



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะเซรามิกอะลูมินาเซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิทเทรียมออกไซด์

The preparation and characterizations of Alumina-Zirconia adding Yttrium oxide ceramics

โดย ผศ. ดร. อรรวรรณ ฤทธิเดช และคณะ

พฤษภาคม 2555

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะเซรามิกอะลูมินาเซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิทเทรียมออกไซด์
The preparation and characterizations of Alumina-Zirconia adding Yttrium oxide ceramics

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. ผศ. ดร. อรรวรรณ ฤทธิเดช
2. ศ. ดร. ทวี ตันขศิริ

มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะเซรามิกอะลูมินาเซอรโคเนียที่เจือด้วยอิทเทรียมออกไซด์ ได้รับทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ปี 2553 จากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย(สกว.) โดยเป็นการร่วมสนับสนุนงบประมาณจาก 3 ฝ่าย คือ สกว. สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา(สกอ.)และมหาวิทยาลัยมหาสารคาม ซึ่งงานวิจัยนี้ได้สำเร็จลงได้ด้วยดี ผู้วิจัยขอขอบพระคุณผู้ให้ทุนสนับสนุนในครั้งนี้

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.ทวี ตันมศิริ นักวิจัยที่ปรึกษาเป็นอย่างสูง

ผศ. ดร. อรพรรณ ฤทธิเดช

กุมภาพันธ์ 2555

บทคัดย่อ

การศึกษาผลการเจือ Y_2O_3 ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 เท่ากับ 2 4 6 และ 8 ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและความเหนียวของเซรามิก $(1-x)Al_2O_3-xZrO_2-Y_2O_3$ (AZY) ที่ x เท่ากับ 0.15 0.25 0.35 0.45 และ 0.50 เซรามิก AZY ทุกสัดส่วนถูกให้ความร้อนในการขึ้นเตาที่อุณหภูมิ 1650 °C เซรามิกที่ได้ถูกนำมาศึกษาการก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบเฟสหลัก คือ เฟสรวมโบฮีตโรลของ Al_2O_3 เฟสรองของ ZrO_2 ในรูปโมโนคลินิกและเตตระโกนอล และเฟสโมโนคลินิกของ Y_2O_3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ แสดงให้เห็นเฟสของสารประกอบตามสัดส่วนองค์ประกอบของเซรามิกนั้นๆ โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก AZY จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าเกรนมีลักษณะทรงกลมและรูปร่างเหลี่ยมปะปนกัน โดยรูปร่างของเกรนมีความกลมมีมากขึ้นตามสัดส่วน ZrO_2 ที่มากขึ้น โดยปริมาณของ Y_2O_3 ไม่มีผลต่อขนาดและรูปร่างของเกรนมากนัก โดยขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิกอยู่ในช่วง 0.97-2.10 ไมโครเมตร ค่าความเหนียวที่เป็นผลจากการคำนวณค่าความแข็งแรงจุลภาคแบบนูปและวิกเกอร์ พบว่าเซรามิก AZY ที่มีโครงสร้างจุลภาคของเกรนขนาดเล็กมีแนวโน้มที่ให้ค่าความเหนียวที่สูง โดยพบว่า เซรามิก AZY ที่ให้ค่าความเหนียวสูงสุด คือ สัดส่วนของ ZrO_2 ที่ x เท่ากับ 0.35 ที่เจือด้วย Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก โดยให้ค่าเท่ากับ 2.827 เมกะปาสคาล.เมตร^{1/2} ผลจากการปรับค่าพารามิเตอร์ด้วย วิธีริทเวลด์ให้ค่าสัดส่วนร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสองค์ประกอบของเซรามิก AZY คือ เฟสรวมโบฮีตโรลของ Al_2O_3 เฟสโมโนคลินิก และเตตระโกนอลของ ZrO_2 และเฟสโมโนคลินิกของ Y_2O_3 พบว่าเซรามิกที่ให้ค่าความเหนียวที่ดีมีค่าร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสองค์ประกอบของเซรามิกที่มีเฟสเตตระโกนอลของ ZrO_2 ที่สูง

คำสำคัญ : $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$; วิถีตกตะกอนร่วม; วิธีปฏิบัติการสถานะของแข็ง

ABSTRACT

The investigation of effect of adding 1 to 8 wt.% Y_2O_3 on crystal structure and fracture toughness of $(1-x)Al_2O_3-xZrO_2-Y_2O_3$ (AZY) ceramics where $x = 0.15, 0.25, 0.35, 0.45$ and 0.50 . The AZY ceramics were sintered at $1650\text{ }^{\circ}C$. Phase formation of the samples was characterized by x-ray diffraction (XRD) technique. It was found that the major phase was the rhombohedral- Al_2O_3 structure. While the minor phase consisted of the monoclinic- ZrO_2 , tetragonal- ZrO_2 and monoclinic- Y_2O_3 structures. In order to investigate the microstructure of AZY ceramics, they were studied by the scanning electron microscope (SEM) technique. These results revealed that grains had a mixing of circular and polygon shapes. It was found that the high contents of ZrO_2 on AZY ceramic resulted in more circular grain shape. While the effect of the Y_2O_3 contents was not affected to grain shape of AZY ceramic. Moreover it found that the grain size was around between $0.97\text{--}2.10\text{ }\mu m$. The hardness of the prepared sample was measured using the knoop and vicker microhardness test. Results obtained from the microhardness testing could be used to evaluate the fracture toughness. It found that the smaller grains gave the higher fracture toughness. The maximum fracture toughness of AZY was $2.827\text{ MPa}\cdot m^{1/2}$ at $x = 0.35$ of ZrO_2 and 4 wt.% Y_2O_3 . After adjusting the lattice parameters by Rietveld analysis, it revealed that the major phase of the AZY ceramics was the rhombohedral- Al_2O_3 structure and minor phases were the monoclinic- ZrO_2 , tetragonal- ZrO_2 and monoclinic- Y_2O_3 phases. It was also found that the high fracture toughness of AZY ceramics corresponded to the high tetragonal- ZrO_2 phase.

Key Words : Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3 ; Co-precipitation ; Solid state reaction

Executive Summary

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

เซรามิกยุคใหม่เป็นกลุ่มวัสดุที่มีความสำคัญต่อการพัฒนาประเทศในด้านต่างๆ เนื่องจากอุตสาหกรรมเซรามิกยุคใหม่นั้นเป็นพื้นฐานรองรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ทั้งทางด้านวิศวกรรม ด้านการทหารและการผลิตภาษาณะ ผลิตภัณฑ์ต่างๆ ตัวอย่างเช่น เสื้อเกราะกันกระสุน เสื้อดับเพลิง วัสดุทนไฟชนิดต่างๆ วัสดุพื้นฐานของอุตสาหกรรมถลุงและผลิตโลหะ วัสดุขั้วดู อุตสาหกรรมการผลิตรถยนต์ นอกจากนี้ยังมีบทบาทต่ออุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และไฟฟ้าต่างๆ ซึ่งมีความสำคัญต่อการพัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ และสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ ตามสมบัติของเซรามิกชนิดต่างๆ อะลูมินา (Al_2O_3) จัดว่าเป็นวัสดุเซรามิกยุคใหม่ที่ใช้งานเชิงกลและความร้อนที่มีความสำคัญและได้ถูกนำไปใช้อย่างแพร่หลายมาตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน เนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุที่มีสมบัติด้านความแข็งที่ดี ทนต่อการกัดกร่อนของปฏิกิริยาเคมี มีคุณสมบัติเป็นไดอิเล็กตริกที่ดีและทนต่ออุณหภูมิสูง สามารถเป็นวัสดุทนความร้อนได้ดี อย่างไรก็ตาม อะลูมินายังมีความเปราะ มีคุณสมบัติด้านความเหนียว(toughness)ไม่ดีมากนัก ด้วยเหตุนี้จึงมีงานวิจัยที่พยายามทำการศึกษาศึกษาและปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านความเหนียวของอะลูมินาด้วยการเจือสารบางประเภท อาทิเช่น แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)¹ เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2)²⁻⁴ ซึ่งเซอร์โคเนียมถือว่าเป็นสารที่มีคุณสมบัติด้านความเหนียวดีที่สุด โดยเฉพาะอยู่ในรูปของเฟสเตตระโกนอลและยังทำให้มีความแข็งมากยิ่งขึ้น แต่มากไปกว่านั้นพบว่าถ้าต้องการเพิ่มประสิทธิภาพด้านความแข็งและความเหนียวของเซรามิกให้ดียิ่งขึ้นได้มีการนำสารอิทเทรียมออกไซด์(Y_2O_3) มาเจือกับวัสดุอะลูมินา-เซอร์โคเนีย⁵⁻¹³ นอกจากนี้องค์ประกอบทางเคมีแล้วกระบวนการเตรียมวัสดุยังเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญที่จะส่งผลต่อการแสดงคุณสมบัติเฉพาะในด้านต่างๆของวัสดุ อาทิเช่น การก่อเกิดเฟสโครงสร้างผลึกและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ซึ่งกระบวนการเตรียมวัสดุผลึกมีการเตรียมหลายวิธี เช่น วิธีมิกซ์ออกไซด์(Mixed oxide) หรือวิธีโซลิตสเตทรีแอคชั่น(Solid state reaction) วิธีโซลเจล(So-gel) และวิธีตกตะกอนร่วม(Co-Precipitation) (P.G.Rao et al. 2003) โดยแต่ละวิธีจะมีข้อดีข้อเสียแตกต่างกัน ยกตัวอย่างเช่น วิธีโซลิตสเตทรีแอคชั่นเป็นวิธีการเตรียมที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อนได้สารปริมาณมาก แต่มีปัญหาในด้านความไม่บริสุทธิ์ของสาร ซึ่งงานวิจัยนี้จึงใช้การเตรียมอะลูมินา-เซอร์โคเนียโดยวิธีตกตะกอนร่วมซึ่งเป็นวิธีการเตรียมอย่างหนึ่งที่ได้รับคความนิยม เนื่องจากวัสดุที่เตรียมได้จะมีความบริสุทธิ์สูง ขนาดของผงอนุภาคมีขนาดเล็กและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำสารที่ได้ไปเจืออิทเทรียมออกไซด์ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ในสัดส่วนต่างๆเพื่อหาสัดส่วนการเจือที่เหมาะสม โดยได้ทำการศึกษาก่อเกิดเฟสขององค์ประกอบ รวมทั้งวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค Rietveld) เพื่อนำผลที่ได้ไปพิจารณาความสอดคล้องของโครงสร้างผลึกที่ได้กับลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างจุลภาควรรวมทั้งสมบัติเชิงกลที่จะเหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน โดยการเตรียมและผลการศึกษาที่ได้สามารถใช้เป็นแนวทางในการศึกษาวัสดุเซรามิกอื่นๆ เพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาคุณสมบัติของวัสดุที่เหมาะสมในอุตสาหกรรมด้านต่างๆต่อไป

ในงานวิจัยนี้จะเตรียมเซรามิก $ZrO_2-Al_2O_3$ ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม ซึ่งเชื่อว่าเมื่อเจือสารด้วย Y_2O_3 จะมีผลต่อเฟสที่เกิดขึ้นคือทำให้สัดส่วนของเฟส เตตระโกนอล-โมโนคลินิก เซอร์โคเนียมีความเสถียรมากขึ้น ณ อุณหภูมิห้อง ซึ่งจะนำไปสู่การได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงและเหนียวเพิ่มมากขึ้น โดยคาดว่าจะการเตรียมสารอะลูมินาเซอร์โคเนียด้วยวิธีตกตะกอนร่วมทำให้ได้ขนาดอนุภาคที่เหมาะสมต่อการนำเอา Y_2O_3 มาเจือด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ การปรับเปลี่ยนสัดส่วนการเจือหลายๆค่าในช่วงที่เหมาะสมเพื่อที่สามารถเลือกตัวอย่างที่ให้ค่าสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงและความเหนียวที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งคาดว่าจะจะได้ค่าในระดับจิกะปาสคาลทั้งสองค่า ซึ่งการคำนวณสัดส่วนเฟสที่เกิดขึ้นของวัสดุตัวอย่างแต่ละตัวโดยวิธีริทเวลด์จะเป็นสิ่งที่ใช้นัยถึงเฟสองค์ประกอบที่สอดคล้องกับสมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นๆ

2. วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อเตรียมเซรามิกอะลูมินา-เซอร์โคเนีย($Al_2O_3-ZrO_2$)โดยวิธีการตกตะกอนร่วมแล้วเจืออิทธิเตรียมออกไซด์ (Y_2O_3) ที่สัดส่วนต่างๆโดยวิธีโซลิตสเตริแอกชัน
2. เพื่อศึกษาการก่อเกิดเฟสของอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิทธิเตรียมออกไซด์($Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction,XRD)และวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีริทเวลด์ (Rietveld method)
3. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Micrope,SEM) และวิเคราะห์หาสัดส่วนธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค Energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX)
4. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคคูนูป(Knops) และเทคนิควิกเกอร์(Vickers) เพื่อหาไปหาค่าความเหนียว (Fracture toughness)

3. ระเบียบวิธีวิจัย

1. การเตรียมผงอะลูมินา-เซอร์โคเนียโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่สัดส่วนต่างๆ คือ ร้อยละ 5 15 25 35 และ 50 โดยโมลของเซอร์โคเนีย
2. นำผงสารไปผ่านกระบวนการให้ความร้อนโดยการแคลไซน์เพื่อให้ได้ผงของอะลูมินา-เซอร์โคเนีย
3. นำผงอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่เตรียมได้จากขบวนการตกตะกอนร่วมมาเจือด้วยผงอิทธิเตรียมออกไซด์ที่สัดส่วนร้อยละ 2 4 6 และ 8 โดยน้ำหนัก นำไปผ่านการบดย่อย ball milling เพื่อช่วยในการผสมสาร จากนั้นนำไปผ่านขบวนการให้ความร้อนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ของผงอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิทธิเตรียมออกไซด์
4. เตรียมเซรามิกอะลูมินา-เซอร์โคเนีย ที่เจือด้วยอิทธิเตรียมออกไซด์ โดยนำผงอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิทธิเตรียมออกไซด์ ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดความดันให้เป็นแผ่นเพื่อเพิ่มความแน่น ก่อนนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง ซึ่งในการอัดขึ้นรูปสารทำได้โดยการชั่งสาร 0.5 กรัมบดผสมด้วย Polyvinyl alcohol (PVA) เพื่อช่วยในการอัดขึ้นรูป ด้วยแรงดัน 2 ตัน เป็นเวลานาน 1 นาที ขึ้นงานที่อัดขึ้นรูปเรียบร้อยแล้ว (Green body) จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง โดยเผา 2 ช่วง ในการเผาช่วงแรกใช้อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัด PVA

จากนั้นเผาซินเตอร์ในช่วงที่สอง โดยการเผาอุณหภูมิ 1650 °ซ โดยเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ 10 °ซ / นาที

5. นำเซรามิกที่ได้ไปตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังนี้

5.1 การหาค่าร้อยละการหดตัว (Shrinkage)

5.2 การหาค่าความหนาแน่น (density) โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอะคิมีดีส (Archimedes's Principle)

5.3 นำเซรามิกที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และวิเคราะห์สัดส่วนธาตุองค์ประกอบ (EDX)

5.4 ศึกษาการก่อเกิดเฟสของเซรามิกที่เตรียมได้โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

5.5 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิครีเทลด์ (Rietveld method)

5.6 ทดสอบความแข็งด้วยเทคนิควิกเกอร์ (Vickers technique) และเทคนิคหนูป (Knops technique) ของเซรามิก

5.7 หาค่าความเหนียว (Fracture toughness)

6. รวบรวมผลและการวิเคราะห์ข้อมูล

4. แผนการดำเนินงานวิจัยตลอดโครงการในแต่ละช่วง 6 เดือน

แผนการดำเนินงานในปีที่ 1 มิถุนายน 2553-พฤศจิกายน 2553

กิจกรรม เดือน						
	1	2	3	4	5	6
1. เตรียมสาร (1-4)						
2. หารลักษณะเฉพาะ (5.1-5.2)						
3. เขียนรายงานความก้าวหน้า 1						

แผนการดำเนินงานในปีที่ 1 ธันวาคม 2553-พฤษภาคม 2554

กิจกรรม เดือน						
	7	8	9	10	11	12
1. หารลักษณะเฉพาะ (5.3-5.4)						
2. เขียนรายงานความก้าวหน้า 2						
3. รวบรวม สรุปผล วิเคราะห์ข้อมูล เขียน article						

แผนการดำเนินงานในปีที่ 2 มิถุนายน 2554-พฤศจิกายน 2554

กิจกรรม เดือน						
	1	2	3	4	5	6
1. หาลักษณะเฉพาะ (5.5)						
2. เขียนรายงานความก้าวหน้า 3						

แผนการดำเนินงานในปีที่ 2 ธันวาคม 2554-พฤษภาคม 2555

กิจกรรม เดือน						
	7	8	9	10	11	12
1. หาลักษณะเฉพาะ (5.6-5.7)						
2. รวบรวม วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล เขียน article						
3. รายงานฉบับสมบูรณ์						

5. ผลงานที่คาดว่าจะตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติในแต่ละปี

ปีที่ 1 ชื่อเรื่องที่จะตีพิมพ์ : Effect of Y_2O_3 addition on the Al_2O_3 - ZrO_2 phase ceramics

ชื่อวารสารที่จะตีพิมพ์ : Materials Letter **มีค่า impact factor 1.65**

ปีที่ 2 ชื่อเรื่องที่จะตีพิมพ์ : Preparation and mechanical properties of Al_2O_3 - ZrO_2 composites ในวารสาร Materials

ชื่อวารสารที่จะตีพิมพ์ : Materials Science and Engineering A **มีค่า impact factor 1.42**

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
Executive Summary.....	ง
สารบัญ.....	๗
สารบัญตาราง	๗
สารบัญภาพประกอบ	ด
อักษรย่อและสัญลักษณ์	ท
 บทที่ 1 บทนำ	 1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
 บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	 3
2.1 สมบัติทั่วไปของอะลูมินา (Al_2O_3)	3
2.2 สมบัติทั่วไปของเซอร์โคเนีย (ZrO_2)	4
2.3 การเตรียมวัสดุด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation)	5
2.4 การเตรียมวัสดุด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction)	7
2.5 กระบวนการให้ความร้อนโดยการแคลไซน์ (calcination)	10
2.6 กระบวนการอัด	10
2.7 การซินเตอร์ (sintering)	11
2.8 การศึกษาการเกิดเฟสจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction: XRD)	14
2.9 การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope: SEM)	17
2.10 การวิเคราะห์สัดส่วนธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (energy dispersive x-ray spectroscopy: EDX)	18
2.11 คุณสมบัติทางกายภาพของเซรามิก	19

2.12 สมบัติทางเชิงกลของเซรามิก	20
2.13 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีริทเวลด์ (rietveld)	21
2.14 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	25
บทที่ 3 ขั้นตอนและวิธีวิจัย	28
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	28
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	28
3.3 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3	29
3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ	35
3.5 กระบวนการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM	36
3.6 การตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)	37
3.7 การศึกษาสมบัติเชิงกล	38
3.8 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลด์	40
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล	43
4.1 ผลการตรวจสอบทางความร้อน	43
4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ	46
4.2 ผลการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ด้วยเทคนิค XRD	48
4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างในระดับจุลภาคด้วย SEM	55
4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDX	62
4.5 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกล	69
4.6 ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลด์	72
บทที่ 5 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	95

หน้า

เอกสารอ้างอิง	96
Output ที่ได้จากโครงการ.....	99
ภาคผนวก	100
บทความวิจัยที่ตีพิมพ์เผยแพร่	101

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนการเจือระหว่าง Al_2O_3 - ZrO_2 ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม	30
ตารางที่ 4.1 สัดส่วนธาตุองค์ประกอบของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3	68
ตารางที่ 4.2 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.15ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 2 Y_2O_3	74
ตารางที่ 4.3 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.15ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 4 Y_2O_3	75
ตารางที่ 4.4 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.15ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 6 Y_2O_3	76
ตารางที่ 4.5 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.15ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 8 Y_2O_3	77
ตารางที่ 4.6 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.25ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 2 Y_2O_3	78
ตารางที่ 4.7 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.25ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 4 Y_2O_3	79
ตารางที่ 4.8 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3$ - 0.25ZrO_2 - Y_2O_3 ใน ระบบรวมโบฮีตโรล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ 6 Y_2O_3	80

[illegible]

หน้า

ตารางที่ 4.18 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ใน ระบบรวมไบฮีดรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$	90
ตารางที่ 4.19 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ใน ระบบรวมไบฮีดรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$	91
ตารางที่ 4.20 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ใน ระบบรวมไบฮีดรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$	92
ตารางที่ 4.21 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ใน ระบบรวมไบฮีดรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละ โดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$	93
ตารางที่ 4.22 แสดงสัดส่วนร้อยละของระบบเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนต่างๆ ที่ได้จากการคำนวณด้วยวิธีการปรับพารามิเตอร์ของรีทเวลด์	94

สารบัญภาพประกอบ

หน้า

ภาพประกอบที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของอะลูมินา	4
ภาพประกอบที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนีย คิวบิก เตตระโกนอล และโมโนคลินิก	4
ภาพประกอบที่ 2.3 ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	8
ภาพประกอบที่ 2.4 ภาคตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล	9
ภาพประกอบที่ 2.5 ลักษณะการบดย่อยแบบเลื้อยหล่นกันไป (cascading)	9
ภาพประกอบที่ 2.6 ขั้นตอนการอัดผงเซรามิกโดยวิธีการอัดแห้ง	11
ภาพประกอบที่ 2.7 พฤติกรรมการขึ้นเตอรแบบสถานะของแข็งทั่วไปในรูปความสัมพันธ์ระหว่าง ความหนาแน่นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา	13
ภาพประกอบที่ 2.8 ภาพลักษณะของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการขึ้นเตอรแบบสถานะ ของแข็ง	14
ภาพประกอบที่ 2.9 รังสีเอกซ์ที่เกิดจากกระตุ้น	15
ภาพประกอบที่ 2.10 การกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยชุดระนาบของผลึก	16
ภาพประกอบที่ 2.11 แผนภาพการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	18
ภาพประกอบที่ 2.12 bremsstrahlung radiation	19
ภาพประกอบที่ 2.13 ลักษณะของห้วงดแบบวิกเกอร์	21
ภาพประกอบที่ 2.14 ลักษณะห้วงดแบบนูป	21
ภาพประกอบที่ 3.1 ลำดับขั้นตอนการเตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ โดยการตกตะกอนร่วม	31
ภาพประกอบที่ 3.2 การจัดเรียงเม็ดเซรามิกในถ้วย Al_2O_3 สำหรับการเผาขึ้นเตอร	32
ภาพประกอบที่ 3.3 แผนผังการให้ความร้อนในการเผาขึ้นเตอร	33
ภาพประกอบที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ผลของเซรามิก	34
ภาพประกอบที่ 3.5 ภาพถ่ายจาก SEM ของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก	36
ภาพประกอบที่ 3.6 วิธีการหาขนาดของเกรนเฉลี่ย	37
ภาพประกอบที่ 3.7 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากกระบวนการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์	38

หน้า

ภาพประกอบที่ 3.8 ลักษณะรอยกดที่เกิดจากการวัดความแข็งวิกเกอร์	39
ภาพประกอบที่ 3.9 ลักษณะรอยบุ๋มที่เกิดจากการทดสอบความแข็งนูน	39
ภาพประกอบที่ 3.10 ขั้นตอนการปรับค่าพารามิเตอร์ของรีทเวลดโดยใช้โปรแกรม X'pert plus	42
ภาพประกอบ 4.1 สเปกตรัม TG-DTA ของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละโดยโมลที่ค่าต่างๆ	44
ภาพประกอบที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โมล.....	45
ภาพประกอบที่ 4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆกับร้อยละการหดตัวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3	46
ภาพประกอบที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆกับค่าความหนาแน่นของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3	48
ภาพประกอบที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ	50
ภาพประกอบที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ	51
ภาพประกอบที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ	52
ภาพประกอบที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ	53
ภาพประกอบที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ	54
ภาพประกอบที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	56
ภาพประกอบที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	57
ภาพประกอบที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	58

ภาพประกอบที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ	
ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	59
ภาพประกอบที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ	
ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	60
ภาพประกอบที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆกับ	
ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3	61
ภาพประกอบที่ 4.16 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$	
ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	63
ภาพประกอบที่ 4.17 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2$	
ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	64
ภาพประกอบที่ 4.18 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$	
ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	65
ภาพประกอบที่ 4.19 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2$	
ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	66
ภาพประกอบที่ 4.20 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2$	
ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8	67
ภาพประกอบที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าสัดส่วน	
ร้อยละอะตอม Y	69
ภาพประกอบที่ 4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าความแข็ง	
วิกเกอร์ของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ	70
ภาพประกอบที่ 4.23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าความแข็ง	
นูนของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ	71
ภาพประกอบที่ 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่า	
ความเหนียวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ	72

อักษรย่อและสัญลักษณ์

สัญลักษณ์

ความหมาย

ZrO_2	เซอร์โคเนียมออกไซด์
Al_2O_3	อะลูมิเนียมออกไซด์
Y_2O_3	อิทเทรียมออกไซด์
$^{\circ}\text{ซ}$	องศาเซลเซียส
HfO_2	ฮาฟเนียมไดออกไซด์
XRD	เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
EDX	การวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDX
JCPDS	ฐานข้อมูลมาตรฐาน
μm	ไมโครเมตร
γ_{gb}	พลังงานขอบเกรนแบบของแข็ง-ของแข็ง
γ_{sv}	พลังงานพื้นผิวแบบของแข็ง-ไอ
E_0	พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิก่อนทำอันตรกิริยา
E_1	พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิหลังทำอันตรกิริยา
h	ค่าคงที่ของพลังค์
ν	ความถี่ของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น
λ	ความยาวคลื่น
θ	มุมที่เกิดขึ้นระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก
d	ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก
f	แฟคเตอร์การกระเจิงเชิงอะตอม
F	ผลรวมของแอมพลิจูดของคลื่นกระเจิงโดยอะตอมหน่วยเซลล์
F_{hkl}	แฟคเตอร์โครงสร้าง
P	มัลติพลิซิตี
L_p	ความยาวของแท่งทดสอบหลังขึ้นรูป
L_d	ความยาวของแท่งทดสอบเมื่อแห้ง

สัญลักษณ์

ความหมาย

L_f	ความยาวของแท่งทดสอบหลังเผา
L_1	เส้นผ่าศูนย์กลางกลางของแท่งทดสอบก่อนเผา
L_2	เส้นผ่าศูนย์กลางกลางของแท่งทดสอบหลังเผา
ρ_c	ความหนาแน่นของเซรามิก
ρ_{H_2O}	ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง
W_3	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง
W_3	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
W_3	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะชั่งในน้ำ
G_r	ขนาดเกรนเฉลี่ยตามเส้นแวง
G_c	ขนาดเกรนเฉลี่ยตามเส้นหลัก
G_a	ค่าขนาดเกรนเฉลี่ยทั้งหมด
r_n	เส้นที่ n

