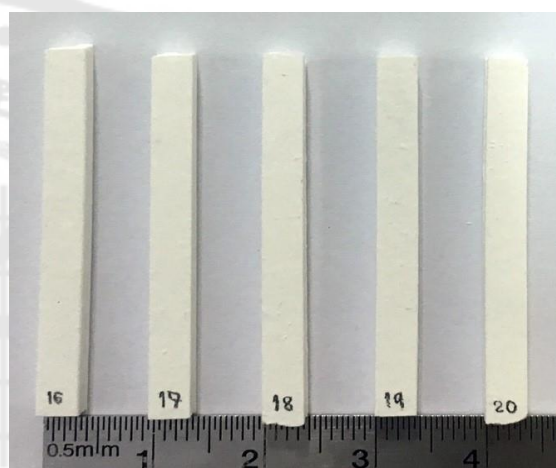
(a)



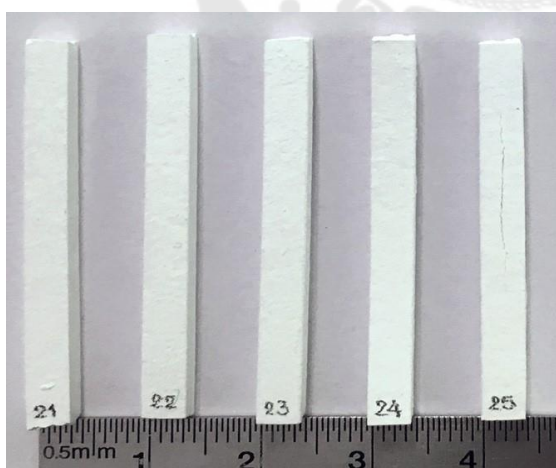
(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

ภาพประกอบ 32 ลักษณะชิ้นงานที่ได้จากการฉีดขึ้นรูป ที่การเติมอะลูมินาที่ต่างกัน (a) 0 vol%
(b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol%

ตาราง 11 แสดงค่าคุณสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก ได้แก่ น้ำหนัก ขนาดและปริมาตรโดยเฉลี่ยจากชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข

ชิ้นงาน ก่อนการเผาผนึก	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A0	3.81	53.12	5.07	4.95	1.33
A10	4.02	53.18	5.07	5.23	1.40
A20	3.93	53.83	5.10	5.09	1.40
A30	3.82	54.14	5.10	5.07	1.40
A40	3.63	54.05	5.03	5.01	1.36
A50	3.67	54.21	5.09	5.07	1.40

ชิ้นงาน หลังการเผาผนึก	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A0	2.82	38.35	3.73	3.67	0.53
A10	3.05	39.55	3.80	3.90	0.59
A20	2.91	41.14	3.93	3.86	0.62
A30	2.84	41.82	3.93	3.92	0.65
A40	2.67	43.41	4.11	4.07	0.73
A50	2.67	44.53	4.31	4.39	0.84

ตาราง 12 เปรียบเทียบการหดตัวของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึก

ชิ้นงาน	น้ำหนัก ที่เปลี่ยนไป (กรัม)	น้ำหนัก ที่เปลี่ยนไป (%)	ปริมาตร ที่เปลี่ยนไป (ลูกบาศก์ไมโครเมตร)	ปริมาตร ที่เปลี่ยนไป (%)
A0	0.98	25.85	0.81	60.60
A10	0.97	24.08	0.81	58.14
A20	1.02	25.89	0.77	55.32
A30	0.99	25.80	0.75	53.90
A40	0.97	26.58	0.63	46.58
A50	1.00	27.28	0.56	39.79

4.4 โครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบเคมีของพื้นผิว

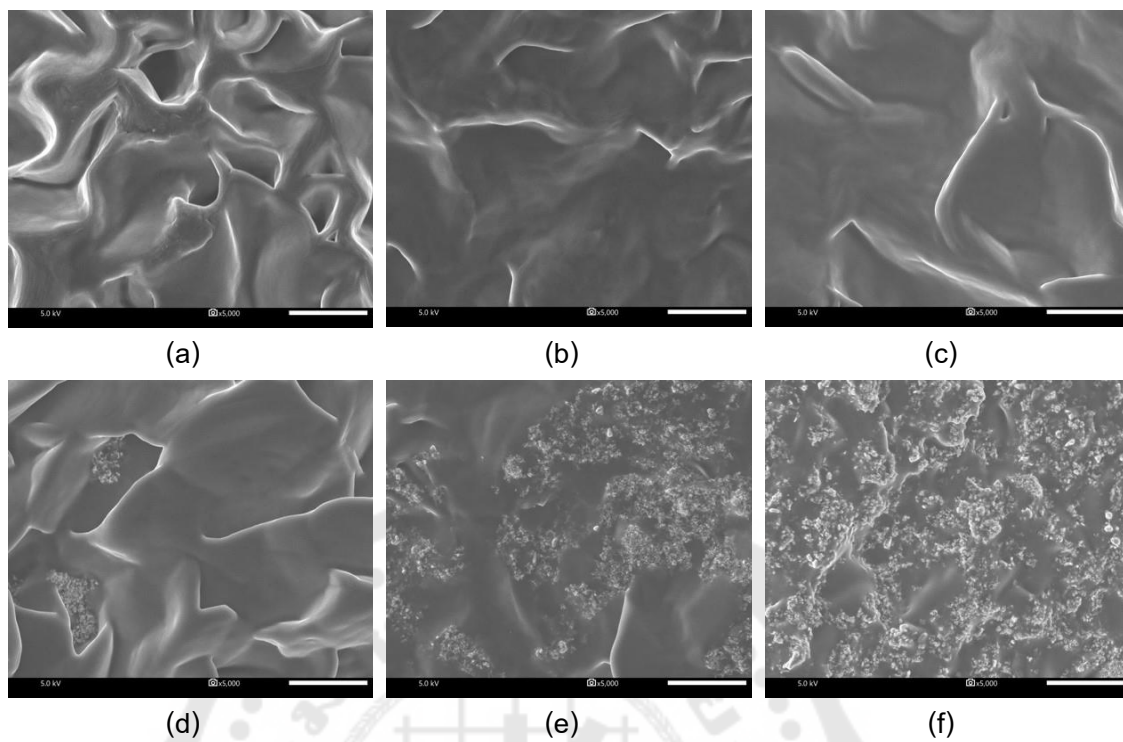
การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบเซรามิกโพลีเอทิลีนผสมอะลูมินา ใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่พื้นผิว ใช้เครื่องเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีที่พื้นผิวของวัสดุเชิงประกอบเซรามิกโพลีเอทิลีนผสมอะลูมินาแสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่สัมพันธ์กับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน การวิเคราะห์แบ่งเป็นสามส่วนคือ ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป หลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำและหลังการเผาผนึก

4.4.1 ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป

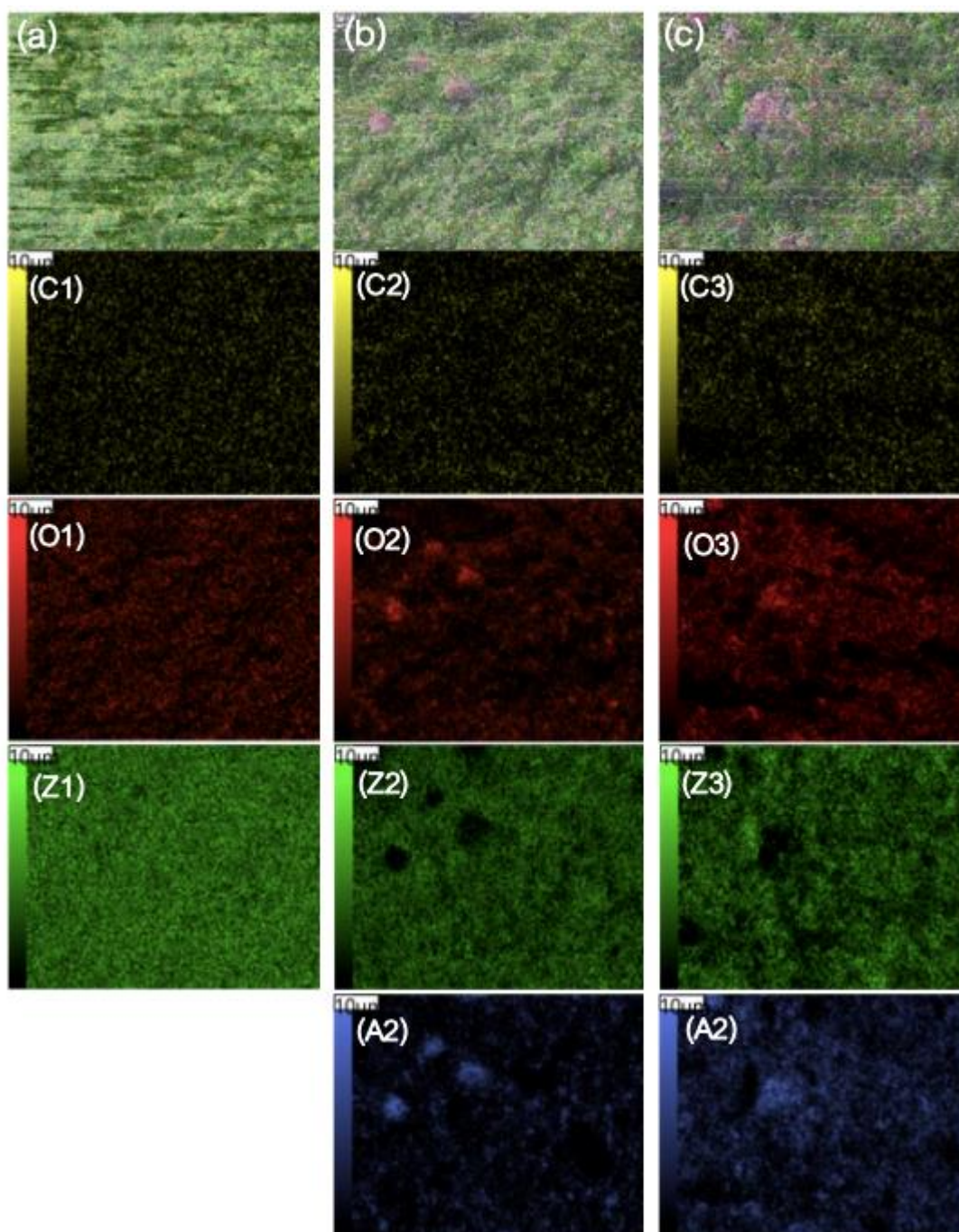
ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปทั้ง 6 เงื่อนไขที่มีสัดส่วนอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% (A0 ถึง A50) มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไปกับสัดส่วนอะลูมินาดังภาพประกอบ 33 ภาพ SEM พื้นผิวชิ้นงานที่กำลังขยาย 5,000 เท่า ชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปมีส่วนผสมของ PEG ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ การหลอมของตัวพอลิเมอร์ในชิ้นงานโดยลำโพงความร้อนระหว่างการวิเคราะห์ ทำให้พื้นผิวมีลักษณะเรียบแต่เป็นคลื่น พอลิเมอร์ที่ปกคลุมทำให้โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกโพลีเอทิลีนและอะลูมินาไม่ชัดเจน ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 20 vol% สังเกตเห็นเพียงพอลิเมอร์ที่ปกคลุม สำหรับที่สัดส่วนอะลูมินา 30 vol% หรือใน A30 เริ่มปรากฏอนุภาคสีขาวของอะลูมินา

กระจายตัวที่พื้นผิวอยู่เล็กน้อย เมื่อมีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 40 vol% ขึ้นไป จะพบอนุภาคอะลูมินาเป็นจุดสีขาวกระจายอย่างสม่ำเสมออยู่เต็มพื้นที่

การวิเคราะห์พื้นผิวของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปด้วย EDS แบบ mapping ทำเฉพาะกับชิ้นงานที่มีสัดส่วนอะลูมินา 0 30 และ 50 vol% เพื่อตรวจสอบแนวโน้มของธาตุในชิ้นงาน ผลการวิเคราะห์ดังภาพประกอบ 34 แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานมีส่วนประกอบของธาตุต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน (C) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีเหลืองในภาพ C1 ถึง C3 ออกซิเจน (O) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีแดง O1 ถึง O3 เซอร์โคเนียม (Zr) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีเขียว Z1 ถึง Z3 และอะลูมิเนียม (Al) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีน้ำเงิน A1 ถึง A3 ธาตุคาร์บอนที่ปรากฏคือคาร์บอนในพอลิเมอร์ที่เป็นตัวประสานคือ PEG และ PVB ในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีสัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 vol% หรือใน A0 ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นธาตุคาร์บอน ออกซิเจนและเซอร์โคเนียมและไม่พบธาตุอะลูมิเนียม สำหรับชิ้นงานที่มีสัดส่วนอะลูมินา 30 และ 50 vol% มีส่วนประกอบของธาตุคาร์บอน ออกซิเจน เซอร์โคเนียมและอะลูมิเนียม พื้นที่สีน้ำเงินซึ่งแทนบริเวณที่มีธาตุอะลูมิเนียมจะปรากฏเพิ่มมากขึ้นตามสัดส่วนการเติมอะลูมินา สำหรับการกระจายตัวธาตุอะลูมิเนียมจะเกาะเป็นกลุ่มเล็กๆ รอบธาตุเซอร์โคเนียมที่ครอบคลุมพื้นที่กลุ่มใหญ่ ทำให้เห็นความไม่เป็นเนื้อเดียวกันในชิ้นงาน นอกจากนี้บริเวณที่พบอะลูมิเนียมจะมีกลุ่มจุดสีแดงคือธาตุออกซิเจนปรากฏมากขึ้น



ภาพประกอบ 33 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 5,000 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร



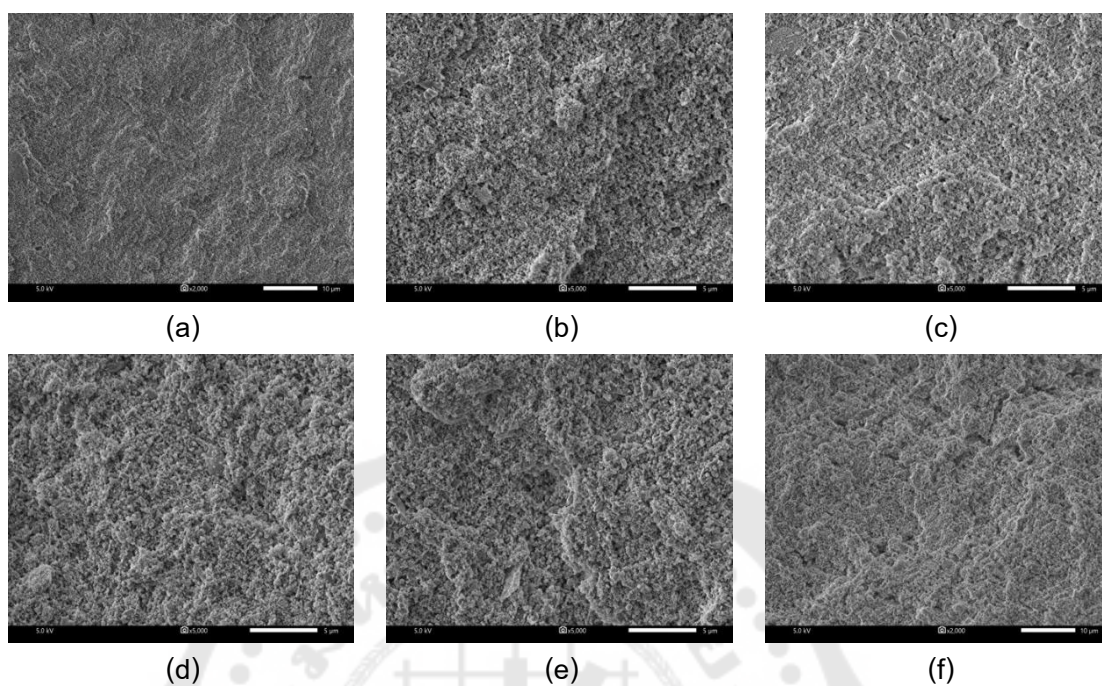
ภาพประกอบ 34 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 30 vol% (c) 50 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (C1) ถึง (C3) คือ ธาตุคาร์บอน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอร์โคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม

4.4.2 ชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ

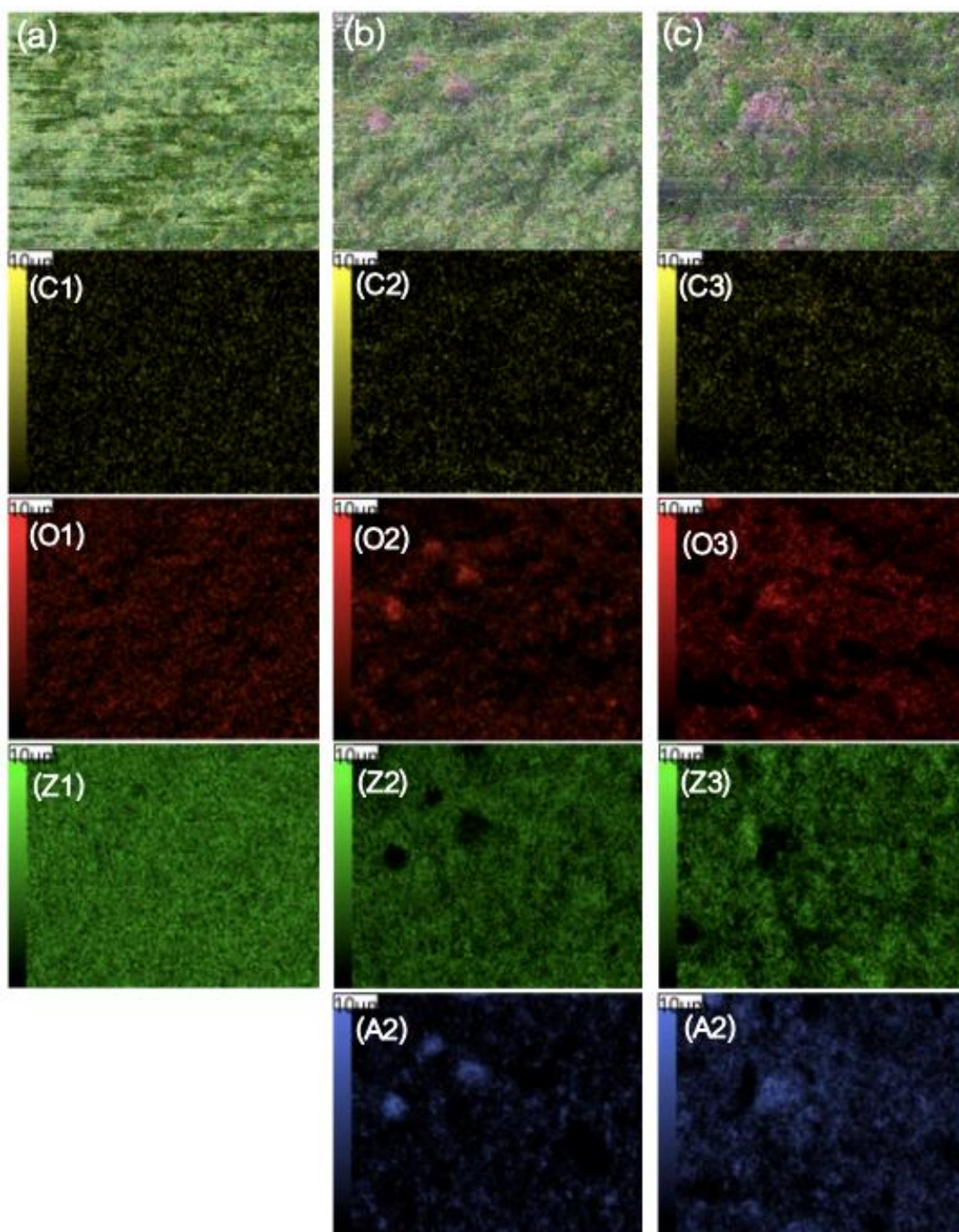
ชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำทั้ง 6 เงื่อนไขที่มีสัดส่วนอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% (A0 ถึง A50) มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไปกับสัดส่วนอะลูมินาดังภาพประกอบ 35 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวชิ้นงานที่กำลังขยาย 5,000 เท่า สำหรับชิ้นงาน A0 พบอนุภาคเซอร์โคเนียค่อนข้างเป็นเนื้อเดียวกัน เป็นระนาบเดียวกัน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นในช่วง 10 ถึง 50 vol% พบว่าอนุภาคอะลูมินากระจายและแทรกเป็นเนื้อเดียวกับเซอร์โคเนีย เมื่อเพิ่มสัดส่วนของอะลูมินามากขึ้น ปรากฏอนุภาคอะลูมินาเต็มพื้นผิว มีลักษณะเป็นคลื่น และพบช่องว่างหลังการกำจัดตัวประสาน PEG ที่เหลือไว้เพื่อเป็นช่องทางสำหรับ PVB ในการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนในขั้นตอนการเผาผนึก และการที่ยังคงมี PVB ที่เป็น backbone อยู่หลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ ทำให้ชิ้นงานผสานดูเป็นเนื้อเดียวกัน

การวิเคราะห์พื้นผิวของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปด้วย EDS แบบ mapping ทำเฉพาะกับชิ้นงานที่มีสัดส่วนอะลูมินา 0 30 และ 50 vol% เพื่อตรวจสอบแนวโน้มของธาตุในชิ้นงาน ผลการวิเคราะห์ดังภาพประกอบ 36 แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานมีส่วนประกอบของธาตุต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน (C) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีเหลืองในภาพ C1 ถึง C3 ออกซิเจน (O) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีแดง O1 ถึง O3 เซอร์โคเนีย (Zr) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีเขียว Z1 ถึง Z3 และอะลูมิเนียม (Al) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีน้ำเงิน A1 ถึง A3 ธาตุคาร์บอนเกิดจากคาร์บอนในพอลิเมอร์ที่เป็นตัวประสานในชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ PEG ถูกกำจัดออก เหลือเพียง PVB ที่ต้องกำจัดด้วยความร้อน ส่งผลให้ความเข้มของพื้นที่สีเหลืองลดลงเมื่อเทียบกับ EDS แบบ mapping ของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีพอลิเมอร์สองตัว

สำหรับชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำที่มีสัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 vol% หรือใน A0 ผล EDS แสดงให้เห็นส่วนประกอบที่เป็นธาตุคาร์บอน ออกซิเจนและเซอร์โคเนีย เช่นเดียวกับชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป สอดคล้องกับองค์ประกอบของชิ้นงานคือ เซอร์โคเนียและพอลิเมอร์ พื้นที่สีเขียวมีความเข้มสูงสุดตามด้วยสีแดงและสีเหลือง สอดคล้องปริมาณและน้ำหนักอะตอมขององค์ประกอบ สำหรับชิ้นงาน A30 และ A50 ที่มีสัดส่วนอะลูมินา 30 และ 50 vol% มีส่วนประกอบของธาตุคาร์บอน ออกซิเจน เซอร์โคเนียและมีธาตุอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นมา สอดคล้องกับการเติมอะลูมินา ในชิ้นงาน A30 พบธาตุอะลูมิเนียมกระจายเป็นจุดเล็กใหญ่ กระจายแทรกอยู่ระหว่างบริเวณที่มีธาตุเซอร์โคเนีย ส่วนชิ้นงาน A50 ธาตุอะลูมิเนียมกระจายทั่วพื้นผิวมากขึ้น และกลุ่มจุดสีแดงซึ่งแทนธาตุออกซิเจนก็ปรากฏมากขึ้นเช่นเดียวกับชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป เนื่องจากออกซิเจนเป็นองค์ประกอบทั้งในเซอร์โคเนียและอะลูมินา



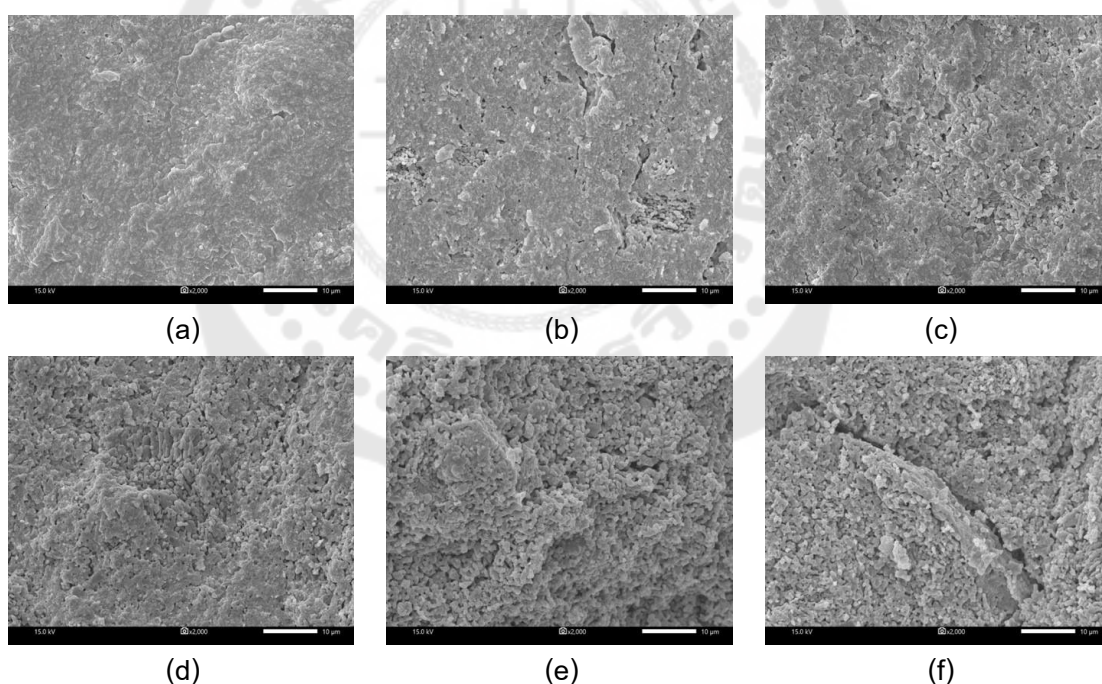
ภาพประกอบ 35 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำที่มีการเติม อะลูมินาต่างกัน a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol%
กำลังขยาย 5,000 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร



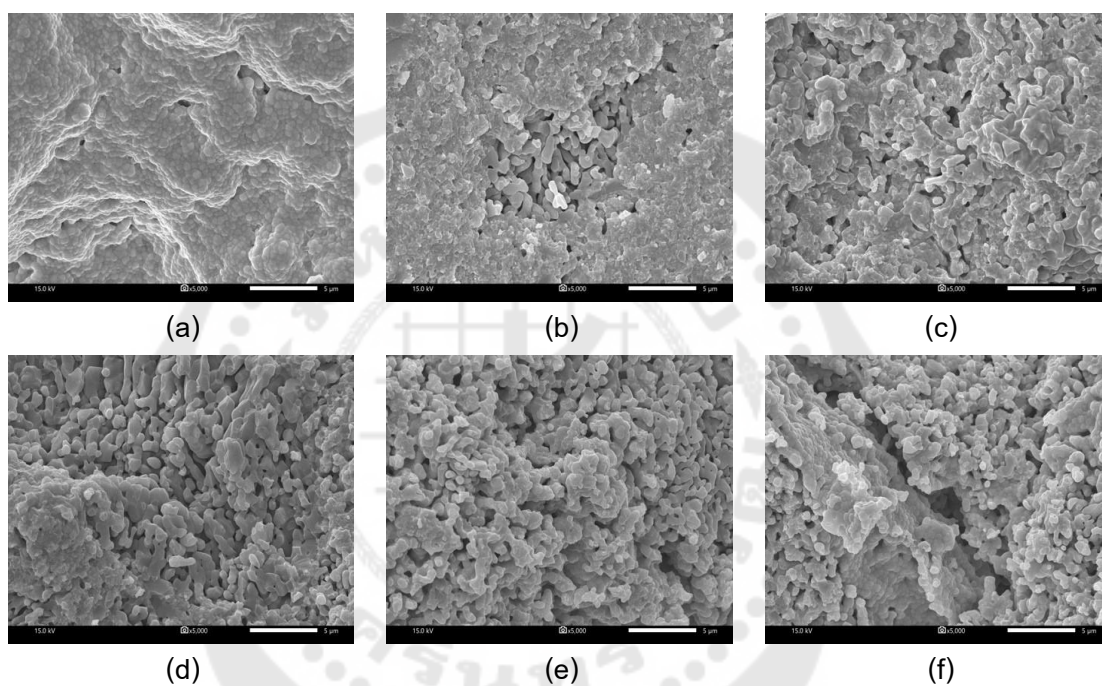
ภาพประกอบ 36 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการกำจัดตัว
 ประสานด้วยน้ำที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 30 vol% (c) 50 vol% ส่วนประกอบ
 ของธาตุในชิ้นงาน (C1) ถึง (C3) คือ ธาตุคาร์บอน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3)
 คือ ธาตุเซอร์โคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม

4.4.3 ชิ้นงานหลังการเผาผนึก

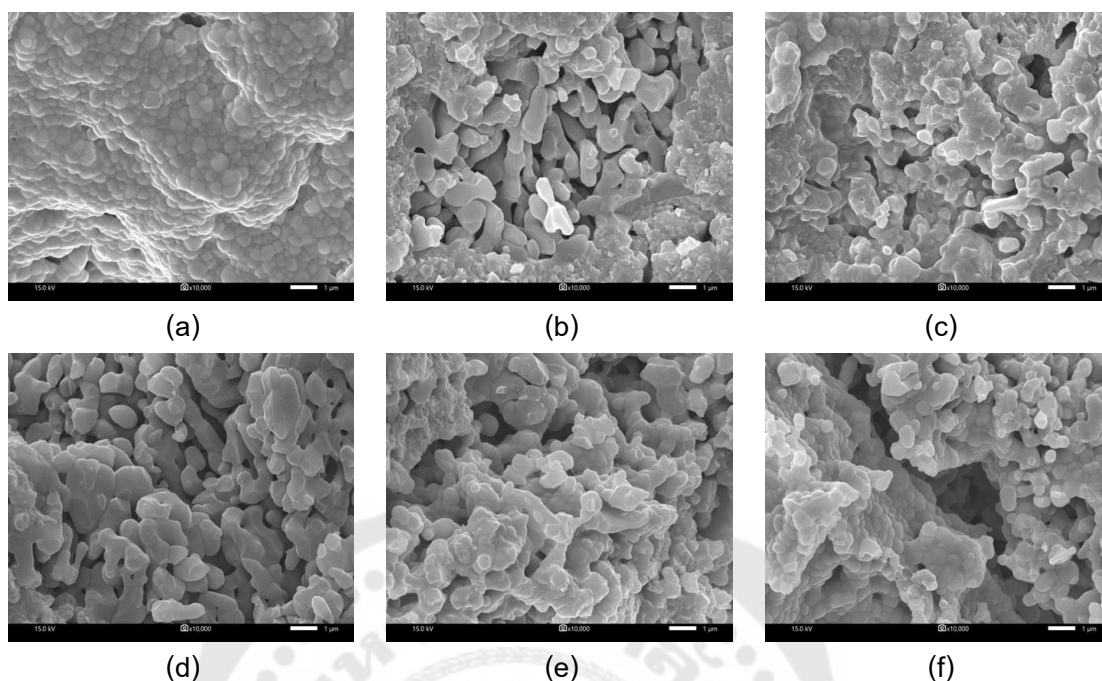
การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบเซอริโคเนียผสมอะลูมินา ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแสดงให้เห็นลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไปกับสัดส่วนอะลูมินาที่ใส่ในชิ้นงาน ภาพประกอบ 37 ถึง 39 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่กำลังขยาย 2,000 5,000 และ 10,000 เท่าตามลำดับ โดยส่วนที่นำมาวิเคราะห์เป็นพื้นผิวจากการแตกหัก (Fracture surfaces) ในการทดสอบแรงดัด ภาพประกอบ 38 และ 39 แสดงให้เห็นรายละเอียดของโครงสร้างและการเกาะตัวของอนุภาค สำหรับชิ้นงาน A0 พบอนุภาคเซอริโคเนียเกาะกันค่อนข้างเป็นเนื้อเดียว อนุภาคสัมผัสและเชื่อมเข้าหากัน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มเป็น 10 vol% หรือใน A10 ทำให้ความเป็นเนื้อเดียวกันลดลง และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของอะลูมินามากขึ้น พบว่าการเชื่อมต่อกันของอนุภาคลดลงทำให้มีรูพรุนเกิดขึ้นในชิ้นงาน โดยปริมาณรูพรุนหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคจะเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน



ภาพประกอบ 37 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 2,000 เท่า แถบสเกลยาว 10 ไมโครเมตร



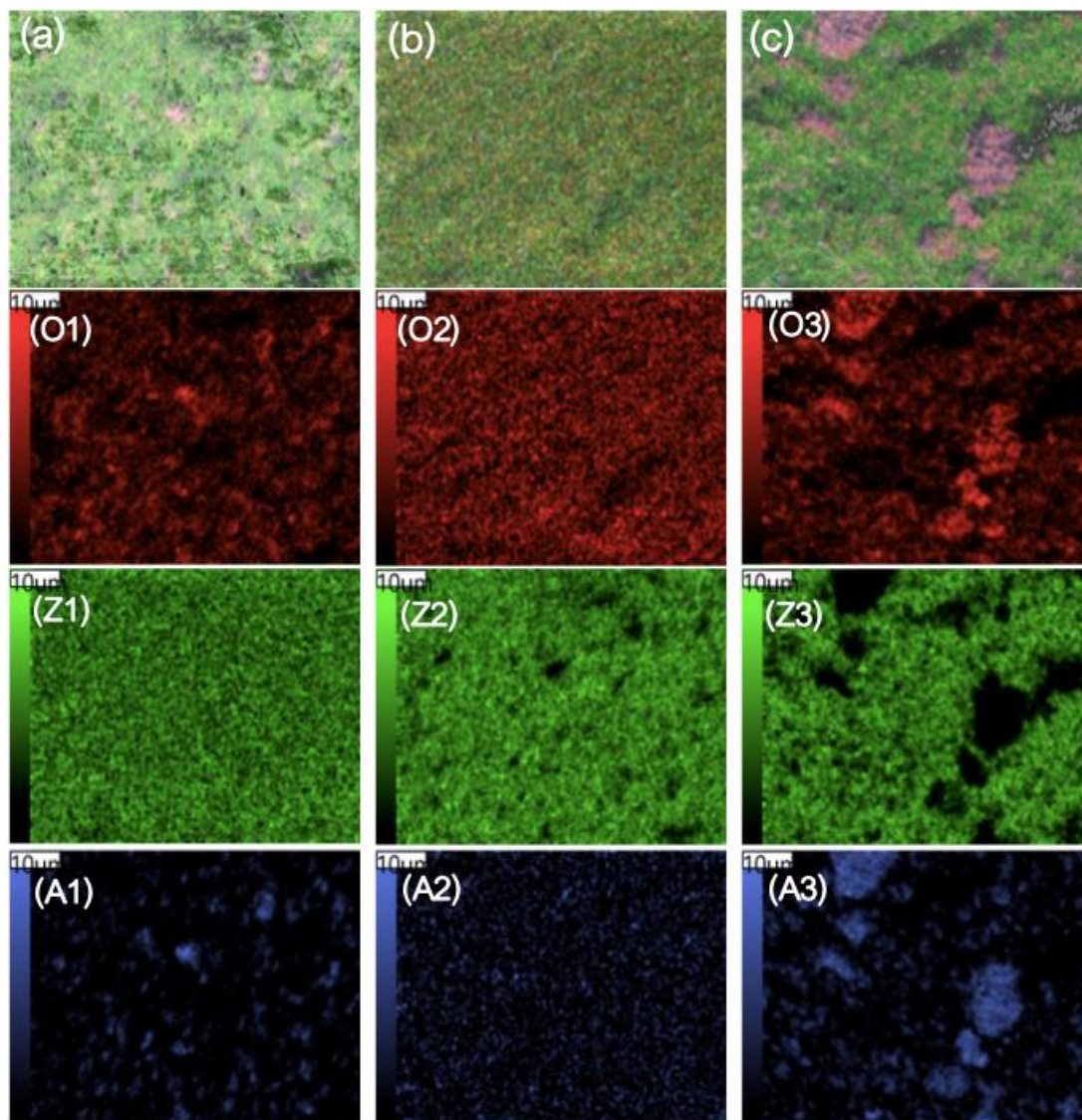
ภาพประกอบ 38 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน
 (a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 5,000
 เท่า แถบสเกลยาว 5 ไมโครเมตร



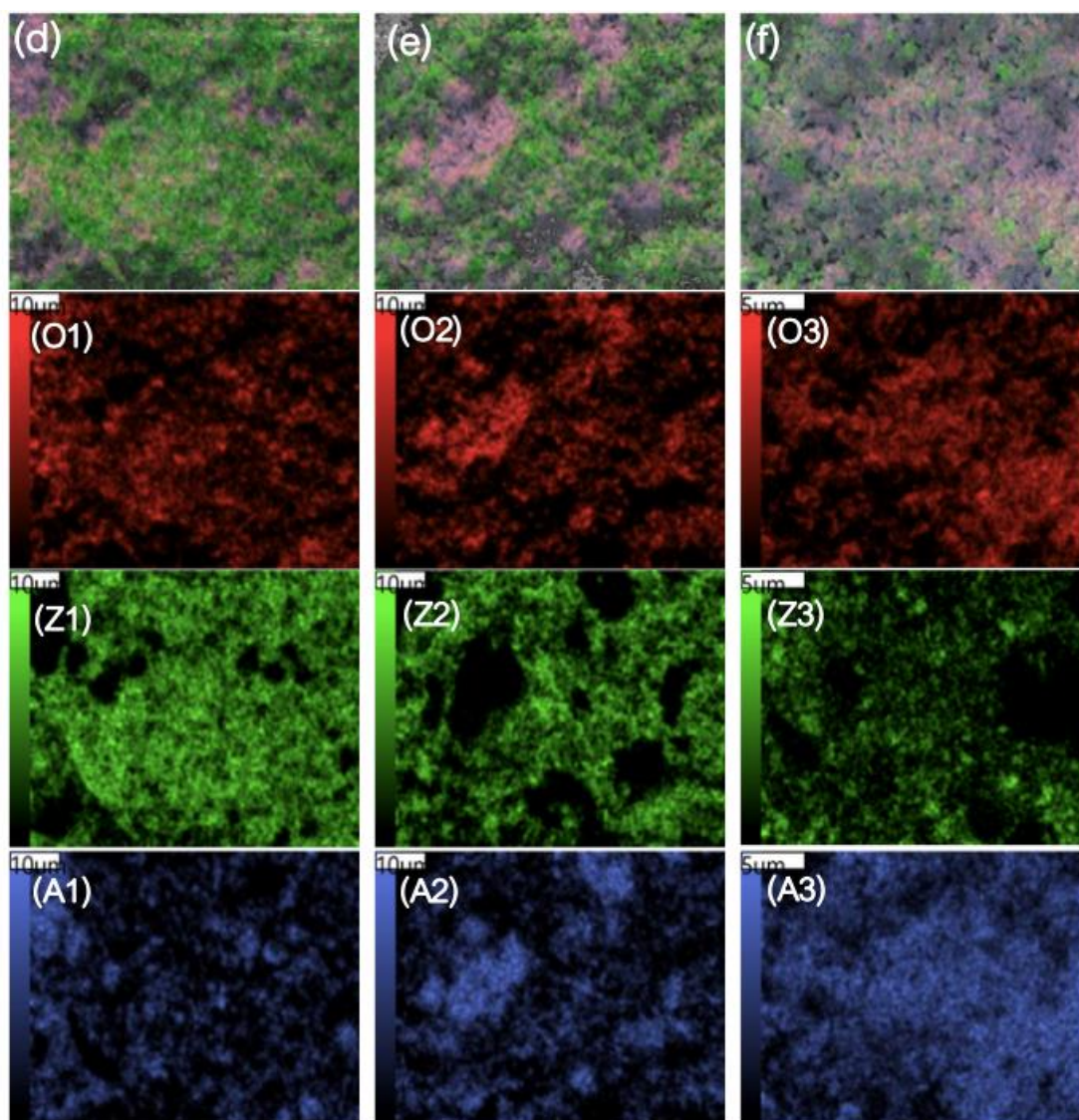
ภาพประกอบ 39 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาขึ้นที่ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน
a) 0 vol% (b) 10 vol% (c) 20 vol% (d) 30 vol% (e) 40 vol% (f) 50 vol% กำลังขยาย 10,000
เท่า แถบสเกลยาว 1 ไมโครเมตร