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

อุตสาหกรรมเซรามิกเป็นอุตสาหกรรมที่มีความสำคัญในทุกประเทศเนื่องจากอุตสาหกรรมเซรามิกนั้นเป็นพื้นฐานรองรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ทั้งทางด้านวิศวกรรม ด้านการทหารและการผลิตภาชนะ ผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น เลื่อเกราะกันกระสุน เลื่อดับเพลิง วัสดุทนไฟชนิดต่างๆ วัสดุพื้นฐานของอุตสาหกรรมถลุงและผลิตโลหะ วัสดุขั้วถั่ว อุตสาหกรรมการผลิตรถยนต์ นอกจากนี้ยังมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และไฟฟ้าต่างๆ เนื่องจากมีเซรามิกที่มีคุณสมบัติทางด้านไฟฟ้าและแม่เหล็ก ซึ่งมีความสำคัญต่อการพัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ และสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ ตามคุณสมบัติของเซรามิกชนิดต่างๆ ส่วนใหญ่จะเน้นทางด้านงานเชิงกลกับการทนต่ออุณหภูมิ โดยปัจจุบันนี้อะลูมินา (Al_2O_3) จัดว่าเป็นวัสดุเซรามิกที่มีความสำคัญและถูกนำไปใช้อย่างแพร่หลาย [1] เนื่องจาก Al_2O_3 เป็นวัสดุที่มีความแข็ง (hardness) สูง ทนต่อการกัดกร่อนของปฏิกิริยาเคมี มีคุณสมบัติเป็นไดอิเล็กตริกที่ดีและทนต่ออุณหภูมิสูง สามารถเป็นวัสดุทนความร้อนได้ดี อย่างไรก็ตาม Al_2O_3 ยังมีความเปราะ มีคุณสมบัติด้านความเหนียว (toughness) ไม่ดีมากนัก [2] ด้วยเหตุนี้จึงมีงานวิจัยที่พยายามทำการศึกษาและปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านความเหนียวของ Al_2O_3 ด้วยการเจือสารบางประเภท อาทิเช่น แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) [3] แบเรียมออกไซด์ (BaO) เซอร์โคเนีย (ZrO_2) ซึ่ง ZrO_2 ถือว่าเป็นสารที่มีคุณสมบัติด้านความเหนียวที่ดีที่สุด โดยเฉพาะอยู่ในรูปของเฟสเตตระโกนอล (tetragonal) และยังทำให้มีความแข็งแรงมากขึ้น แต่เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพด้านความแข็งแรงและความเหนียวของเซรามิกให้มากขึ้น ในงานวิจัยนี้จึงนำสารอิทเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) เจือกับ Al_2O_3 - ZrO_2 [4-7] นอกจากองค์ประกอบทางเคมีแล้วกระบวนการเตรียมวัสดุยังเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญที่จะส่งผลต่อการแสดงคุณสมบัติเฉพาะในด้านต่างๆ ของวัสดุ อาทิเช่น การก่อเกิดเฟสโครงสร้างผลึกและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก [8] ซึ่งกระบวนการเตรียมวัสดุมีหลายวิธี เช่น วิธีมิกซ์ออกไซด์ (mixed oxide) หรือวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) [9] วิธีโซลเจล (so-gel) [10-11] และวิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) [8, 12-13] โดยแต่ละวิธีจะมีข้อดีข้อเสียแตกต่างกัน เช่น วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นวิธีการเตรียมที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อนได้สารปริมาณมาก แต่มีปัญหาในด้านความไม่บริสุทธิ์ของสาร ซึ่งงานวิจัยนี้จึงใช้การเตรียมโดยวิธี ตกตะกอนร่วม ซึ่งเป็นวิธีการเตรียมอย่างหนึ่งที่ได้รับการนิยมน เนื่องจากวัสดุที่เตรียมได้จะมีความบริสุทธิ์สูง ขนาดของผง

อนุภาคมีขนาดเล็กและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยงานวิจัยครั้งนี้ยังทำการศึกษาก่อนเกิดเฟส ลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างจุลภาค ศึกษาสมบัติเชิงกลและวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค ริทเวลด์ (rietveld) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมและยังสามารถวิเคราะห์ส่วนประกอบของสารได้ [5, 14] โดยการเตรียมและผลการศึกษาที่ได้สามารถใช้เป็นแนวทางในการศึกษาวัสดุเซรามิกอื่นๆ เช่น $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-BaO}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ และ $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$ เป็นต้น เพื่อนำไปใช้ในการพัฒนา คุณสมบัติเชิงกลของวัสดุที่เหมาะสมในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เช่น ถ้วย Al_2O_3 (alumina crucible) วัสดุฐานรอง (substrates) และหัวเทียน (sparking-plug) เป็นต้น

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อเตรียมเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมแล้วเจือ Y_2O_3 ในสัดส่วนต่างๆ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง
2. เพื่อศึกษาก่อนเกิดเฟสของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ด้วย XRD และวิเคราะห์โครงสร้างผลึก ด้วยเทคนิคริทเวลด์
3. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM และวิเคราะห์หาสัดส่วนธาตุ องค์ประกอบด้วยเทคนิค EDX
4. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคนูป (knoop) และวิกเกอร์ (vicker)

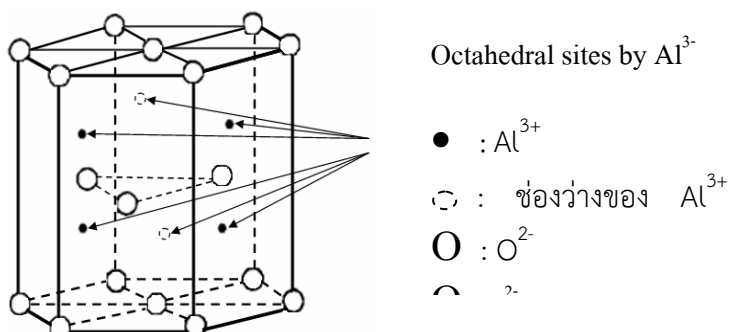
บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 สมบัติทั่วไปของอะลูมินา (Al_2O_3)

อะลูมิเนียมออกไซด์หรือชื่อทั่วไปเรียกว่า อะลูมินา เป็นวัสดุที่รู้จักกันมานานและนิยมนำมาทำเป็นวัตถุดิบในการผลิตอะลูมิเนียม (Al) แต่ปัจจุบันนี้ Al_2O_3 จัดเป็นวัสดุเซรามิกยุคใหม่ที่มีความสำคัญ เนื่องจากเป็นวัสดุที่ทนความร้อนสูง มีความต้านทานต่อการขัดสีและสึกกร่อนสูง ไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีและมีความแข็ง [15] ด้วยคุณสมบัตินี้เอง Al_2O_3 จึงถูกนำมาใช้ในการผลิตวัตถุดิบไฟ เบ้าหลอม หัวเทียน วัสดุฐานรอง (substrates) ผงขัด (abrasives) มีด (cutter) [16] ถ้วย Al_2O_3 (alumina crucible) ทอเป็นเสื้อดับเพลิงและเสื้อเกราะกันกระสุน ดังนั้นการศึกษาถึงเงื่อนไขของการเตรียมและลักษณะเฉพาะของเซรามิก Al_2O_3 จึงยังเป็นเรื่องที่สำคัญและจำเป็นอย่างยิ่งเพื่อจะนำไปประยุกต์หรือปรับปรุงคุณสมบัติของ Al_2O_3 ให้ดีขึ้นและเหมาะสมต่อการนำไปใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ

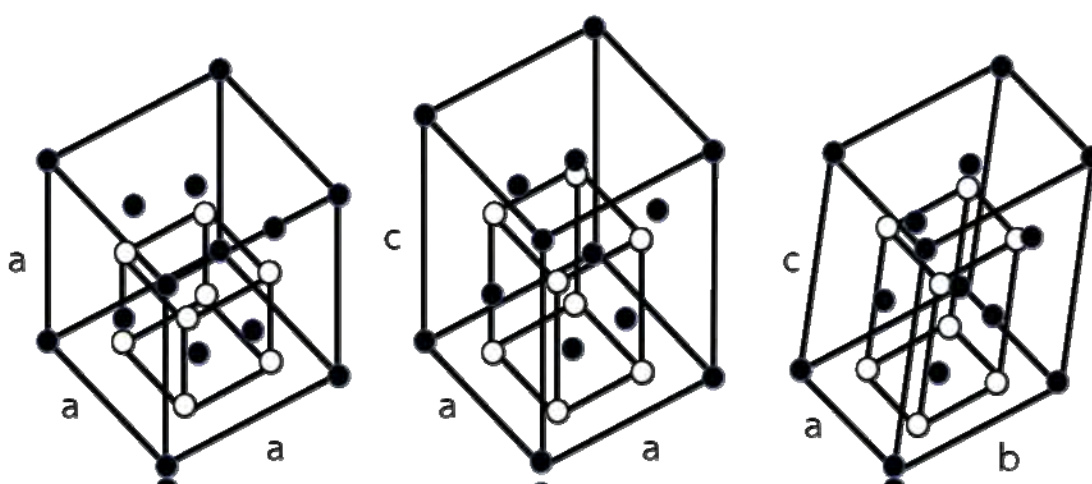
Al_2O_3 นั้นเป็นสารประกอบที่เกิดจากอะลูมิเนียม (Al) ทำปฏิกิริยากับออกซิเจน (O) ซึ่งสกัดได้จากแร่ธรรมชาติบอกไซต์ (bauxite) โดยกระบวนการเบเยอร์ (bayer process) ซึ่ง Al_2O_3 ที่ได้จะอยู่ในรูปของผง (powder) สีขาวที่มีความบริสุทธิ์สูง ถ้ามีการไล่น้ำออกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1000°C จะได้ Al_2O_3 ที่อยู่ในรูปแกมมา Al_2O_3 ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) และถ้าอุณหภูมิสูงกว่า 1000°C จะอยู่ในรูปแอลฟา Al_2O_3 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) หรือที่เรียกกันว่าคอแรนด์ (corundum) มีจุดหลอมเหลวค่อนข้างสูงมากถึง 2050°C จึงนิยมนำมาทำเป็นอุปกรณ์ที่ทนต่อความร้อนสูง โครงสร้างผลึกของ Al_2O_3 เกิดจากอะตอมของ Al กับอะตอมของ O พันธะที่เกิดขึ้นคือพันธะไอออนิก ซึ่งเกิดจากการให้และการรับอิเล็กตรอนของ Al และ O อะตอมตามลำดับ แลตทิซของ Al_2O_3 จะเป็นเฮกซะโกนอลและการอัดตัวของอะตอมจะเป็นแบบ HCP (hexagonal close packed) ในหน่วยเซลล์ (unit cell) แบบเฮกซะโกนอลของ HCP นั้นจะมีตำแหน่งที่ว่างซึ่งเรียกว่า ออกตะฮีดรอล (octahedral) และเตตระฮีดรอล (tetrahedral) ซึ่งจะเป็นภาพประกอบเป็น 8 ด้าน และ 4 ด้าน ตามลำดับ แต่สำหรับในกรณีที่เป็น Al_2O_3 นั้นตำแหน่งของ Al^{3+} จะอยู่ในตำแหน่งที่เป็นออกตะฮีดรอล เพื่อให้ค่าประจุของโครงสร้างเป็นกลางและจะมี O^{2-} อยู่ 6 ไอออน ดังนั้นอะตอมของ Al จะจับกับอะตอมของ O ในอัตราส่วน 3 : 2 ดังภาพประกอบที่ 2.1 และจะเห็นว่าโครงสร้างผลึกนี้เกิดการเสียรูปทรงไปเล็กน้อย



ภาพประกอบที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของอะลูมินา [17]

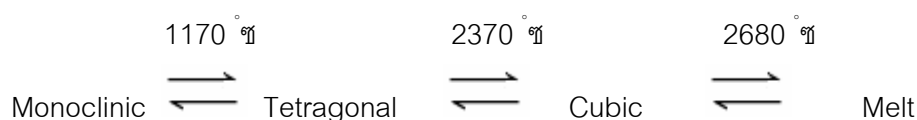
2.2 สมบัติทั่วไปของเซอร์โคเนีย (ZrO_2)

เซอร์โคเนียมออกไซด์หรือเซอร์โคเนีย โดย ZrO_2 บริสุทธิ์เป็นวัสดุจำพวก polymorphic จะมีลักษณะที่เป็นผงสีขาว มีคุณสมบัติด้านความแข็ง ความเหนียว [18] และสามารถทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีได้ดี จึงถูกนำมาใช้ในการเตรียมน้ำเคลือบสีขาวที่บใช้ทำอุปกรณ์ทนไฟในเตาเผา และนำมาใช้ฟันแผ่นรองเตาเผา [15] โดย ZrO_2 จะมีโครงสร้างผลึก 3 แบบ คือ คิวบิก (cubic) เตตระโกนอล (tetragonal) และโมโนคลินิก (monoclinic) [14, 19-21] ดังภาพประกอบที่ 2.2



ภาพประกอบที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของ ZrO_2 แบบคิวบิก เตตระโกนอล และโมโนคลินิก [4]

โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกจะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นเตตระโกนอล ที่อุณหภูมิประมาณ 1170 °ซ พร้อมกับมีการขยายตัวของปริมาตรซึ่งอาจเกิดการแตกตัวหรือทำให้เกิดรอยแตกร้าวในเนื้อเซรามิก [17] การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิไม่ขึ้นกับเวลา การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเตตระโกนอลไปเป็นคิวบิกจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 2370 °ซ และจะหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 2680 °ซ [22] การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างนี้จะแปรผันกลับได้ (reversible transformation) แสดงความสัมพันธ์ได้ดังนี้



เมื่อผสมสารประเภท CaO MgO หรือ Y_2O_3 ในปริมาณที่เหมาะสมให้กับ ZrO_2 แล้วนำไปเผา สารที่เติมลงไปจะมีผลทำให้รูปผลึกที่อุณหภูมิสูงสามารถคงรูปอยู่ได้ แม้ว่าจะลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้อง เช่น การเติม Y_2O_3 จำนวนเล็กน้อยลงใน ZrO_2 จะทำให้โครงสร้างของ ZrO_2 ที่เผาแล้วคงรูปเป็นผลึกรูปเตตระโกนอล แม้จะเย็นตัวลงถึงอุณหภูมิห้อง [14, 19-20, 23] เรียกว่า เตตระโกนอล ZrO_2 พอลีคริสตัล (tetragonal zirconia polycrystals) หรือ TZP ซึ่ง ZrO_2 ชนิด TZP นี้มีความเหนียวดี ไม่แตกหักง่าย แต่ถ้าหากปรับปริมาณสารที่เติมลงไปให้เหมาะสมและควบคุมการเผาให้อยู่ในภาวะที่เหมาะสม จะเกิดเป็นผลึกแบบโมโนคลินิกเมื่อได้รับแรงเค้นในระดับที่เพียงพอมากระทำกับผลึก

ชิ้นงาน ZrO_2 ที่เตรียมได้หากอยู่ในรูปแบบกึ่งเสถียร โดยประกอบด้วยผลึกหลายรูปแบบรวมกันเรียกว่า ZrO_2 เสถียรบางส่วน (partially stabilized zirconia: PSZ) เช่น ZrO_2 รวมตัวกับ MgO และผ่านกระบวนการให้ความร้อนจะได้วัสดุ PSZ ซึ่งใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกที่ทนความร้อนได้สูงและไม่นำไฟฟ้า จึงสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ [5] ถ้าหากชิ้นงานประกอบด้วยผลึกของ เตตระโกนอลเกือบทั้งหมดเรียกว่า ZrO_2 แบบผลึกหลายรูปเตตระโกนอล (tetragonal zirconia polycrystal: TZP) และถ้าหากประกอบด้วยเฟสคิวบิกเกือบทั้งหมดเรียกว่า ZrO_2 เสถียรเต็มรูป (fully stabilized zirconia: FSZ)

2.3 การเตรียมวัสดุด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation)

การตกตะกอนของเกลือที่มีแคตไอออนในสารละลายของแข็ง (solid solution) เรียกว่า การตกตะกอนร่วม ในการตกตะกอนที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันนั้น ความเข้มข้นของไอออนในเกลือจะต่าง

ไปจากสารละลาย และอาจทำให้องค์ประกอบของการตกตะกอนร่วมนั้นมีการเปลี่ยนแปลงในระหว่างที่กำลังมีการตกตะกอนได้ ซึ่งสารที่มีโครงสร้างเหมือนกันแต่สามารถละลายได้น้อยกว่า มักจะมากระจุยตัวอยู่ในรูปสารประกอบของเกลือ เทคนิคการตกตะกอนร่วมจะทำให้เกิดตะกอนผสมที่มีความใกล้เคียงกันแล้วนำไปเผาแคลไซน์ เพื่อให้ได้องค์ประกอบทางเคมีและเฟสที่มีความเป็นผลึกที่ต้องการ แต่จำเป็นต้องใช้การบดย่อยเพิ่มเติมซึ่งก่อให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนของสิ่งแปลกปลอม โดยการตกตะกอนร่วมแบ่งออกเป็น 3 แบบ คือ

2.3.1 การตกตะกอนร่วมที่มีสารเจือปนแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก ในการเกิดผลึกของตะกอน เริ่มต้นจากไอออนในสารละลายเคลื่อนที่ไปสู่ผิวของอนุภาคตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นครั้งแรก เพื่อสะสมตะกอนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น อัตราการเคลื่อนที่ของไอออนจะขึ้นอยู่กับความพหุติที่ไอออนนั้นที่จะเข้าไปอยู่ในแลตทิซ ซึ่งจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของไอออน ลักษณะของไอออนและลักษณะเฉพาะตัวทางเคมีของผิวผลึก ซึ่งเกี่ยวกับจำนวนประจุทั้งหมดบนผิวของผลึก กลไกของการที่ไอออนเข้าไปอยู่ในแลตทิซยังไม่เป็นที่ทราบแน่ชัด แต่อย่างไรก็ดี ในกระบวนการตกตะกอนอาจมีไอออนอื่นนอกเหนือไปจากไอออนซึ่งเป็นองค์ประกอบของตะกอน แต่มีสมบัติที่สามารถเข้าไปอยู่ในแลตทิซของตะกอนได้และอาจทำให้เกิดการตกตะกอนร่วมได้ เช่น โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) และโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ซึ่งสารทั้งสี่นี้เป็นผลึกที่มีแลตทิซคล้ายคลึงกัน ปรากฏการณ์เช่นนี้เรียกว่า ภาวะรูปร่างเหมือนกัน (isomorphism) ตะกอนที่มีสิ่งเจือปนตกตะกอนร่วมด้วยและสิ่งเจือปนนั้นเข้าไปอยู่ในแลตทิซของตะกอนเราเรียกสิ่งเจือปนนั้นว่า สารเจือปนที่มีรูปร่างเหมือนกัน

2.3.2 การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับบนผิวของตะกอน การตกตะกอนร่วมแบบนี้สารที่เจือปนจะถูกดูดซับบนผิวของตะกอน เช่น การตกตะกอนของแบไรต์ (BaSO_4) โดยการเติมสารละลาย BaCl_2 เป็นสารที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา (reagent) หรือเกิดการตกตะกอน หลังตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ ผิวของอนุภาคตะกอน BaSO_4 มีแนวโน้มดูดซับเอา Ba^{2+} ที่เติมลงไปมากเกินไปในชั้นดูดซับปฐมภูมิซึ่งจะทำให้เกิดประจุบวกและชักนำให้ไอออนลบในสารละลายซึ่งเป็น Cl^- ถูกดูดซับบนชั้น เคตาออร์ไอออนต่อการดูดซับบนชั้นปฐมภูมิ ผลทำให้จำนวนประจุบนชั้นทั้งสองเท่ากัน ดังนั้นอนุภาคตะกอน BaSO_4 จึงมีแนวโน้มดูดซับ BaCl_2 ไว้บนผิวอนุภาคตะกอน การดูดซับแบบนี้สามารถแก้ไขได้ โดยการล้างตะกอนหรือแทนที่ไอออนทั้งสองด้วยไอออนที่สามารถระเหยออกไปได้ง่าย ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมแบบดูดซับบนผิวของตะกอน

2.3.3 การตกตะกอนแบบสารเจือปนถูกดูดซับในผลึกของตะกอน การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารเจือปนถูกดูดซับในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอน รอบๆผิวอนุภาคของตะกอนจะเกิดขึ้นปฏิกิริยาขึ้น ดังได้กล่าวไปแล้ว เช่น ในการตกตะกอน BaSO_4 โดยการเติมสารละลาย BaCl_2 ลงไปในสารละลายโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) อนุภาคตะกอน BaSO_4 ที่เกิดขึ้นในตอนแรกๆในสารละลายจะมี SO_4^{2-} เหลืออยู่มาก โดย SO_4^{2-} บางไอออนจะถูกดูดซับไว้บนชั้นดูดซับปฐมภูมินี้ ส่วนชั้นเคาเตอร์ไอออนจะถูกดูดซับเอา Na^{2+} ไว้ ดังนั้นอนุภาคของอะตอม BaSO_4 ที่เกิดก่อนตะกอนอย่างสมบูรณ์จะดูดซับเอา Na_2SO_4 ไว้บนผิวของอนุภาคของตะกอน เมื่อเติมสารละลาย BaCl_2 ลงไปอีก Ba^{2+} จะไปแทนที่ Na^{2+} ในชั้นเคาเตอร์ไอออน แต่ถ้ามีการพอกพูนของตะกอนเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว Ba^{2+} อาจจะไม่แทนที่ Na^{2+} ในชั้นเคาเตอร์ไอออนได้ ทำให้เกิดการพอกพูนของตะกอน BaSO_4 บน Na_2SO_4 ซึ่ง Na_2SO_4 จะกลายไปเป็นสารเจือปนที่ถูกดูดซับในตะกอน BaSO_4 การเกิดการดูดซับแบบนี้อาจเกิดขึ้นได้จากสารละลาย ซึ่งละลายสารอื่นนอกเหนือไปจากตะกอน สิ่งเจือปนนี้ยากที่จะขจัดออก การล้างตะกอนจะไม่สามารถขจัดสิ่งเจือปนแบบนี้และการทำการตกตะกอนใหม่ โดยละลายตะกอนให้ตกตะกอนใหม่อาจช่วยขจัดสิ่งเจือปนให้ดีขึ้น [4, 9]

2.4 การเตรียมวัสดุด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reactions)

วิธีนี้จะอาศัยการเกิดปฏิกิริยาที่มีการสลายตัวของตัวทำปฏิกิริยาที่มีสถานะของแข็งด้วยความร้อนและได้เป็นของแข็งชนิดใหม่กับก๊าซ ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมผงสารประกอบออกไซด์อย่างง่าย

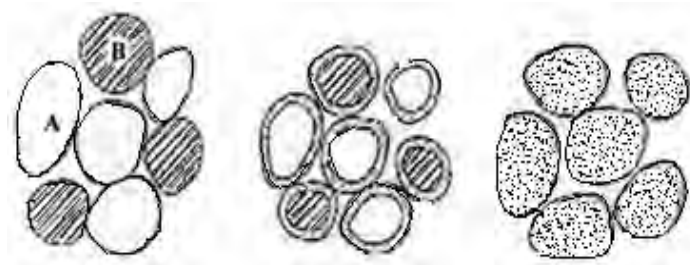
ลักษณะเฉพาะของผงที่เตรียมได้จากการใช้ปฏิกิริยาสลายตัวด้วยความร้อน จะขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่เกี่ยวข้องและรวมถึงปัจจัยในกระบวนการเตรียมอีกมากมาย เช่น ธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยา ขนาดของอนุภาค ตัวทำปฏิกิริยา บรรยากาศ อุณหภูมิ และระยะทางใช้ในการสลายตัว เป็นต้น โดยปกติการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคผงที่ผสมกันจะมีความหลากหลายของปฏิกิริยามากกว่าในกรณีที่ใช้ตัวทำปฏิกิริยาที่เป็นผลึกเดี่ยวอย่างมาก โดยสามารถแสดงปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้ ดังภาพประกอบที่ 2.3 (ก) และระหว่างอนุภาคผงที่ผสมกันอยู่ด้วย ดังภาพประกอบที่ 2.3 (ข) โดยทั่วไปแล้วถ้าใช้อนุภาคผงของตัวทำปฏิกิริยาที่มีขนาดโตอัตราการเกิดปฏิกิริยาในผงผสมก็จะลดลง เนื่องจากอนุภาคผงต้องเคลื่อนที่ในทิศทางที่ไกลขึ้น

ในขั้นตอนการผลิตชิ้นงานเซรามิกนั้น จะใช้กระบวนการบดเพื่อลดค่าขนาดของอนุภาคผงเฉลี่ย โดยอนุภาคผงที่มีรูพรุนหรือมีสิ่งแปลกปลอมฝังอยู่ข้างในให้แตกออก การແຈກແຈງของ

อนุภาคด้วยการลดขนาดของอนุภาคที่โต ทำให้มีจำนวนอนุภาคขนาดเล็กเพิ่มมากขึ้นและช่วยปรับปรุงอนุภาคที่กระจุกอนุภาคออกจากกัน นอกจากนี้ยังสามารถนำมาใช้ในการผสมอนุภาคต่างชนิดกันให้เกิดการประสานเข้ากันไปพร้อมๆกับการลดขนาดของอนุภาคผงลงได้ในคราวเดียวกัน



(ก) ผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยา (reaction products)



(ข) ผงที่ผสมกันอยู่ มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นบางส่วน ปฏิกิริยาสมบูรณ์

(ก) พวงผลึกเชิงเดี่ยว

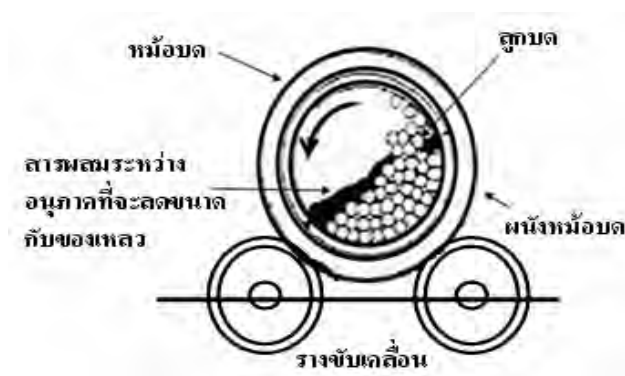
(ข) อนุภาคผงที่ผสมกันอยู่

ภาพประกอบที่ 2.3 ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [3]

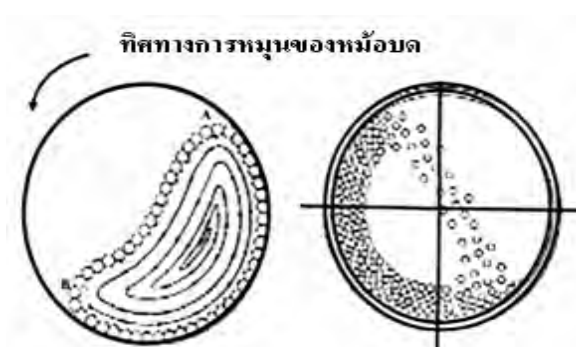
การย่อยแบบลูกบอล (ball milling) หรือการบดย่อยด้วยลูกบอลเป็นกระบวนการบดย่อยอนุภาคของวัสดุที่อาศัยการหมุนหม้อบด ซึ่งเป็นแท่งกลวงทรงกระบอกที่ฝาเปิด-ปิดได้อยู่ที่ปลายด้านหนึ่งในแนวนอน ดังภาพประกอบที่ 2.4 หม้อบดส่วนใหญ่ที่นิยมใช้งานกันในระดับห้องปฏิบัติการมักจะทำด้วยกระบือพลาสติกแบบง่ายๆ ที่สามารถกำจัดเศษพลาสติกที่ปนเปื้อนมาจากการบดย่อยได้ด้วยการเผาที่อุณหภูมิต่ำ

ก่อนที่จะทำการหมุนหม้อบดจะต้องมีการใส่วัสดุที่ที่ต้องการจะลดขนาดพร้อมกับลูกบอล (ball) หรือลูกบด (grinding media) ลงไปในปริมาณที่เหมาะสมกับขนาดของหม้อบดที่สามารถเกิดพฤติกรรมบดย่อยในลักษณะภาพประกอบที่ 2.5 ได้กล่าว คือ ลูกบอลจะต้องมีการเคลื่อนที่คล้ายๆกับตัวอักษร D โดยมีการเคลื่อนที่ไล่เลียงกันจากตำแหน่ง B ขึ้นไป จนถึงตำแหน่ง A แล้วตก