การวิเคราะห์พื้นผิวของชิ้นงานหลังการเผานี้ด้วย EDS แบบ mapping ในชิ้นงานที่มีสัดส่วนอะลูมินา 0 ถึง 20 vol% และ 30 ถึง 50 vol% แสดงผลดังภาพประกอบ 40 และ 41 ตามลำดับ ชิ้นงานมีส่วนประกอบของธาตุต่างๆ ได้แก่ ออกซิเจน (O) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีแดง O1 ถึง O3 เซอร์โคเนียม (Zr) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีเขียว Z1 ถึง Z3 และอะลูมิเนียม (Al) ซึ่งแทนด้วยพื้นที่สีน้ำเงิน A1 ถึง A3 สำหรับชิ้นงาน A0 ที่มีสัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 vol% ปรากฏเป็นพื้นที่สีเขียวเกือบทั้งหมด ซึ่งก็คือธาตุเซอร์โคเนียม จุดเล็กๆ สีแดงที่กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวบ้างเล็กน้อยคือธาตุออกซิเจน และพื้นที่สีน้ำเงินของอะลูมิเนียมปรากฏอยู่เล็กน้อย อาจเกิดจากการเจือปนของชิ้นงานอื่น ซึ่งพบธาตุอะลูมิเนียมเพียง 0.34 เปอร์เซ็นต์เท่านั้น สำหรับชิ้นงานที่มีสัดส่วนอะลูมินาตั้งแต่ 10 ถึง 50 vol% ชิ้นงานพบธาตุอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนการเติมอะลูมินา ธาตุอะลูมิเนียมกระจายเป็นจุดเล็กใหญ่ปนกันไปแทรกอยู่กับธาตุเซอร์โคเนียม สำหรับ A10 ที่มีสัดส่วนอะลูมินา 10 vol% พบว่าอะลูมินามีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ สำหรับที่สัดส่วนอะลูมินาสูง พบว่าธาตุอะลูมิเนียมแทรกเป็นกลุ่มขนาดใหญ่ สำหรับชิ้นงาน A50 ธาตุอะลูมิเนียม

กระจายเต็มพื้นผิวในธาตุเซอร์โคเนียมแบบไม่สม่ำเสมอ ส่วนธาตุออกซิเจนมีการกระจายตัวอยู่ทั่วพื้นที่สำหรับทุกเงื่อนไขเนื่องจากเป็นองค์ประกอบของทั้งเซอร์โคเนียและอะลูมินา

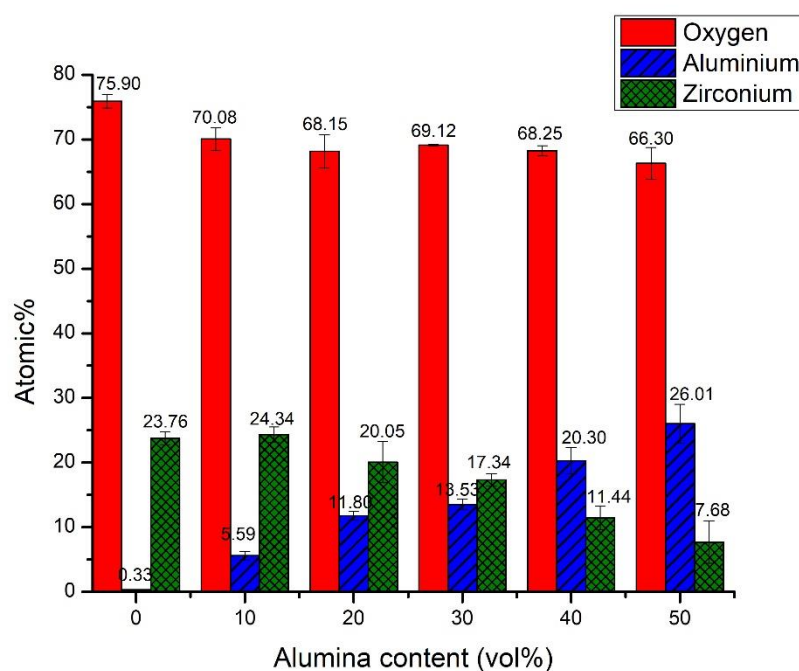


ภาพประกอบ 40 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน (a) 0 (b) 10 (c) 20 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอร์โคเนียม (A1) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม



ภาพประกอบ 41 EDS mapping แสดงองค์ประกอบเคมีของพื้นผิวชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มี การเติมอะลูมินาต่างกัน (d) 30 (e) 40 (f) 50 vol% ส่วนประกอบของธาตุในชิ้นงาน (O1) ถึง (O3) คือ ธาตุออกซิเจน (Z1) ถึง (Z3) คือ ธาตุเซอร์โคเนียม (A2) ถึง (A3) คือ ธาตุอะลูมิเนียม

การวิเคราะห์ปริมาณ ธาตุภายในชิ้นงาน หลังการเผาผนึก A0 ถึง A50 ด้วยเครื่องเอกซเรย์สเปกโตรโกปีแบบกระจายพลังงาน แสดงดังกราฟในภาพประกอบ 42 ข้อมูลวิเคราะห์แบบเฉลี่ยจากภาพกำลังขยาย 2,000 เท่า ผลการวิเคราะห์ธาตุและปริมาณธาตุ ในชิ้นงาน แสดงองค์ประกอบคือธาตุออกซิเจน (O) เซอร์โคเนียม (Zr) และอะลูมิเนียม (Al) พบว่า ธาตุออกซิเจนและเซอร์โคเนียมลดลงเมื่อมีการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับสัดส่วนการ เตรียม Feedstock



ภาพประกอบ 42 EDS แสดงปริมาณธาตุภายในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาต่างกัน

4.6 ความหนาแน่นและความพรุน (Density and Porosity)

การหาความหนาแน่นและความพรุนของชิ้นงานวัสดุเซรามิกประกอบเซอร์โคเนียผสมอะลูมินา หลังการเผาผนึกที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 0 ถึง 50 vol% ใช้หลักการของอาร์คิมิดีส ความหนาแน่นของชิ้นงานคำนวณและแสดงออกมาในรูปความหนาแน่นสัมพัทธ์หรือเปอร์เซ็นต์ของค่าตามทฤษฎี (Relative density ในหน่วย % theoretical density) ภาพประกอบ 43 แสดงค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เทียบกับสัดส่วนอะลูมินา สำหรับชิ้นงาน A0 ซึ่งไม่มีการเติมอะลูมินามีค่า 90.85 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเพิ่มสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน A10 ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นเป็น 90.88 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นค่าที่มากที่สุดในเงื่อนไขทั้งหมด เมื่อเพิ่มสัดส่วนอะลูมินามากยิ่งขึ้น ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ค่อยๆ ลดลงกับปริมาณอะลูมินา จากชิ้นงาน A20 ถึง A50 โดยชิ้นงาน A50 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์น้อยที่สุดเท่ากับ 65.20 เปอร์เซ็นต์

สำหรับความพรุน (Porosity) ของชิ้นงานหลังการเผาผนึก แสดงในภาพประกอบ 44 เป็นเปอร์เซ็นต์ความพรุนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินา เงื่อนไขชิ้นงาน A0 มีค่าความพรุน 7.67 เปอร์เซ็นต์ เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 10 vol% หรือใน A10 พบว่ามีความพรุนน้อยลง

และน้อยที่สุดเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาอื่นๆ เมื่อเพิ่มอะลูมินามากยิ่งขึ้น ในกรณีชิ้นงาน A20 ถึง A50 ความพรุนมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ กับสัดส่วนอะลูมินา จนมีค่าความพรุนมากที่สุดในชิ้นงาน A50 ผลที่ได้นี้สอดคล้องกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ลดน้อยลงกับสัดส่วนอะลูมินาที่เพิ่มขึ้น

เมื่อพิจารณารูปภาพความหนาแน่นสัมพัทธ์และความพรุนของวัสดุเชิงประกอบเซอโคเนียผสมอะลูมินาเทียบกับสัดส่วนอะลูมินา ดังภาพประกอบ 45 พบว่าการเปลี่ยนแปลงค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มีแนวโน้มตรงกันข้ามกับการเปลี่ยนแปลงค่าความพรุน โดยภาพรวมเมื่อสัดส่วนของอะลูมินาเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลง ในขณะที่ความพรุนเพิ่มขึ้น ในชิ้นงาน A0 และ A10 มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เท่ากับ 90.88 และ 90.85 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ มีค่าสูงเนื่องจากชิ้นงานเป็นเซอโคเนียล้วนหรือมีอะลูมินาผสมเพียงเล็กน้อย อนุภาคจึงมีลักษณะสม่ำเสมอและสามารถอัดตัวเข้าด้วยกันได้ดี เมื่อมีการเติมสัดส่วนอะลูมินามากขึ้นใน A20 ถึง A50 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลงแต่ความพรุนมีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผล SEM และ EDS ของชิ้นงานหลังการเผาผนึก พบว่าการผสมไม่เป็นเนื้อเดียวกันเนื่องจากมีสัดส่วนของอะลูมินาที่มากขึ้น การเชื่อมต่อกันของอนุภาคน้อยลง ทำให้เกิดรูพรุนภายในชิ้นงาน ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์น้อยลง

สำหรับงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการศึกษาความหนาแน่นสัมพัทธ์ของระบบที่ใกล้เคียงกันหลายงาน การศึกษาการขึ้นรูปด้วยผงของวัสดุเซอโคเนียล้วน โดย Mohd Foudzi และคณะ ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 90 เปอร์เซ็นต์ขึ้นไป โดยแปรผันกับอุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน สำหรับการกำจัดตัวประสานที่อุณหภูมิ 50 ถึง 60 °C ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 93 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ และที่อุณหภูมิ 70 °C ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 91 ถึง 97.50 เปอร์เซ็นต์ (Mohd Foudzi et al., 2013) สำหรับการศึกษาการขึ้นรูปด้วยผงในระบบอะลูมินา-เซอโคเนียที่มีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบหลัก โดยมีสัดส่วนอะลูมินา 80 wt% ในงานวิจัยโดย Chuankrerkkul และคณะ ใช้สัดส่วนผงวัสดุ 48 ถึง 52 vol% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 95.20 ถึง 97 เปอร์เซ็นต์ โดยพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นกับสัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) (Chuankrerkkul et al., 2015) และในงานวิจัยโดย Ma Ani และคณะ ใช้สัดส่วนผงวัสดุ 53 ถึง 59 vol% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 92.50 เปอร์เซ็นต์ขึ้นไปและพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิการเผาผนึก โดยมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงถึง 98 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,600 °C (Md Ani et al., 2014)

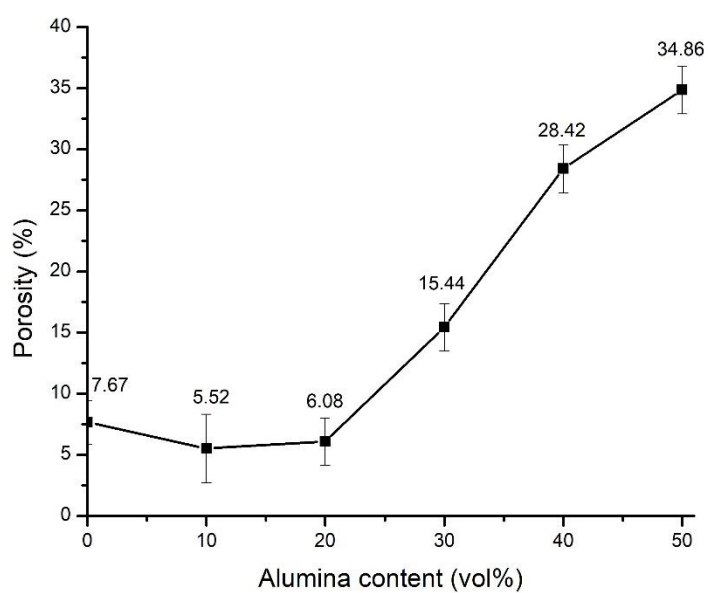
ระบบเซอโคเนีย-อะลูมินาที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอื่นให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์แตกต่างกันออกไป งานที่ศึกษาการเติมอะลูมินาในเซอโคเนียหรือ ATZ โดยวิธีการขึ้นรูปแบบ colloidal shaping

technique ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงอยู่ในช่วง 99.50 ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ สำหรับทุกเงื่อนไขของการเติมอะลูมินา คือ 0 20 40 60 80 และ 100 wt% (Celli et al., 2003) สำหรับระบบเซอร์โคเนีย-อะลูมินาที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressing) ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ค่อนข้างสูงเช่นกัน งานวิจัยโดย M.Moraes และคณะ ศึกษาการเติมอะลูมินาในเซอร์โคเนียสองแบบ คือ TZ3YSB และ 3Y-TZP เมื่อเติมอะลูมินา 20 wt% พบว่าได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ 99 เปอร์เซ็นต์ (Moraes et al., 2004) งานวิจัยโดย Sequeira และคณะ เมื่อมีการเติมอะลูมินา 10 ถึง 20 wt% พบว่าได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 97 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ (Sequeira et al., 2017) สำหรับการเติมอะลูมินามากกว่าในช่วง 80 ถึง 100 wt% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์เช่นกัน (Moraes et al., 2004; Sequeira et al., 2017) สำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ (Slip casting) งานวิจัยโดย Pulgarin และคณะ ศึกษาเซอร์โคเนีย 2 แบบคือ Al-doped Y-PSZ และ Y-PSZ และใช้สัดส่วนอะลูมินา 50 80 และ 90 vol% พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิการเผาผลาญ ในช่วง 1,300 ถึง 1,600 °C สำหรับ Al-doped Y-PSZ ที่มีอะลูมินา 50 vol% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 67 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ และใน Y-PSZ ที่มีอะลูมินา 50 vol% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 76 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 80 vol% ใน Al-doped Y-PSZ ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 67 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์และเมื่อเติมอะลูมินา 90 vol% ใน Al-doped Y-PSZ มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 67 ถึง 97 เปอร์เซ็นต์ (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) งานต่อเนื่องจากงานวิจัยข้างต้นได้ทำการวิจัยเพิ่มเติม โดยใช้เซอร์โคเนีย ZN และสัดส่วนอะลูมินา 80 และ 90 vol% สำหรับสัดส่วนอะลูมินา 80 vol% ได้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 63 ถึง 95 เปอร์เซ็นต์และสัดส่วนอะลูมินา 90 vol% มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 67 ถึง 95 เปอร์เซ็นต์ (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015)

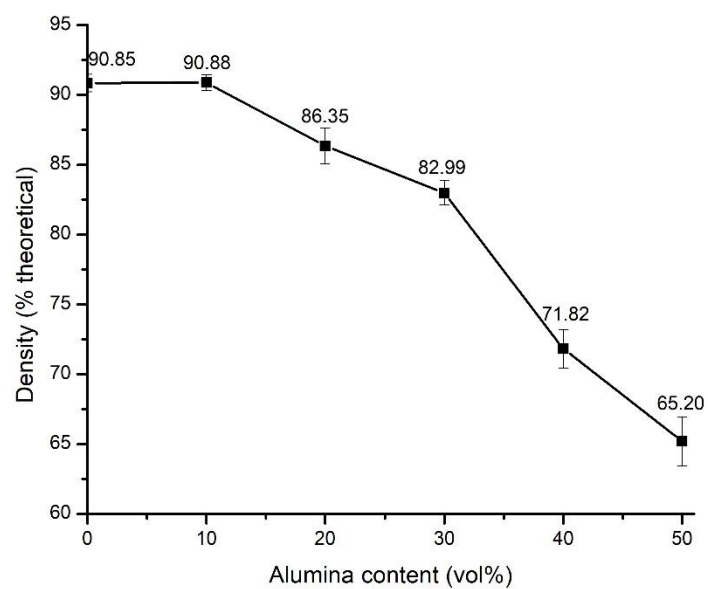
เมื่อเปรียบเทียบงานวิจัยนี้กับงานวิจัยที่ผ่านมา ปัจจัยหลายอย่างส่งผลต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์ได้แก่ วิธีการขึ้นรูป อุณหภูมิการเผาผลาญและสัดส่วนผงวัสดุ เมื่อเทียบกับระบบวัสดุเดียวกันคือเซอร์โคเนีย-อะลูมินา การขึ้นรูปด้วยการอัดในแกนเดียวจะให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับระบบที่ขึ้นรูปวิธีอื่นๆ และเมื่อเทียบกับระบบที่ขึ้นรูปแบบเดียวกัน คือการฉีดขึ้นรูปด้วยวัสดุผง งานวิจัยที่ผ่านมา ซึ่งศึกษาเซอร์โคเนียล้วนและอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่สัดส่วนอะลูมินา 80 vol% ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงกว่างานวิจัยนี้ โดยเฉพาะเมื่อเติมอะลูมินามากขึ้นซึ่งอาจเนื่องมาจากอุณหภูมิการเผาผลาญ งานวิจัยนี้ใช้อุณหภูมิการเผาผลาญเป็น 1,450 °C เนื่องจากระบบมีเซอร์โคเนียเป็นเนื้อหลักและอุณหภูมิการเผาผลาญของเซอร์โคเนีย

อยู่ในช่วง 1,400 ถึง 1,500 °C อุณหภูมิการเผาผนึกนี้ อาจไม่สูงพอสำหรับชิ้นงานที่มีอะลูมินาผสม ผลที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคตามภาพประกอบ 38 ชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีอะลูมินาผสมในสัดส่วนที่สูง จะมีความพรุน อนุภาคไม่ผนึกกันสมบูรณ์ มีลักษณะแยกชัดเป็นส่วนๆ ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์น้อยลง ทั้งนี้อุณหภูมิการเผาผนึกของอะลูมินาล้วนอยู่ในช่วง 1,600 °C เป็นต้นไป เมื่อระบบมีสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจึงไม่เพียงพอในการเผาผนึกส่วนที่เป็นอะลูมินา (Moraes et al., 2004) ผลจากงานวิจัยเซอร์โคเนีย-อะลูมินาที่ผ่านมาหลายงาน พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกเพิ่มขึ้น (Md Ani et al., 2014; Pulgarin & Albano, 2014; H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015)

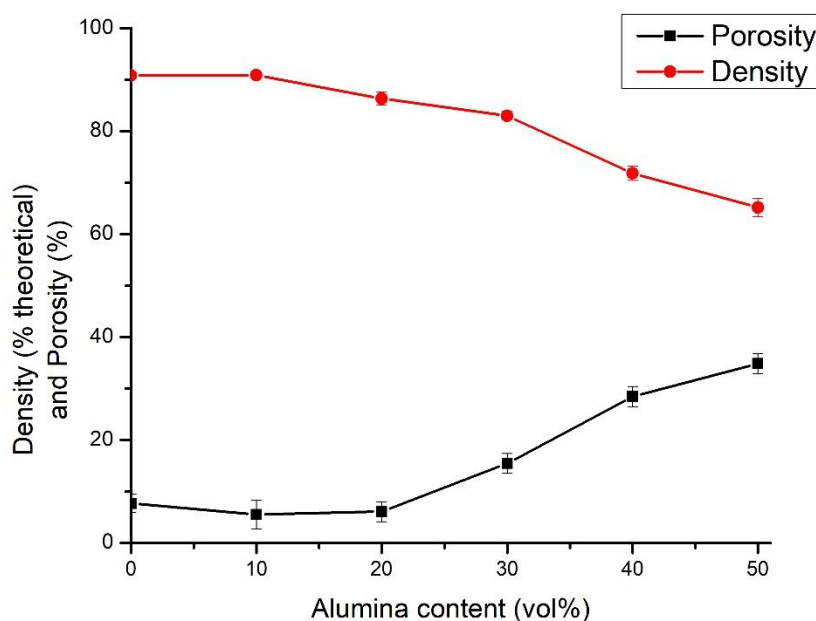
อีกปัจจัยหนึ่งที่อาจส่งผลกับความหนาแน่นสัมพัทธ์คือสัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) ในงานวิจัยที่ผ่านมา ที่ใช้สารหล่อลื่น Palm stearin พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังการเผาผนึกมีค่ามากขึ้นกับสัดส่วนผงวัสดุในช่วง 37 ถึง 43 vol% (Mohd Foudzi et al., 2013) ในงานที่ใช้ Paraffin wax (PW) กับสัดส่วนผงวัสดุ 58 vol% (Xie et al., 2005) หรือ steric acid กับสัดส่วนผงวัสดุ 48 ถึง 52 vol% (Chuankrerkkul et al., 2015; Chuankrerkkul et al., 2013) ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มากขึ้น สำหรับงานวิจัยนี้ใช้สัดส่วนผงวัสดุ 38 vol% เพื่อให้เซอร์โคเนียล้วนไหลเข้าสู่แม่พิมพ์ได้ ถ้าหากเพิ่มสัดส่วนผงวัสดุให้มากขึ้นอาจทำให้การฉีดเข้าสู่แม่พิมพ์ได้ยาก ชิ้นงานอาจไม่สมบูรณ์และเกิดรอยแตกภายในชิ้นงาน สำหรับงานวิจัยนี้การเติมอะลูมินา 10 vol% ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่มากที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับความพรุนในชิ้นงานที่น้อย



ภาพประกอบ 43 กราฟแสดงสัดส่วนความพรุนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผา
ผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 44 กราฟแสดงสัดส่วนความหนาแน่นสัมพัทธ์เทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน
หลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 45 กราฟแสดงสัดส่วนความหนาแน่นสัมพัทธ์และความพรุนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาขึ้น ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

4.7 องค์ประกอบทางเฟสของพื้นผิว

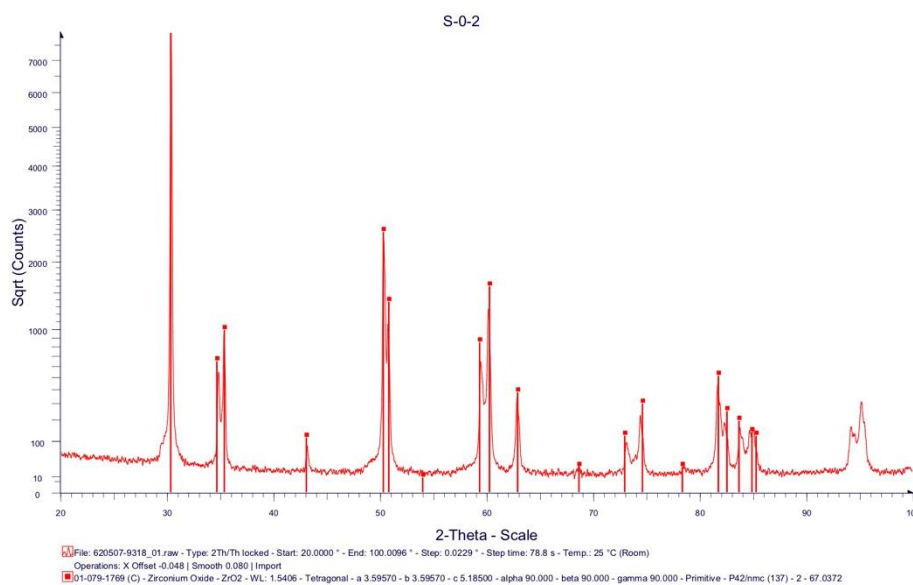
วัสดุเชิงประกอบเซอโคเนียผสมอะลูมินาที่ได้จากการฉีดขึ้นรูปด้วยผงผ่านการเผาขึ้นที่ 1,450 °C ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพโดยมีการหดตัวที่กล่าวไปแล้ว และยังมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกซึ่งศึกษาได้ด้วยการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์หรือเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) ภาพประกอบ 46 ถึง 51 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction patterns) ของชิ้นงาน A0 ถึง A50 หลังการเผาขึ้นตามลำดับ ครอบคลุมสัดส่วนการเติมอะลูมินา 6 เจือปนคือ 0 10 20 30 40 และ 50 vol% รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างผลึก 3 ระบบ คือ เซอโคเนียมไดออกไซด์เฟสเตตระโกนอลตาม ICSD 066787 เซอโคเนียมไดออกไซด์เฟสโมโนคลินิก (Zirconium oxide) ตาม ICSD 062993 และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium oxide) เฟสรวมโบฮีตรัลหรือแบบคอร์ันดัมตาม ICSD 60419 ข้อมูลอ้างอิงของระบบทั้งสามนี้แสดงพร้อมกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction patterns) ในภาพประกอบ 46 ถึง 50 เป็นชุดพีคสีแดง น้ำเงิน และเขียวตามลำดับ

จากผล XRD ดังภาพประกอบ 52 พบว่าชิ้นงาน A0 มีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับ เซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอล (ชุดพีคอ้างอิงสีแดง) โดยไม่มีเฟสอื่นปน สอดคล้องกับเงื่อนไขของ ชิ้นงานที่เป็นเซอร์โคเนียล้วน ปรากฏ พีค ณ ตำแหน่งระนาบ (101) (110) (112) และ (211) ส่วนในชิ้นงาน A10 ที่มีการเติมอะลูมินา 10 vol% เริ่มมีพีคชุดใหม่สอดคล้องกับอะลูมินา แบบคอร์รันดัม (ชุดพีคอ้างอิงสีน้ำเงิน) ปรากฏ ณ ตำแหน่งระนาบ (012) (104) (113) (024) และ (116) และเมื่ออะลูมินาเพิ่มขึ้นในชิ้นงาน A20 ถึง A50 ความเข้มของพีคอะลูมินาชุดนี้ เพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาตามลำดับ ในชิ้นงาน A20 ถึง A50 พีคใหม่อีกชุดหนึ่งสอดคล้องกับ เซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิก (ชุดพีคสีเขียว) ปรากฏ ณ ตำแหน่งระนาบ ($\bar{1}$ 1 1) และ (1 1 1) พีคชุดนี้ยังไม่ปรากฏชัดในกราฟของชิ้นงาน A10 แต่ข้อมูลความเข้มบ่งชี้ว่าเกิดพีคขนาดเล็ก และเมื่อมีการเติมอะลูมินา 20 vol% ในชิ้นงาน A20 เริ่มมีพีคของเซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิกนี้ ปรากฏเด่นชัด และปรากฏเด่นชัดขึ้นเรื่อยๆ กับสัดส่วนการเติมอะลูมินา ทั้งนี้พีคที่สอดคล้องกับ เซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอลเป็นพีคที่เด่นชัดที่สุดในทุกเงื่อนไขของชิ้นงาน เมื่อมีการเติมอะลูมินา ในชิ้นงาน พีคของอะลูมินาและเซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิกสำหรับการเติมอะลูมินา 20 vol% จะมีความเข้ม (Intensity) ที่มากขึ้นตามลำดับการเติมอะลูมินาที่มากขึ้น

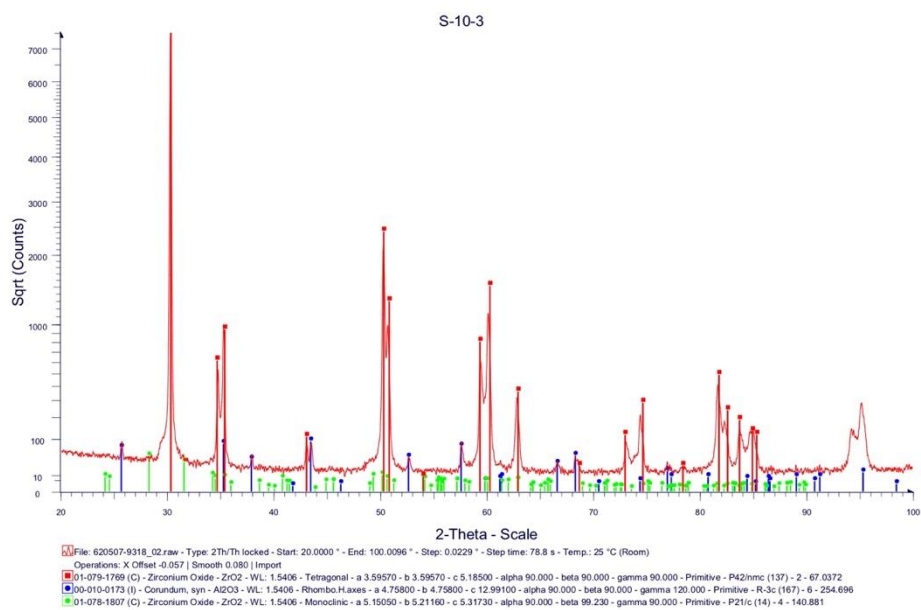
เมื่อเปรียบเทียบผล XRD ของงานวิจัยนี้กับงานวิจัยที่ผ่านมา เซอร์โคเนียล้วนที่ผสมสาร ช่วยให้อายุจะมีเฟสเตตระโกนอล และเมื่อมีอะลูมินาผสมจะทำให้เกิดเฟสโมโนคลินิกได้ง่ายขึ้น สำหรับระบบวัสดุเดียวกันคือเซอร์โคเนียผสมอะลูมินา (ATZ) ที่ขึ้นรูปด้วยการอัดในแกนเดียว พบพีคสอดคล้องกับเซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอลปรากฏ ณ ตำแหน่ง (101) และเมื่อเติมอะลูมินา พบพีคสอดคล้องกับเซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิกปรากฏ ณ ตำแหน่ง ($\bar{1}$ 1 1) และ (1 1 1) โดยในบางงานวิจัย พบเฟสโมโนคลินิกที่สัดส่วนอะลูมินา 20 vol% เป็นต้นไปคล้ายกับงานวิจัยนี้ (Maji & Choubey, 2018; Sequeira et al., 2017) และในบางงานวิจัย พบเฟสโมโนคลินิก เมื่อเติมอะลูมินา 40 vol% (Kern & Gadow, 2012)

ปัจจัยหลายอย่างส่งผลต่อองค์ประกอบเฟสและการเปลี่ยนเฟสจากเตตระโกนอล เป็นโมโนคลินิกเมื่อมีการเติมอะลูมินาในเซอร์โคเนีย ได้แก่โครงสร้างจุลภาคและความเค้นที่เกิดขึ้น ในชิ้นงาน ในแง่ของโครงสร้างจุลภาค การเปลี่ยนเฟสจากเตตระโกนอลเป็นโมโนคลินิกอาจเกิดได้ ง่ายขึ้นหากโครงสร้างจุลภาคไม่ต่อเนื่องเป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากการเปลี่ยนเฟสเป็นการปรับ ตำแหน่งการจัดเรียงตัวของอะตอม ซึ่งเมื่อเนื้อวัสดุไม่แน่นต่อเนื่อง อาจเอื้อให้เกิดการจัดเรียงตัวได้ ง่ายขึ้นเมื่อเกิดการเย็นตัวลงจากการเผาไหม้ สำหรับปัจจัยในแง่ของความเค้นในชิ้นงาน เมื่อมีการเติมอะลูมินาในเซอร์โคเนียทำให้มีความเค้นในชิ้นงาน เนื่องจากในขณะที่เกิดการเย็นตัว

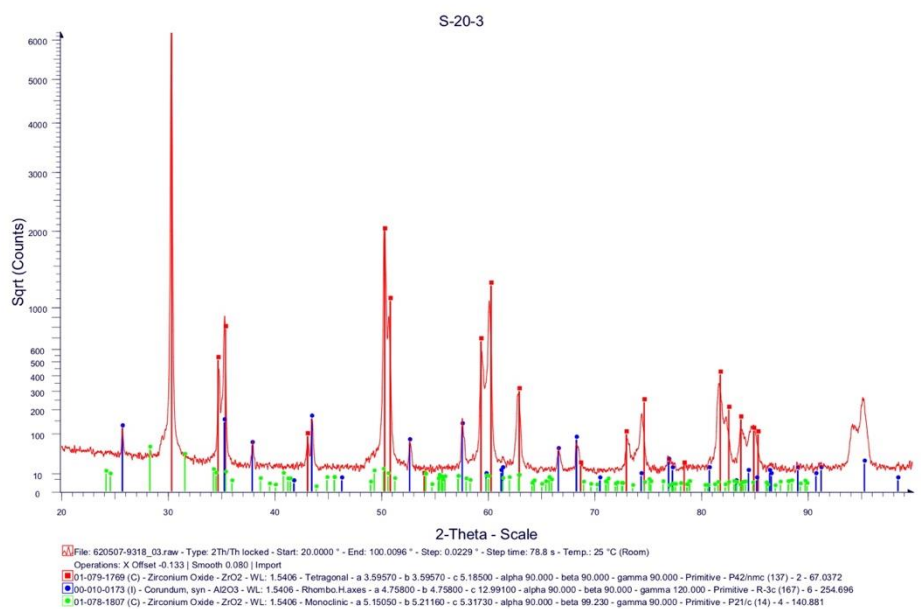
การเย็นตัวของเซอร์โคเนียและอะลูมินาไม่เท่ากัน ส่งผลให้เกิดความเค้นเนื่องจากความร้อน (thermal stress) ซึ่งความเค้นนี้อาจทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นเฟสที่เสถียรกว่าคือ เฟสโมโนคลินิกได้



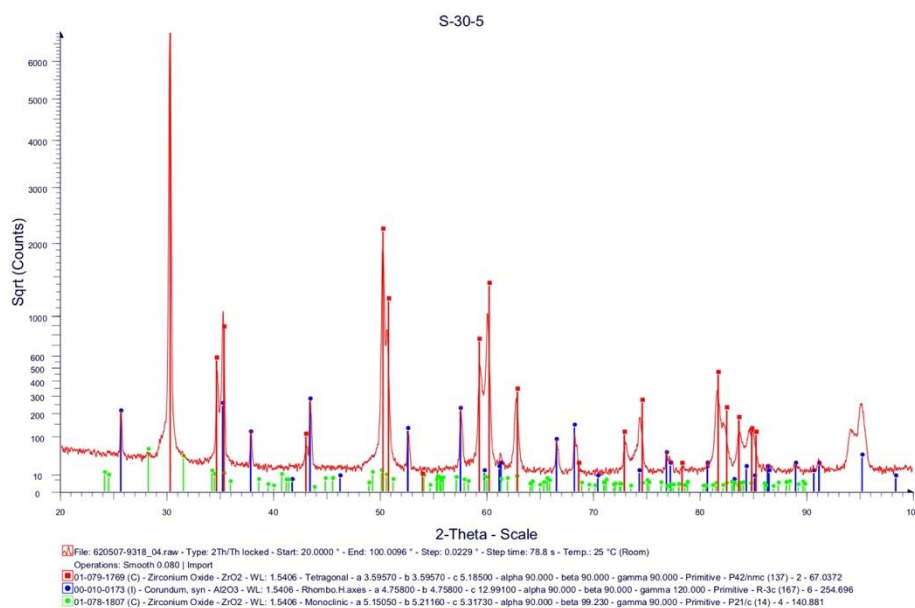
ภาพประกอบ 46 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 0 vol%



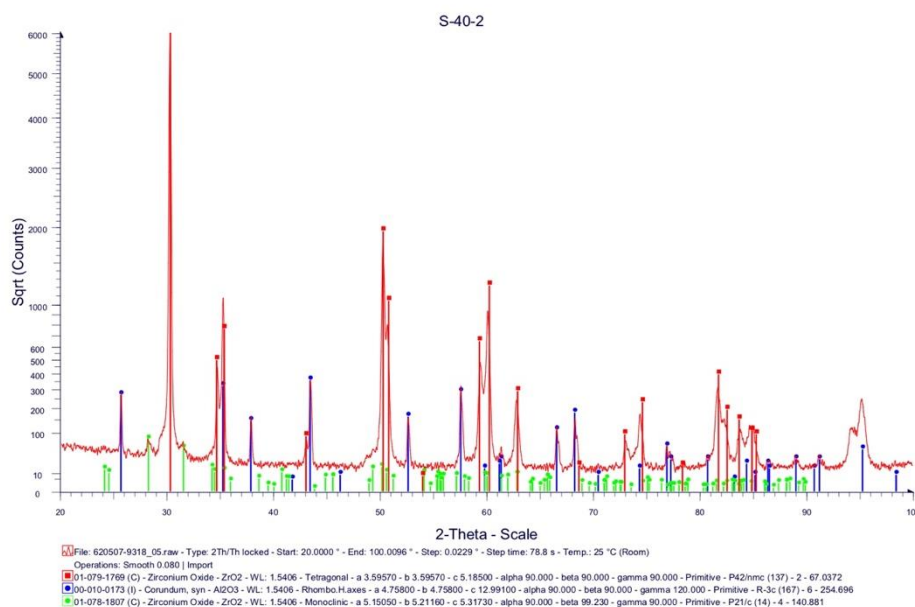
ภาพประกอบ 47 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 10 vol%



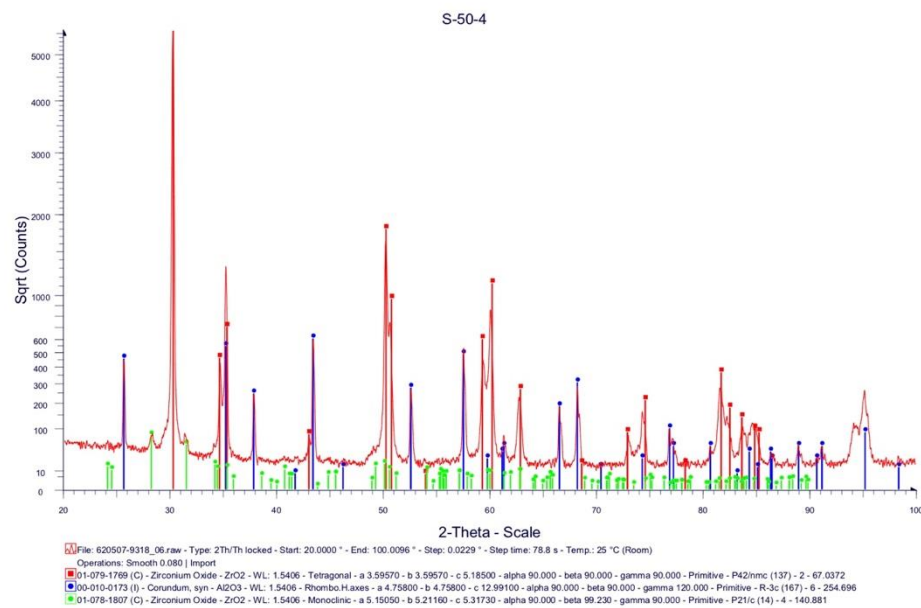
ภาพประกอบ 48 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 20 vol%