ลงมากระทบกับวัตถุด้านล่าง จากนั้นมีการหมุนเบียดเสียดกัน และมีการไหลเป็นวัฏจักรเช่นนี้เรื่อยไปทำให้อนุภาคของวัสดุมีขนาดเล็กลง เนื่องจากถูกระแทกด้วยลูกบอลที่ถูกเสียดสีระหว่างลูกบอล และระหว่างลูกบอลกับผนังหม้อบด ในขณะที่พฤติกรรมต่างๆ เหล่านี้ทำให้ขนาดของอนุภาคลดลงการบดย่อยด้วยลูกบอล จะช่วยให้อนุภาคมีพฤติกรรมการแจกแจงของขนาดอนุภาค กว้างกว่าวิธีการใช้ตะแกรงคัดขนาด (sieving techniques) การลดขนาดของอนุภาคจะเป็นไปอย่างรวดเร็วมากในช่วงเริ่มต้นและจะเริ่มช้าลงเรื่อยๆ เมื่ออนุภาคเริ่มมีขนาดเล็กลง อัตราการบดย่อยจะขึ้นอยู่กับขนาด และความแข็งของลูกบอลที่สัมผัสกับขนาดของอนุภาควัตถุเป็นสำคัญ เช่น ถ้าเลือกใช้ลูกบอลที่มีค่าความถ่วงจำเพาะสูงกว่าอนุภาควัตถุที่ จะลดขนาดมาก ๆ การลดขนาดของอนุภาคให้ได้ขนาดตามที่ต้องการจะทำได้ง่าย และทำได้อย่างรวดเร็วกว่าการใช้ลูกบอลที่มีความถ่วงจำเพาะต่ำ



ภาพประกอบที่ 2.4 ภาคตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล [3]



ภาพประกอบที่ 2.5 ลักษณะการบดย่อยแบบหล่นกันไป (cascading) [3]

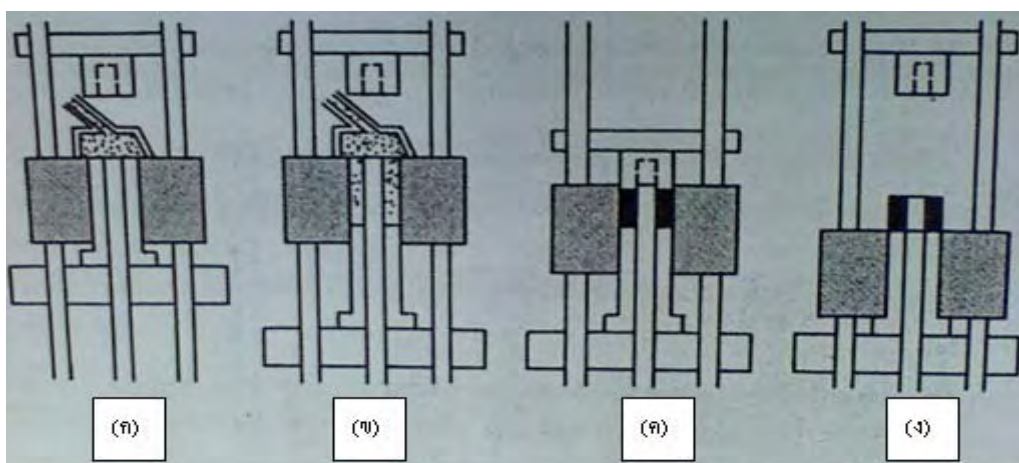
2.5 ขบวนการให้ความร้อนโดยการแคลไซน์

การแคลไซน์เป็นการให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นที่มีสถานะเป็นของแข็ง เพื่อทำให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกัน แล้วเกิดเป็นของแข็งชนิดใหม่ขึ้นมา

2.6 กระบวนการอัด (pressing)

เป็นกระบวนการทำให้วัตถุดิบของเซรามิกที่อยู่ในรูปของอนุภาคสามารถถูกอัดได้ในภาวะแห้ง เปียก หรือเหนียวในแม่พิมพ์แบบ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างลักษณะตามต้องการ

กระบวนการอัดแห้ง (dry pressing) เป็นกระบวนการที่มักถูกนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ เช่น วัตถุดิบไฟที่ใช้ในงานโครงสร้าง (วัสดุที่ต้านทานต่อความร้อนได้สูง) และส่วนประกอบอิเล็กทรอนิกส์ กระบวนการอัดแห้ง อาจกล่าวได้อีกนัยหนึ่งคือ กระบวนการอัดขึ้นรูปผงเซรามิกที่มีการผสมน้ำหรือสารยึดเหนียวจำนวนเล็กน้อยในแม่แบบให้แน่นในแนวแกนเดียว (uniaxial compaction) ภาพประกอบที่ 2.6 แสดงขั้นตอนการอัดผงเซรามิกโดยวิธีการอัดแห้งเพื่อให้ได้รูปตามต้องการ แล้วผลิตภัณฑ์นั้นจะถูกนำไปเผาซินเตอร์ เพื่อให้ความแข็งแรงและโครงสร้างตามที่ต้องการ โดยกระบวนการอัดแห้งนี้ถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวาง เนื่องจากเป็นกระบวนการที่สามารถขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ได้หลายรูปแบบอย่างรวดเร็ว มีความสม่ำเสมอและมีความผิดพลาดน้อย โดยสามารถอัดแห้งให้ได้ขนาดตั้งแต่มิลลิเมตรจนถึงหลายเซนติเมตร



(ก) ลักษณะและตำแหน่งของอุปกรณ์

(ข) การเติมสาร

(ค) การอัดสาร

(ง) การเอาสารออก

ภาพประกอบที่ 2.6 ขั้นตอนการอัดผงเซรามิกโดยวิธีการอัดแห้ง [17]

2.7 การซินเตอร์ (sintering)

เป็นกระบวนการที่ทำให้อนุภาคของวัสดุเซรามิกเกิดพันธะซึ่งกันและกันโดยการแพร่ของของแข็งที่อุณหภูมิสูง ซึ่งจะทำให้ส่วนที่เป็นรูพรุนของเนื้อวัสดุลดลงและมีความหนาแน่นมากขึ้น โดยมากวิธีการซินเตอร์มักนิยมใช้กับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความแน่นตัวและการหดตัว ในกระบวนการซินเตอร์อนุภาคจะเกาะเข้ากันโดยการแพร่ภายใต้สถานะที่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิสูงมากแต่ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารประกอบที่ถูกเผานั้น ตัวอย่างเช่น ฉนวนของหัวเทียนที่ทำจาก Al_2O_3 จะถูกเผาที่อุณหภูมิ 1600 °ซ (จุดหลอมเหลวของ Al_2O_3 อยู่ที่ 2050 °ซ)

ในกระบวนการซินเตอร์การแพร่ของอะตอมจะเกิดขึ้นที่ระหว่างหน้าผิวสัมผัสของอนุภาคทำให้เกิดพันธะทางเคมีซึ่งกันและกัน ถ้ากระบวนการดำเนินต่อไป จะเกิดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นเนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคขนาดเล็กๆ เข้าด้วยกันมากขึ้น เมื่อเวลาที่ใช้ในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น อนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้น แต่ความพรุน (porosity) ของวัสดุจะลดลง ที่จุดสิ้นสุดของกระบวนการ ขนาดของเกรน (grain) จะเข้าสู่ภาวะสมดุล สิ่งที่ขับเคลื่อนให้กระบวนการดำเนินไปคือ การลดพลังงานของระบบให้ต่ำลง

2.7.1 กระบวนการก่อนการซินเตอร์ โดยปกติการซินเตอร์จะไม่เกิดขึ้นจนกว่าอุณหภูมิในผลิตภัณฑ์จะสูงเกินครึ่งหนึ่งหรือประมาณสองในสามของอุณหภูมิการหลอมเหลวของชิ้นงาน ซึ่งเป็นช่วงที่อุณหภูมิสูงพอต่อการทำให้ชิ้นงานเกิดการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง ที่แต่ละอะตอมสามารถเกิดการแพร่กระจายได้อย่างมีนัยสำคัญ การกำจัดสารอินทรีย์ด้วยความร้อน (organic burnout) หรือเทอร์โมไลซิส (thermolysis) เป็นการกำจัดพวกสารอินทรีย์ที่ตกค้างอยู่ภายในชิ้นงาน หลังจากการอบแห้ง ซึ่งถือว่าเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากก่อนที่จะเกิดการแน่นตัวด้วยการเผาซินเตอร์ เพราะการกำจัดสารยึดเหนี่ยวที่ไม่สมบูรณ์และไม่สามารถควบคุมการเกิดเทอร์โมไลซิสได้นั้น มักทำให้เกิดตำหนิลักษณะใหม่ๆขึ้นในชิ้นงานได้เสมอ

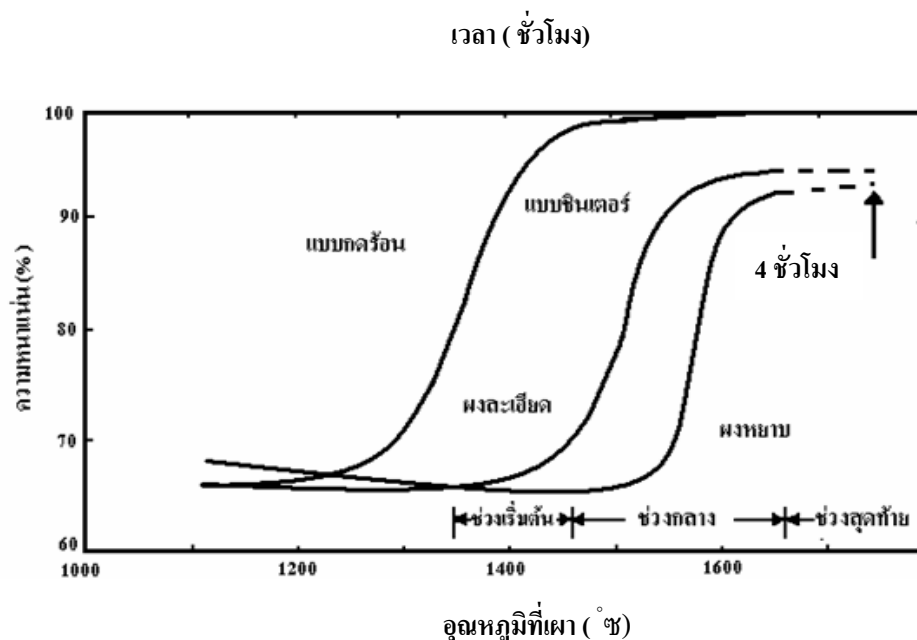
2.7.2 การซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง การซินเตอร์เป็นกระบวนการทางความร้อนที่ทำให้อนุภาคเกิดการสร้างพันธะกันอย่างสมดุล โดยมีโครงสร้างหลักเป็นของแข็งที่พัฒนามาจากการเคลื่อนย้ายมวลลักษณะต่างๆที่มักจะเกิดขึ้นในระดับอะตอม การเกิดพันธะเชื่อมต่อกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรงสูงขึ้นและมีพลังงานลดลง ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าการซินเตอร์นั้นกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคผง โดยอาศัยการหดตัวขององค์ประกอบที่เชื่อมอยู่ติดกันแล้วเกิดการเติบโตไปด้วย โดยมีการสร้างพันธะที่แข็งแรงระหว่างอนุภาคที่อยู่ติดกันขึ้นมาทุกขั้นตอนเหล่านี้ที่อยู่ระหว่างการเปลี่ยนแปลงสภาพชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปไปเป็นโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบไปด้วยการยึดเกาะกันของเกรนต่างๆล้วนแต่เป็นส่วนหนึ่งของการซินเตอร์ทั้งสิ้น

การหดตัวของชิ้นงานเซรามิกขณะที่ทำการเผาซินเตอร์ สามารถตรวจสอบได้จากการวัดขนาดหรือหาความหนาแน่นของชิ้นงานขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลาในการเผา เช่น ตัวอย่างพฤติกรรมของการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง (Solid-state sintering) ทั่วไป ดังภาพประกอบที่ 2.7 ซึ่งประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอนหลัก ที่มีความคาบเกี่ยวต่อเนื่องกัน คือ

- การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับการเรียงตัวใหม่อีกครั้งหนึ่งของอนุภาคผงภายในชิ้นงานและเกิดพันธะที่แข็งแรงหรือคอ (neck) ขึ้นมาที่บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน ในช่วงนี้อาจจะเพิ่มขึ้นจาก 0.5 ไปถึง 0.6 ส่วนใหญ่ก็เนื่องมาจากอนุภาคผงมีการรวมตัวกันมากยิ่งขึ้นนั่นเอง ดังภาพประกอบที่ 2.8 (ข)

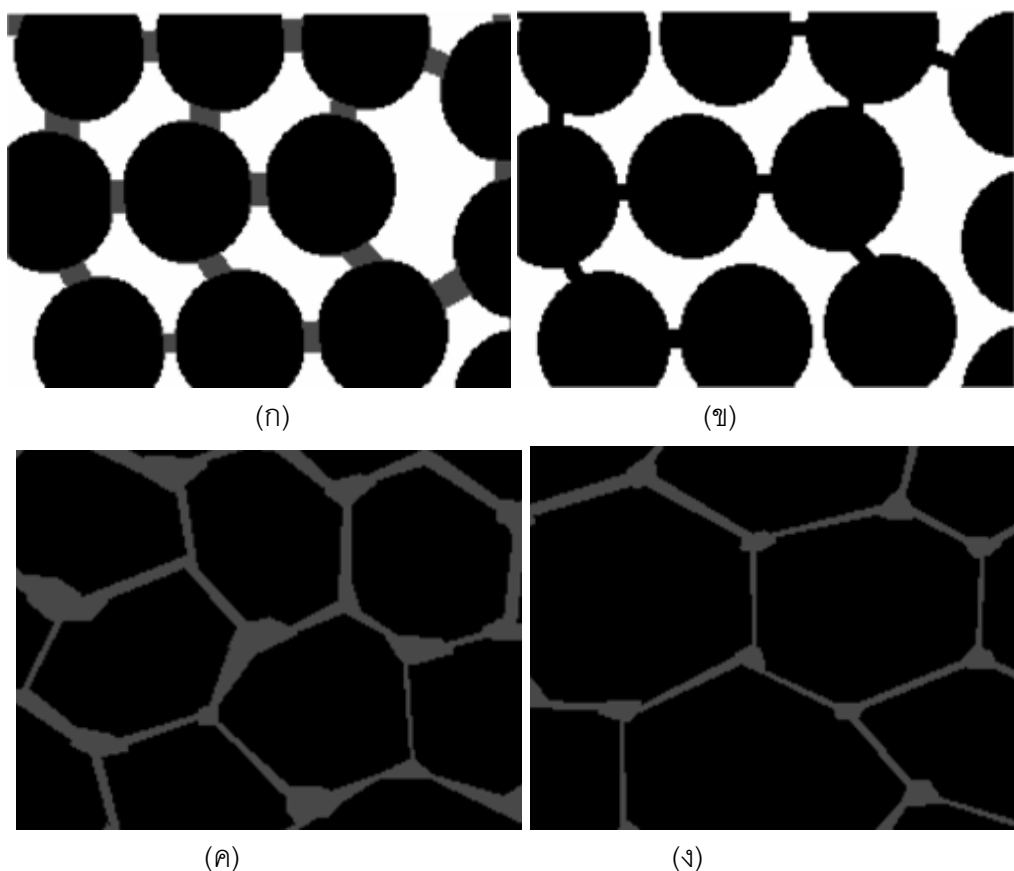
- การซินเตอร์ช่วงกลาง (intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณความพรุนในชิ้นงานจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนุภาคเริ่มเข้ามาใกล้ชิดติดกันมากขึ้นทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวอย่างชัดเจนเริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้นพร้อมกับมีการเคลื่อนที่ของสิ่งเหล่านี้ ทำให้มีการเติบโตของเกรนบางเกรนเกิดขึ้น ขั้นตอนนี้จะเกิดขึ้นไปเรื่อยๆอย่างต่อเนื่องขณะที่ช่องว่างรูพรุนเกิดการเชื่อมต่อกัน (พวกรูพรุนเปิด) และจะสิ้นสุดพฤติกรรมนี้ในทันที

เมื่อ วัสดุพูนมีการแยกตัวออกไปอยู่ต่างหาก (พวกรูพูนปิด) การหดตัวของชิ้นงานจะเกิดขึ้นมากที่สุดในการซินเตอร์ช่วงกลาง และอาจทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานมีค่าสูงถึงประมาณ 0.9 ได้ ดังภาพประกอบที่ 2.8 (ค)



ภาพประกอบที่ 2.7 พฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง [24]

- การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย (final stage sintering) เป็นช่วงที่วัสดุพูนในชิ้นงานเริ่มปิดตัวเองลง และค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากชิ้นงานอย่างช้าๆ โดยอาศัยกลไกการแพร่จากอากาศจากวัสดุพูนออกมาตามแนวของขอบเกรน แล้วหลุดออกไปตามแนวผิวของชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้ชิ้นงานเกิด การแน่นตัวเพิ่มขึ้นในการซินเตอร์ช่วงสุดท้ายดังภาพประกอบที่ 2.8 (ง) ถ้าการขนส่งมวลของสสารเกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรน (ทำให้เกิดการเติบโตของเกรน) ขั้นตอนในการซินเตอร์ในช่วงกลางก็ไม่มีกระบวนการแน่นตัวหรือหดตัวเกิดขึ้น การเติบโตของเกรนที่มากเกินไปหรือไม่ปกติ (abnormal grain growth) เช่นนี้มักจะทำให้เกิดรูพูนแบบปิดที่ถูกขังในเกรนขึ้นได้ ซึ่งสามารถกำจัดได้ยากเนื่องจากการแพร่ของแลตทิซเป็นกลไกที่ค่อนข้างช้า แต่ถ้าเป็นรูพูนแบบเปิดที่ติดอยู่กับบริเวณขอบเกรนก็สามารถกำจัดออกไปได้มากกว่า เนื่องจากการแพร่ของอะตอมเข้าไปในรูพูนจะเป็นไปอย่างรวดเร็ว ดังนั้นรูพูนที่ติดกับขอบเกรนจะมีข้อดีอยู่ 2 อย่าง ข้อแรก คือ ความเร็วในการเคลื่อนย้ายรูพูนเหล่านี้ ด้วยกลไกของการแพร่ของขอบเกรนสามารถกระทำได้ง่าย และข้อที่สอง คือ รูพูนเหล่านี้สามารถยับยั้งพฤติกรรมการโตของเกรนได้ด้วยการยึดตรึงของขอบเกรนไว้นั่นเอง



(ก) อนุภาคผงยึดกันอย่างหลวมๆ หลังการอัดขึ้นรูป

(ข) การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น

(ค) การซินเตอร์ช่วงกลาง

(ง) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย

ภาพประกอบที่ 2.8 ภาพลักษณะของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง [24]

2.8 การศึกษาการเกิดเฟสด้วย XRD

XRD เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัสดุพื้นฐาน เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยการศึกษาการเกิดเฟสนั้นใช้หลักการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังนี้

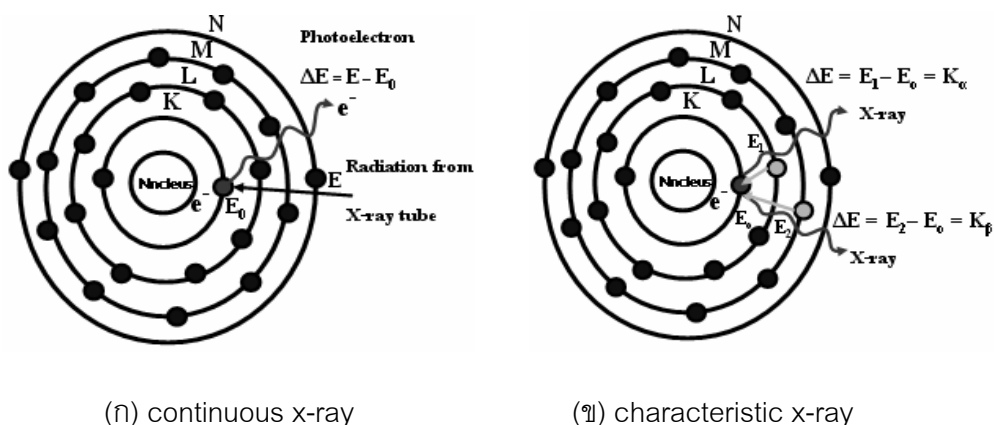
2.8.1 รังสีเอกซ์ (x-ray) จัดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม หรือ 0.01-10 นาโนเมตร สามารถทำให้อากาศ

หรือก๊าซเกิดการแตกตัวเป็นไอออนที่มีประจุฟ้าได้ รังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระตุ้นโดยอิเล็กตรอนปฐมภูมิแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ได้แก่

- รังสีเอกซ์ชนิดต่อเนื่อง (continuous x-ray) เกิดจากอิเล็กตรอน ปฐมภูมิทำ อันตรกิริยากับอะตอมที่บริเวณสนามकुलอมบีใกล้นิวเคลียส เกิดการเปลี่ยนทิศทางและสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วจึงคายพลังงานออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหลายช่วงคลื่นอย่างต่อเนื่อง ซึ่งพลังงานอิเล็กตรอนปฐมภูมิก่อนทำอันตรกิริยา (E) หรือพลังงานที่ได้จากหลอดรังสีเอกซ์ และพลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิหลังทำอันตรกิริยา (E_0) สามารถเขียนเป็นความสัมพันธ์

$$\Delta E = E - E_0 \quad (2.1)$$

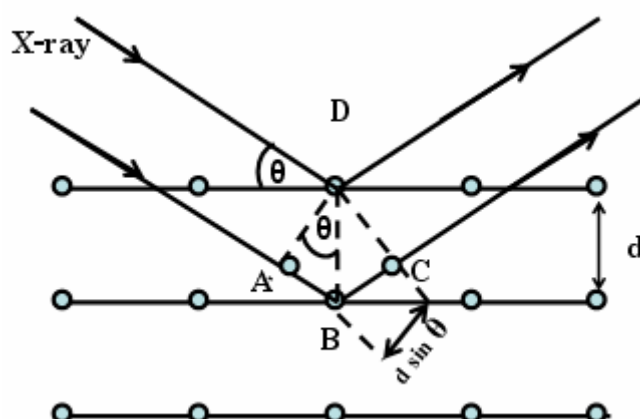
- รังสีเอกซ์เฉพาะธาตุ (characteristic x-ray) ลักษณะการเกิดจากอิเล็กตรอน ปฐมภูมิทำอันตรกิริยากับอะตอมบริเวณชั้นโคจรของอิเล็กตรอนของอะตอม ถ้าอิเล็กตรอนในชั้นโคจรใดถูกชนจนหลุดออกจากวงโคจรทำให้ช่องว่างเกิดขึ้น ดังนั้นอิเล็กตรอนในวงโคจรถัดไปก็จะเข้ามาแทนที่ แต่เนื่องจากอิเล็กตรอนในวงโคจรนอกมีพลังงานมากกว่า จึงต้องลดระดับพลังงานโดยคายพลังงานออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เช่น อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้น K ถูกชนแล้วอิเล็กตรอนในชั้น L ก็เข้ามาแทนที่พร้อมทั้งคายพลังงานออกมา ซึ่งพลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้จะเป็นช่วงรังสีเอกซ์เฉพาะธาตุ ดังภาพประกอบที่ 2.9



ภาพประกอบที่ 2.9 รังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระตุ้น [24]

2.8.2 หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เกิดเมื่อรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตกกระทบผลึกเกิดการกระเจิง โดยการชนกับอิเล็กตรอนของอะตอมในผลึก

โดยรังสีเอกซ์ที่กระเจิงนั้นยังคงมีค่าความยาวคลื่นที่ไม่เปลี่ยนแปลงไปจากเดิมและเกิดการเสริมสร้างของคลื่น การกระเจิงหรือการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบนี้ เป็นการกระเจิงแบบอาพันธ์ (coherent scattering) และเรียกระเจิงแบบนี้ว่า การกระเจิงแบบแบร็กก์ (bragg scattering) พิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยกฎของแบร็กก์ (bragg's law) ดังภาพประกอบที่ 2.10



ภาพประกอบที่ 2.10 การกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยชุดระนาบของผลึก [25]

เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่น λ ตกกระทบผลึกเกิดการกระเจิงจากชุดระนาบเดียวกันพิจารณารังสีกระทบแล้วเกิดการกระเจิงสำหรับระนาบสองระนาบ พบว่ารังสีทั้งสองมี optical path difference เท่ากับ $AB+BC$ และถ้ารังสีทั้งสองลำอยู่ในเฟสเดียวกันจะมีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ

$$AB+BC = n\lambda \quad (2.2)$$

เมื่อ n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1 2 3...

เนื่องจาก

$$AB+BC = 2d \sin \theta \quad (2.3)$$

โดยที่ θ คือ มุมที่เกิดขึ้นระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก
ดังนั้น

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.4)$$

ซึ่งสมการ (2.4) คือ สมการแบร็กก์ (bragg equation)

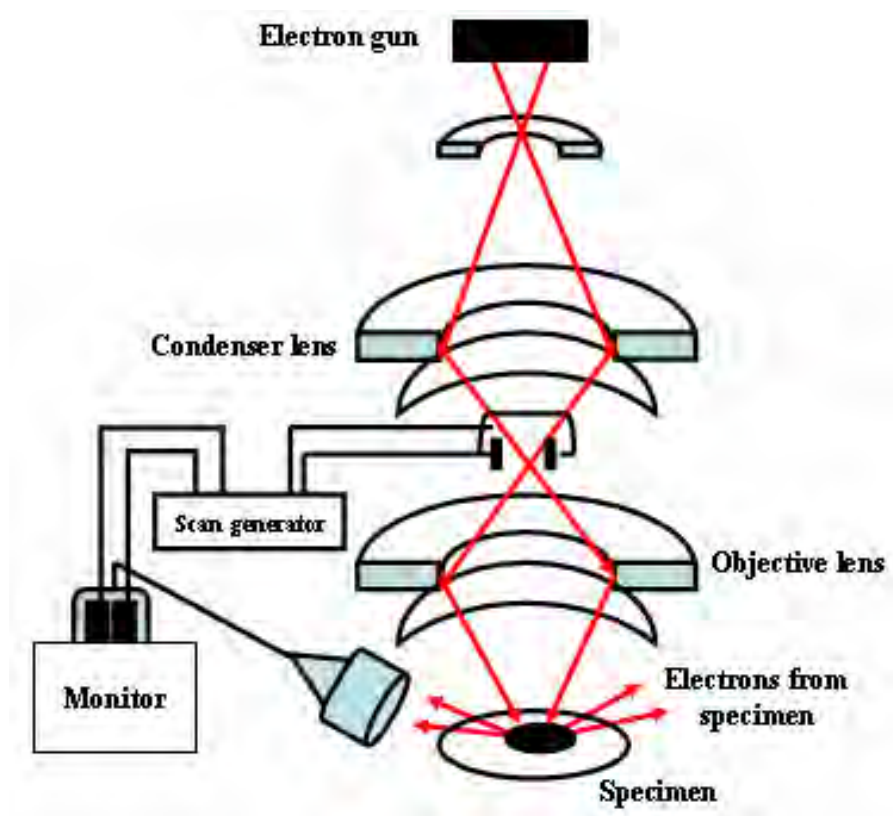
2.9 การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคด้วย SEM

หลักการทำงานของเครื่อง SEM แสดงดังภาพประกอบที่ 2.11 อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าสูง (1000 ถึง 3000 อิเล็กตรอนโวลต์หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นแอโนด ภายใต้ภาวะสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ (condenser lens) ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นนำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดหลอดควบคุมการ ส่งกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวของสารตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างจะเกิด การถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชนิดต่างๆออกมา ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของสารตัวอย่าง และวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะของอิเล็กตรอนชนิดต่างๆที่เกิดขึ้น คือ

1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron image: SEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3 ถึง 5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่ผิวระดับโมเลกุล (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) ซึ่งเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ โดยให้ข้อมูลลักษณะพื้นผิวและเป็นสิ่งที่นำมาสร้างภาพมากที่สุด

2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron image: BEI) หรือกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นที่ผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้กับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง ซึ่งให้ข้อมูลเกี่ยวกับส่วนผสมทางเคมี

3. รังสีเอกซ์ (x-ray image: XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นเฉพาะ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ โดยให้ข้อมูลเกี่ยวกับองค์ประกอบของธาตุ โดยใช้เทคนิค EDX



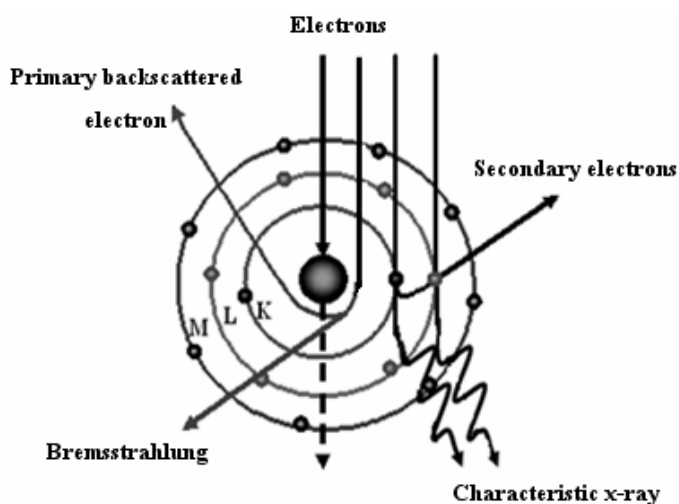
ภาพประกอบที่ 2.11 แผนภาพการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [4]

2.10 การวิเคราะห์สัณฐานธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDX

เป็นเทคนิคในการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุ จากพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับสารที่กำลังศึกษา มักจะใช้ร่วมกับ SEM

หลักการของ EDX เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ โดยมีหลักการทำงานคือ เมื่อให้ลำแสงพลังงานสูงตกกระทบบยังพื้นผิวของสารตัวอย่าง จะทำให้อิเล็กตรอนชั้นนอกของอะตอมสารหลุดออกไปเป็นอิเล็กตรอนอิสระ จากอิเล็กตรอนชั้นในโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากวงโคจรชั้นในและคายพลังงานที่มีความถี่สูงออกมาในรูปของ รังสีเอกซ์ โดยพลังงานที่คายออกมาจะมีค่าเฉพาะเจาะจงกับชนิดของอะตอมหรือธาตุนั้นๆ คือ

1. อ่านค่าพลังงานของรังสีเอกซ์บนสเปกตรัมของการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตรวจวัดได้ ซึ่งจะรายงานค่าความเข้มของรังสีบนแกนตั้งและค่าพลังงานรังสีบนแกนนอน
2. พลังงานรังสีเอกซ์ที่คายออกมาเนื่องจากการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุหนึ่งๆ จะมีความจำเพาะเจาะจงแยกแยะจากธาตุอื่นๆ ได้
3. แม้ว่าจะมีการซ้อนทับกันของตำแหน่งยอด (peak) แต่ส่วนใหญ่สามารถทราบได้ว่ามีธาตุใดเป็นส่วนประกอบ โดยพิจารณาจากตำแหน่งและความเข้มของ peak ข้างเคียง
4. ในกรณีที่ไม่มีเกิดการชน อิเล็กตรอนปฐมภูมิก็เคลื่อนที่ช้าลงและสูญเสียพลังงานจลน์ในรูปรังสีเอกซ์ เมื่อวิ่งผ่านอะตอมต่างๆ ในชิ้นงานในกรณีนี้พลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจะไม่เฉพาะเจาะจงกับชนิดของอะตอมในชิ้นงาน รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นในกรณีนี้จะเป็นพื้นฐานในสเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์เรียกว่า เบรมสตราลุง (bremsstrahlung radiation)



ภาพประกอบที่ 2.12 bremsstrahlung radiation [4]

2.11 คุณสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

2.11.1 การหรร้อยละของการหดตัว (percentage of shrinkage) เมื่อเซรามิกถูกอัดขึ้นรูป ทำให้อนุภาคของเซรามิกเข้ามาใกล้ชิดกัน ส่งผลทำให้เซรามิกมีขนาดเล็กลง เมื่อเผาซินเตอร์จะมีการสูญเสียน้ำและสารประกอบบางชนิดที่อยู่ในโครงสร้างเคมี และเมื่อถึงอุณหภูมิหลอมเหลวของวัสดุจะส่งผลให้เซรามิกมีขนาดเล็กลง ความพรุนน้อยลง ผลดังกล่าวทำให้เซรามิกเกิดการชำรุดแตกร้าวหรือบิดเบี้ยวได้ ขนาดของเซรามิกที่เล็กลงจากการหดตัวนี้ สามารถวัดได้โดยการทดสอบทั้ง

ก่อนเผาและ หลังเผา ในกรณีที่ต้องการการทำแท่งทดสอบด้วยการอัดเครื่อง (hydraulic press) จะใช้ความชื้น ร้อยละ 6-9 อัดเป็นรูปวงกลมเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.27 เซนติเมตร ใช้แรงอัด 3500 นิวตัน

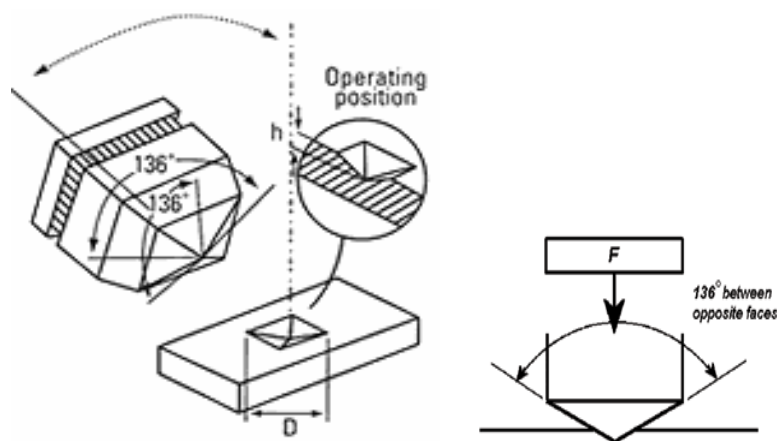
2.11.2 การหาค่าความหนาแน่นแบบแทนที่น้ำ ความหนาแน่นเป็นสมบัติเฉพาะของวัสดุ แต่ละชนิดที่แปรผันได้ตามปัจจัยต่างๆ เช่น ของแข็งชนิดเดียวกัน จะมีความหนาแน่นต่างกันตามสภาพของโครงสร้างสารเจือและรูพรุนในเนื้อวัสดุนั้นๆ ดังนั้น ในงานด้านเซรามิกจึงจำเป็นต้องศึกษา โดยในงานวิจัยนี้จะหาความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้แบบการแทนที่น้ำ โดยใช้หลักการของ อาร์คิมิดีส [13, 26]

2.12 สมบัติทางเชิงกลของเซรามิก

สมบัติทางกล (mechanical properties) ของวัสดุ หมายถึง ความสามารถในการรับแรง หรือภาระ (load) ในลักษณะต่างๆ โดยสมบัติทางกลของวัสดุที่สำคัญได้แก่ ความแข็ง (hardness) และความแข็งแรง (strength)

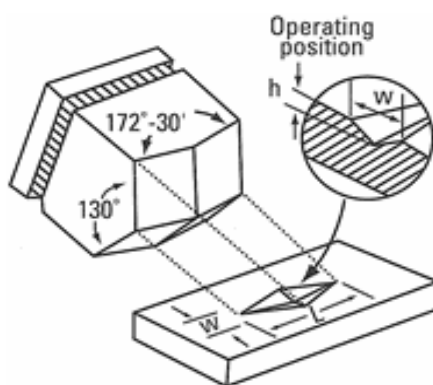
ความแข็ง คือ ความต้านทานต่อการผิดรูปอย่างถาวรของวัสดุ วิธีการวัดความแข็งได้อย่างแม่นยำ ทำได้โดยอาศัยเครื่องวัดความแข็ง (hardness tester) โดยเครื่องวัดความแข็งจะมีตัวกด (indenter) สำหรับกดลงบนพื้นผิววัสดุด้วยแรงขนาดต่างๆ กัน ซึ่งจะทำให้เกิดรอยบุ๋มขนาดต่างๆ กันด้วย จากนั้นจะทำการวัดรอยบุ๋มนั้นเพื่อนำมาคำนวณหาค่าความแข็งในแต่ละวิธีการวัดความแข็ง ซึ่งจะมีวิธีการคำนวณหาค่าแตกต่างกันออกไป

2.12.1 การทดสอบค่าความแข็งวิกเกอร์ (vickers hardness test) เทคนิคนี้เป็น การพัฒนามาจากการทดสอบแบบบริเนล เพื่อเพิ่มความแม่นยำในการวัด หัวกดที่ใช้ในวิธีการนี้ คือ เพชร ซึ่งมีรูปร่างเป็นพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส และมีมุมระหว่างผิวหน้าด้านตรงข้ามกันเท่ากับ 136 องศา แรงกดที่ใช้อยู่ระหว่าง 1 กรัม - 100 กิโลกรัม ใช้ระยะเวลากดประมาณ 10-15 วินาที รอยที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กในระดับไมครอนจึงต้องอาศัยกล้องจุลทรรศน์ในการช่วยคำนวณความแข็ง ค่าความแข็งที่ได้จะแสดงออกมามีค่าเช่น 800 HV/10 ซึ่งหมายถึง มีค่าความแข็งวิกเกอร์ 800 และใช้แรงกด 10 กิโลกรัม ค่าความแข็งที่ได้จากวิธีการนี้จะให้ผลที่ชัดเจนและเป็นรูปแบบมากกว่าวิธีการอื่นๆ และสามารถใช้ทดสอบวัสดุได้อย่างหลากหลายทั้งที่มีองค์ประกอบสม่ำเสมอและไม่สม่ำเสมอ [27]



ภาพประกอบที่ 2.13 ลักษณะของหัวกดแบบวิกเกอร์ [27]

2.12.2 การทดสอบค่าความแข็งนูน (knoop hardness test) วิธีการนี้จะคล้ายคลึงกับวิธีทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ แต่หัวกดที่ใช้เป็นเพชรรูปร่างพีระมิดที่มีมุมเป็น 130 องศา และ 172 องศา 30 ลิปดา เนื่องจากหัวกดมีลักษณะเรียวยาวจึงสร้างรอยกดที่มีความยาวของเส้นทแยงมุมมากกว่าวิธีการอื่นๆ ถึง 7 เท่า ทำให้สามารถเห็นภาพรอยกดได้อย่างชัดเจนแม้ใช้แรงกดต่ำ เทคนิคนี้จึงเหมาะสำหรับการทดสอบฟิล์มบาง หรือวัสดุที่เปราะแตกง่าย รวมถึงการทดสอบสมบัติที่ขึ้นอยู่กับทิศทาง (anisotropy) ได้



ภาพประกอบที่ 2.14 ลักษณะของหัวกดแบบนูน [27]

2.13 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีรีทเวลด

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของรีทเวลด เป็นการปรับโครงสร้างผลึกโดยพิจารณาเปรียบเทียบความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณกับ

จากผลการทดลอง [28] ซึ่งเป็นข้อมูลจำนวนนับที่มุมเลี้ยวเบนหนึ่งๆ ตั้งแต่มุมเริ่มต้นจนถึงมุมสุดท้ายตามที่ได้กำหนดไว้ โดยเว้นช่วงห่างเท่าๆ กัน (step-scan) [15] แทนการคำนวณแบบเดิมที่เปรียบเทียบค่าความเข้มอินดิเกรตของพีค ถ้าการปรับค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ของโครงสร้างผลึกเป็นไปอย่างเหมาะสม รูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณจะมีรูปแบบใกล้เคียงกันกับผลการทดลอง

ความเข้ม Y_{ic} ณ จุดหนึ่งจุดใดบนโปรไฟล์คำนวณจากสมการ

$$Y_{ic} = Y_{ib} + \sum_{k=\frac{1}{2}}^{\frac{1}{2}} G_{ik} I_k + \sum_{k=\frac{1}{2}}^{\frac{1}{2}} G_{ik} I_k \quad (2.6)$$

เมื่อ

Y_{ib} = ความเข้มของแบรคกราวน์

G_{ik} = พีคโปรไฟล์ฟังก์ชัน

I_k = ความเข้มที่เกิดจากระนาบการเลี้ยวเบน โดยจะขึ้นกับโครงสร้างผลึกในช่วงที่เจาะจงของพีคความเข้ม I_k เป็นไปตามสมการ

$$I_k = SM_k L_k |F_k| P_k \quad (2.7)$$

เมื่อ

S = เป็นสเกลแฟคเตอร์

M_k = จำนวนเชิงซ้อน

L_k = แฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรเซชัน

P_k = แฟคเตอร์เลื่อนตำแหน่ง เกิดจากทิศทางที่ต่างกันจะให้ความเข้มที่ต่างกัน เช่น ทิศทาง $\{001\}$ จะให้ความเข้มของการเลี้ยวเบนเฉพาะเส้น (001)

F_k = แฟคเตอร์โครงสร้างซึ่งหาได้จากสูตร

$$F_k = \sum_j^N f_j \exp[2\pi i(h_k x_j + k_k y_j + l_k z_j)] \quad (2.8)$$

โดย

f_j = ระยะทางการกระเจิงของอะตอมตัวที่ j

x_j, y_j, z_j = ตำแหน่งของพิกัดของอะตอมตัวที่ j ในหน่วยเซลล์

$h_k k_k l_k =$ ดัชนีมิลเลอร์ของระนาบที่ k
 ฟังก์ชันโพลาไรซ์ฟังก์ชันสามารถหาได้จากสมการต่อไปนี้

1. Psoudo-Voigt

$$G_{ik} = \frac{c_1^{1/2}}{H_k \pi} [1 + c_0 x_{ik}^2]^{-1} + (1+y) \frac{c_1^{1/2}}{H_k \pi^{1/2}} \exp[-c_1 x_{ik}^2] \quad (2.9)$$

$$C_0 = 4 \text{ และ } C_1 = 4 \ln 2$$

$$X_{ik} = (2\theta_i - 2\theta_k) / H_k$$

γ = พารามิเตอร์ที่ปรับค่าได้

H_k = ค่าความกว้างของพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูง (FWHM) ของรีเวิร์กการเลี้ยวเบนจาก
 ระนาบที่ k

$$H_k = (U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W)^{1/2} \quad (2.10)$$

เมื่อ $U V W$ เป็นพารามิเตอร์ที่สามารถปรับค่าได้

2. Voigt

$$G_{ik} = \frac{c_1^{1/2}}{H_{GK} \pi^{1/2}} \text{Re} \left[\left(c_1^{1/2} x_{ik} + i c_3 H_{LK} \right) \right] \quad (2.11)$$

$$C_1 = 4 \ln 2 \text{ และ } C_3 = 2^{-3/2}$$

H_{GK} = ค่าความกว้างของพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูงจากแก๊สเซียน

H_{LK} = ค่าความกว้างของพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูงจากลอเรนซ์

ความสัมพันธ์ระหว่างผลการทดลองกับผลการคำนวณซึ่งได้จากโครงสร้างของผลึก
 สมมติพิจารณาจากค่าความเชื่อถือต่อไปนี้

$$1. \text{ Profile } R_p = \sum \left| \frac{Y_{io} - Y_{ic}}{\sum Y_{io}} \right|$$

$$2. \text{ Weight Profile } R_{wp} = \left[\frac{\sum W_i (Y_{io} - Y_{ic})^2}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^{1/2}$$

$$3. \text{ Bragg } R_B = \sum \left| \frac{I_{ko} - I_{kc}}{\sum I_{ko}} \right|$$

$$4. \text{ The expect } R_{exp} = \left[\frac{N - P}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^2$$

$$5. \text{ The goodness of fit (GOF)} = \frac{\sum W_i (Y_{io} - Y_{ic})}{N - P}$$

เมื่อ Weight $W_i = \frac{1}{\sigma_i^2} = \frac{n}{Y_{ic}}$

Y_{io} = เป็นความเข้มข้นการทดลองที่มุม i

Y_{ic} = เป็นความเข้มข้นการคำนวณที่มุม i

I_{ko} = เป็นความเข้มอินทิเกรตของพีคการเลี้ยวเบนจากการทดลองของระนาบ k

I_{kc} = เป็นความเข้มอินทิเกรตของพีคการเลี้ยวเบนจากการคำนวณของระนาบ k

N = เป็นจำนวนข้อมูล

P = เป็นจำนวนพารามิเตอร์ที่ต้องการปรับค่า

n = เป็นจำนวนหัววัด

การหาปริมาณเฟสโดยวิธีการคำนวณของรียทเวลด์ (rietveld)

สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสในของผสมที่ต้องการศึกษา มีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าสเกลแฟคเตอร์ (scale factor) ในสมการที่ 2.7 สามารถแสดงความสัมพันธ์ของสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสได้คือ

$$W_p = S_p (SMV)_p / \sum_i S_i (ZMV)_i \quad (2.12)$$

เมื่อ

S_p = สเกลแฟคเตอร์ของเฟส P ที่ต้องการคำนวณน้ำหนัก

S_i = สเกลแฟคเตอร์ของเฟส i ในสารตัวอย่าง

Z = เลขโครงสร้างแต่ละผลึก

M = มวลโครงสร้างผลึก

V = ปริมาตรโครงสร้างผลึก

เมื่อพิจารณาค่า S_p ซึ่งสามารถแสดงรายละเอียดได้ดังนี้

$$S_p = m_p / (Z_p M_p V_p) C \quad (2.13)$$

m_p = มวลเฟส

Z_p = เลขโครงสร้างแต่ละผลึก

M_p = มวลเฟสโครงสร้างผลึก

V_p = ปริมาตรโครงสร้างผลึก

C = ค่าคงที่ของเครื่องมือที่ใช้ในการบันทึกการเลี้ยวเบน

องค์ประกอบของมวลเฟสแสดงได้ดังนี้

$$m_p a S_p (Z_p M_p V_p) \quad (2.14)$$

ดังนั้น ในการหาสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสโดยวิธีการของริทเวลดจะขึ้นอยู่กับค่าสเกลแฟคเตอร์ของเฟสมวลและปริมาตรของหน่วยเซลล์ [25]

2.14 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Al_2O_3 เป็นวัสดุเซรามิกหนึ่งที่ถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวาง เนื่องจาก Al_2O_3 มีมอดูลัสความยืดหยุ่น (elastic modulus) สูงและความต้านทานต่อการกัดกร่อนของปฏิกิริยาเคมี (chemical corrosion resistance) ตลอดจนความต้านทานการสึกกร่อนหรือการขัดสี (wear resistance) ที่ดี อย่างไรก็ตาม Al_2O_3 ยังมีคุณสมบัติเชิงกลที่ไม่ดีมากนัก จึงได้มีการศึกษาเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกล ด้วยการผสมสาร ZrO_2 [9, 15-16, 25, 29] จากรายงานของ P. G. Rao และคณะ (1997 : 1919) ที่ศึกษา ZrO_2 สัดส่วนร้อยละ 15 โดยโมล ลงใน Al_2O_3 พบว่าทำให้มีความเหนียว 8.5 เมกะปาสคาล.เมตร^{1/2} ซึ่งมีค่ามากกว่า Al_2O_3 บริสุทธิ์ ที่ให้ค่าเหนียวเท่ากับ 3.5 เมกะปาสคาล.เมตร^{1/2} และจากรายงานของ อติศร มิ่งวงศ์ธรรม ที่ศึกษาเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 ที่สัดส่วน ZrO_2 ทั้งหมด 11 สัดส่วน คือ ร้อยละ 1-50 โดยโมล พบว่าที่สัดส่วนร้อยละ 25 โดยโมล ให้

ค่าความหนาแน่นสูงสุด คือ 4.179 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าความแข็งสูงสุดจากชุดทดสอบแบบ วิกเกอร์และนูนเท็กซ์ 17.433 และ 9.505 เมกะปาสคาล ตามลำดับ

ต่อมาในปี พ. ศ. 2552 สาวิตรี งามเถื่อน และพิกุล ชูรัตน์ ได้ศึกษาการเตรียมและหาลักษณะเฉพาะของเซรามิก Al_2O_3 ที่ผสม ZrO_2 ร้อยละ 5 โดยโมล ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเจือด้วย Y_2O_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดคือ 1650°C และสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก เนื่องจากได้เซรามิกที่มีความแน่นตัวที่ดีที่สุด คือ 4.136 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการศึกษา Al_2O_3 ที่ผสม ZrO_2 ร้อยละ 5 โดยโมล ของ อติศร มิ่งวงศ์ธรรม ที่ได้ค่าความหนาแน่น 3.341 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร แสดงว่าการเจือ Y_2O_3 ส่งผลให้มีค่าความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น

นอกจากนี้ V. V. Srdic และคณะ (2008 : 2727-2735) กล่าวว่า โดยปกติ ZrO_2 ถูกนำไปประยุกต์ในด้านต่างๆ เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysts) อิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ในเซลล์เชื้อเพลิงและเป็นวัสดุเชิงชีวภาพ (biomaterials) เนื่องจาก ZrO_2 มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดี ทนต่อการกัดกร่อนของปฏิกิริยาได้ดี และ W.H.Tuan และคณะ (2002 : 2827-2833) ได้กล่าวว่า ZrO_2 มีโครงสร้าง 3 แบบ คือ โมโนคลินิก เตตระโกนอล และคิวบิก โดย ZrO_2 จะมีความเหนียวดีที่สุด เมื่ออยู่ในรูปเฟส เตตระโกนอล และเฟสจะเปลี่ยนไปเมื่ออุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลง แต่ในขณะเดียวกันสามารถทำให้เฟสเตตระโกนอลคงรูปอยู่ได้ แม้จะลดอุณหภูมิลงถึงอุณหภูมิห้อง เมื่อเจือสาร Y_2O_3 เข้าไปใน ZrO_2 และได้ศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของสารประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ ที่เตรียมด้วยการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1600°C พบว่าค่ามอดูลัสความยืดหยุ่น ความแข็งและความเหนียวที่เป็นตัวชี้วัดโครงสร้างจุลภาคของสารประกอบ เพราะว่ามีกรรวม ZrO_2 เข้าไปเป็นตัวปิดใน Al_2O_3 ซึ่งแต่เดิมจะมีอิทธิพลไฮดรอกซิลในอนุภาค t- ZrO_2 ที่สามารถแพร่กระจายเข้าไปใกล้ m- ZrO_2 ในระหว่างการซินเตอร์ และเฟสของ m- ZrO_2 จะเสถียรหลังการซินเตอร์ ความแข็งของ $\text{Al}_2\text{O}_3/(t\text{-ZrO}_2 + m\text{-ZrO}_2)$ มีค่าสูงถึง 940 เมกะปาสคาล หลังจากที่บดแล้ว เมื่อหาค่าความแข็งของ $\text{Al}_2\text{O}_3/5\% t\text{-ZrO}_2$ ขณะซินเตอร์และหลังการบด พบว่ามีค่าความแข็งเท่ากับ 310 ± 25 และ 502 ± 31 เมกะปาสคาล ตามลำดับ ซึ่งมีค่าความแข็งมากกว่า $\text{Al}_2\text{O}_3/5\% m\text{-ZrO}_2$ ที่มีค่าเท่ากับ 303 ± 23 และ 421 ± 33 เมกะปาสคาล ตามลำดับ แสดงว่าให้เห็นว่าการเจือ Y_2O_3 ทำให้มีค่าความแข็งมากกว่าที่มีเฉพาะ Al_2O_3 และ ZrO_2

ต่อมา M. Weimin และคณะ (2008 : 100-106) ได้ทำการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคและการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมของสารประกอบ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 10 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ที่สัดส่วนการเจือของ Y_2O_3 ร้อยละ 2 และ 3 โดยโมล ที่เตรียมด้วยการ ball

milling พบว่า relative density สูงสุด ของ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ (3Y) และ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ (2Y) มีค่า 99.6 เปอร์เซ็นต์ และ 99.4 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก

นอกจากองค์ประกอบทางเคมีที่มีผลต่อคุณสมบัติของวัสดุแล้ว สมบัติต่างๆของวัสดุขึ้นอยู่กับโครงสร้างภายในของวัสดุนั้น ซึ่งมีผลต่อการนำวัสดุไปผ่านกระบวนการผลิตและนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปใช้งาน โดยการเลือกวัสดุต้องพิจารณาทั้งสมบัติของวัสดุในระหว่างการผลิตด้วย [8] โดย ศิริอร จุลทา ได้ศึกษาผลการให้ความร้อนในกระบวนการซินเตอร์ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1600°C พบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาเผาแซ่ โดยเวลาเผาแซ่ที่เหมาะสม คือ 120 นาที ที่อัตราการเพิ่มและลดของอุณหภูมิ $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$ [30]

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ ขั้นตอนการเตรียมเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน 4 สัดส่วน และขั้นตอนการตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆ

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย มีดังนี้

1. $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
2. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
3. Y_2O_3	ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
4. NH_4OH	ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
5. น้ำกลั่น	ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์
6. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)	ความบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์
7. $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
8. AgNO_3	

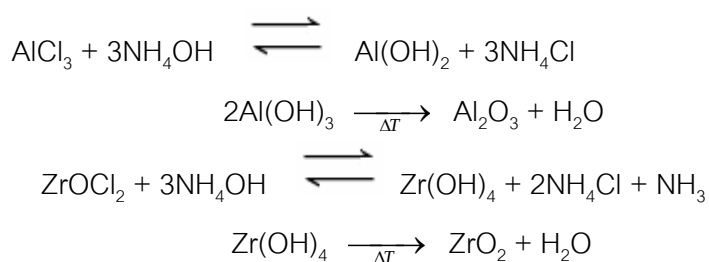
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย มีดังนี้

1. บีกเกอร์ ขนาด 100 250 600 1000 และ 2000 มิลลิเมตร
2. ขวดรูปชมพู่ขนาด 1000 มิลลิเมตร
3. แท่งแก้วคน
4. กระบอกชนิดยาขนาด 10 และ 20 มิลลิเมตร
5. ช้อนตักสาร
6. กรวยกรอง
7. กระดาษกรองเส้นผ่าศูนย์กลาง 150 มิลลิเมตร
8. ครกบด
9. ถูขีบไล่สาร และกระดาษฟรอยล์
10. ถ้วย Al_2O_3 พร้อมฝาปิด
11. เครื่องชั่งดิจิตอล ความละเอียด 0.0001 กรัม
12. เตาแมกเนติกสเตอว์เวอร์
13. ตู้ดูดควัน

14. เตาเผาไฟฟ้า cabolite รุ่น control 201
15. เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง
16. เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก
17. เลื่อยกราว หน้ากาก ถุงมือ
18. อุปกรณ์ทำความสะอาด
19. SEM รวมถึงชุดวิเคราะห์สัดส่วนธาตุด้วยเทคนิค EDX
20. เครื่อง XRD
21. ชุดทดสอบสมบัติความแข็งของเซรามิก
22. กระจกพลาสติกพร้อมฝาปิด
23. ลูกบิด
24. ตะแกรงกรอง
25. เครื่องบดย่อยแบบลูกบอล (ball milling)