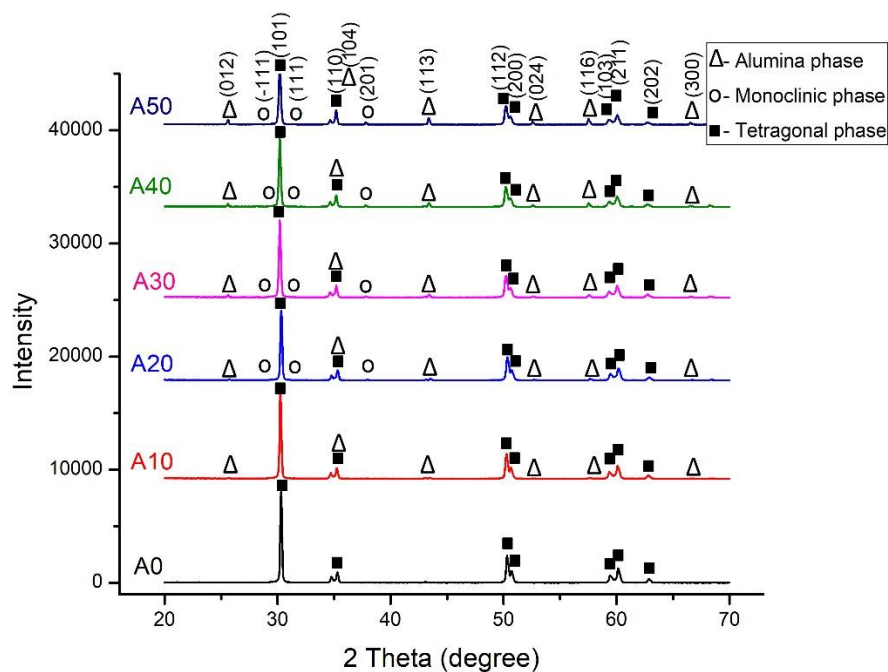
ภาพประกอบ 49 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 30 vol%



ภาพประกอบ 50 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 40 vol%



ภาพประกอบ 51 ข้อมูลอ้างอิงแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 50 vol%



ภาพประกอบ 52 กราฟแสดงองค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1,450 °C ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

4.8 สมบัติทางกล (Mechanical properties)

การทดสอบคุณสมบัติทางกลของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึกด้วยการทดสอบแรงดัด ทำให้ทราบ ค่าความต้านทานการดัดโค้ง (Flexural strength) และ มอดูลัสยืดหยุ่น (Flexural modulus) ซึ่งแปรผันไปกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงาน ชิ้นงานที่ผลิตด้วยการฉีดขึ้นรูป มีลักษณะเป็นแท่งสี่เหลี่ยมยาว โดยมีสัดส่วนอะลูมินาที่แตกต่างกัน ตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% สัมพันธ์กับชื่อชิ้นงาน คือ A0, A10, A20, A30, A40 และ A50 ตามลำดับ สำหรับแต่ละสัดส่วนอะลูมินา 6 เงื่อนไขจะทดสอบ 5 ชิ้นงาน เพื่อหาค่าเฉลี่ยทางสถิติ

4.8.1 ความต้านทานการดัดโค้ง (Flexural strength)

ความต้านทานการดัดโค้งเป็นค่าความเค้นดัดสูงสุดของชิ้นงานในการทดสอบแรงดัด ในการทดสอบแรงดัดของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (Green samples) ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้งเทียบกับสัดส่วนการเติมอะลูมินาดังภาพประกอบ 53 จากกราฟพบว่าเซอริโคเนียล้วนมีค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ย 10.19 เมกะปาสกาล เมื่อเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 10 และ 20 vol% ค่าความต้านทานการดัดโค้งมีค่าลดลงและมีค่าต่ำสุดเท่ากับ 5.35 เมกะปาสกาล เมื่อเติมอะลูมินา 20 vol% หรือใน A20 เมื่อเติมอะลูมินา 30 vol% หรือใน A30 มีค่าเฉลี่ย 9.09 เมกะปาสกาล เมื่อเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 30 ถึง 50 vol% ค่าความความต้านทานการดัดโค้งเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาที่เพิ่มขึ้นและมากที่สุดเท่ากับ 11.04 เมกะปาสกาล ที่ 50 vol% หรือใน A50

ค่าความต้านทานการดัดโค้งสำหรับชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป มีอิทธิพลมาจาก interfacial bonding ระหว่างผงวัสดุและตัวประสาน (Chuankrerkkul et al., 2015) เมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นในงานวิจัยโดย Mohd Foudzi และคณะ ซึ่งศึกษาการฉีดขึ้นรูปเซอริโคเนียด้วยสัดส่วนผงวัสดุ 43 vol% ให้ค่าความต้านทานการดัดโค้ง 13 ถึง 16 เมกะปาสกาล ซึ่งมากกว่างานวิจัยนี้เล็กน้อย อาจเป็นเพราะการใช้สัดส่วนของผงมากกว่า (Mohd Foudzi et al., 2013)

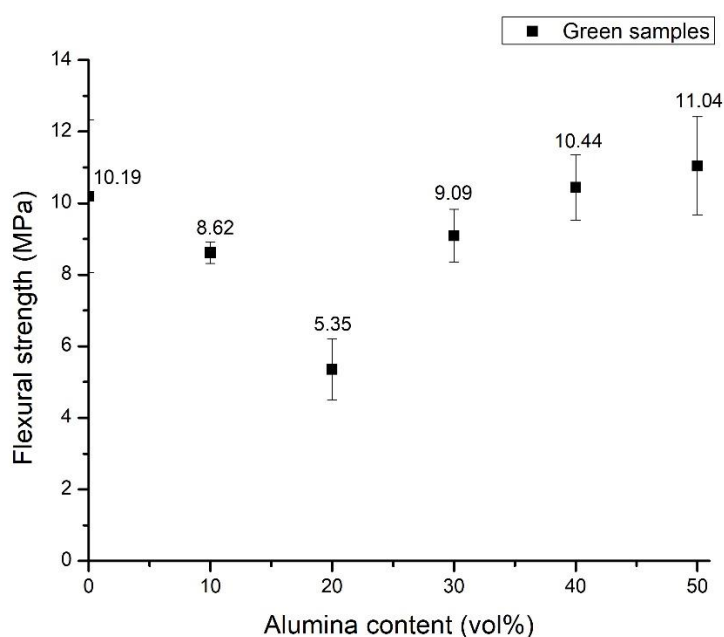
สำหรับชิ้นงานหลังการเผาผนึก (Sintered samples) ค่าความต้านทานการดัดโค้งเทียบกับสัดส่วนการเติมอะลูมินาเป็นดังภาพประกอบ 54 ในเงื่อนไขที่ไม่มีอะลูมินาปนหรือใน A0 มีค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ย 187.03 เมกะปาสกาล เมื่อมีการเติมสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 10 vol% หรือใน A10 ทำให้ค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ยมากที่สุดเท่ากับ 289.27 เมกะปาสกาลและเมื่อเติมอะลูมินาสัดส่วนตั้งแต่ 20 ถึง 50 vol% ทำให้ค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ยลดลงอยู่ในช่วงต่ำกว่า 100 เมกะปาสกาลและมีค่าต่ำที่สุดเท่ากับ 59.33 เมกะปาสกาล ที่ การเติมอะลูมินา 50 vol% หรือใน A50

ภาพประกอบ 55 เปรียบเทียบให้เห็นความแตกต่างของค่าความต้านทานการตัดโค้งหลังการฉีดขึ้นรูปก่อนและหลังการเผาผนึก ค่าความต้านทานการตัดโค้งหลังการเผาผนึกมากขึ้นจากหลังการฉีดขึ้นรูปอย่างมาก สำหรับทุกสัดส่วนอะลูมินา จากการพิจารณาลักษณะชิ้นงานระหว่างการทดลอง พบว่าชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป มีความแข็งแรงพอที่จะหยิบจับได้ เมื่อให้แรงมากพอ สามารถทำให้ชิ้นงานหักได้ สำหรับชิ้นงานหลังการเผาผนึกสำหรับ A10 ซึ่งให้ค่าความต้านทานการตัดโค้งที่มากที่สุดหลังการเผาผนึก พบว่ามีค่ามากกว่าหลังการฉีดขึ้นรูปราว 37 เท่า

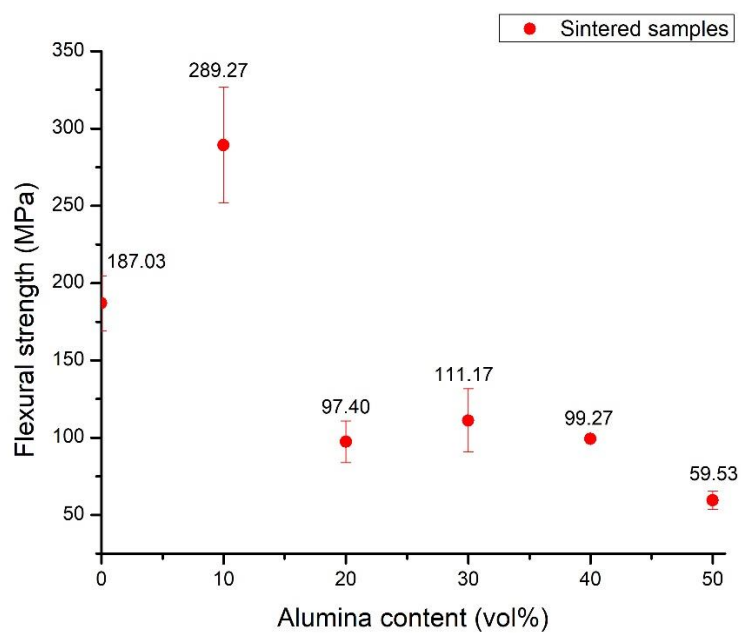
ในการเปรียบเทียบค่าความต้านทานการตัดโค้งกับงานวิจัยที่ผ่านมา สำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผงของเซอริโคเนียล้วนด้วยสัดส่วนผงวัสดุ 37 ถึง 43 vol% เมื่อกำจัดตัวประสานที่อุณหภูมิ 50 °C ให้ค่าความต้านทานการตัดโค้งในช่วง 25.41 ถึง 33.91 เมกะปาสกาล สำหรับอุณหภูมิ 60 °C ให้ค่าความต้านทานการตัดโค้งในช่วง 24.64 ถึง 39.90 เมกะปาสกาล และการกำจัดตัวประสานที่อุณหภูมิ 70 °C ให้ค่าความต้านทานการตัดโค้งในช่วง 16.61 ถึง 28.17 เมกะปาสกาล สำหรับเงื่อนไขสัดส่วนผงวัสดุ 38 vol% และอุณหภูมิการกำจัดตัวประสาน 60 °C ที่เหมือนกับงานวิจัยนี้ ได้ค่าความต้านทานการตัดโค้ง 28.53 เมกะปาสกาล (Mohd Foudzi et al., 2013) เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยนี้ สำหรับการเติมอะลูมินา 10 vol% ได้ค่าความต้านทานการตัดโค้งมากถึง 289.27 เมกะปาสกาล การฉีดขึ้นรูปด้วยผงของเซอริโคเนียที่สัดส่วนผงที่สูงทำให้ค่าความต้านทานการตัดโค้งสูงขึ้น เช่นในงานวิจัยที่ใช้ตัวประสาน DBP มีการใช้สัดส่วนผงวัสดุ 58 vol% ได้ค่าความต้านทานการตัดโค้ง 590 เมกะปาสกาลและ 612 เมกะปาสกาล เมื่อใช้ DBP 13 และ 16 wt% (Xie et al., 2005) สำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผงในระบบอะลูมินา-เซอริโคเนีย ที่มีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบหลัก โดยใช้สัดส่วนอะลูมินา 80 wt% สัดส่วนผงวัสดุ 48 50 และ 52 vol% ได้ค่าความต้านทานการตัดโค้ง 261.30 262.70 และ 334.10 เมกะปาสกาลตามลำดับ โดยพบว่าค่าต้านทานการตัดโค้งเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนผงวัสดุ (Powder loading) (Chuankrerkkul et al., 2015) เป็นที่สังเกตว่าค่าที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยนี้ แม้ในงานวิจัยนี้จะใช้สัดส่วนผงวัสดุที่ต่ำกว่า

สำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธีอื่นให้ค่าแตกต่างออกไป งานที่ศึกษาการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressing) ความต้านทานการตัดโค้งมีแนวโน้มค่าที่สูงมาก ตัวอย่างเช่นในงานวิจัยโดย Kern และคณะ ชิ้นงานจากการอัดในแกนเดียวที่มีการเติมอะลูมินา 20 vol% ให้ค่าความต้านทานการตัดโค้ง 1,800 ถึง 1,900 เมกะปาสกาล และเมื่อเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 40 vol% มีค่า 1,250 ถึง 1,450 เมกะปาสกาล (Kern & Gadow, 2012) ในงานวิจัยที่ศึกษา

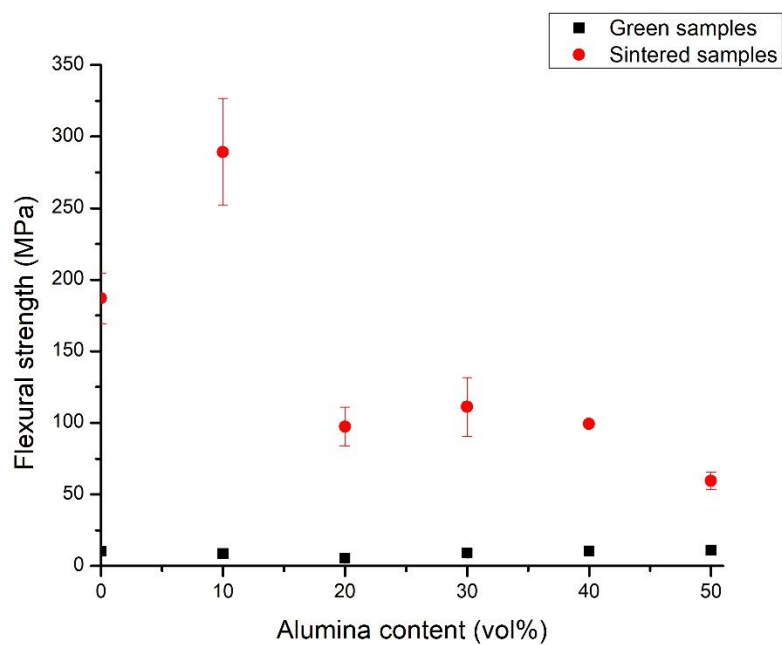
เซอรโคเนีย TZ3YSB และ 3Y-TZP เมื่อมีการเติมอะลูมินา 20 wt% TZ3YSB มีค่าความต้านทานการดัดโค้ง 471.30 เมกะปาสกาล และ 3Y-TZP มีค่าความต้านทานการดัดโค้ง 755.30 เมกะปาสกาล (Moraes et al., 2004) ในอีกงานวิจัยที่ศึกษาเซอรโคเนีย เมื่อมีการเติมอะลูมินา 10 ถึง 20 wt% ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้งในช่วง 700 ถึง 900 เมกะปาสกาล (Sequeira et al., 2017) สำหรับการเติมอะลูมินาในช่วง 80 ถึง 100 wt% มีแนวโน้มความต้านทานการดัดโค้งลดลง เมื่อการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น (Moraes et al., 2004) การขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว ได้ค่าความต้านทานการดัดโค้งมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบการขึ้นรูปด้วยผง แต่ข้อดีสำหรับการขึ้นรูปด้วยผง สามารถผลิตชิ้นงานที่มีความซับซ้อน ชิ้นงานขนาดเล็กและรูปร่างใกล้เคียงกับชิ้นงานมากที่สุด



ภาพประกอบ 53 กราฟแสดงความต้านทานการดัดโค้งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการขึ้นรูป ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 54 กราฟแสดงความต้านทานการดัดโค้งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 55 กราฟแสดงความต้านทานการดัดโค้งเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปและหลังการเผาผนึก ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

4.8.2 มอดุลัสยืดหยุ่น (Flexural modulus)

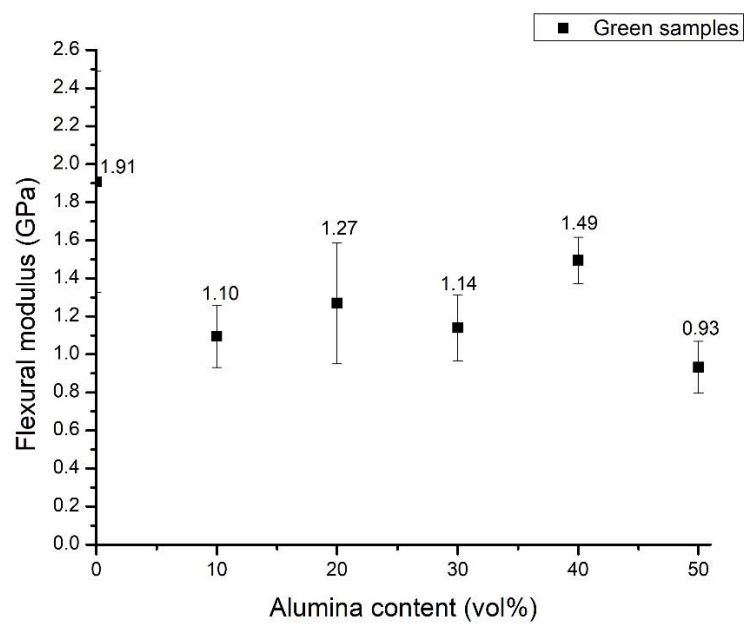
มอดุลัสยืดหยุ่นในการดัดคือ อัตราความเค้นดัดต่อความเครียดดัดในช่วงแรกของการทดสอบ (ช่วงยืดหยุ่น) ภาพประกอบ 56 แสดงค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเทียบกับสัดส่วนการเติมอะลูมินาสำหรับชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (Green samples) ชิ้นงานสำหรับสัดส่วนอะลูมินา 0 vol% หรือใน A0 มีค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเฉลี่ยเท่ากับ 1.91 กิกะปาสกาล เมื่อเติมอะลูมินาตั้งแต่ 10 ถึง 50 vol% เป็นต้นไป ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเปลี่ยนแปลงโดยมีค่าทั้งเพิ่มขึ้นและลดลงโดยไม่มีแนวโน้มชัดเจนเทียบกับสัดส่วนอะลูมินา ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเฉลี่ยมีค่าต่ำสุดเท่ากับ 0.93 กิกะปาสกาล ที่การเติมอะลูมินา 50 vol% หรือใน A50

สำหรับชิ้นงานหลังการเผาผนึก (Sintered samples) มีค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเฉลี่ยเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาแสดงดังภาพประกอบ 57 ที่สัดส่วนอะลูมินา 0 vol% หรือใน A0 มีค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเฉลี่ยเท่ากับ 40.25 กิกะปาสกาล เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 10 vol% หรือใน A10 มอดุลัสยืดหยุ่นมีค่ามากที่สุดเฉลี่ยเท่ากับ 46.55 กิกะปาสกาลและเมื่อเติมอะลูมินาตั้งแต่ 20 ถึง 50 vol% ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นเฉลี่ยจะค่อยๆ ลดลงกับสัดส่วนอะลูมินาที่เพิ่มขึ้น อยู่ในช่วง 35 ถึง 40 กิกะปาสกาล โดยมีค่าต่ำที่สุดเท่ากับ 16.45 กิกะปาสกาลที่การเติมอะลูมินา 50 vol% หรือใน A50 ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นมีค่าเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาจาก 0 ถึง 10 vol% หรือใน A10 และเมื่อมีสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นกว่า 10 vol% ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นจะลดลงเรื่อยๆ ผลที่ได้นี้มีแนวโน้มคล้ายกับค่าความต้านทานการดัดโค้ง