3.3 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3

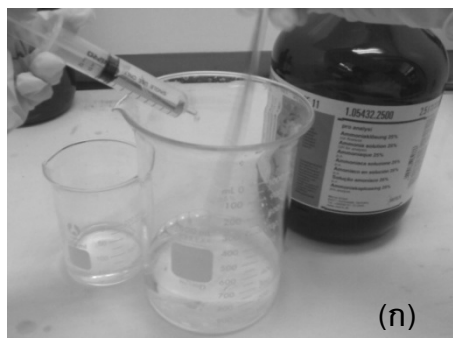
3.3.1 กระบวนการเตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ เตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมสาร โดยทำการเตรียมในตู้ดูดควัน ตามขั้นตอนดังนี้ คำนวณและชั่งสาร $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ตามสัดส่วนที่กำหนดทั้งสิ้น 5 สัดส่วน โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีดังสมการ



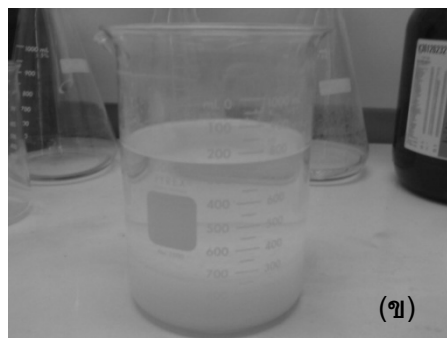
ตารางที่ 3.1 สัดส่วนการเจือระหว่าง Al_2O_3 - ZrO_2 ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม

$\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (ร้อยละโดยโมล)	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	$(1-x) \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{ZrO}_2$
15	85	0.85 Al_2O_3 0.15 ZrO_2
25	75	0.75 Al_2O_3 0.25 ZrO_2
35	65	0.65 Al_2O_3 0.35 ZrO_2
45	55	0.55 Al_2O_3 0.45 ZrO_2
50	50	0.50 Al_2O_3 0.50 ZrO_2

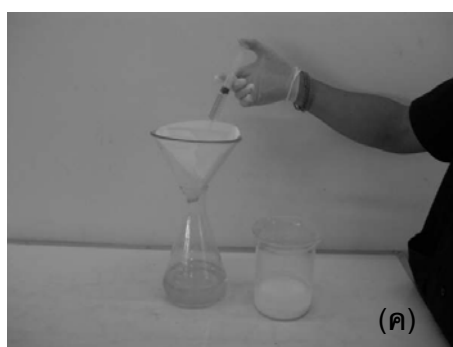
นำสารที่ซึ่งได้ละลายน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง เติมสารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH) และกระตุ้นด้วยการคนเพื่อเร่งให้เกิดตะกอน ดังภาพประกอบที่ 3.1 (ก) โดยเพิ่ม NH_4OH มากขึ้นจนเกิดตะกอนของสารตั้งต้น แล้วทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาพประกอบที่ 3.1 (ข) กรองตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องเพื่อกำจัด Cl โดยทำการล้างซ้ำประมาณ 10 ครั้ง ดังภาพประกอบที่ 3.1 (ค) และภาพประกอบที่ 3.1 (ง) แต่ละครึ่งตั้งให้ตกตะกอนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทดสอบ Cl ด้วย AgNO_3 ทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C และนำผงแห้งไปบดด้วยครกบด ดังภาพประกอบที่ 3.1 (จ) และภาพประกอบที่ 3.1 (ฉ) จะได้ผงเซรามิกนำ ผงเซรามิกไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที่}$



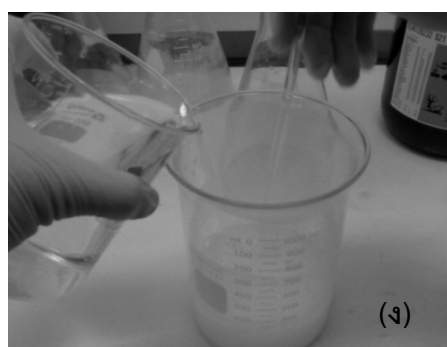
(ก)



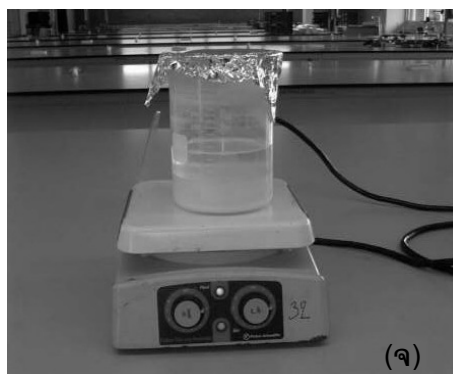
(ข)



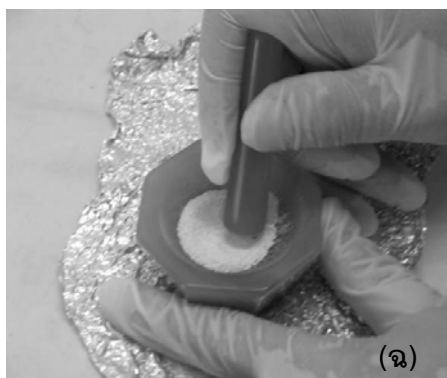
(ค)



(ง)



(จ)



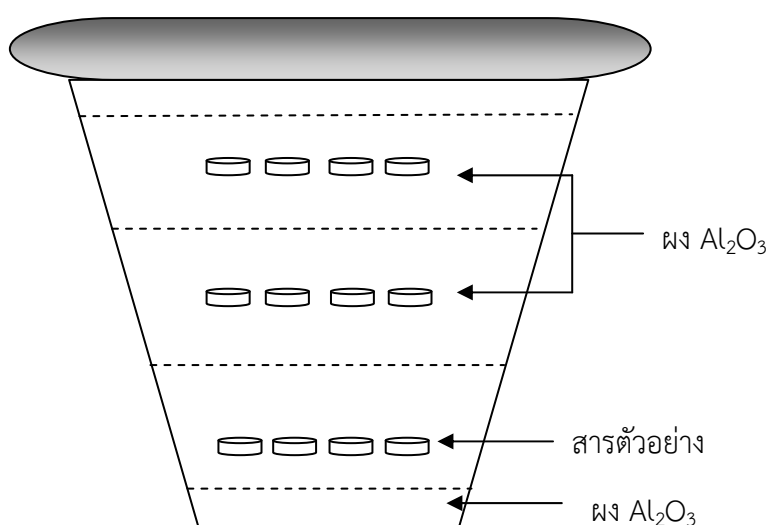
(ฉ)

ภาพประกอบที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ โดยการตกตะกอนร่วม

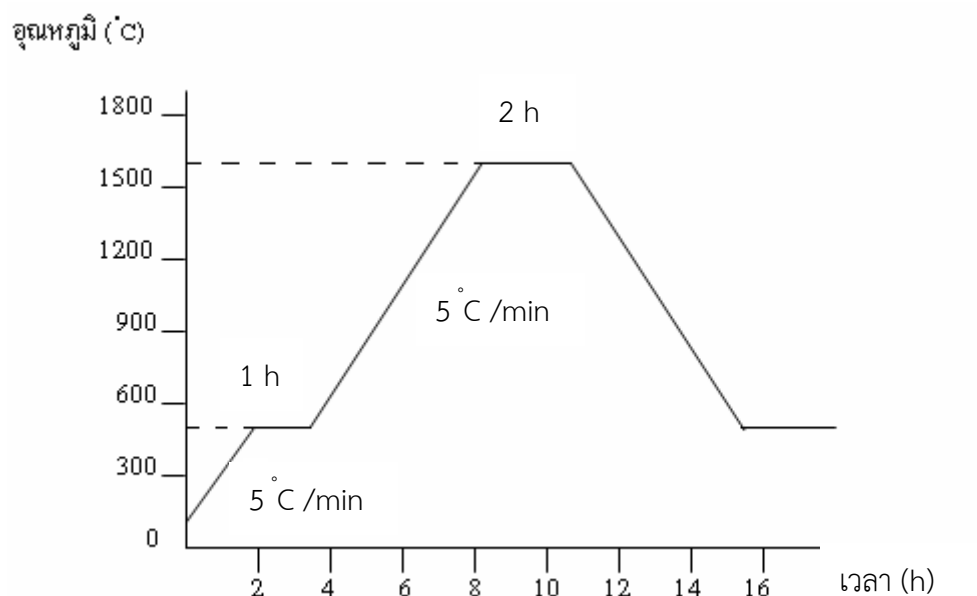
3.3.2 การเตรียมผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือ Y_2O_3 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง สำหรับการเตรียมวัสดุผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ทั้ง 4 สัดส่วน คือ 2 4 6 และ 8 เริ่มต้นจากการชั่งสารทั้งสองตามสัดส่วนที่ต้องการผสมกันในบีกเกอร์ โดยใช้เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เป็นตัวช่วยผสม จากนั้นนำสารที่ได้ไปบดย่อยด้วยเครื่องบดแบบลูกบอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ผ่านการบดย่อยแล้วคนให้เข้ากันโดยใช้เม็ดแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วให้ความร้อนเพื่อไล่ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ออกจากสารจนแห้ง นำสารออกจากบีกเกอร์ แล้วนำไปบดในครกบดสาร 1 ชั่วโมง จากนั้น

นำผงที่เตรียมได้นี้ใส่ในถ้วย Al_2O_3 แล้วนำไปเผาแคลไซน์ ด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1250 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่

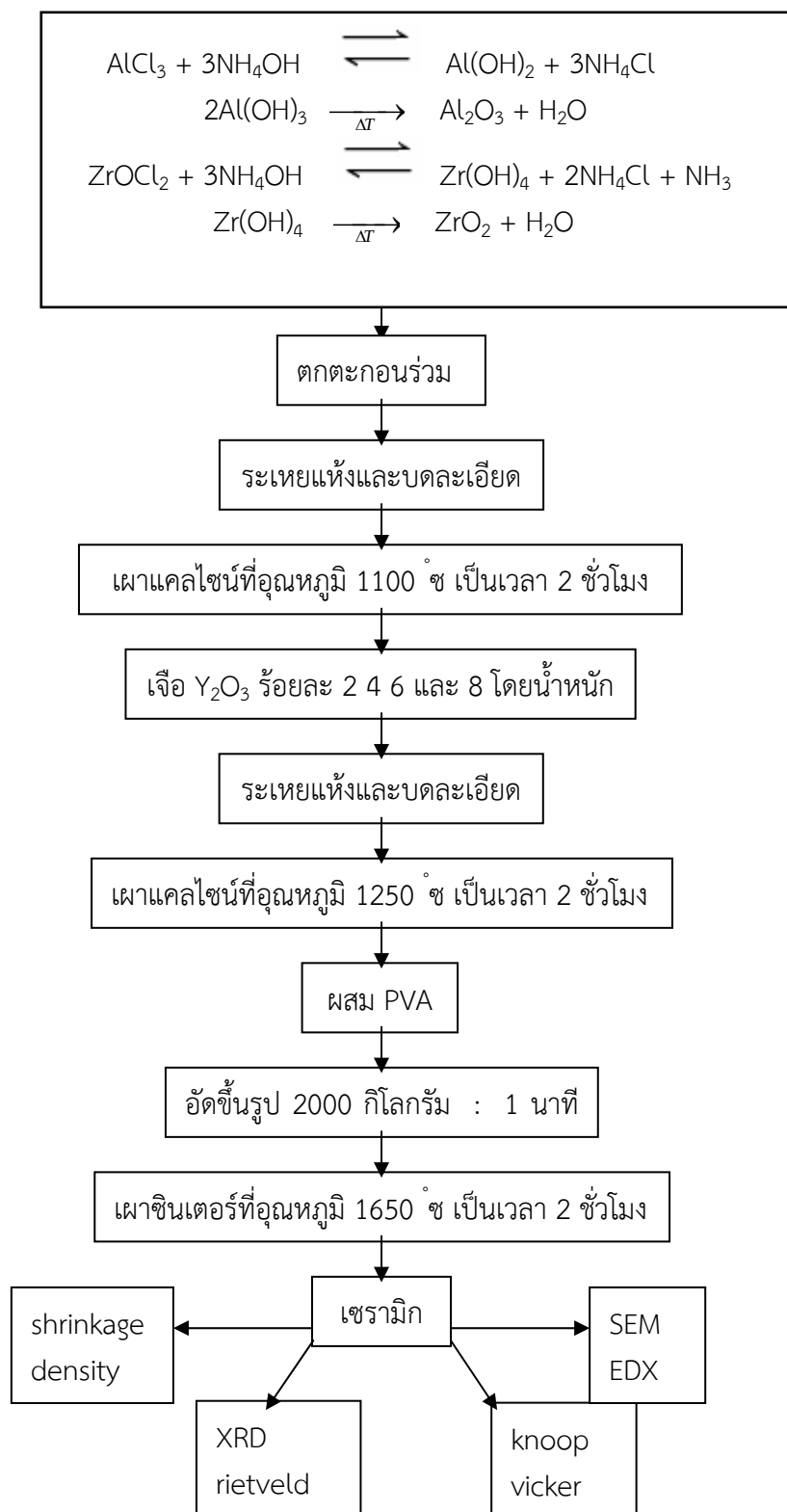
3.3.3 การเตรียมเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 เมื่อได้ผง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 ที่เผาแคลไซน์แล้ว ไปขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดความดันระบบไฮดรอลิกให้เป็นเม็ด เพื่อเพิ่มความแน่นก่อนนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง ซึ่งในการอัดขึ้นรูปสารทำได้โดยการชั่งสาร 0.5 กรัม บดผสมด้วย PVA เพื่อช่วยในการอัดขึ้นรูป จากนั้นใส่ลงในแม่พิมพ์ ปิดแม่พิมพ์แล้วใส่เข้าไปในเครื่องอัด ทำการอัดโดยใช้แรงดัน 2 ตัน เป็นเวลา 1 นาที แล้วนำสารออกจากแบบพิมพ์ จากนั้นนำเม็ด $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ จัดเรียงลงในถ้วย Al_2O_3 เป็นชั้นๆ โดยกลบด้วยผง Al_2O_3 บริสุทธิ์เพื่อรักษาอุณหภูมิให้กระจายทั่วถึงเท่ากันทุกทิศทาง ดังภาพประกอบที่ 3.2 แล้วนำไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูง โดยเผา 2 ช่วง ในการเผาช่วงแรกใช้อุณหภูมิ 500 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเป็นการไล่ PVA จากนั้นเผาซินเตอร์ในช่วงที่สอง โดยการเผาอุณหภูมิ 1650 °ซ โดยเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ แสดงแผนผังการให้ความร้อน แสดงดังภาพประกอบที่ 3.3



ภาพประกอบที่ 3.2 การจัดเรียงเม็ดเซรามิกในถ้วย Al_2O_3 สำหรับการเผาซินเตอร์ [27]



ภาพประกอบที่ 3.3 แผนผังการให้ความร้อนในการเผาซินเตอร์ (T_{S1} คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาได้ PVA และ T_{S2} คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ คือ 1650 °ซ) [27]



ภาพประกอบที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ผลของเซรามิก

3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

3.4.1 การหาค่าร้อยละการหดตัว (shrinkage) หลังจากที่ได้เผา $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์เรียบร้อยแล้วนำมาหาค่าร้อยละของการหดตัวภายหลังการเผาในรูปแบบของการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) ซึ่งได้วัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดเซรามิกก่อนเผา (D_1) จากนั้นวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ด เซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้ว (D_2) โดยเลือกเม็ดสารตัวอย่างที่สมบูรณ์ที่สุดไม่มีการแตกหัก โดยใช้ เวอร์เนียคาลิเปอร์ในการวัดเส้นผ่านศูนย์กลาง จากนั้นนำค่าที่ได้จากการวัดมาคำนวณหาร้อยละของการหดตัวของเซรามิกจาก สมการที่ (3.1) ดังนี้

$$\text{Shrinkage} = \left(\frac{D_1 - D_2}{D_1} \right) \times 100\% \quad (3.1)$$

เมื่อ D_1 และ D_2 เป็นเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนและหลังเผาซินเตอร์ตามลำดับ

3.4.2 การหาค่าความหนาแน่น (density) นำเม็ด $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วมาหาค่าความหนาแน่นโดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอะคิมิดีส (Archimedes's principle) ซึ่งเริ่มจากการทำความสะอาดเม็ดสารตัวอย่างโดยการขัดด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปชั่งเพื่อหามวลในขณะแห้ง (W_1) จากนั้นนำไปต้มในน้ำบริสุทธิ์ที่เดือดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้อิ่มตัวเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่ง ในขณะเปียก (W_2) โดยซับน้ำส่วนเกินออกจากเม็ดสารก่อนชั่ง แล้วจึงนำไปชั่งหามวลจากการแทนที่น้ำในน้ำบริสุทธิ์ (W_3) จากนั้นนำค่าที่ได้ทั้งหมดมาคำนวณหาความหนาแน่นจากสมการที่ (3.2)

$$\rho = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{\text{water}} \quad (3.2)$$

เมื่อ

ρ คือ ความหนาแน่นของเซรามิก

ρ_{water} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง

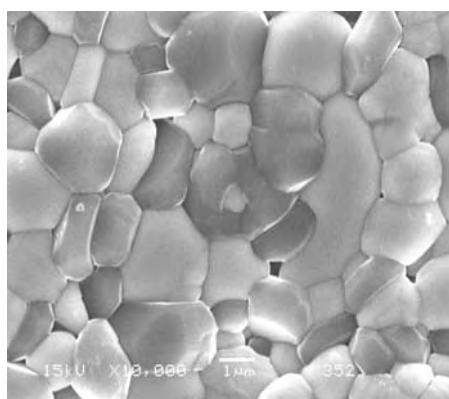
W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง

W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก

W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

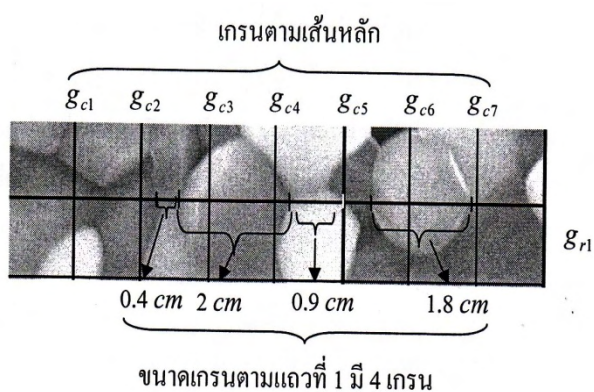
3.5 กระบวนการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM

นำเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่เจือด้วย Y_2O_3 มาทำการตรวจสอบโครงสร้างในระดับจุลภาคด้วย SEM และวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDX เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาประกอบการอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบทางโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยการนำเซรามิกที่เตรียมได้ไปทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ จากนั้นนำไปอบกำจัดความชื้นที่อุณหภูมิ 200 °C หลังจากนั้นนำเซรามิกมาหักเป็นชิ้นเล็ก ตัดลงบนแท่นทองเหลืองด้วยเทปกาวสองหน้าเพื่อตรวจดูผิวหน้าและรอยแตกโดยจัดให้ผิวหน้าวางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการตรวจสอบด้วย SEM จากนั้นทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยเทคนิคสเปตเตอร์เป็นเวลาประมาณ 5 นาที แล้วนำไปศึกษาด้วย SEM จะได้ภาพถ่ายของเซรามิกออกมา แสดงดังภาพประกอบที่ 3.5 ซึ่งบนภาพถ่าย SEM จะแสดงพลังงานที่ใช้ในการเร่งอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้ไปกระทบกับผิวเซรามิก (15 กิโลโวลต์) กำลังขยายของภาพ (10000 เท่า) สเกลที่บอกขนาดภาพจริง (1 ไมโครเมตร) และสัญลักษณ์ที่บอกถึงชิ้นงานที่ศึกษาเป็นเซรามิกที่สัดส่วนใด (เซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก หรือ 352)



ภาพประกอบที่ 3.5 ภาพถ่ายจาก SEM ของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก

เมื่อได้ภาพถ่ายจาก SEM แล้วทำการตรวจวัดขนาดเกรนเฉลี่ยด้วยวิธีการวัดจุดตัดเชิงเส้น (linear interception) ซึ่งเป็นการวัดขนาดของเกรนโดยใช้ค่าทางสถิติ โดยเริ่มจากการใช้ไม้บรรทัดตีช่องขนาด 1×1 ตารางเซนติเมตร ให้เต็มภาพ ดังภาพประกอบที่ 3.6 จากนั้นทำการวัดขนาดเกรนโดยวัดเกรนที่มีขอบเกรนตัดเส้นที่ 1 รวมค่าที่วัดได้แล้วหารด้วยจำนวนเกรนของเส้นที่ 1 จากนั้นทำการวัดเกรนเฉลี่ยในเส้นที่ 2, 3, 4,..., n ซึ่งจะทำให้ได้ค่าตามลำดับ



ภาพประกอบที่ 3.6 วิธีการหาขนาดของเกรนเฉลี่ย [27]

ตัวอย่างการหาค่าขนาดเกรนเฉลี่ยตามแถวที่ 1

$$g_{r1} = (0.40 + 2.00 + 0.90 + 1.80) / 4$$

$$= 1.30 \times 10^{-2} \text{ เมตร}$$

ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ย

$$G_a = (G_r + G_c) / \text{จำนวนข้อมูล}$$

$$= (11.8 + 15.8) / 19$$

$$= 1.45 \times 10^{-2} \text{ เมตร}$$

การเทียบมาตรฐานส่วนจากภาพให้เป็นขนาดเกรนในระดับจริง คือ

จากภาพ $1.50 \times 10^{-2} \text{ เมตร} = 1.00 \times 10^{-6} \text{ เมตร}$

ถ้า $1.45 \times 10^{-2} \text{ เมตร} = (1.45 \times 10^{-2} \times 1.00 \times 10^{-6}) / 1.50 \times 10^{-2}$

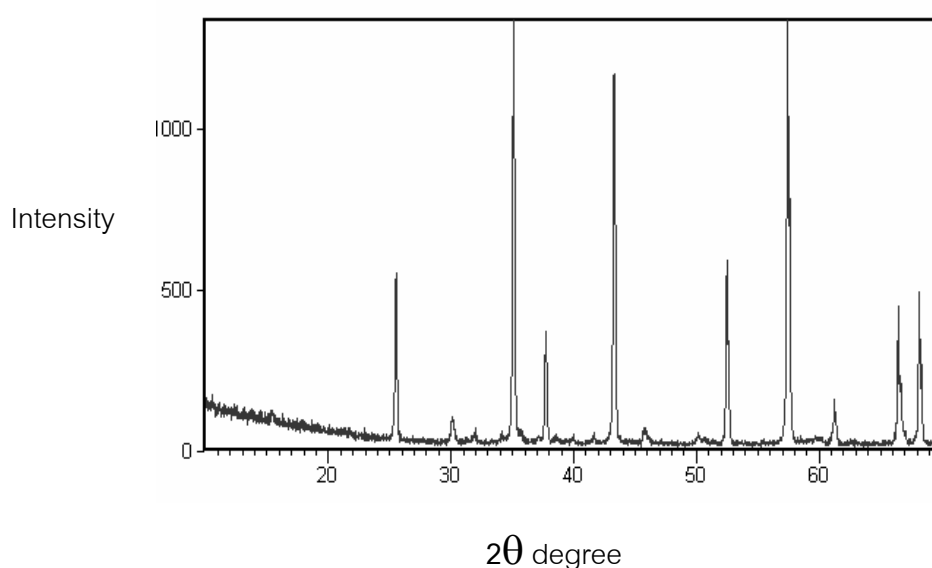
$$= 0.97 \times 10^{-6} \text{ เมตร}$$

ดังนั้น $G_a = 0.97 \quad \text{ไมโครเมตร}$

3.6 การตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

กระบวนการตรวจสอบเฟสของเซรามิกที่ผ่านกระบวนการซินเตอร์ สามารถตรวจสอบได้โดยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction) ซึ่งสามารถตรวจสอบและหาปริมาณของเฟสที่

เกิดขึ้นโดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนพื้นผิวของวัสดุ แล้วเกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่แตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างและระนาบของผลึก (hkl) ที่รังสีเอกซ์ตกกระทบภายในวัสดุนั้น โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแต่ละชนิดจะมีความจำเพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ เมื่อตรวจจับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ แล้วนำมาวิเคราะห์ก็สามารถจำแนกสารหรือวัสดุนั้นได้ว่าเป็นสารชนิดใด โดยจะพิจารณาที่มุมการเลี้ยวเบนและค่าความเข้มของรังสีเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ดังภาพประกอบที่ 3.7 ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นสามารถนำมาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นว่าเป็นสารชนิดใด



ภาพประกอบที่ 3.7 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการบวกรเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [27]

3.7 การศึกษาสมบัติเชิงกล

3.7.1 การทดสอบค่าความแข็งวิกเกอร์ (vickers hardness test) การทดสอบแบบวิกเกอร์นี้ ค่าที่ได้เป็นอัตราส่วนระหว่างแรงที่ใช้ต่อพื้นที่ของรอยกด หัวกดเป็นเพชรรูปพีระมิด แรงที่ใช้มีตั้งแต่ 5-120 กิโลกรัม ขึ้นอยู่กับความแข็งของวัสดุ การคำนวณค่า vickers hardness number (H_V) หรือ diamond-pyramid hardness (DPH) ใช้สูตร

$$H_V = \frac{1.8544F}{D^2} \quad (3.3)$$

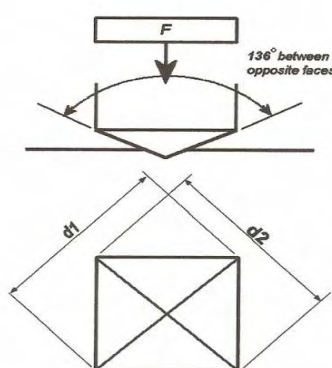
โดยที่

H_v = ความแข็งวิกเกอร์ (จิกะปาสคาล)

F = น้ำหนักที่กด (กิโลกรัม)

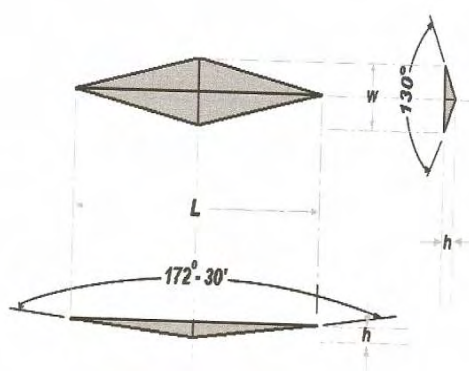
D = ความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุม (มิลลิเมตร)

1.8544 เป็นค่า $2 \sin (\theta/2)$ เมื่อ θ เป็นมุมระหว่างหน้าตรงข้ามของเพชร ซึ่งเท่ากับ 136 องศา ดังภาพประกอบที่ 3.8 การทดสอบแบบนี้เหมาะกับตัวอย่างที่บางและแข็งมากๆ



ภาพประกอบที่ 3.8 ลักษณะรอยกดที่เกิดจากการวัดความแข็งวิกเกอร์ [4]

3.7.2 การทดสอบค่าความแข็งนูน (knoop hardness test) มีลักษณะคล้ายกับวิกเกอร์แต่หัวกดที่ใช้เป็นเพชรรูปร่างพีระมิดที่มีมุมเป็น 130 องศา และ 172 องศา 30 ลิปดา ดังภาพประกอบที่ 3.9



ภาพประกอบที่ 3.9 ลักษณะรอยกดที่เกิดจากการทดสอบความแข็งนูน [4]

$$H_k = \frac{14.299F}{d^2} \quad (3.4)$$

เมื่อ

 H_k = ความแข็งวิกเกอร์ (จิกะปาสคาล) F = น้ำหนักที่กด (กิโลกรัม) d^2 = พื้นที่ของรอยกด (ตารางเมตร)

3.7.3 การหาค่าความเหนียว (fracture toughness) เป็นการนำผลจากการทดสอบค่าความแข็งแรงและวิกเกอร์มาคำนวณหาค่าความเหนียว ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้

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

โดยที่

 ξ = ค่าคงที่ (dimensionless constant) มีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004 E = มอดูลัสความยืดหยุ่น (จิกะปาสคาล) P = น้ำหนักกด (กิโลกรัม) C = ค่าความยาวรอยแตก (เมตร)

ซึ่ง

$$E = \frac{\alpha H_K}{(b/a) - (b/a)} \quad (3.6)$$

เมื่อ α = เป็นค่าที่ได้จากการทดลอง สำหรับเซรามิกมีค่าประมาณ 0.45 b/a = ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของหัวกด

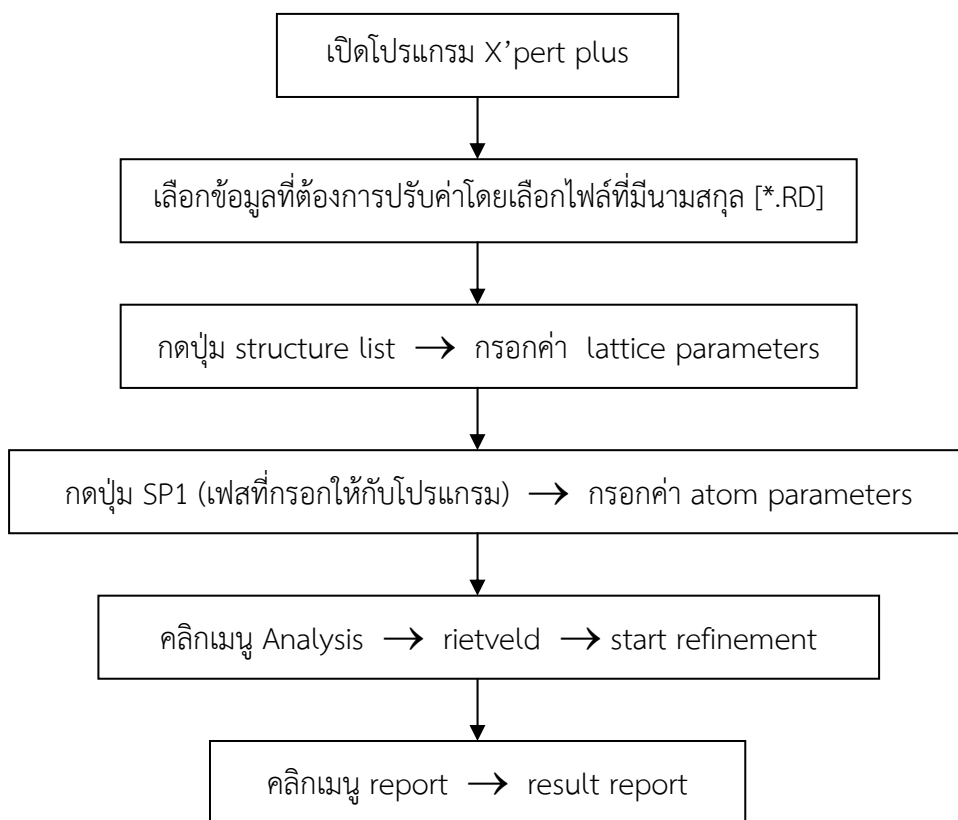
ด้านยาว สำหรับรูปมีค่า 0.4

 b/a = ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาว

3.8 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลดต์

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิธีปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลดต์เป็นการปรับโครงสร้างผลึกโดยพิจารณาเปรียบเทียบความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณกับผลการทดลอง โดยนำข้อมูลที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานก่อน (JCPDS files) เพื่อที่จะได้ทราบค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่เป็นไปได้ที่จะใช้ในการปรับค่าพารามิเตอร์ ซึ่งจะทำให้ง่ายต่อการกรอกข้อมูล โดยในงานวิจัยได้ใช้โปรแกรม X'pert plus เข้ามา

ช่วยในการวิเคราะห์โครงสร้าง ซึ่งมีขั้นตอน ดังภาพประกอบที่ 3.10 เมื่อเปิดโปรแกรม X'pert plus คลิกที่เมนู file เลือก open เพื่อทำการเปิดไฟล์ข้อมูลที่ต้องการปรับค่าพารามิเตอร์โดยเลือกไฟล์ข้อมูลที่มีนามสกุล [*.RD] จากนั้นโปรแกรมจะแสดงกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดลอง จากนั้นคลิกที่ปุ่ม structure list เพื่อทำการกรอกค่า lattice parameters เมื่อกรอกเสร็จแล้วคลิกที่ปุ่ม SP เพื่อกรอกค่า atom parameters จากนั้นคลิกที่เมนู analysis เลือก rietveld และคลิกที่ปุ่ม start refinement เพื่อให้โปรแกรมทำการปรับค่าพารามิเตอร์ต่างๆ เมื่อโปรแกรมคำนวณเสร็จ จะแสดงกราฟขึ้นมาอีกรูปหนึ่ง ซึ่งกราฟนี้เป็นกราฟที่ได้จากการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณกับการทดลอง หลังจากนั้นคลิกที่เมนู report คลิก result report เพื่อดูค่าพารามิเตอร์ต่างๆจากการคำนวณ โดยโปรแกรมจะแสดงค่าร้อยละของความน่าเชื่อถือ ค่าคงที่แลตทิซ a b c พิกัดของสารแต่ละชนิด x y z ปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้นภายในสารโดยเทียบอัตราส่วนเป็นร้อยละ ซึ่งค่าความน่าเชื่อถือที่ได้ยังมีค่าน้อยเท่าใดแสดงว่าค่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณกับผลการทดลองมีค่าตรงกัน ถ้าหลังจากการคำนวณค่าความน่าเชื่อถือยังมีค่าสูงอยู่ (สูงกว่าร้อยละ 20) ต้องทำการปรับค่าพารามิเตอร์ต่างๆใหม่ตามขั้นตอนที่กล่าวมาแล้วข้างต้นจนได้ความน่าเชื่อถือที่ดีที่สุด



ภาพประกอบที่ 3.10 ขั้นตอนการปรับค่าพารามิเตอร์ของรีทเวลด์โดยใช้โปรแกรม X'pert plus

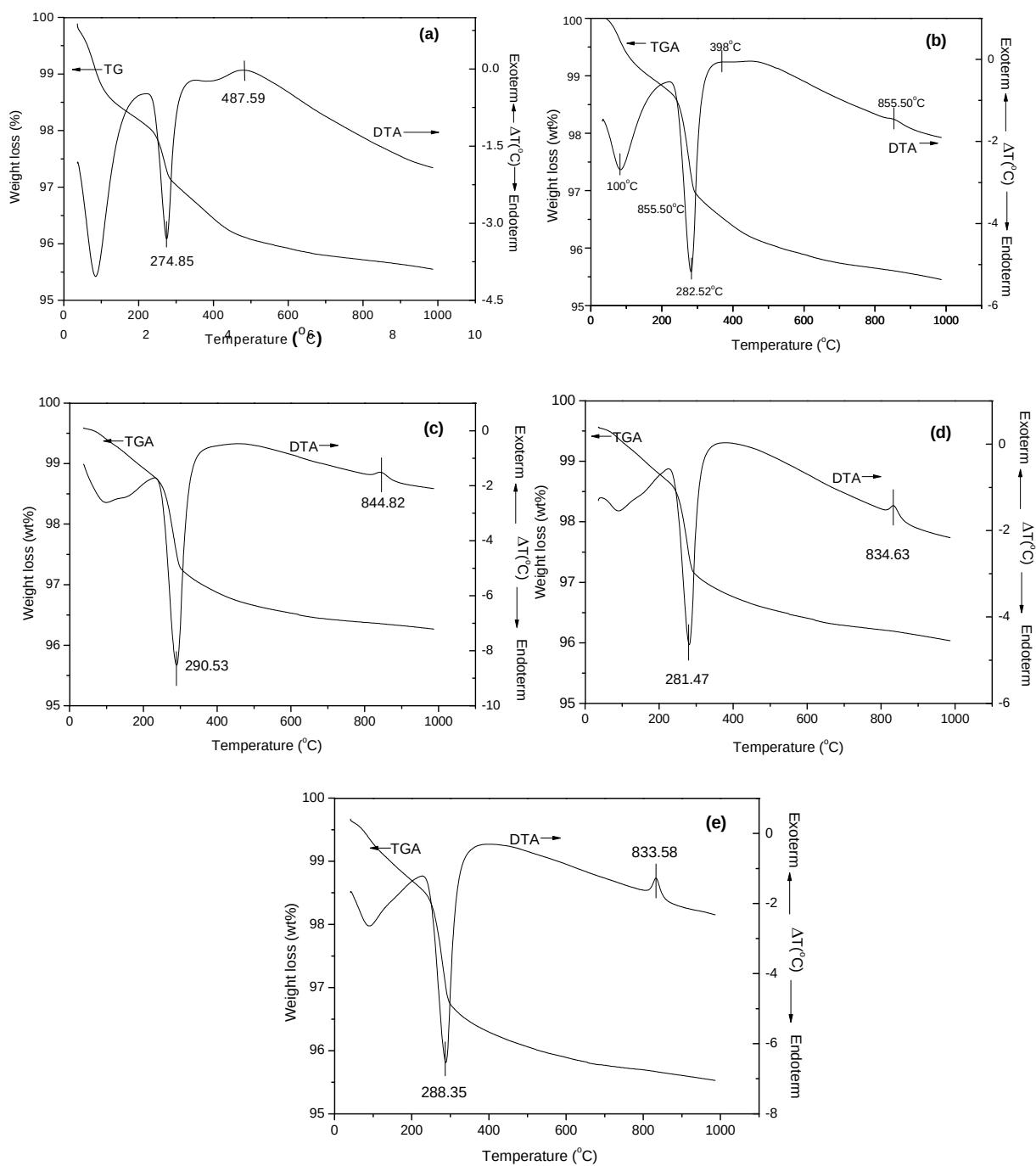
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

บทนี้กล่าวถึงผลการทดลองและการอภิปรายผลการศึกษสมบัติด้านต่างๆ ของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่ผ่านกระบวนการให้ความร้อนในการเผาซินเตอร์ ซึ่งศึกษาจากเงื่อนไขของผลการทดลองที่ได้จากการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนระหว่าง Al_2O_3 และ ZrO_2 ที่เจือ Y_2O_3 ค่าต่างๆ

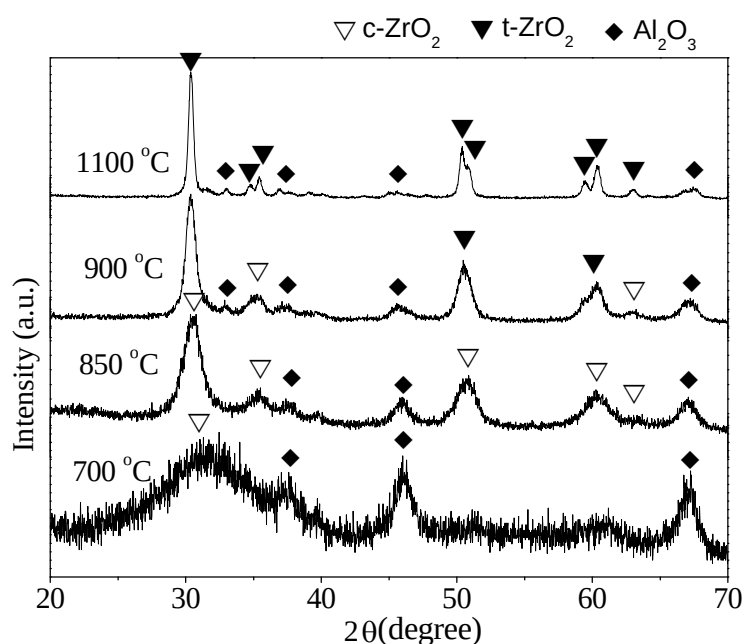
4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

ได้ทำการเตรียมผงสาร $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ทั้งหมด 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 mol% ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมก่อนที่จะนำไปเจือ Y_2O_3 ด้วยวิธีโซลิตสเททรีเอกซ์ชัน พบว่าผงสาร $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ต่างๆ ถูกนำไปทดสอบสมบัติทางความร้อน TG-DTA เพื่อหาช่วงอุณหภูมิแคลไซน์ แสดงภาพสเปกตรัมของ TG-DTA ได้ดังภาพ 4.1 ผลจากการตรวจสอบทางความร้อนโดยเทคนิค TG-DTA ของสารตัวอย่างทั้ง 5 สัดส่วนระหว่างอุณหภูมิ 50-1000 °C พบว่า ช่วงอุณหภูมิที่มีการพบพีคการดูดและคายความร้อน ซึ่งอธิบายถึงการสลายและสร้างพันธะเพื่อเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างนั้น พบว่าที่สัดส่วนการ ZrO_2 ร้อยละ 15 25 35 45 และ 50 โดยโมล พีคการดูดและคายความร้อนที่อธิบายการเกิดปฏิกิริยาพบในช่วงอุณหภูมิ 833.58 – 860.96 °C ซึ่งช่วงอุณหภูมิที่ควรให้ความร้อนโดยการแคลไซน์ เพื่อเป็นเงื่อนไขในการก่อเกิดเฟส $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{ZrO}_2$ คือช่วงอุณหภูมิระหว่าง 400-1000 °C เพื่อความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ในการเลือกช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์จึงเลือกอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 700 °C เป็นต้นไป ทั้งนี้จากผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของสาร $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{ZrO}_2$ พบว่าอุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาสอดคล้องกับผลการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าอุณหภูมิการให้ความร้อนโดยการเผาแคลไซน์ที่ 850 °C สารที่เตรียมได้เริ่มเกิดปฏิกิริยา



ภาพประกอบที่ 4.1 สเปกตรัม TG-DTA ของ Al_2O_3 - ZrO_2 ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละโดยโมลที่ค่าต่างๆ (a) 15 (b) 25 (c) 35 (d) 45 และ (e) 50

ได้เลือกผลของผงตัวอย่าง $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โมล ที่ผ่าน ขบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงผลที่ได้ดังภาพที่ 4.2 พบว่าช่วงอุณหภูมิที่ถูกเลือกในการ แคลไซน์คือ $700\text{-}1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ หลังการแคลไซน์แล้ว นำไปทดสอบการ เกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แสดงตัวอย่างได้ดังรูปที่ 2 พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นประกอบไป ด้วยเฟสควิกเซอร์โคเนีย เตตระโกนอลเซอร์โคเนียและอะลูมินา โดยพบว่าเฟสที่สมบูรณ์ของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ในทุกสัดส่วนมีช่วงอุณหภูมิแคลไซน์ที่เหมาะสมระหว่าง $900\text{-}1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ดังนั้นเมื่อได้ผง สาร $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ทั้งหมด 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 mol% ที่ผ่านการ แคลไซน์จากอุณหภูมิที่เลือกคือ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ นำไปเจือ Y_2O_3 ด้วยวิธีโซลิตสเตริแอกชันที่สัดส่วนต่างๆ ก่อนที่จะนำไปขึ้นรูปเป็นเซรามิก

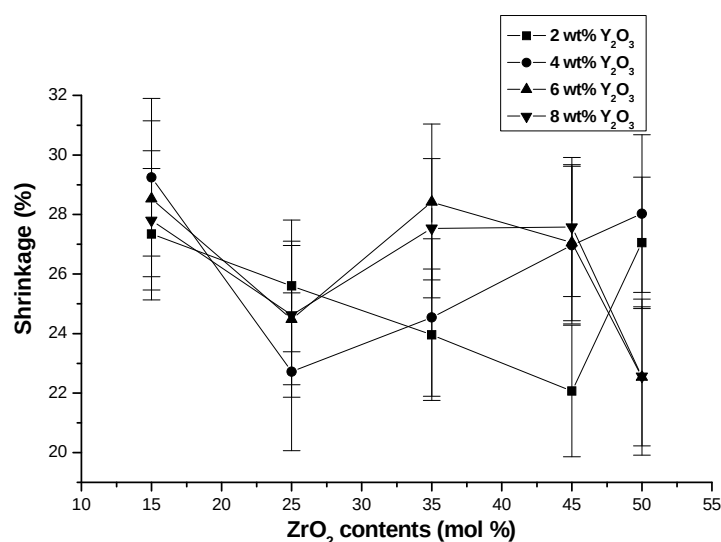


ภาพประกอบที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วน ของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โมล

4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

ในการศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ นั้น ได้ทำการตรวจสอบหาค่าร้อยละของการหดตัวและค่าความหนาแน่นเซรามิกที่สัดส่วนของ ZrO_2 ทั้งหมด 5 สัดส่วน คือ ร้อยละโดยโมล 15 25 35 45 และ 50 และสัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 2 4 6 และ 8 หลังจากผ่านกระบวนการให้ความร้อนในการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1650 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผลดังต่อไปนี้

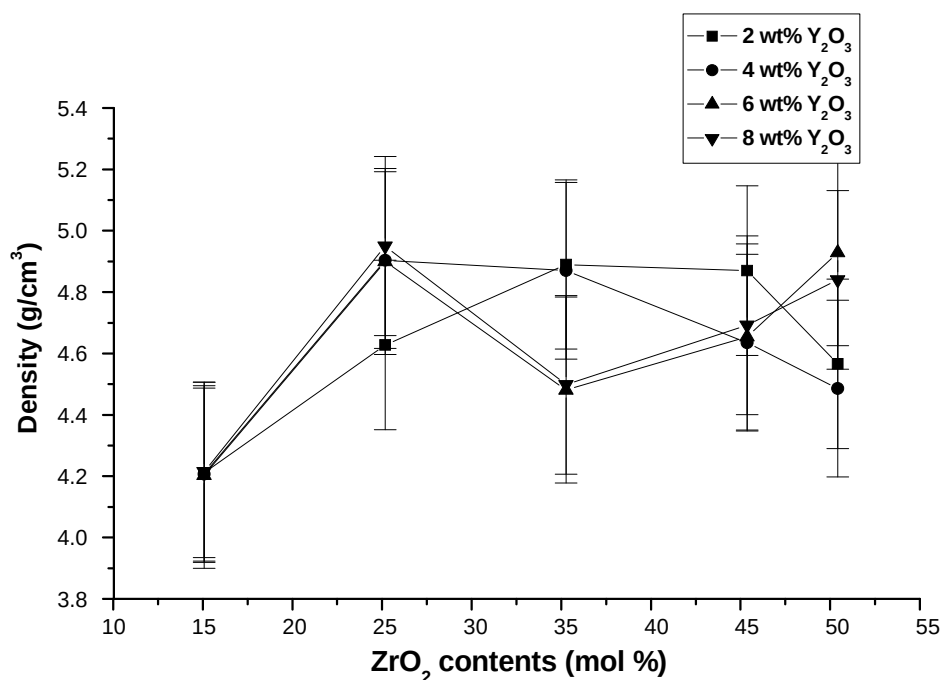
4.1.1 ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ จากการหาค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนร้อยละโดยโมล ของ ZrO_2 ที่ 15 25 35 45 และ 50 และสัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 2 4 6 และ 8 แสดงได้ดังภาพประกอบที่ 4.3 พบว่าสัดส่วนโดยโมลของ ZrO_2 ร้อยละ 15 ที่เจือด้วยร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ ระหว่าง 2-8 มีค่าร้อยละการหดตัวระหว่าง 27.34-29.25 ซึ่งเห็นได้หว่าค่าร้อยละการหดตัวมีค่าไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล ที่ Y_2O_3 ค่าต่างๆมีค่าร้อยละการหดตัวระหว่าง 22.72-25.60 ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 35-50 โดยโมล ที่ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ พบว่ามีค่าร้อยละการหดตัวระหว่าง 23.96-28.42 22.07-27.58 และ 22.54-28.03 ตามลำดับ จากผลที่ได้พบว่าที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 เพิ่มขึ้น ไม่ได้มีผลต่อค่าร้อยละการหดตัวอย่างชัดเจนนัก



ภาพประกอบที่ 4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆกับ ร้อยละการหดตัวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3

4.1.2 ผลการตรวจสอบความหนาแน่นของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ พิจารณาภาพประกอบที่ 4.4 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วน ZrO_2 กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในสัดส่วนการเจือร้อยละ 2-8 โดยน้ำหนักของ Y_2O_3 พบว่าสัดส่วนของ ZrO_2 ที่เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 15 เป็น 25 โดยโมล ค่าความหนาแน่นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น หลังจากนั้นก็มีแนวโน้มที่ไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจนของค่าความหนาแน่นที่สัดส่วน ZrO_2 ที่ร้อยละ 25 35 45 และ 50 โดยโมล และเมื่อพิจารณาสัดส่วนของ Y_2O_3 ร้อยละ 2-8 โดยน้ำหนัก กับสัดส่วน ZrO_2 ที่ร้อยละ 15 โดยโมล ให้ค่าความหนาแน่นระหว่าง 4.203-4.215 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25-50 โดยโมล มีค่าความหนาแน่นระหว่าง 4.625-4.950 4.498-4.890 4.635-4.870 และ 4.486-4.929 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ซึ่งอาจกล่าวได้ว่ามีค่าไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน

โดยสัดส่วนที่ให้ค่าความหนาแน่นมากที่สุด คือ เซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก มีค่าเท่ากับ 4.950 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และจากการวิจัยของสาวิตรี งามเถื่อน และพิกุล ชูรัตน์ [4] ได้ศึกษาการเตรียมและหาลักษณะเฉพาะของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเจือด้วย Y_2O_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบว่าสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก ให้ความแน่นตัวที่ดีที่สุด คือ 4.136 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการศึกษา $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่ไม่ได้เจือด้วย Y_2O_3 ของ อติสร มิ่งวงศ์ธรรม [27] ที่ได้ค่าความหนาแน่นเท่ากับ 3.341 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยนี้ พบว่าจากงานวิจัยนี้ให้ค่าความหนาแน่นเท่ากับ 4.950 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล ซึ่งให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่า แต่เมื่อพิจารณาที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 35 45 และ 50 โดยโมล ในสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ค่าต่างๆ พบว่าค่าความหนาแน่นที่ได้มีค่าไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าสัดส่วน ZrO_2 และการเจือ Y_2O_3 ในสัดส่วนที่สูงขึ้นไม่ได้มีผลทำให้การอัดตัวแน่นของอนุภาคเพิ่มขึ้น แต่ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมของสัดส่วนที่เจือเข้าไป ซึ่งมีรายงานเกี่ยวกับสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ทำให้มีค่าความเหนียวและความแข็งมีค่ามากที่สุด คือการเจือ Y_2O_3 ด้วยร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก [26] เพราะหากมีการเจือ Y_2O_3 ในปริมาณที่ไม่เหมาะสมที่อนุภาคอัดตัวเข้าชิดกันได้พอดี มีผลทำให้การเรียงตัวของอนุภาคภายในเกิดการบกพร่องทำให้เสียรูปผลึก จึงมีผลต่อการแน่นตัวของเซรามิก



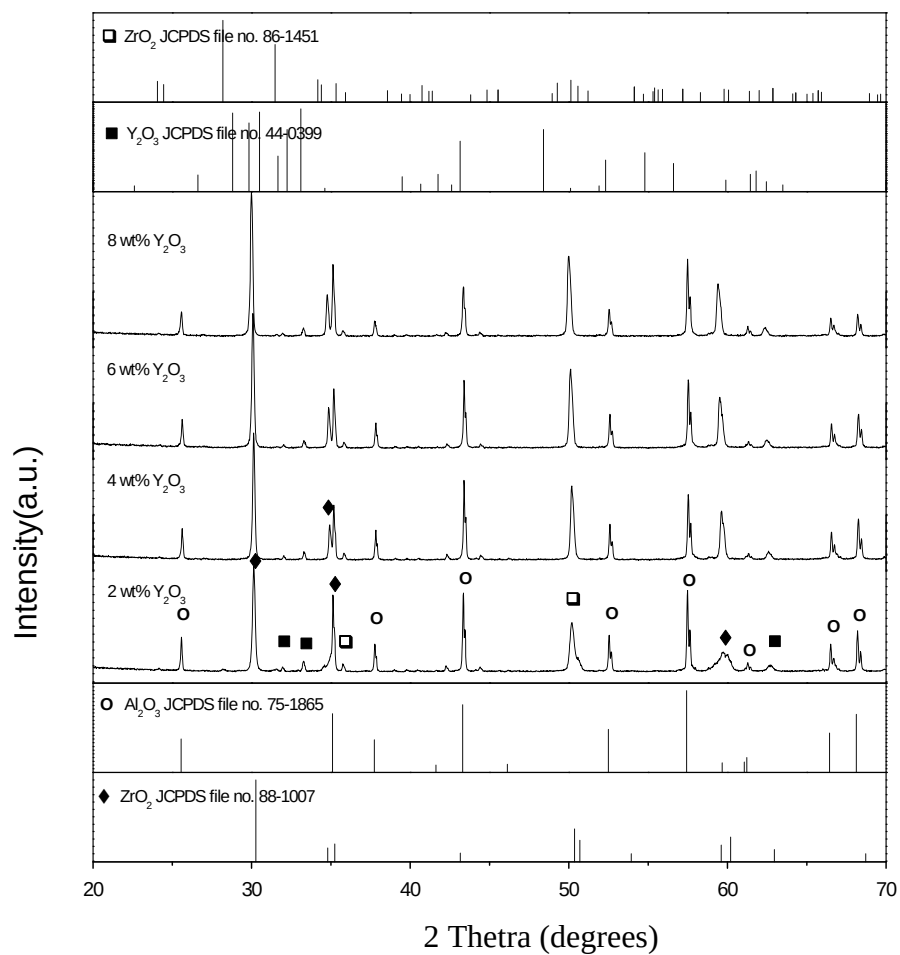
ภาพประกอบที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆกับค่าความหนาแน่นของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3