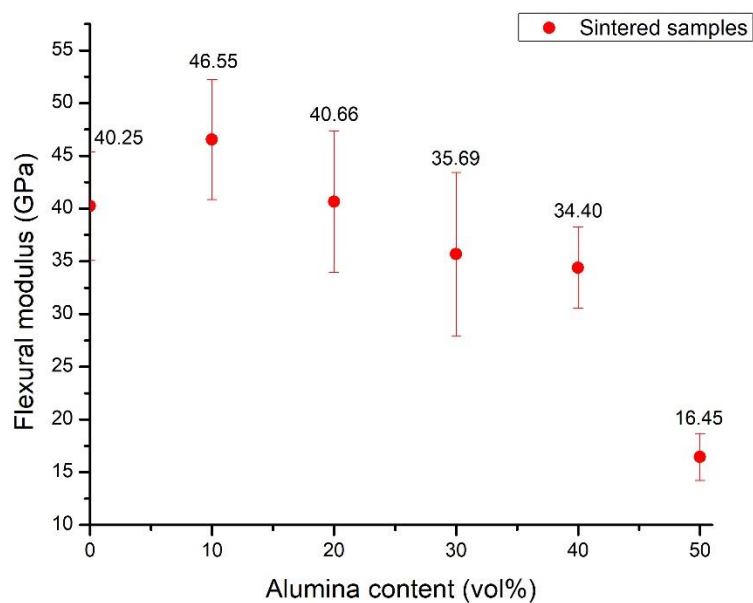
เมื่อเปรียบเทียบหลังการฉีดขึ้นรูปก่อนและหลังการเผาผนึก พบว่าค่ามอดุลัสยืดหยุ่นของชิ้นงานหลังการเผาผนึกมีค่ามากขึ้นกว่าหลังการฉีดขึ้นรูปสำหรับทุกสัดส่วนการเติมอะลูมินา ดังแสดงในภาพประกอบ 58 การที่ชิ้นงานมีความแข็งแรงขึ้นหลังการเผาผนึกอันสังเกตได้จากทั้งความต้านทานการดัดโค้งและมอดุลัสยืดหยุ่น สะท้อนให้เห็นว่า การเผาผนึกทำให้ชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไปในเชิงโครงสร้าง การกำจัดตัวประสานออกไปทำให้เนื้อวัสดุไม่มีส่วนพอลิเมอร์ที่อ่อนตัวและการเผาผนึกทำให้อนุภาคเซรามิกเชื่อมต่อกันเกิดเป็นชิ้นงานที่แข็งแรงขึ้น

ในการเปรียบเทียบค่ามอดุลัสยืดหยุ่นกับงานวิจัยที่ผ่านมา งานที่ศึกษาการเติมอะลูมินาในเซอโรโคเนีย หรือ ATZ สำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธี colloidal shaping technique ของวัสดุเซอโรโคเนีย เมื่อมีการเติมอะลูมินาในเซอโรโคเนียตั้งแต่ 20 ถึง 100 wt% พบว่ามีแนวโน้มมอดุลัสยืดหยุ่นเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินา ซึ่งให้ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นในช่วง 246 ถึง 356

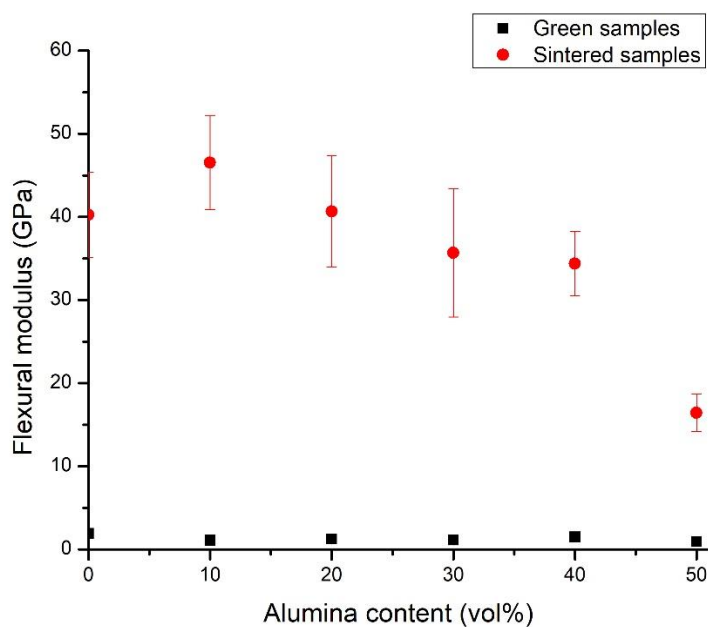
กิกะปาสกาล (Celli et al., 2003) สำหรับงานที่ศึกษาการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressing) สำหรับเซอร์โคเนียสองแบบ คือ TZ3YSB และ 3Y-TZP ได้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่น 201 กิกะปาสกาล เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 20 wt% ได้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่น 230 กิกะปาสกาล สำหรับการศึกษาการเติมอะลูมินาในช่วง 80 ถึง 100 wt% มีแนวโน้มมอดูลัสยืดหยุ่นเพิ่มขึ้น เมื่อการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น (Moraes et al., 2004) งานที่ศึกษา ZTA ขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ (Slip casting) โดยใช้เซอร์โคเนีย 2 แบบคือ Al-doped Y-PSZ Y-PSZ และ ZN และใช้อะลูมินา 50 80 และ 90 vol% สำหรับ Al-doped Y-PSZ ได้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นในช่วง 295 ถึง 380 กิกะปาสกาลและงานวิจัยที่ใช้เซอร์โคเนีย ZN ได้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นในช่วง 300 ถึง 385 กิกะปาสกาล (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) ที่ผ่านมายังไม่มีการศึกษา เซอร์โคเนียผสมอะลูมินาที่ผลิตด้วยวิธีการฉีดขึ้นรูปด้วยผงและยังไม่มีรายงานผลเกี่ยวกับ ค่ามอดูลัสยืดหยุ่น งานวิจัยนี้จึงเป็นงานแรกที่ให้ข้อมูลสำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผง เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่มีการขึ้นรูปด้วยวิธีอื่นโดยมากจะให้ค่ามอดูลัสที่สูงกว่า นอกจากนี้ ในงานวิจัยอื่นค่ามอดูลัสยืดหยุ่นจะเป็นไปตามกฎการผสม (mixture rule) เนื่องจากค่ามอดูลัสยืดหยุ่นของอะลูมินามากกว่าของเซอร์โคเนียราวสองเท่า โดยเซอร์โคเนียมีค่ามอดูลัสยืดหยุ่น ในช่วงประมาณ 200 ถึง 230 กิกะปาสกาลและอะลูมินามีค่ามอดูลัสยืดหยุ่น 360 ถึง 400 กิกะปาสกาล ทำให้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นของเซอร์โคเนียมีค่าสูงขึ้นเมื่อมีการเติมอะลูมินา (Celli et al., 2003; Kern & Gadow, 2012; Moraes et al., 2004; Piconi & Maccauro, 1999) สำหรับในงานวิจัยนี้ พบว่าที่สัดส่วนอะลูมินา 10 vol% มีค่ามอดูลัสยืดหยุ่นสำหรับชิ้นงานหลังการเผาขึ้นมากที่สุดคือ 46.55 กิกะปาสกาล เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 20 ถึง 50 vol% ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นต่ำเนื่องจากความพรุนที่อยู่ในชิ้นงานตามภาพ SEM ภาพประกอบ 39 (c)-(f) ความพรุนที่มากขึ้นส่งผลให้ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นต่ำ



ภาพประกอบ 56 กราฟแสดงมอดุลัสยืดหยุ่นเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูปที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 57 กราฟแสดงมอดูลัสยืดหยุ่นเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%



ภาพประกอบ 58 กราฟแสดงมอดูลัสยืดหยุ่นเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานหลังการขึ้นรูปและหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

4.9 ความแข็ง (Hardness)

ความแข็งสามารถวัดได้จากรอยกดบนผิวของชิ้นงาน ซึ่งการทดสอบความแข็งในงานวิจัยเป็นแบบวิกเกอร์ (Micro-Vickers hardness test) โดยใช้ขนาดแรงกด 4.903 นิวตัน ผลการทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีสัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% สัดส่วนที่ค่าความแข็งมากที่สุดคือ สัดส่วนที่ไม่มีการเติมอะลูมินา 0 vol% หรือใน A0 พบว่ามีความแข็งเฉลี่ยสูงสุดเท่ากับ 1342.80 HV ค่าความแข็งมีค่าลดลงเมื่อมีสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นและน้อยที่สุดที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 50 vol% หรือใน A50 ซึ่งมีความแข็งเฉลี่ยเท่ากับ 440 HV สอดคล้องกับผล SEM ของ A50 ที่มีรูพรุนมากในชิ้นงานทำให้สมบัติทางกลของชิ้นงานต่ำ เมื่อพิจารณาแนวโน้มค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้จากการฉีดขึ้นรูปดังภาพประกอบ 59 พบว่าค่าความแข็งมีแนวโน้มลดลงกับสัดส่วนการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น

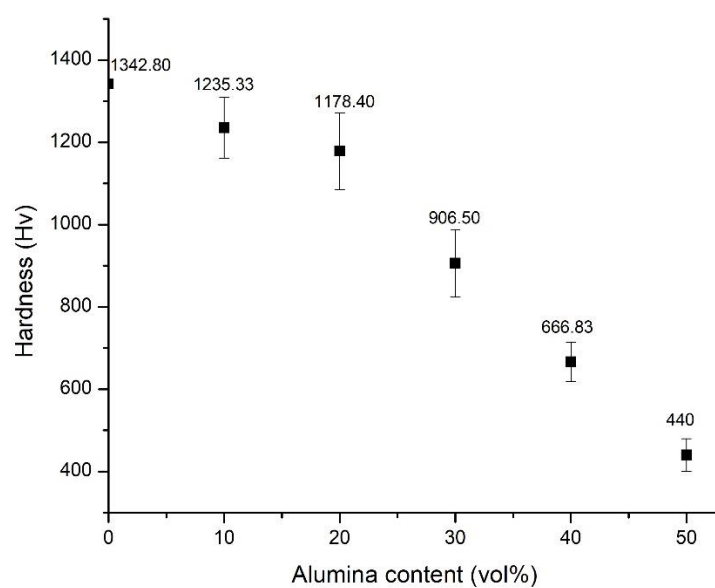
ในการเปรียบเทียบค่าความแข็งกับงานวิจัยที่ผ่านมา สำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผงของวัสดุเซอร์โคเนียล้วน เมื่อใช้สัดส่วนผงวัสดุ 37 41 และ 43 vol% ได้ค่าความแข็ง 470 876 และ 760 HV ตามลำดับ (Mohd Foudzi et al., 2013) สำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผงของระบบอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่มีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบหลักโดยมีอะลูมินา 80 เปอร์เซ็นต์ และใช้สัดส่วนผงวัสดุ 48 ถึง 52 vol% ได้ค่าความแข็งในช่วง 1,999 ถึง 2,116 HV (Chuankrerkkul et al., 2015) สำหรับอีกงานวิจัยที่ใช้สัดส่วนผงวัสดุ 53 ถึง 59 vol% พบว่าค่าความแข็งเพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิการเผาผนึก โดยมีค่าความแข็ง 1582.40 ที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1,600 °C (Md Ani et al., 2014)

สำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธีอื่นให้ค่าความแข็งแตกต่างกันออกไป งานที่ศึกษา ATZ สำหรับการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว (Uniaxially pressing) ในงานวิจัยแรก เซอร์โคเนียล้วนมีค่าความแข็ง 1,300 HV เมื่อการเติมอะลูมินาเป็น 20 และ 40 vol% ได้ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นเป็น 1,450 และ 1,600 HV ตามลำดับ (Kern & Gadow, 2012) ในอีกงานวิจัยเซอร์โคเนียล้วนมีค่าความแข็ง 1,295 HV เมื่อการเติมอะลูมินาเป็น 10 และ 30 wt% มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นในช่วง 1,320 ถึง 1,371 HV (Maji & Choubey, 2018) ในอีกงานวิจัยที่ศึกษาเซอร์โคเนียสองแบบ คือ TZ3YSB และ 3Y-TZP ได้ค่าความแข็งในช่วง 1,300 HV เมื่อมีการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 20 wt% ได้ค่าความแข็งในช่วง 1,460 ถึง 1,570 HV (Moraes et al., 2004) และในงานวิจัยมีการเติมอะลูมินาเป็น 10 ถึง 20 wt% ได้ค่าความแข็งในช่วง 1,400 ถึง 1,483 HV (Sequeira et al., 2017) สำหรับระบบ ZTA ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว เมื่อมีอะลูมินาในช่วง 80 ถึง 100 wt% งานวิจัยแรกได้ค่าความแข็งในช่วง 1,730 ถึง 1,780 HV (Moraes et al., 2004) และ

ในอีกงานวิจัยได้ค่าความแข็ง 1,850 HV (Sequeira et al., 2017) จากผลการวิจัยทั้ง ATZ และ ZTA ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดในแกนเดียว ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นกับการเติมอะลูมินา

งานที่ศึกษา ZTA จากการขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ (Slip casting) เซอร์โคเนียประเภท Al-doped Y-PSZ พบว่าค่าแข็งเพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิการเผาผนึก ในช่วง 1300 ถึง 1600 °C ที่อะลูมินา 50 vol% มีค่าความแข็งในช่วง 509.80 ถึง 1,428 HV เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 80 vol% ค่าความแข็งอยู่ในช่วง 407.90 ถึง 1,326 HV และเมื่อสัดส่วนอะลูมินาเป็น 90 vol% จะให้ค่าความแข็ง ในช่วง 305.90 ถึง 1,326 HV (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015) งานต่อเนื่องจากงานวิจัยข้างต้น ได้ทำการวิจัยเพิ่มเติม คือเซอร์โคเนีย ZN และใช้สัดส่วนอะลูมินา 80 และ 90 vol% ที่อะลูมินา 80 vol% มีค่าความแข็ง 1,560 HV และที่อะลูมินา 90 vol% มีค่าความแข็ง 1,468 HV (H. L. C. Pulgarin & M. P. Albano, 2015)

จากงานวิจัยต่างๆที่ผ่านมา พบว่าค่าความแข็งเพิ่มขึ้นกับการเติมอะลูมินา นอกจากนี้ค่าความแข็งยังมากขึ้นกับอุณหภูมิการเผาผนึก อุณหภูมิการเผาผนึกสูงอาจส่งผลให้ค่าความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้น (Chuankrerkkul et al., 2015; Kern & Gadow, 2012; Nevarez-Rascon et al., 2009; Pulgarin & Albano, 2014) แม้อะลูมินามีความแข็งที่สูงและช่วยเพิ่มความแข็ง ดังปรากฏในงานวิจัยที่ผ่านมา สำหรับงานวิจัยนี้ ความพรุนที่มากขึ้นเมื่อมีการเติมอะลูมินา ส่งผลให้ค่าความแข็งมีค่าลดลงตาม สัดส่วนการเติมอะลูมินา ความพรุนในชิ้นงานมีอิทธิพลต่อความแข็ง เหนือกว่าอิทธิพลการเสริมความแข็งด้วยอะลูมินา อย่างไรก็ตามถ้าพิจารณาค่าความแข็งโดยรวมระบบเซอร์โคเนีย-อะลูมินาในงานวิจัยนี้ มีความแข็งที่ใกล้เคียงกับงานวิจัยอื่นๆ ที่ศึกษาระบบที่มีเซอร์โคเนียเป็นเนื้อหลัก ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดในแกนเดียวและที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการเทหล่อ



ภาพประกอบ 59 กราฟแสดงความแข็งเทียบกับสัดส่วนอะลูมินาในชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ที่มีการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาวิธีการผลิตเพื่อผลิตชิ้นงานเซอร์โคเนียผสมอะลูมินาโดยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง ผงวัสดุประกอบด้วยเซอร์โคเนียและอะลูมินา โดยปรับสัดส่วนอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol% สำหรับอัตราส่วนของผงวัสดุกับวัสดุประสานคือ 38:62 vol% ซึ่งตัวประสานที่ช่วยในการฉีดคือ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลบิวทีรอล (PVB) ในอัตราส่วน 80:20 wt% ในการทดลองพบว่า สามารถผลิตชิ้นงานที่เหมาะสมสำหรับการฉีดขึ้นรูปด้วยผงได้ง่าย ชิ้นงานฉีดได้เต็มรูปแบบสมบูรณ์ ในกระบวนการฉีดขึ้นรูปด้วยวัสดุผง มีทั้งหมด 4 ขั้นตอน ประกอบด้วย การผสม การฉีดขึ้นรูป การกำจัดตัวประสานและการเผาผนึก ชิ้นงานที่ผลิตได้มีลักษณะโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างผลึก คุณสมบัติทางกายภาพและทางกล โดยสรุปดังนี้

ในขั้นตอนการเตรียม feedstock การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคผงเซรามิกซึ่งประกอบด้วยผงเซอร์โคเนียและผงอะลูมินา พบว่าขนาดของผงอะลูมินามีขนาดเล็กกว่าผงเซอร์โคเนีย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเซอร์โคเนียที่ปริมาณผสมร้อยละ 50 (d_{50}) มีค่า 3.19 ไมครอน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอะลูมินาที่ปริมาณผสมร้อยละ 50 (d_{50}) มีค่า 1.28 ไมครอน โดยมีขนาดอนุภาคเล็กกระจายปนอยู่กับอนุภาคใหญ่และส่วนใหญ่อนุภาคเล็กกว่า 5 ไมครอน ซึ่งการร่อนผ่านตะแกรงทำให้กรองได้อนุภาคของเซอร์โคเนียและอะลูมินาที่มีขนาดเล็ก เมื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุของผงเซอร์โคเนียและอะลูมินา อัตราส่วนของธาตุสอดคล้องกับสูตรโครงสร้างของผงเซรามิกทั้งคู่

การผลิตชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูป ผงเซอร์โคเนียและอะลูมินาพร้อมกับตัวประสาน อุณหภูมิการฉีด 190 °C ได้ชิ้นงานในลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมยาว ในขั้นตอนการกำจัดตัวประสาน PEG ด้วยน้ำ ใช้อุณหภูมิ 40 °C จากการศึกษาอัตราเร็วในการกำจัด PEG ในชิ้นงาน พบว่าสามารถกำจัด PEG ด้วยน้ำ กำจัดได้เกือบ 80 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 6 ชั่วโมง และสามารถกำจัด PEG เข้าใกล้ 100 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง จากการกำจัดตัวประสาน รูปพรุนที่เกิดขึ้นเป็นช่องทางให้ PVB ถูกกำจัดได้ง่ายในขั้นตอนการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน จากการตรวจสอบได้ในโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ จากการทดสอบความเสถียรทางความร้อนของตัวประสาน (TGA) การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนจึงทำที่อุณหภูมิ 450 °C ตามด้วยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ขึ้นงานหลังจากการเผาผนึก มีขนาดลดลงจากการการเผาผนึกและน้ำหนักลดลงจากตัวประสานที่ถูกกำจัดออก เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น ขึ้นงานเกิดการหดตัวน้อยลง เนื่องจากอุณหภูมิการเผาผนึก 1,450 °C ไม่มากพอสำหรับการโตของเกรนอะลูมินา ทำให้จำกัดการเผาผนึกเข้ากันของอนุภาคอะลูมินา