4.2 ผลการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ด้วยเทคนิค XRD

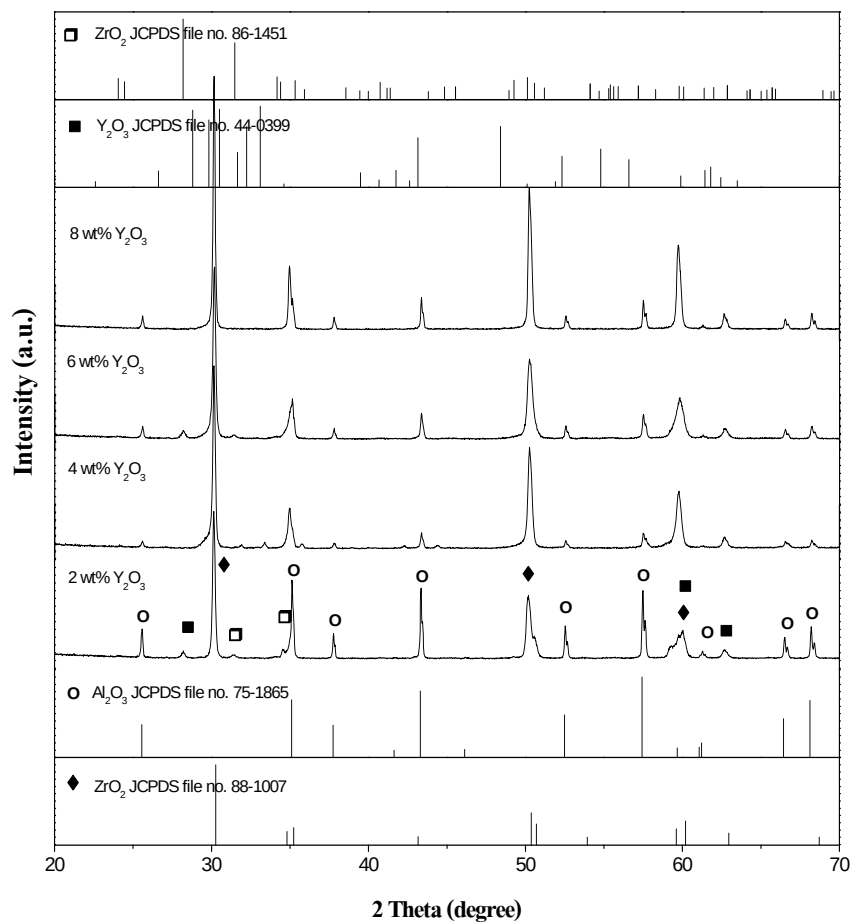
ผลการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในเงื่อนไขต่างๆกัน แสดงดังภาพประกอบที่ 4.5-4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในแต่ละสัดส่วนร้อยละโดยโมลของ ZrO_2 ที่ต่างกัน 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 และสัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ต่างกัน 4 สัดส่วน คือ 2 4 6 และ 8 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้มีรูปแบบที่แตกต่างกันตามสัดส่วนของ Al_2O_3 และ ZrO_2 ที่ค่าต่างๆ โดยการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก มีพีคหลักที่มุม 2θ เท่ากับ 25.59 37.77 43.35 52.55 57.49 61.27 66.51 และ 68.18 องศา ตรงกับไฟล์มาตรฐานของเฟส Al_2O_3 หมายเลข 75-1865 (JCPDS file no.75-1865) ซึ่งเป็นระบบบอโรอีตรอล และมีพีคย่อยของ ZrO_2 ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.75 และ 50.19 องศา ตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข 86-1451 (JCPDS file no.86-1451) ในระบบโมโนคลินิก อีกทั้งพบพีคย่อยของ ZrO_2 ที่มุม 2θ เท่ากับ 33.99 35.13 และ 59.75 องศา ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข 88-1007 (JCPDS file no.88-1007) ในระบบเตตระโกนอล และพีคของ Y_2O_3 ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.95 33.27 และ 62.71 องศา ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข 44-0399 (JCPDS file no.44-0399) ในระบบ โมโนคลินิก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนการเจือของ Y_2O_3 ร้อยละ 4 6 และ 8 โดยน้ำหนัก พบว่าความเข้มของพีคที่แสดงเฟสเตตระโกนอลมีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งพบที่มุม 2θ เท่ากับ 59.75

องศา แสดงให้เห็นว่าการเจือ Y_2O_3 มีผลต่อการยับยั้งการเปลี่ยนแปลงเฟสของ ZrO_2 จากเฟสโครงสร้างในระบบ โมโนคลินิก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2-8 โดยน้ำหนัก พบว่ามีพีคหลัก พีคย่อย และความเข้มของพีคที่แสดงเฟสเตตระโกนอลมีค่าเพิ่มขึ้น ที่มุม 2θ เท่ากับ 59.75 องศา เช่นเดียวกับสัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 15 โดยโมล และเมื่อพิจารณาความเข้มของพีคที่แสดงเฟสเตตระโกนอล

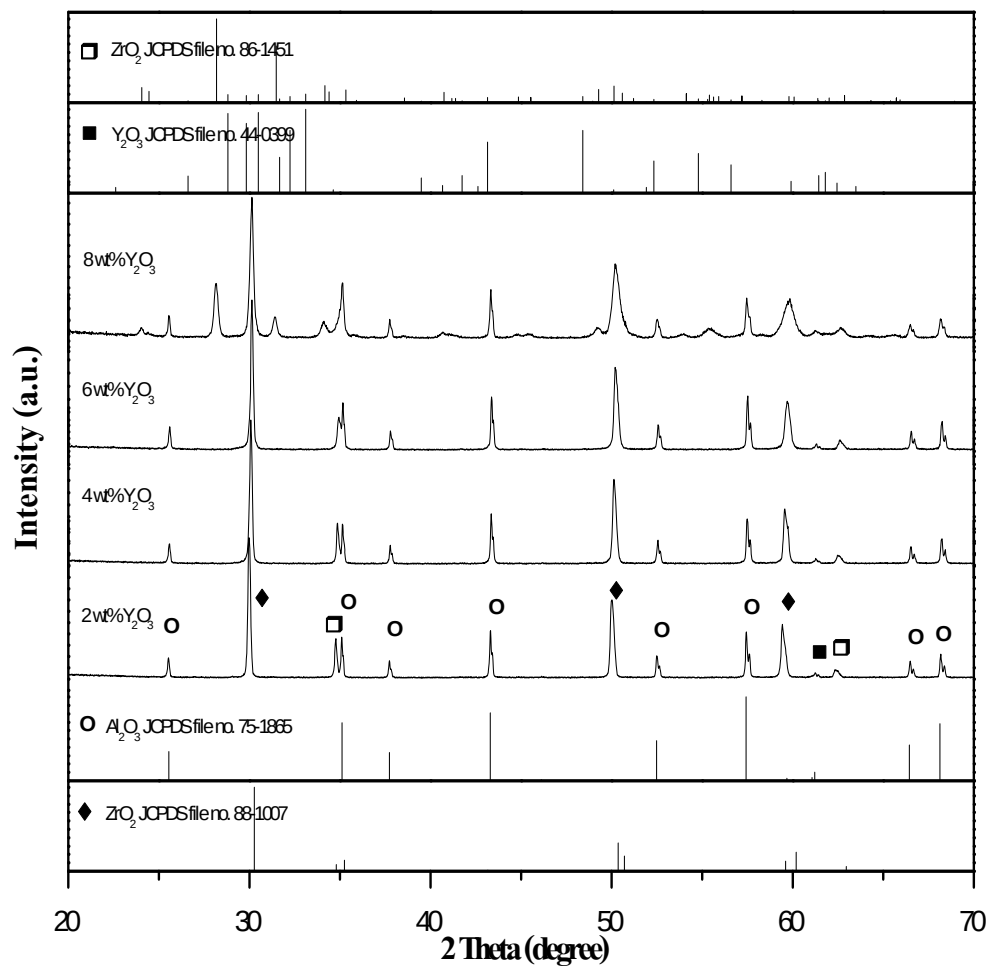
นอกจากนี้เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยโมลของ ZrO_2 ที่ต่างกัน 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 พบว่าพีคของ ZrO_2 ที่มุม 2θ เท่ากับ 50.13 องศา ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐาน หมายเลข 86-1451 (JCPDS file no.86-1451) ในระบบโมโนคลินิก มีเฟสที่สูงขึ้นซึ่งสอดคล้องกับการเจือ ZrO_2 ที่มากขึ้น



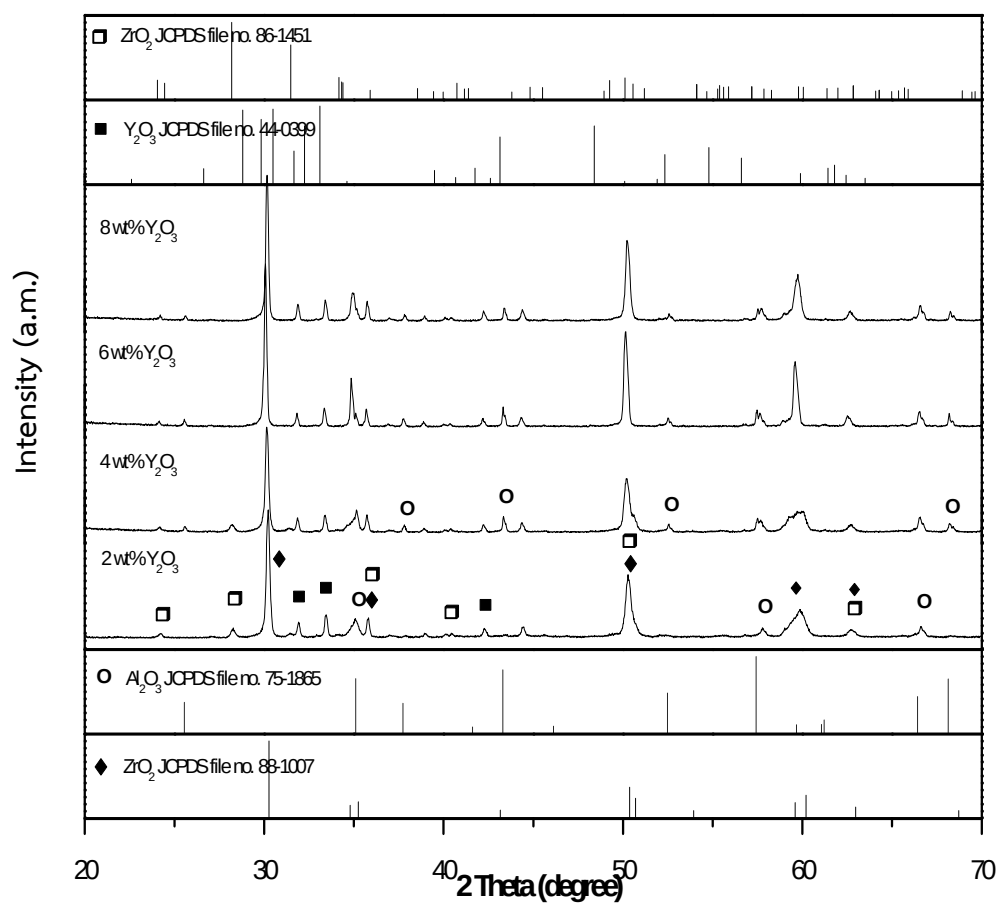
ภาพประกอบที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3-0.15\text{ZrO}_2-\text{Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ



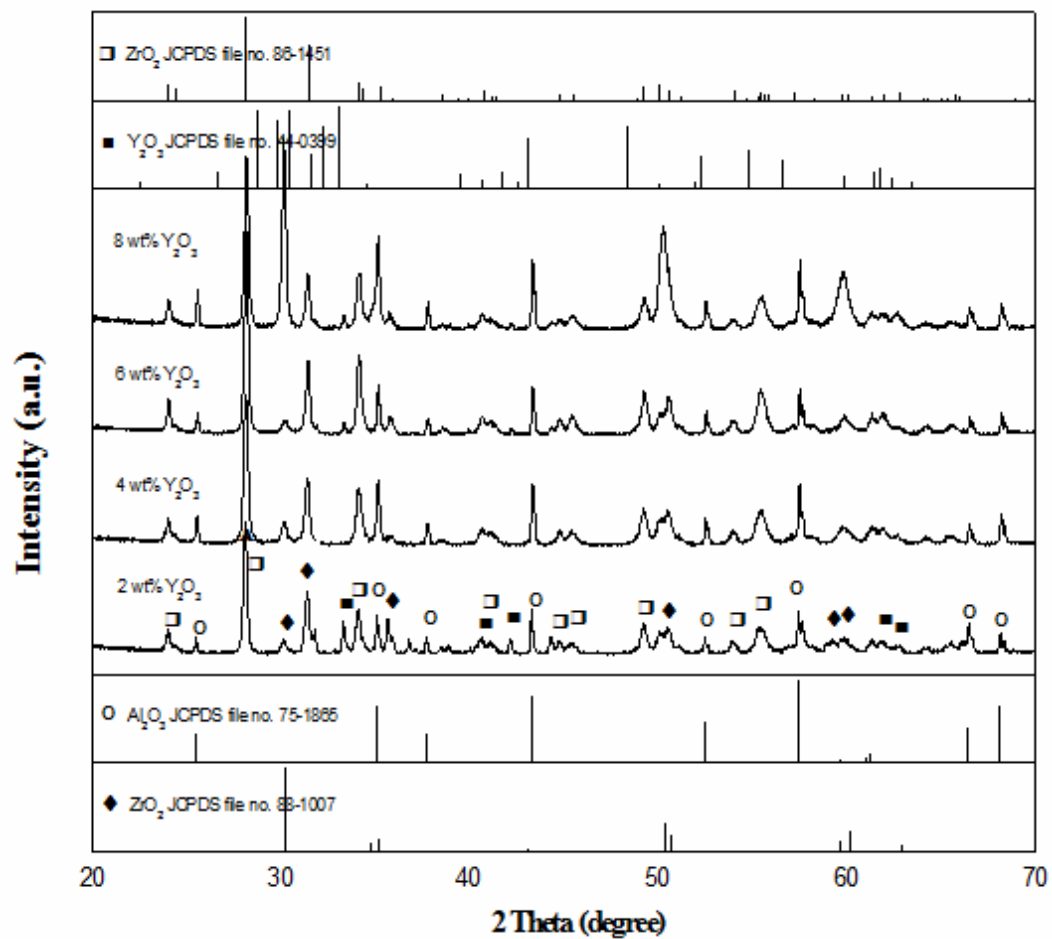
ภาพประกอบที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3-0.25\text{ZrO}_2-\text{Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ



ภาพประกอบที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ



ภาพประกอบที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ



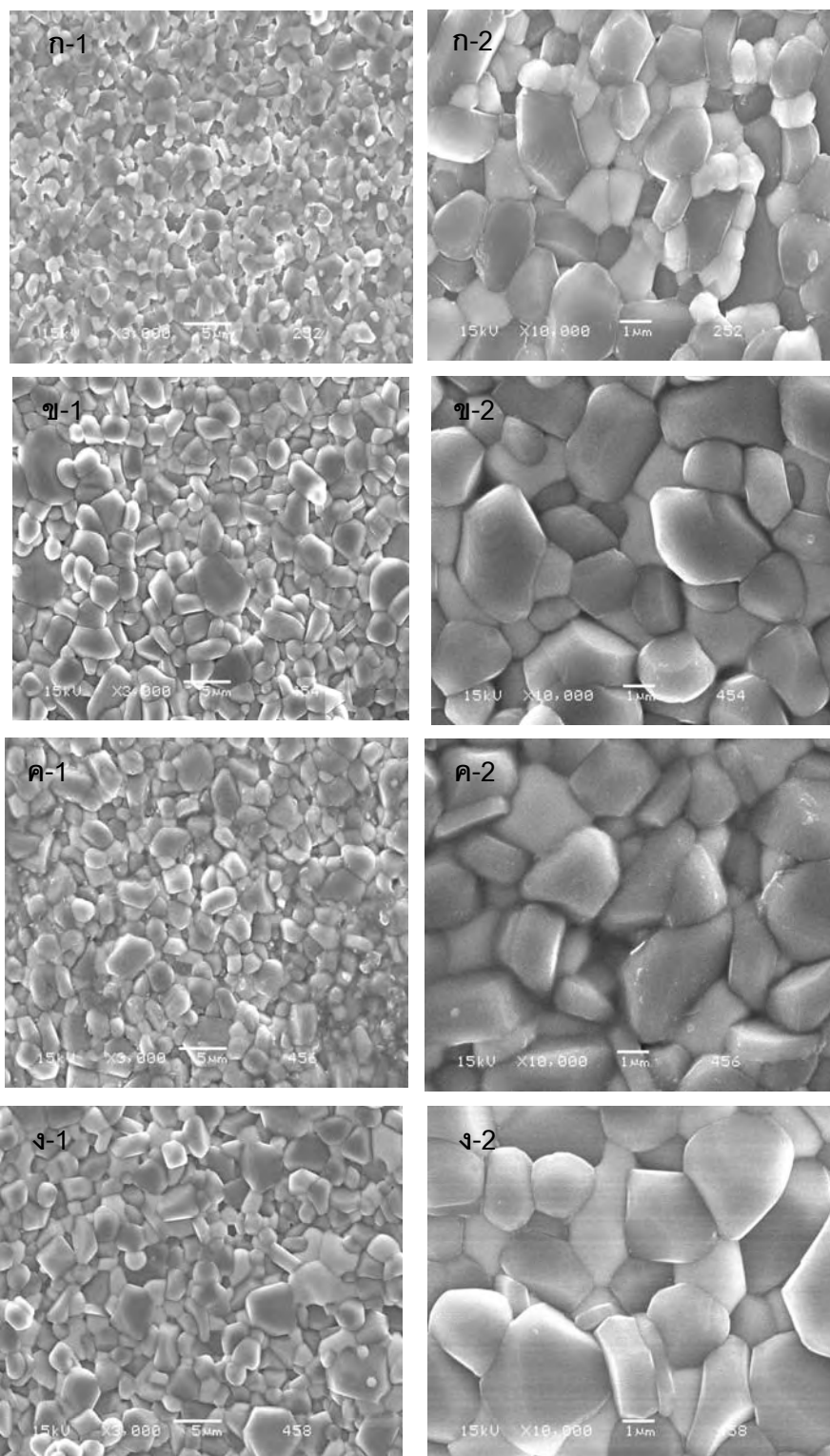
ภาพประกอบที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3-0.50\text{ZrO}_2-\text{Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างในระดับจุลภาคด้วย SEM

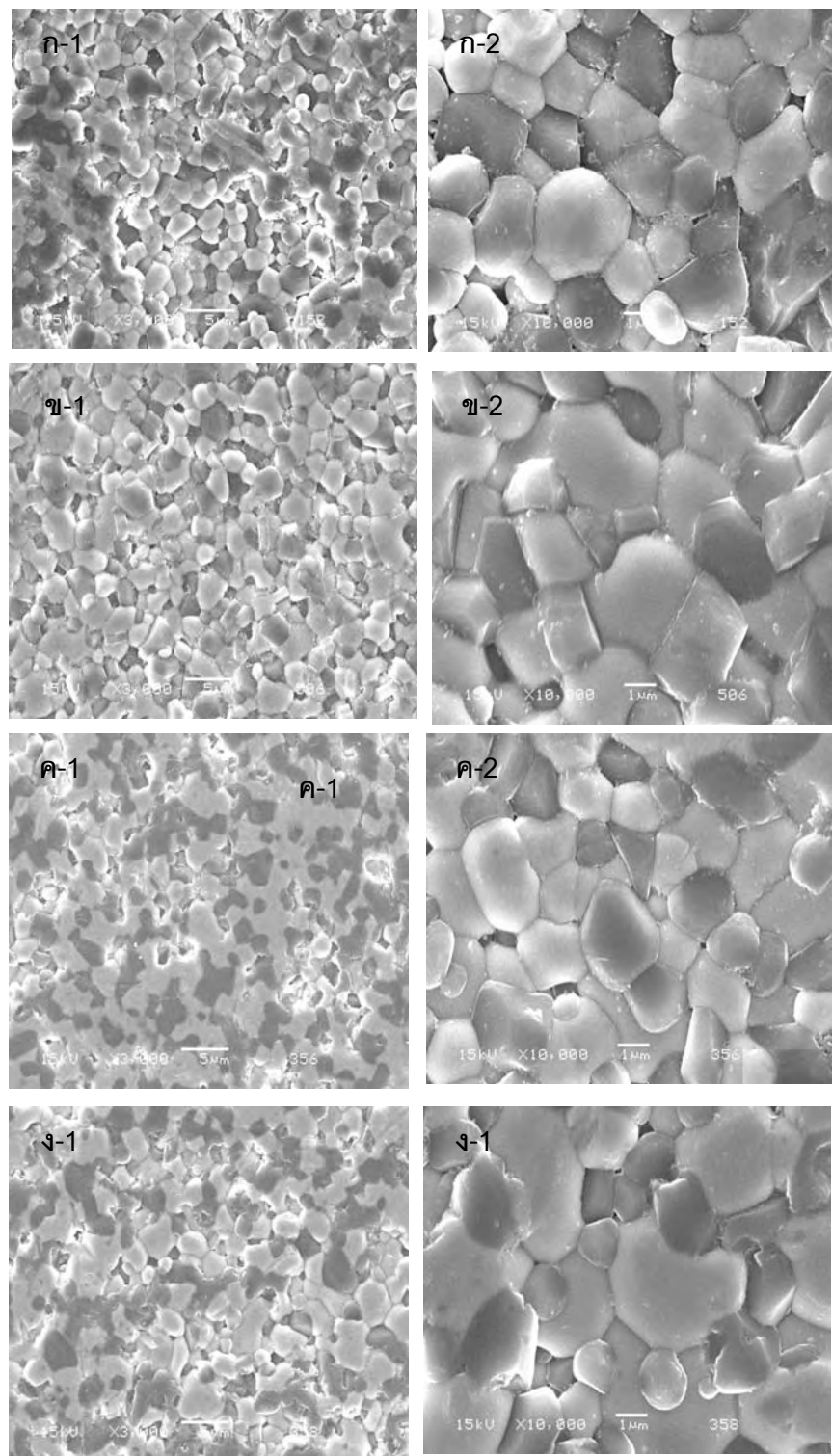
จากการศึกษาลักษณะพื้นฐานทางจุลภาคของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้แสดงให้เห็นถึงลักษณะของเกรนของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในสัดส่วน Al_2O_3 และ ZrO_2 ต่างๆ และการเจือ Y_2O_3 ที่แตกต่างกัน ดังภาพประกอบที่ 4.10-4.14

4.3.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างในระดับจุลภาคของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 แตกต่างกัน

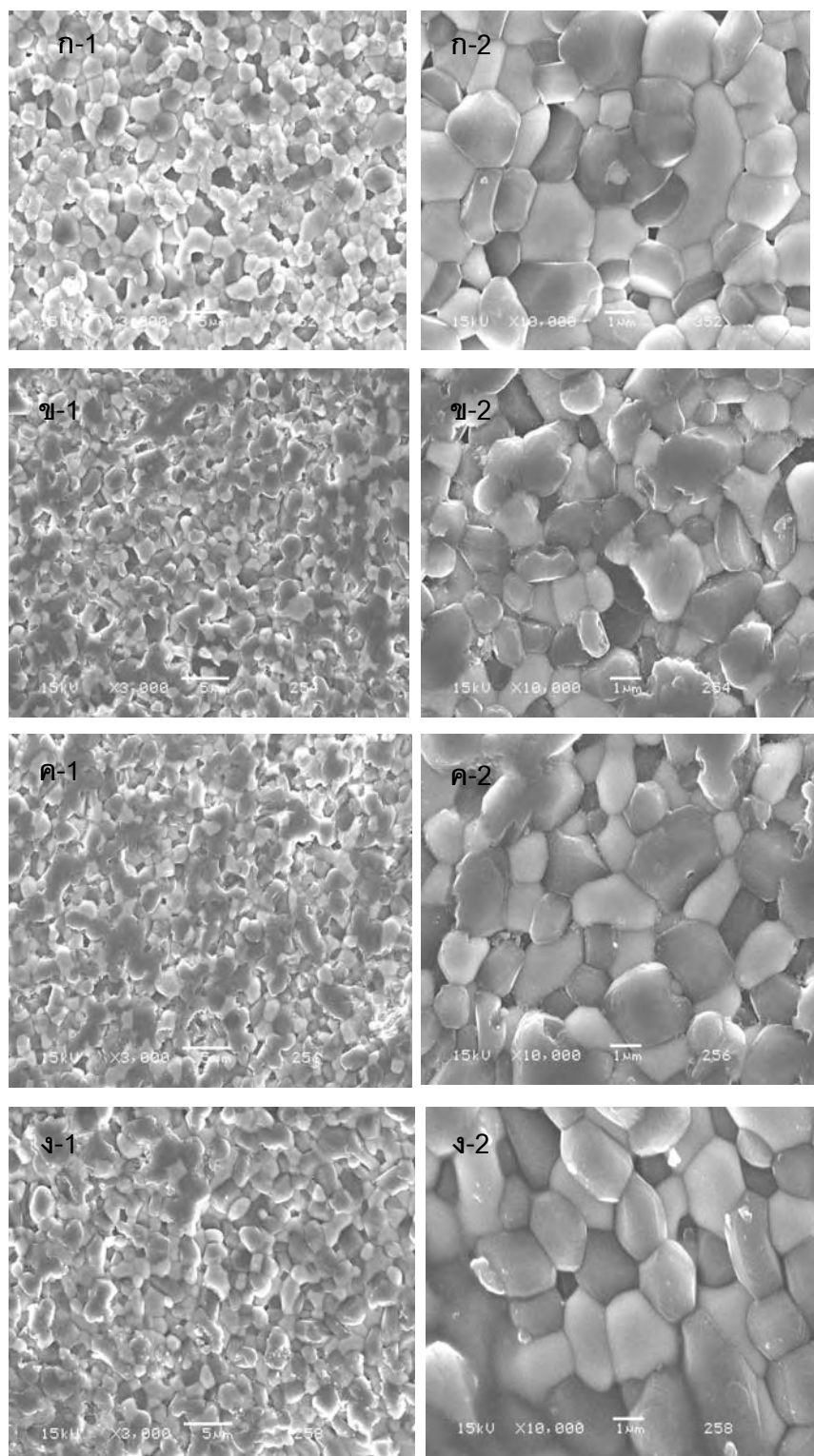
จากลักษณะรูปร่างของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนร้อยละโดยโมลของ ZrO_2 ที่ 15 25 35 45 และ 50 ซึ่งมีการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่สัดส่วน 2 4 6 และ 8 ที่อุณหภูมิการเผาขึ้นเตออร์ 1650 °C แสดงได้ดังภาพประกอบที่ 4.8-4.12 พบว่าลักษณะของเกรนเป็นทรงกลมทรงรี และรูปหลายเหลี่ยมปะปนกัน เมื่อสัดส่วนของ ZrO_2 เพิ่มขึ้นลักษณะของเกรนมีแนวโน้มที่เป็นทรงกลมมากขึ้นและมีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ เมื่อพิจารณาสีของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ พบว่าเกรนของเซรามิกมีสีเข้มกับสีอ่อนปะปนกัน โดยพบว่าสีเข้มเป็นเฟสของ ZrO_2 ส่วนสีอ่อนเป็นเฟสของ Al_2O_3 [5] เมื่อพิจารณาสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15-25 โดยโมล พบว่าลักษณะของเกรนสีอ่อนของ Al_2O_3 มีการเชื่อมติดกันเป็นเกรนที่ใหญ่ขึ้น ซึ่งทำให้รูพรุนหรือช่องว่างที่เกิดจากการอัดขึ้นรูปลดลงและขนาดสม่ำเสมอมากขึ้น เป็นผลให้ความแน่นตัวเพิ่มขึ้น และเมื่อพิจารณาที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 35-50 โดยโมล พบว่าเกรนของ ZrO_2 มีขนาดเล็ก ซึ่งสอดคล้องกับผลการตรวจสอบความหนาแน่น เมื่อพิจารณาสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4-8 โดยน้ำหนัก พบว่าเกรนมีการเชื่อมติดกันมากขึ้น ในขณะเดียวกันการกระจายตัวของเกรนสีเข้มของ ZrO_2 เพิ่มขึ้นตามปริมาณ ZrO_2 ที่มากขึ้น