เมื่อนำขึ้นงานวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ประกอบด้วยขึ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป ขึ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำและขึ้นงานหลังการเผาผนึก สำหรับขึ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป การเติมอะลูมินา 0 ถึง 20 vol% ตัวพอลิเมอร์ในขึ้นงานถูกหลอม ทำให้เซอริโคเนียและอะลูมินาไม่ชัดเจน แต่เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 30 ถึง 50 vol% เริ่มปรากฏอนุภาคสีขาวของอะลูมินา กระจายไม่สม่ำเสมออยู่เต็มพื้นที่ สำหรับขึ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ ในขึ้นงาน A0 อนุภาคเซอริโคเนียเป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น 10 vol% ปรากฏอนุภาคอะลูมินากระจายอยู่เพียงเล็กน้อย ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินา 50 vol% หรือใน A50 ปรากฏอนุภาคอะลูมินาโดยทั่วและเป็นเนื้อเดียวกันกับเซอริโคเนีย อีกทั้งพบช่องว่างระหว่างการเชื่อมต่อกันของอนุภาคและรูพรุนจากการกำจัดตัวประสาน PEG ด้วยน้ำ สำหรับโครงสร้างจุลภาคของขึ้นงานหลังการเผาผนึก ในขึ้นงาน A0 อนุภาคเซอริโคเนียค่อนข้างเป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น 10 vol% เซอริโคเนียมีอะลูมินาผสม ทำให้ความเป็นเนื้อเดียวกันลดลง และการเชื่อมต่อกันของอนุภาคลดลงทำให้มีรูพรุนเกิดขึ้นในขึ้นงาน โดยปริมาณรูพรุนหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคจะเพิ่มขึ้นกับสัดส่วนอะลูมินาในขึ้นงาน

ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในขึ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป หลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำและหลังการเผาผนึก ประกอบด้วยธาตุคาร์บอน ออกซิเจน เซอริโคเนียและอะลูมิเนียม ซึ่งให้เห็นว่าการเพิ่มขึ้นของธาตุอะลูมิเนียมสอดคล้องกับการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้น และธาตุคาร์บอนสอดคล้องกับพอลิเมอร์ที่อยู่ในขึ้นงาน ธาตุออกซิเจนสอดคล้องกับองค์ประกอบในเซอริโคเนียและอะลูมินา กระจายอยู่ทั่วพื้นที่สำหรับทุกเงื่อนไข สำหรับการกระจายตัวธาตุเซอริโคเนีย เมื่อมีการเติมอะลูมินา 10 vol% พบธาตุอะลูมิเนียมกระจายแทรกอยู่ระหว่างบริเวณธาตุเซอริโคเนีย ทำให้เห็นความไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น 50 vol% ธาตุอะลูมิเนียมกระจายโดยทั่วแทรกระหว่างเซอริโคเนีย จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของพื้นผิวขึ้นงานหลังการเผาผนึกที่มีการเติมอะลูมินา ซึ่งแสดงการเกาะกลุ่มของผงเซอริโคเนียและอะลูมินา การผสมแบบเปียก (Wet mixing) อาจจะเป็นทางเลือกที่ช่วยให้การกระจายตัวของอนุภาคดีกว่า เนื่องจากมีลูกบิด รวมไปถึงน้ำหรือตัวช่วยในการกระจายตัว (Deflocculant) แต่ข้อเสียสำหรับการผสมแบบเปียกคือ ต้องคำนึงถึงปัจจัยหลายอย่างเช่น ปริมาณและขนาด

ของลูกบิด รวมทั้งความเร็วในการหมุน ส่งผลให้ใช้เวลามากขึ้นในการผสม และหลังจากการผสม ต้องทำให้แห้งเนื่องจากมีการใช้น้ำหรือตัวช่วยในการกระจายตัว ในการเตรียมเพื่อให้ได้เฉพาะวัสดุผงที่ต้องการ ในกระบวนการนี้อาจเกิดการสูญเสียสัดส่วนของวัสดุไปบางส่วนหากใช้การผสมแบบเปียก

ผลการทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์มีแนวโน้มตรงข้ามกับความพรุน เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลงในขณะที่ความพรุนเพิ่มขึ้น เมื่อมีการเติมอะลูมินา 10 vol% หรือใน A10 ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มากถึง 91 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากโดยรวมแล้วอนุภาคมีลักษณะสม่ำเสมอมีการแทรกของอะลูมินาเพียงเล็กน้อย ทำให้สามารถอัดตัวเข้าด้วยกันได้ดี ซึ่งสอดคล้องกับผลโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่ได้กล่าวไปข้างต้น แต่เมื่ออะลูมินาเพิ่มสูงขึ้นพบว่า อนุภาคต่างชนิดไม่สามารถผนึกตัวเข้าด้วยกันได้ดี จึงทำให้เกิดรูพรุนภายใน ส่งผลทำให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์น้อยลง

ในขั้นตอนการวิเคราะห์ห่อหุ้มประกอบทางเฟส (XRD) ของชิ้นงานหลังการเผาผนึกใน A0 ที่ไม่มีอะลูมินา ประกอบด้วยเซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอลเท่านั้น เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น มีเฟสอะลูมินาแบบคอร์นดัมที่เพิ่มกับสัดส่วนอะลูมินา และเมื่อมีการเติมอะลูมินา 20 ถึง 50 vol% พบเซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิกอย่างชัดเจน เกิดการเปลี่ยนเฟสจากเฟสเตตระโกนอลไปเฟสโมโนคลินิก

ในการทดสอบสมบัติทางกลของชิ้นงาน ประกอบด้วยความต้านทานการดัดโค้ง มอดุลัสยืดหยุ่นและความแข็งแบบวิกเกอร์ สำหรับค่าความต้านทานการดัดโค้งของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ไม่มีอะลูมินาปนหรือใน A0 มีค่าเฉลี่ย 190 ± 18 เมกะปาสกาล เมื่อมีการเติมอะลูมินาเพิ่มขึ้นเป็น 10 vol% หรือใน A10 ทำให้ค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ยมากที่สุดเท่ากับ 290 ± 27 เมกะปาสกาล และเมื่อเติมอะลูมินาสัดส่วนตั้งแต่ 20 ถึง 50 vol% ค่าความต้านทานการดัดโค้งเฉลี่ยลดลงอยู่ในช่วงใกล้เคียงกัน ในส่วนของมอดุลัสยืดหยุ่นมีแนวโน้มคล้ายกับความต้านทานการดัดโค้ง มอดุลัสยืดหยุ่นมีค่ามากที่สุดเป็น 47 ± 9 กิกะปาสกาล สอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและผนึกแน่น ทำให้เกิดความพรุนน้อย เมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้นกว่า 10 vol% ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นค่อยๆลดลงกับสัดส่วนอะลูมินาที่เพิ่มขึ้น สำหรับค่ามอดุลัสยืดหยุ่นที่เพิ่มขึ้นในช่วง 0 ถึง 10 vol% สอดคล้องกับกฎการผสมเนื่องจากมอดุลัสยืดหยุ่นของอะลูมินามาก จึงช่วยส่งเสริมค่ามอดุลัสยืดหยุ่นให้สูงขึ้นกว่า A0 แต่เมื่ออะลูมินามากกว่า 10 vol% ความพรุนในชิ้นงานมาก จึงส่งผลให้ค่ามอดุลัสยืดหยุ่นน้อยลง สำหรับความแข็งแบบวิกเกอร์มีแนวโน้มลดลงเมื่อสัดส่วนอะลูมินาเพิ่มขึ้น มีความแข็งเฉลี่ยสูงสุด

เท่ากับ 1343 ± 11 HV สำหรับเซอโรโคเนียล้วน เมื่อมีการเติมอะลูมินา 10 vol% หรือใน A10 ความแข็งมีค่าเท่ากับ 1235 ± 70 HV ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวที่พรุนขึ้นเล็กน้อย จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางกล การเติมอะลูมินา 10 vol% ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูง และความพรุนที่น้อย ส่งผลต่อสมบัติทางกลโดยให้ความต้านทานการดัดโค้ง มอดูลัสยืดหยุ่นและความแข็งที่มากเมื่อเทียบกับเงื่อนไขอื่นๆ จึงเหมาะสมสำหรับนำไปผลิตเพื่อผลิตชิ้นงานเซอโรโคเนียผสมอะลูมินาด้วยการฉีดขึ้นรูปด้วยผง

5.2 ข้อเสนอแนะ

เพื่อพัฒนาชิ้นงานเซอโรโคเนียผสมอะลูมินาด้วยการฉีดขึ้นรูปด้วยผง ในงานวิจัยในอนาคตสามารถทดลองเพิ่มเติมโดยปรับสัดส่วนผงวัสดุและตัวประสาน ให้ผงวัสดุมากขึ้น และอาจศึกษาปัจจัยเพิ่มเติมคือ ขนาดอนุภาค ลักษณะรูปร่างของอนุภาคและการปรับปรุงการผสมโดยการผสมเปียก เพื่อความเป็นเนื้อเดียวกันและลดความพรุนในชิ้นงาน หรือปรับเปลี่ยนสัดส่วนตัวประสาน นอกจากนี้ยังสามารถทดลองใช้ตัวประสานตัวอื่นใช้ระยะเวลาที่น้อยลงในการกำจัดตัวประสาน อีกทั้งการปรับอุณหภูมิในการเผาขึ้นให้สูงขึ้น ใกล้เคียงอุณหภูมิการเผาขึ้นของอะลูมินา อาจส่งผลทำให้คุณสมบัติทางกลทั้งค่าความต้านทานการดัดโค้ง ความหนาแน่นสัมพัทธ์และความแข็งของชิ้นงานมากขึ้น ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมขึ้นในการผลิตเซอโรโคเนียผสมอะลูมินาด้วยการฉีดขึ้นรูปวัสดุผง

บรรณานุกรม

- Atteberry, J. (2009). How Scanning Electron Microscope Work. Retrieved from <https://science.howstuffworks.com/scanning-electron-microscope2.htm>
- Bleyan, D., Hausnerova, B., & Svoboda, P. (2015). The development of powder injection moulding binders: A quantification of individual components' interactions. *Powder Technology*, 286, 84-89.
- Bouvier, P., Djurado, E., Lucazeau, G., & Le Bihan, T. (2000). High-pressure structural evolution of undoped tetragonal nanocrystalline zirconia. *PHYSICAL REVIEW - SERIES B-*, 62, 8731-8737.
- Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2014). *Materials science and engineering : an introduction*.
- Celli, A., Tucci, A., Esposito, L., & Palmonari, C. (2003). Fractal analysis of cracks in alumina–zirconia composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 23(3), 469-479.
- Chen, G., Cao, P., Wen, G., & Edmonds, N. (2013). Debinding behaviour of a water soluble PEG/PMMA binder for Ti metal injection moulding. *Materials Chemistry and Physics*, 139(2), 557-565.
- Cheremisinoff, N. P. (1990). *Handbook of ceramics and composites*. New York: M. Dekker.
- Chuankrerkkul, N., Charoenkijmongkol, R., Somboonthanasarn, P., Auechalitanukul, C., & McCuiston, R. C. (2015). Microstructure and Properties of Zirconia Toughened Alumina Fabricated by Powder Injection Moulding. *Key Engineering Materials*, 659, 116-120.
- Chuankrerkkul, N., Sooksaen, P., Pakunthod, P., Kosalwit, T., & Pinthong, W. (2013). Powder Injection Moulding of Alumina Using PEG/PVB Binder Systems. *Key Engineering Materials*, 545, 173-176.
- Curkovic, L., Bakic, A., Kodvanj, J., & Haramina, T. (2010). Flexural strength of alumina ceramics: Weibull analysis. *Transact. Famena Transactions of Famena*, 34(1), 13-

18.

Ćurković, L., Jelača, M. F., & Kurajica, S. (2008). Corrosion behavior of alumina ceramics in aqueous HCl and H₂SO₄ solutions. *Corrosion Science*, 50(3), 872-878.

England, G. (2018). Vickers Hardness Test. Retrieved from

<https://science.howstuffworks.com/scanning-electron-microscope2.htm>

Green, D. J., Hannink, R. H. J., & Swain, M. V. (2018). Transformation toughening of ceramics. Retrieved from

<http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=1707837>

Kern, F., & Gadow, R. (2012). Alumina toughened zirconia from yttria coated powders.

Journal of the European Ceramic Society, 32(15), 3911-3918.

Khemaleelakul, T., & Suphannakorn, K. (2006). Zirconia Ceramic Tooth Restorations. *CM Dent*, 27(2), 55-66.

Kvick, k. (1999). Materials Science Applications of X-Ray Diffraction *.

Lange, F. F., & Rockwell International Thousand Oaks Ca Science, C. (1981). *Research of Microstructurally Developed Toughening Mechanisms in Ceramics. Part 4.*

Fabrication, Fracture Toughness and Strength of Al₂O₃/ZrO₂ Composites. Ft.

Belvoir: Defense Technical Information Center.

Liu, L., Ni, X. L., Yin, H. Q., & Qu, X. H. (2015). Mouldability of various zirconia micro gears in micro powder injection moulding. *Journal of the European Ceramic Society*, 35(1), 171-177.

Maji, A., & Choubey, G. (2018). Microstructure and Mechanical Properties of Alumina

Toughened Zirconia (ATZ). *Materials Today: Proceedings*, 5(2, Part 2), 7457-7465.

Md Ani, S., Muchtar, A., Muhamad, N., & Ghani, J. A. (2014). Fabrication of zirconia-toughened alumina parts by powder injection molding process: Optimized processing parameters. *Ceramics International*, 40(1, Part A), 273-280.

Mohd Foudzi, F., Muhamad, N., Bakar Sulong, A., & Zakaria, H. (2013). Yttria stabilized zirconia formed by micro ceramic injection molding: Rheological properties and debinding effects on the sintered part. *Ceramics International*, 39(3), 2665-2674.

- Moraes, M., Elias, C., Filho, J., & Oliveira, L. (2004). Mechanical Properties of Alumina–Zirconia Composites for Ceramic Abutments. *Materials Research-ibero-american Journal of Materials - MATER RES-IBERO-AM J MATER*, 7. doi:10.1590/S1516-14392004000400021
- Narayan, R., International, A. S. M., & Handbook, C. (2012). Materials for medical devices. Retrieved from <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v23.9781627081986>
- Nevarez-Rascon, A., Aguilar-Elguezabal, A., Orrantia, E., & Bocanegra-Bernal, M. H. (2009). On the wide range of mechanical properties of ZTA and ATZ based dental ceramic composites by varying the Al₂O₃ and ZrO₂ content. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27(6), 962-970.
- Piconi, C., & Maccauro, G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 20(1), 1-25.
- Pulgarin, H. L. C., & Albano, M. P. (2014). Sintering, microstruture and hardness of different alumina–zirconia composites. *Ceramics International*, 40(4), 5289-5298.
- Pulgarin, H. L. C., & Albano, M. P. (2015). Three different alumina–zirconia composites: Sintering, microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 639, 136-144.
- Pulgarin, H. L. C. s., & Albano, M. P. (2015). Three different alumina-zirconia composites: Sintering, microstructure and mechanical properties. *MSA Materials Science & Engineering A*, 639, 136-144.
- Scott, H., Commonwealth, S., Industrial Research Organization, F., & s Bend, A. (1975). Phase relationships in the zirconia--yttria system. *J. Mater. Sci.*, v. 10, no. 9, pp. 1527-1535.
- Sequeira, S., Fernandes, M. H., Neves, N., & Almeida, M. M. (2017). Development and characterization of zirconia–alumina composites for orthopedic implants. *Ceramics International*, 43(1, Part A), 693-703.
- Somboonthanasarn, P., & Charoenkijmongkol, R. (2012). *Injection moulding of zirconia ceramics using a water-debinding binder system*. (Bachelor of Engineering). King Mongkut's University of Technology Thonburi,

- Tang, D., Lim, H.-B., Lee, K.-J., Lee, C.-H., & Cho, W.-S. (2012). Evaluation of mechanical reliability of zirconia-toughened alumina composites for dental implants. *Ceramics International*, 38(3), 2429-2436.
- Tarasi, F., Medraj, M., Dolatabadi, A., Oberste-Berghaus, J., & Moreau, C. (2011). Amorphous and crystalline phase formation during suspension plasma spraying of the alumina–zirconia composite. *Journal of the European Ceramic Society*, 31(15), 2903-2913.
- Todd, I., & Sidambe Dr, A. T. (2013). *Developments in metal injection moulding (MIM)*: Elsevier Inc.
- Xie, Z.-p., Luo, J.-s., Wang, X., Li, J.-b., & Huang, Y. (2005). The effect of organic vehicle on the injection molding of ultra-fine zirconia powders. *Materials & Design*, 26(1), 79-82.
- Yang, X., Xie, Z., Liu, G., & Huang, Y. (2009). Dynamics of Water Debinding in Ceramic Injection Moulding. *Advances in Applied Ceramics - ADV APPL CERAM*, 108, 295-300.
- Yashima, M., Kakihana, M., & Yoshimura, M. (1996). Metastable-stable phase diagrams in the zirconia-containing systems utilized in solid-oxide fuel cell application. *Solid State Ionics: Part 2*, 86, 1131-1149.



ภาคผนวก

ภาคผนวก ก แสดงสัดส่วนของวัสดุผงและตัวประสานในหน่วยโดยน้ำหนัก (wt%) และ
โดยปริมาตร (vol%)

ชั้นงาน (wt%)	เซอริโคเนีย	อะลูมินา	PEG	PVB
0	38.56	0	9.15	2.29
6.69	35.68	2.56	9.41	2.35
13.88	32.64	5.26	9.68	2.42
21.66	29.41	8.13	9.97	2.49
30.06	25.99	11.17	10.28	2.57
39.19	22.34	14.40	10.60	2.65

ชั้นงาน (vol%)	เซอริโคเนีย	อะลูมินา	PEG	PVB
0	38	0	49.60	12.40
10	34.20	3.80	49.60	12.40
20	30.40	7.60	49.60	12.40
30	26.60	11.40	49.60	12.40
40	22.80	15.20	49.60	12.40
50	19.00	19	49.60	12.40

ภาคผนวก ข แสดงผลเปรียบเทียบของมวลชิ้นงานก่อนและหลังกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ ใน
สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	มวลชิ้นงานก่อน กำจัดตัวประสาน (กรัม)	มวล PEG ต่อมวลรวม 50g (กรัม)	มวล PEG (กรัม)	มวลชิ้นงานหลัง กำจัดตัวประสาน (กรัม)	มวลที่หายไปจาก การกำจัดตัว ประสาน (กรัม)
A0	3.85	8.76	0.70	3.15	0.70
	3.84		0.70	3.15	0.69
	3.81		0.70	3.12	0.69
	3.79		0.69	3.10	0.69
	3.74		0.68	3.05	0.69
A10	3.90	9.32	0.73	3.29	0.61
	3.96		0.75	3.21	0.75
	4.02		0.76	3.27	0.75
	4.08		0.77	3.31	0.77
	4.14		0.78	3.37	0.77
A20	3.91	9.48	0.76	3.21	0.70
	3.85		0.75	3.15	0.70
	3.99		0.77	3.23	0.76
	3.95		0.76	3.16	0.79
	3.96		0.77	3.18	0.78
A30	3.85	9.96	0.77	3.09	0.76
	3.78		0.75	3.03	0.75
	3.92		0.78	3.14	0.78
	3.76		0.75	3	0.76
	3.8		0.76	3.04	0.76

ภาคผนวก ข (ต่อ)

ชิ้นงาน	มวลชิ้นงานก่อน กำจัดตัวประสาน (กรัม)	มวล PEG ต่อมวลรวม 50g (กรัม)	มวล PEG (กรัม)	มวลชิ้นงานหลัง กำจัดตัวประสาน (กรัม)	มวลที่หายไปจาก การกำจัดตัว ประสาน (กรัม)
A40	3.64	9.73	0.75	2.92	0.72
	3.66		0.75	2.92	0.74
	3.66		0.75	2.93	0.73
	3.66		0.75	2.93	0.73
	3.55		0.73	2.82	0.73
A50	3.8	10.40	0.81	2.92	0.88
	3.47		0.74	2.92	0.55
	3.68		0.78	2.93	0.75
	3.66		0.78	2.93	0.73
	3.72		0.79	2.84	0.88

ภาคผนวก ค แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (Green samples) ที่
สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A0	3.97	53.33	5.08	4.93	1.34
	3.86	53.69	5.04	4.94	1.33
	3.75	52.78	5.07	4.83	1.29
	3.80	52.85	5.16	5.04	1.37
	3.66	51.73	5.14	5.08	1.35
A10	4.10	53.10	5.07	5.39	1.45
	4	54.41	5.03	5.15	1.41
	4.09	53.37	4.94	5.19	1.37
	4.01	53.23	5.13	5.17	1.41
	3.96	50.93	5.10	5.18	1.35
A20	3.81	53.41	5.10	5.08	1.38
	3.99	54.02	5.17	5.15	1.44
	3.82	54.51	5.09	5.17	1.43
	3.83	53.65	5.12	4.87	1.34
	3.94	53.53	5.18	4.95	1.37
A30	3.78	54.85	5.05	4.99	1.38
	3.79	54.23	5.20	5.11	1.44
	3.68	54.08	5.06	5.08	1.39
	3.81	53.65	5.10	5.06	1.39
	3.86	53.86	5.06	5.07	1.38

ภาคผนวก ค (ต่อ)

ชิ้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A40	3.57	54.07	5.09	5.11	1.41
	3.70	54.24	5.07	5.07	1.39
	3.62	54.02	5.08	5.11	1.40
	3.60	54.18	4.90	4.87	1.29
	3.53	53.68	4.93	4.82	1.27
A50	3.91	55.13	5.08	5.29	1.48
	3.85	49.13	5.13	5.43	1.37
	3.71	54.26	5.08	5.25	1.45
	3.64	53.68	5.08	5.27	1.44
	3.61	53.88	5.10	5.23	1.44
ภาคผนวก ง แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยน้ำ (Leached samples) ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%					
ชิ้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A0	3.15	53.33	5.08	4.93	1.34
	3.15	53.69	5.04	4.94	1.33
	3.12	52.78	5.07	4.83	1.29
	3.10	52.85	5.16	5.04	1.37
	3.05	51.73	5.14	5.08	1.35
A10	3.29	53.10	5.07	5.39	1.45
	3.21	54.41	5.03	5.15	1.41
	3.27	53.37	4.94	5.19	1.37
	3.31	53.23	5.13	5.17	1.41
	3.37	50.93	5.10	5.18	1.35

ภาคผนวก ง (ต่อ)

ชิ้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A20	3.21	53.41	5.10	5.08	1.38
	3.15	54.02	5.17	5.15	1.44
	3.23	54.51	5.09	5.17	1.43
	3.16	53.65	5.12	4.87	1.34
	3.18	53.53	5.18	4.95	1.37
A30	3.09	54.85	5.05	4.99	1.38
	3.03	54.23	5.20	5.11	1.44
	3.14	54.08	5.06	5.08	1.39
	3	53.65	5.10	5.06	1.39
	3.04	53.86	5.06	5.07	1.38
A40	2.92	54.07	5.09	5.11	1.41
	2.92	54.24	5.07	5.07	1.39
	2.93	54.02	5.08	5.11	1.40
	2.93	54.18	4.90	4.87	1.29
	2.82	53.68	4.93	4.82	1.27
A50	2.92	55.13	5.08	5.29	1.48
	2.92	49.13	5.13	5.43	1.37
	2.93	54.26	5.08	5.25	1.45
	2.93	53.68	5.08	5.27	1.44
	2.84	53.88	5.10	5.23	1.44

ภาคผนวก จ แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานหลังเผาผนึก (Sintered samples) ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A0	2.76	37.36	3.77	3.70	0.52
	2.81	38.35	3.77	3.66	0.53
	2.83	38.39	3.74	3.63	0.52
	2.86	38.85	3.69	3.65	0.52
	2.85	38.82	3.68	3.71	0.53
A10	2.96	37.90	3.86	3.92	0.57
	3.02	39.64	3.87	3.84	0.59
	3.07	39.91	3.76	3.86	0.58
	3.09	40.43	3.75	3.85	0.58
	3.12	39.87	3.78	4.02	0.61
A20	2.84	40.92	3.85	3.84	0.61
	2.99	41.03	3.95	3.89	0.63
	2.95	41.72	3.88	3.91	0.63
	2.86	40.87	3.95	3.80	0.61
	2.93	41.17	4.04	3.85	0.64
A30	2.86	42.41	3.95	3.89	0.65
	2.81	41.62	3.97	3.89	0.64
	2.91	41.94	3.96	4.02	0.67
	2.78	41.52	3.88	3.90	0.63
	2.82	41.61	3.89	3.92	0.64

ภาคผนวก จ (ต่อ)

ชั้นงาน	น้ำหนัก (กรัม)	ยาว (มิลลิเมตร)	กว้าง (มิลลิเมตร)	หนา (มิลลิเมตร)	ปริมาตร ($\times 10^3$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร)
A40	2.68	43.29	4.12	4.10	0.73
	2.70	43.68	4.08	4.05	0.72
	2.68	43.43	4.18	4.11	0.75
	2.69	43.56	4.10	4.10	0.73
	2.59	43.07	4.08	4.01	0.70
A50	2.76	46.21	4.40	4.45	0.90
	2.53	41.46	4.41	4.52	0.83
	2.68	44.88	4.23	4.31	0.82
	2.67	44.97	4.25	4.35	0.83
	2.69	45.12	4.27	4.31	0.83

ภาคผนวก จ แสดงค่าความหนาแน่นและความพรุนของชิ้นงานหลังการเผาผนึก ที่สัดส่วนการเติม อะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	น้ำหนัก แห้ง (กรัม)	น้ำหนัก ในน้ำ (กรัม)	น้ำหนัก ในอากาศ (กรัม)	Bulk density	Apparent density	Apparent porosity
A0	1.37	1.1318	1.3823	5.4691	5.7515	4.9102
	1.34	1.1177	1.3622	5.4806	6.0279	9.0798
	1.41	1.1754	1.4325	5.4842	6.0102	8.7515
	1.23	1.0210	1.2453	5.4837	5.8852	6.8212
	1.48	1.2374	1.5034	5.5639	6.1006	8.7970
A10	1.44	1.1774	1.4462	5.3571	5.4836	2.3065
	1.40	1.1540	1.4183	5.2970	5.6911	6.9240
	1.58	1.2941	1.5924	5.2967	5.5264	4.1569
	1.74	1.4428	1.7715	5.2936	5.8546	9.5832
	1.59	1.3022	1.6040	5.2684	5.5247	4.6388
A20	1.47	1.1821	1.4904	4.7681	5.1059	6.6169
	1.48	1.1898	1.4904	4.9235	5.0999	3.4597
	1.46	1.1817	1.4870	4.7822	5.2461	8.8438
	1.66	1.3397	1.6797	4.8824	5.1826	5.7941
	1.41	1.1390	1.4263	4.9078	5.2030	5.6735
A30	1.44	1.1671	1.4864	4.5099	5.2767	14.5318
	1.62	1.3159	1.6769	4.4875	5.3272	15.7618
	1.51	1.2305	1.5676	4.4794	5.4025	17.0869
	1.38	1.1142	1.4183	4.5380	5.1919	12.5945
	1.33	1.0805	1.3819	4.4127	5.3307	17.2196

ภาคผนวก ง (ต่อ)

ชิ้นงาน	น้ำหนัก แห้ง (กรัม)	น้ำหนัก ในน้ำ (กรัม)	น้ำหนัก ในอากาศ (กรัม)	Bulk density	Apparent density	Apparent porosity
A40	1.29	1.0386	1.3822	3.7544	5.1313	26.8335
	1.37	1.1058	1.4761	3.6997	5.1855	28.6524
	1.47	1.1911	1.5876	3.7074	5.2707	29.6595
	1.34	1.0817	1.4312	3.8340	5.1878	26.0944
	1.27	1.0289	1.3776	3.6421	5.2675	30.8575
A50	1.26	1.0052	1.4085	3.1242	4.9451	36.8212
	1.17	0.9401	1.3055	3.2020	5.0892	37.0826
	1.29	1.0308	1.4228	3.2908	4.9769	33.8776
	1.33	1.0587	1.4684	3.2463	4.9023	33.7808
	1.43	1.1435	1.5696	3.3560	4.9913	32.7623

ภาคผนวก ข ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ของอะลูมินา (Al_2O_3) เป็นข้อมูลมาตรฐานจาก JCPDS หมายเลขรูปแบบ 00-010-173 แสดงค่า 2theta, Intensity และ hkl

Pattern : 00-010-0173			Radiation = 1.540600			Quality : Indexed		
Al₂O₃ Aluminum Oxide Corundum, syn <i>Also called:</i> alumina, alundum, diamondite								
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 4.75800 c = 12.99100 Z = 6			Mol. weight = 101.96 Volume [CD] = 254.70 Dx = 3.989 Dm = 4.050 I/Icor = 1.00					
Optical data: A=1.7604, B=1.7686, Sign=-. Additional pattern: See ICSD 60419 (PDF 01-077-2135). Melting point: 2050° Additional pattern: To replace 00-043-1484. Color: Blue, colorless, yellow purple to violet, green, pink to deep pigeon-blood red Sample preparation: Sample annealed at 1400 C for four hours in an Al₂ O₃ crucible. Analysis: Spectroscopic analysis showed <0.1% K, Na, Si; <0.01% Ca, Cu, Fe, Mg, Pb; <0.001% B, Cr, Li, Mn, Ni. Temperature of data collection: Pattern taken at 26 C. Common name: Also called: ruby. Common name: Also called: sapphire. Common name: Also called: α-Al₂ O₃. Common name: Also called: α-emery. Data collection flag: Ambient.								
Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 9, page 3 (1960)								
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54050 SS/FOM : F30= 50(0.0188,32)			Filter : Beta d-sp : Not given					

ภาคผนวก ข ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ เซอร์โคเนียเฟสโมโนคลินิก (ZrO_2) เป็นข้อมูล
มาตรฐานจาก JCPDS หมายเลขรูปแบบ 00-078-1807 แสดงค่า 2theta, Intensity และ hkl

Pattern : 01-078-1807				Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
ZrO ₂				2th	i	h	k	l	2th	i	h	k	l
Zirconium Oxide <i>Also called:</i> Zirconium dioxide				17.430	64	1	0	0	83.821	18	3	3	1
				24.045	168	0	1	1	*83.821	18	-3	3	2
				24.441	118	1	1	0	84.105	22	-2	4	1
				28.167	999	-1	1	1	84.804	16	4	2	0
				31.456	678	1	1	1	86.063	15	-3	0	4
				34.139	201	0	0	2	86.192	5	-2	2	4
				34.388	130	0	2	0	86.897	3	1	4	2
				35.281	149	2	0	0	87.384	21	2	4	1
				35.875	31	-1	0	2	88.112	24	1	2	4
				38.542	53	0	2	1	*88.112	24	-4	2	2
				39.408	10	2	1	0	88.458	31	3	1	3
				39.950	5	-1	1	2	89.261	10	2	0	4
				40.703	128	-2	1	1	89.706	28	-4	1	3
				41.130	50	1	0	2	89.885	12	-2	4	2
				41.366	48	-1	2	1					
				43.783	1	1	2	1					
				44.803	64	1	1	2					
				45.486	67	-2	0	2					
				*45.486	67	2	1	1					
				48.899	21	-2	1	2					
				49.239	171	0	2	2					
				50.091	212	2	2	0					
				50.541	122	-1	2	2					
				51.169	53	-2	2	1					
				54.060	116	2	0	2					
				*54.060	116	3	0	0					
				54.658	7	1	2	2					
				55.253	50	2	2	1					
				55.349	98	0	1	3					
				55.565	74	-1	1	3					
				55.689	38	0	3	1					
				55.886	75	1	3	0					
				57.127	80	3	1	0					
				*57.127	80	-3	1	1					
				57.857	50	-1	3	1					
				58.243	34	-2	2	2					
				59.768	87	1	3	1					
				59.998	80	-3	0	2					
				61.324	55	1	1	3					
				61.932	64	-2	1	3					
				62.795	96	3	1	1					
				*62.795	96	-3	1	2					
				64.056	13	0	2	3					
				64.254	29	0	3	2					
				*64.254	29	-1	2	3					
				64.969	8	2	3	0					
				65.351	23	-1	3	2					
				65.659	65	2	2	2					
				*65.659	65	3	2	0					
				65.886	40	-2	3	1					
				68.900	21	1	3	2					
				69.587	8	1	2	3					
				70.157	5	-2	2	3					
				71.019	22	3	2	1					
				*71.019	22	-3	2	2					
				71.225	48	-1	0	4					
				71.899	9	0	0	4					
				72.071	15	-2	3	2					
				72.487	13	0	4	0					
				72.584	12	2	1	3					
				73.517	4	-3	1	3					
				74.613	18	4	0	0					
				75.058	42	0	4	1					
				75.226	23	1	4	0					
				76.372	23	-4	1	1					
				76.927	3	-1	4	1					
				77.194	8	4	1	0					
				77.347	8	0	3	3					
				77.530	8	-1	3	3					
				78.011	11	1	0	4					
				*78.011	11	-4	0	2					
				78.610	6	1	4	1					
				*78.610	6	-2	1	4					
				78.842	25	3	3	0					
				*78.842	25	-3	3	1					
				80.315	4	2	2	3					
				80.593	4	1	1	4					
				*80.593	4	-4	1	2					
				81.219	6	-3	2	3					
				81.542	19	-1	2	4					
				82.187	6	0	2	4					
				82.512	19	1	3	3					
				83.051	25	4	1	1					
				*83.051	25	-2	3	3					
				83.267	19	2	4	0					
				83.614	5	-1	4	2					
Lattice : Monoclinic S.G. : P21/c (14) a = 5.15050 b = 5.21160 c = 5.31730 a/b = 0.98828 c/b = 1.02028				Mol. weight = 123.22 Volume [CD] = 140.88 Dx = 5.809 Z = 4 I/I_{cor} = 4.82									
ICSD collection code: 062993 Remarks from ICSD/CSD: REM F Temperature factors for all atoms as B eq.. Remarks from ICSD/CSD: REM F Rwp is .0466, Rb is .0195. Test from ICSD: No R value given. Temperature factor: ITF Remarks from ICSD/CSD: REM TEM Mentioned. Additional pattern: See PDF 01-072-0597, PDF 01-080-0966, PDF 01-088-2390 and ICSD 86692. Cancel: Data collection flag: Ambient.													
Howard, C.J., Hill, R.J., Reichert, B.E., Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, volume 44, page 116 (1988) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)													
Radiation : CuKa1 Lambda : 1.54060 SS/FOM : F30=1000(0.0006,34)				Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings									

ภาคผนวก ข ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ เซอร์โคเนียเฟสเตตระโกนอล (ZrO_2) เป็นข้อมูล
มาตรฐานจาก JCPDS หมายเลขรูปแบบ 01-079-1769 แสดงค่า 2theta, Intensity และ hkl

Pattern : 01-079-1769			Radiation = 1.540600			Quality : Calculated					
ZrO ₂ Zirconium Oxide			2th	i	h	k	l				
			30.223	999	1	0	1				
			34.570	81	0	0	2				
			35.272	124	1	1	0				
			42.975	14	1	0	2				
			50.219	320	1	1	2				
			50.739	171	2	0	0				
			53.935	1	2	0	1				
			59.274	106	1	0	3				
			60.203	200	2	1	1				
			62.852	47	2	0	2				
			68.623	3	2	1	2				
			72.919	15	0	0	4				
			74.592	37	2	2	0				
			78.350	3	1	0	4				
			81.733	64	2	1	3				
			82.544	31	3	0	1				
			83.676	24	1	1	4				
			84.886	17	2	2	2				
85.289	15	3	1	0							
Lattice : Tetragonal		Mol. weight = 123.22									
S.G. : P42/nmc (137)		Volume [CD] = 67.04									
a = 3.59570		Dx = 6.104									
c = 5.18500											
Z = 2		I/lor = 9.87									
ICSD collection code: 066787 Cancel: Data collection flag: Ambient.											
Bondars, B., Heidemane, G., Grabis, J., Laschke, K., Boysen, H., Schneider, J., Frey, F., J. Mater. Sci., volume 30, page 1621 (1995) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)											
Radiation : CuKa1		Filter : Not specified									
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings									
SS/FOM : F19=1000(0.0000,20)											

ภาคผนวก ข แสดงค่าความต้านทานการดัดโค้ง (Flexural strength) ของชิ้นงานหลังการ
 ฉีดขึ้นรูปและหลังการเผาผนึก ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	น้ำหนักชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (เมกะปาสกาล)	น้ำหนักชิ้นงานหลังการเผาผนึก (เมกะปาสกาล)
A0	13.38	170.3
	11.02	185.2
	11.78	152.2
	6.63	205.6
	7.77	211.5
A10	7.70	246.5
	8.27	316.2
	10.01	305.1
	8.81	95.6
	8.77	-
A20	4.403	110.9
	2.773	78.8
	5.59	97.4
	6.87	121.2
	6.07	83.9
A30	9.05	182.2
	9.85	84.4
	10.29	121.5
	7.77	87.6
	8.37	124.4

ภาคผนวก ข (ต่อ)

ชั้นงาน	น้ำหนักชั้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (เมกะปาสกาล)	น้ำหนักชั้นงานหลังการเผาผนึก (เมกะปาสกาล)		
A40	9.78	99.3		
	9.16	98.5		
	12.51	88		
	10.05	100		
	11.49	101.1		
	12.63	52.8		
	12.59	48.77		
	9.93	70.3		
	9.96	64.5		
A50	10.58	61.3		
ค่าเฉลี่ยของ ชั้นงาน	น้ำหนักชั้นงาน หลังการฉีดขึ้นรูป (เมกะปาสกาล)	S.D.	น้ำหนักชั้นงาน หลังการเผาผนึก (เมกะปาสกาล)	S.D.
A0	10.19	2.13	187.03	17.72
A10	8.62	0.30	289.27	37.45
A20	5.35	0.86	97.40	13.50
A30	9.09	9.09	111.17	20.46
A40	10.44	0.92	99.27	0.75
A50	11.04	1.37	59.53	6.05

ภาคผนวก ฅ แสดงค่ามอดุลัสยืดหยุ่น (Flexural modulus) ของชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป และหลังการเผาผนึก ที่สัดส่วนการเติมอะลูมินาตั้งแต่ 0 ถึง 50 vol%

ชิ้นงาน	น้ำหนักชิ้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (กิกะปาสกาล)	น้ำหนักชิ้นงานหลังการเผาผนึก (กิกะปาสกาล)
A0	3.27	34.73
	1.61	44.96
	2.58	22.40
	1.54	57.49
	0.88	41.06
A10	1.02	51.89
	0.98	31.68
	1.28	47.20
	0.66	40.57
	2.03	-
A20	0.23	42.55
	1.24	33.22
	0.97	46.21
	2.15	64.21
	1.60	28.68
A30	1.24	32.96
	1.24	83.81
	2.13	26.91
	0.86	44.43
	0.94	29.69

ภาคผนวก ณ (ต่อ)

ชั้นงาน	น้ำหนักชั้นงานหลังการฉีดขึ้นรูป (กิกะปาสกาล)	น้ำหนักชั้นงานหลังการเผาผนึก (กิกะปาสกาล)
A40	1.40	36.12
	1.39	37.12
	1.83	26.34
	1.63	39.02
	1.45	29.98
A50	0.72	14.73
	0.81	36.86
	1.25	15.65
	1.08	18.97
	0.91	7.94

ค่าเฉลี่ยของ ชั้นงาน	น้ำหนักชั้นงาน หลังการฉีดขึ้นรูป (กิกะปาสกาล)	S.D.	น้ำหนักชั้นงาน หลังการเผาผนึก (กิกะปาสกาล)	S.D.
A0	1.91	0.58	40.25	5.16
A10	1.10	0.16	46.55	5.69
A20	1.27	0.32	40.66	6.70
A30	1.14	0.17	35.69	7.74
A40	1.49	0.12	34.40	3.86
A50	0.93	0.14	16.45	2.23

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นลัทพร แซ่ลี้
วัน เดือน ปี เกิด	6 กุมภาพันธ์ 2538
สถานที่เกิด	เชียงใหม่
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2559 วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ที่อยู่ปัจจุบัน	11/163 ซอยรามคำแหง 44 ถนนรามคำแหง 44 แขวงหัวหมาก เขตบางกะปิ 10240