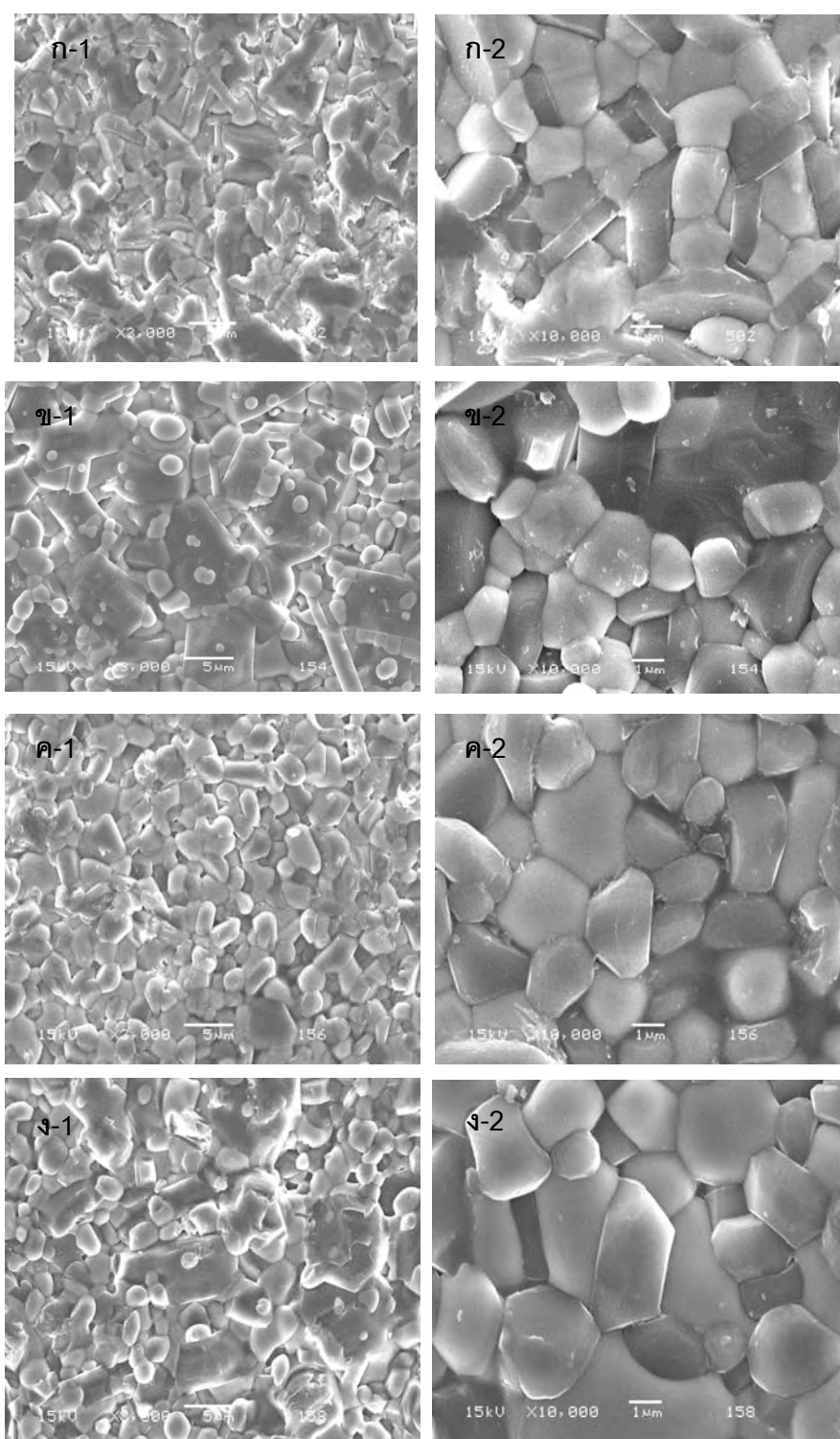
ภาพประกอบที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



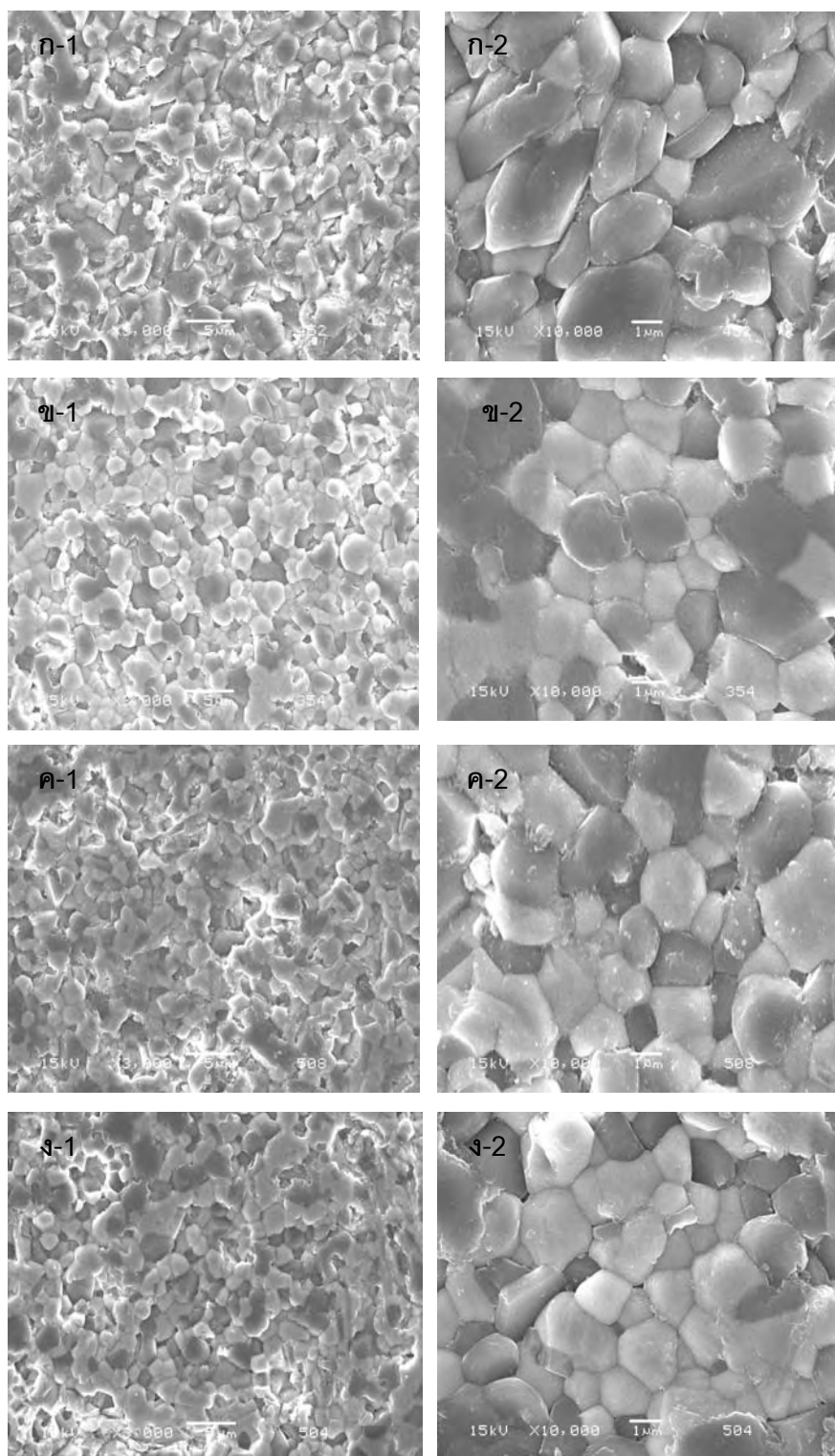
ภาพประกอบที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก 0.75Al₂O₃-0.25ZrO₂ ที่สัดส่วนการเจือจํายลอะโดยนํ้าหนักของ Y₂O₃ ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



ภาพประกอบที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก 0.65Al₂O₃-0.35ZrO₂ ที่สัดส่วนการเจือ
ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y₂O₃ ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8

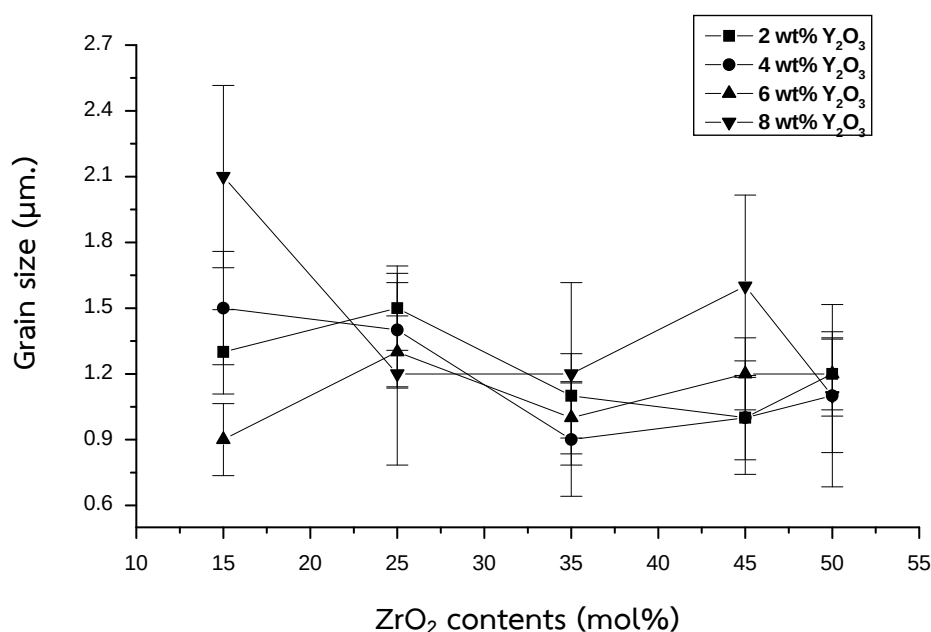


ภาพประกอบที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{ZrO}_2$ ที่สัสดส่วนการเจือ ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



ภาพประกอบที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก 0.50Al₂O₃-0.50ZrO₂ ที่สัดส่วนการเจือ ร้อยละโดยน้ำหนักของ Y₂O₃ ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8

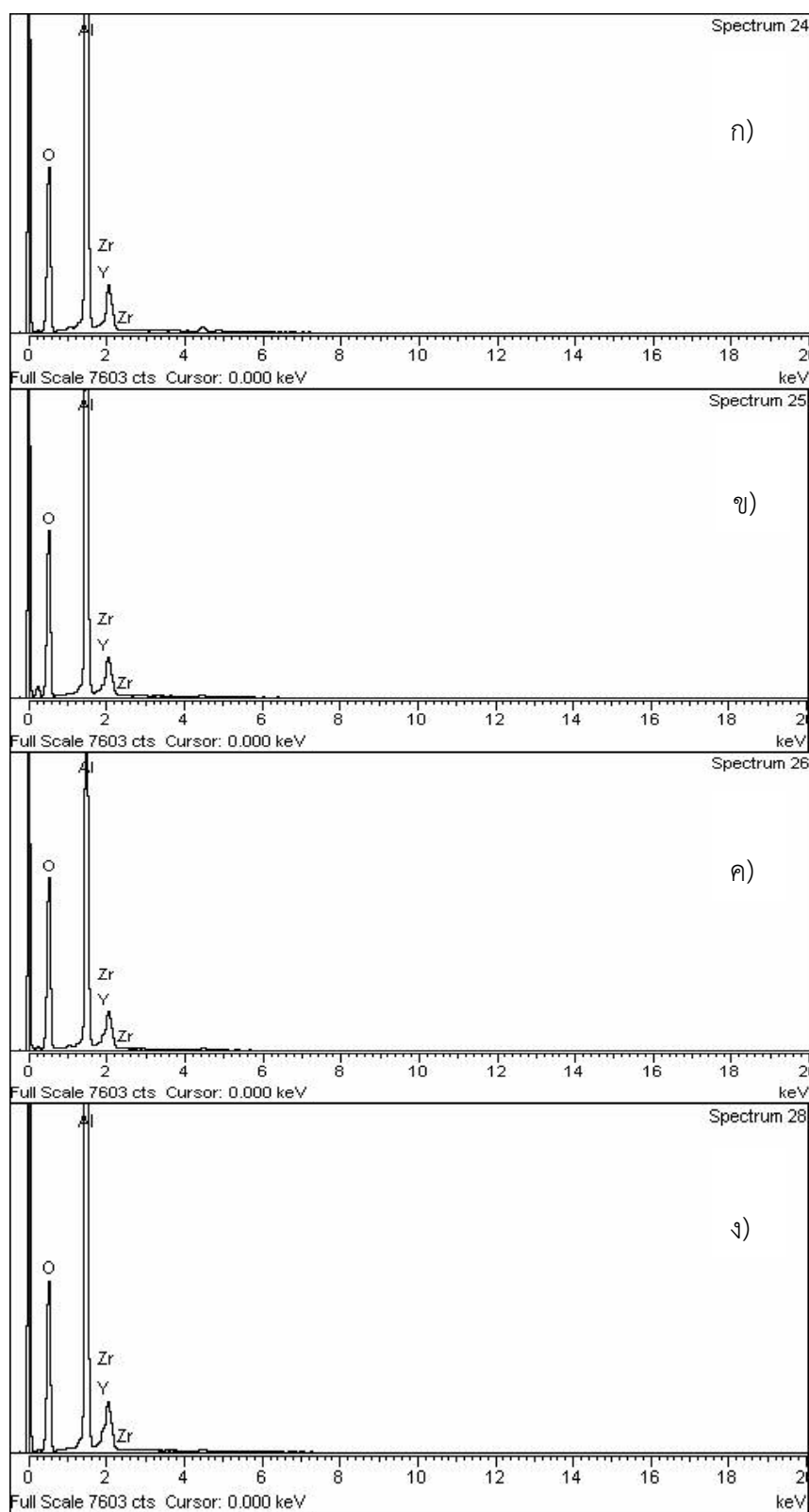
จากภาพถ่ายที่ได้จาก SEM เมื่อทำการตรวจสอบขนาดของเกรนโดยวิธีวัดจุดตัดเชิงเส้น [4] ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ทุกตัว แสดงดังภาพประกอบที่ 4.15 พบว่าที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 15 โดยโมล และการเจือของ Y_2O_3 ร้อยละ 2-8 โดยน้ำหนัก มีขนาดเกรนระหว่าง 0.967-2.100 ไมโครเมตร เห็นได้ว่าเมื่อเจือ Y_2O_3 เพิ่มขึ้นขนาดเกรนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาสัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25-35 โดยโมล ขนาดเกรนมีค่าระหว่าง 1.200-1.500 และ 0.900-1.200 ไมโครเมตร ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน และที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 45 โดยโมล ขนาดเกรนมีค่าระหว่าง 1.000-1.600 ไมโครเมตร ซึ่งขนาดเกรนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 เพิ่มขึ้น และที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 50 โดยโมล ขนาดเกรนมีค่าระหว่าง 1.100-1.200 ไมโครเมตร ซึ่งมีแนวโน้มไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน และเมื่อพิจารณาที่สัดส่วนของ ZrO_2 เพิ่มขึ้นขนาดเกรนมีแนวโน้มลดลง ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าปริมาณของ ZrO_2 มีผลต่อการควบคุมการเจริญเติบโตของเกรน Al_2O_3



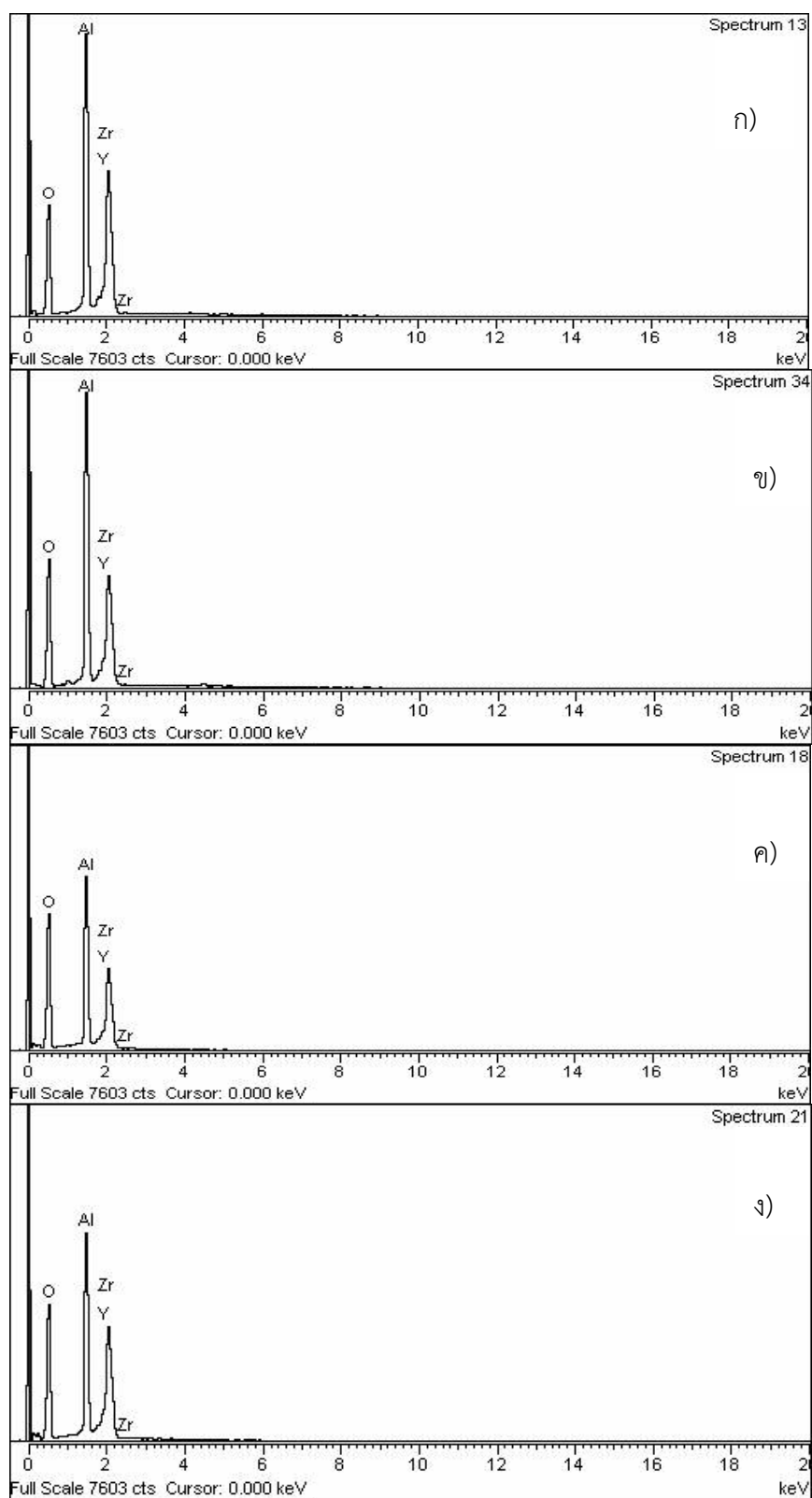
ภาพประกอบที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเจือ ZrO_2 ที่สัดส่วนต่างๆ กับขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3

4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDX

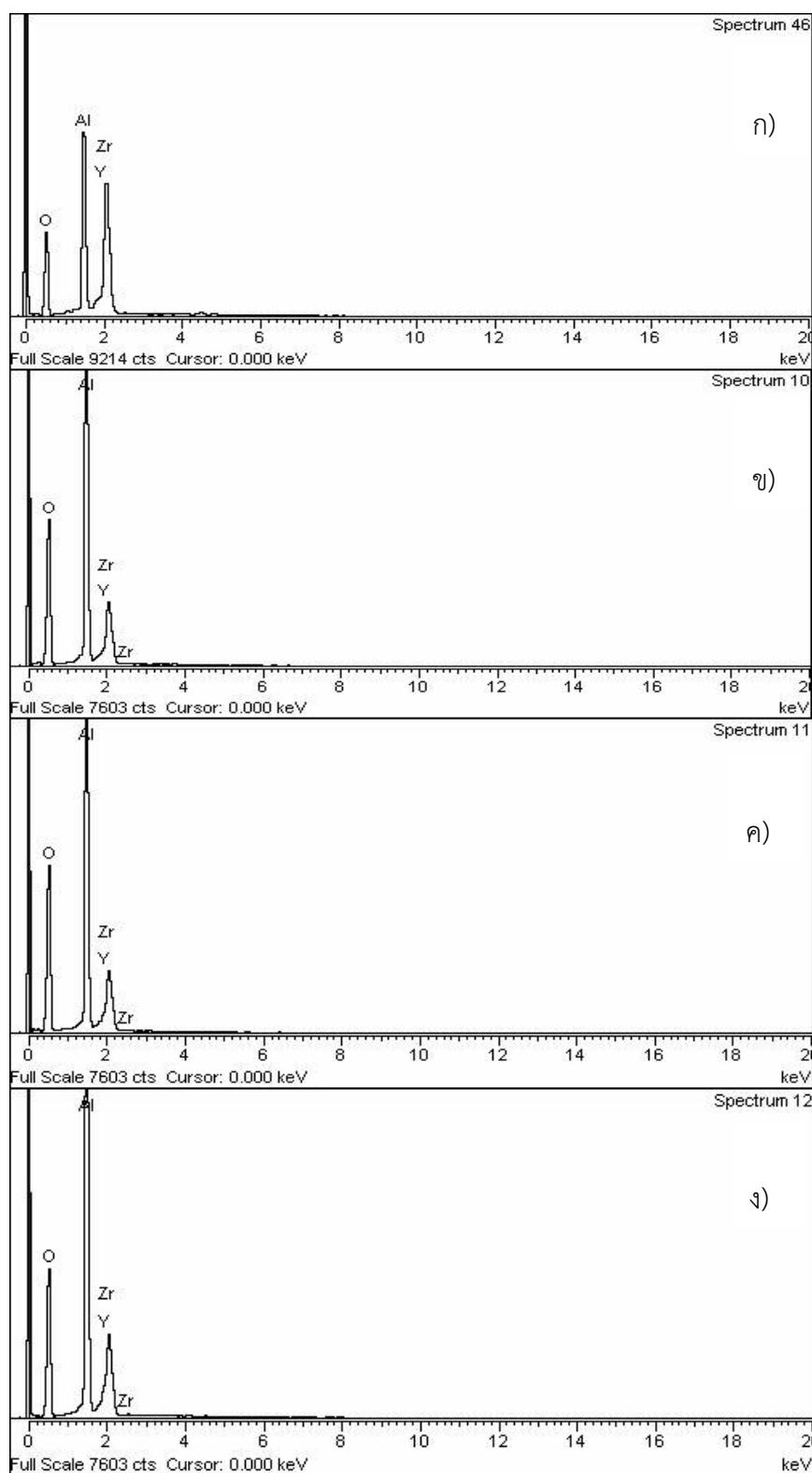
ภาพประกอบที่ 4.16-4.20 แสดงสเปกตรัมของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่ได้แสดงองค์ประกอบธาตุหลักคือ อะลูมิเนียม (Al) เซอร์โคเนีย (Zr) อิทเทรียม (Y) และออกซิเจน (O) ที่มีร้อยละแตกต่างกันไปตามสัดส่วนของ Al_2O_3 และ ZrO_2 รวมถึงสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ซึ่งสามารถสรุปสัดส่วนธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ได้ดังตารางที่ 4.1 พบว่าที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 ถึง 50 โดยโมล ให้ค่าสัดส่วนร้อยละอะตอม Al มีแนวโน้มลดลง ในขณะที่สัดส่วนร้อยละอะตอม Zr มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาเซรามิก $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3\text{-xZrO}_2$ ที่ x เท่ากับ 0.15 ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ค่าต่างๆ พบว่าสัดส่วนร้อยละอะตอม Y มีค่าเท่ากับ 0.31 1.61 2.46 และ 3.88 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าร้อยละอะตอม Y มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่สูงขึ้น พิจารณาเซรามิก $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3\text{-xZrO}_2$ ที่ x เท่ากับ 0.25 ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 พบว่าสัดส่วนร้อยละอะตอม Y มีค่าเท่ากับ 0.79 2.32 1.81 และ 3.09 ตามลำดับ พิจารณาเซรามิก $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3\text{-xZrO}_2$ ที่ x เท่ากับ 0.35 ในทุกสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 พบว่าสัดส่วนร้อยละอะตอม Y มีค่าเท่ากับ 1.48 1.62 2.58 และ 4.15 ตามลำดับ พิจารณาเซรามิก $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3\text{-xZrO}_2$ ที่ x เท่ากับ 0.45 ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก ไม่พบสัดส่วนร้อยละอะตอมของ Y ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก และที่ x เท่ากับ 0.50 ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ไม่พบสัดส่วนร้อยละอะตอมของ Y แต่สัดส่วนร้อยละอะตอม Y ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 6 และ 8 โดยน้ำหนักพบว่ามีแนวโน้มที่สูงขึ้นตามสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่สูงขึ้น



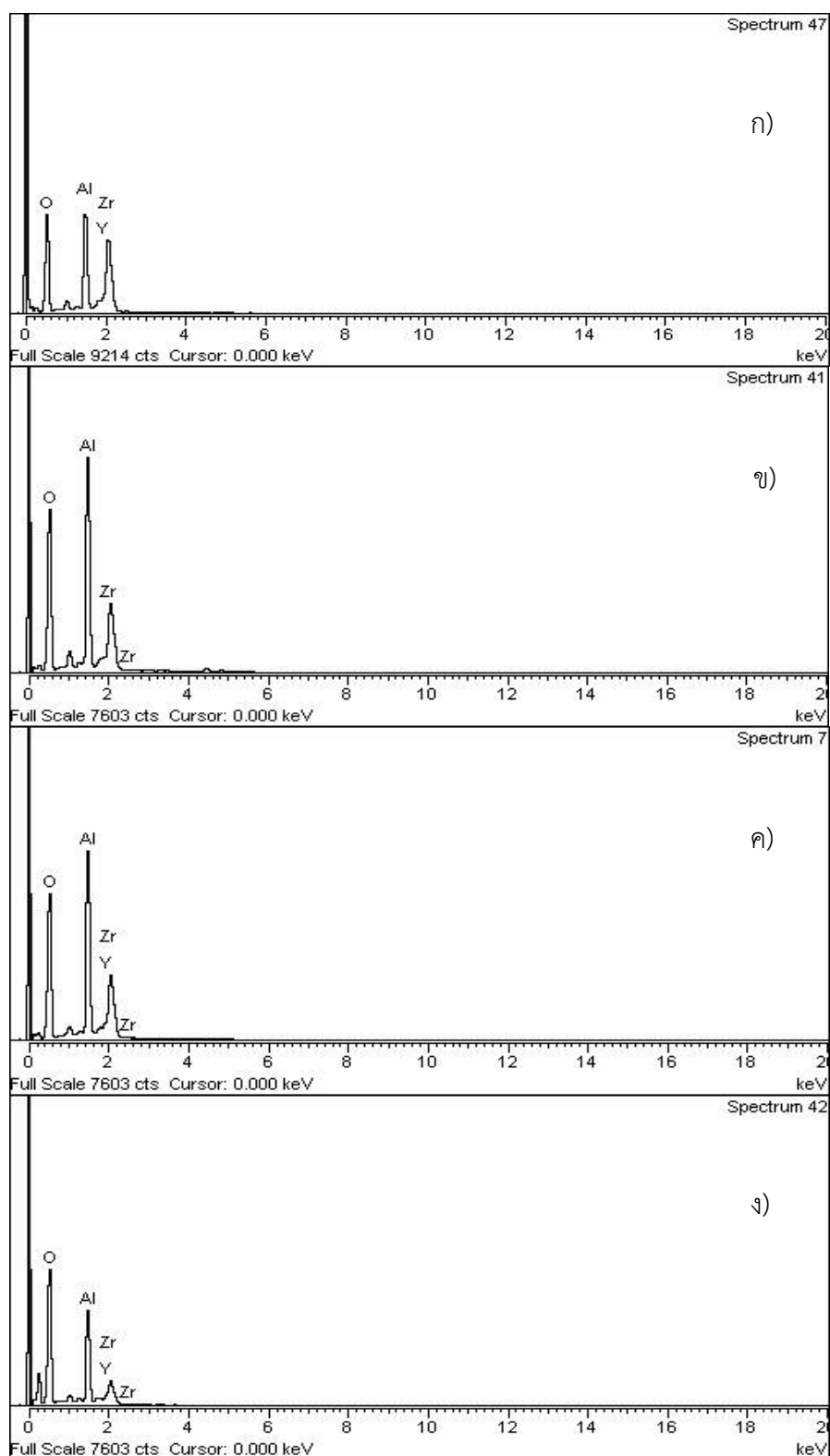
ภาพประกอบที่ 4.16 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



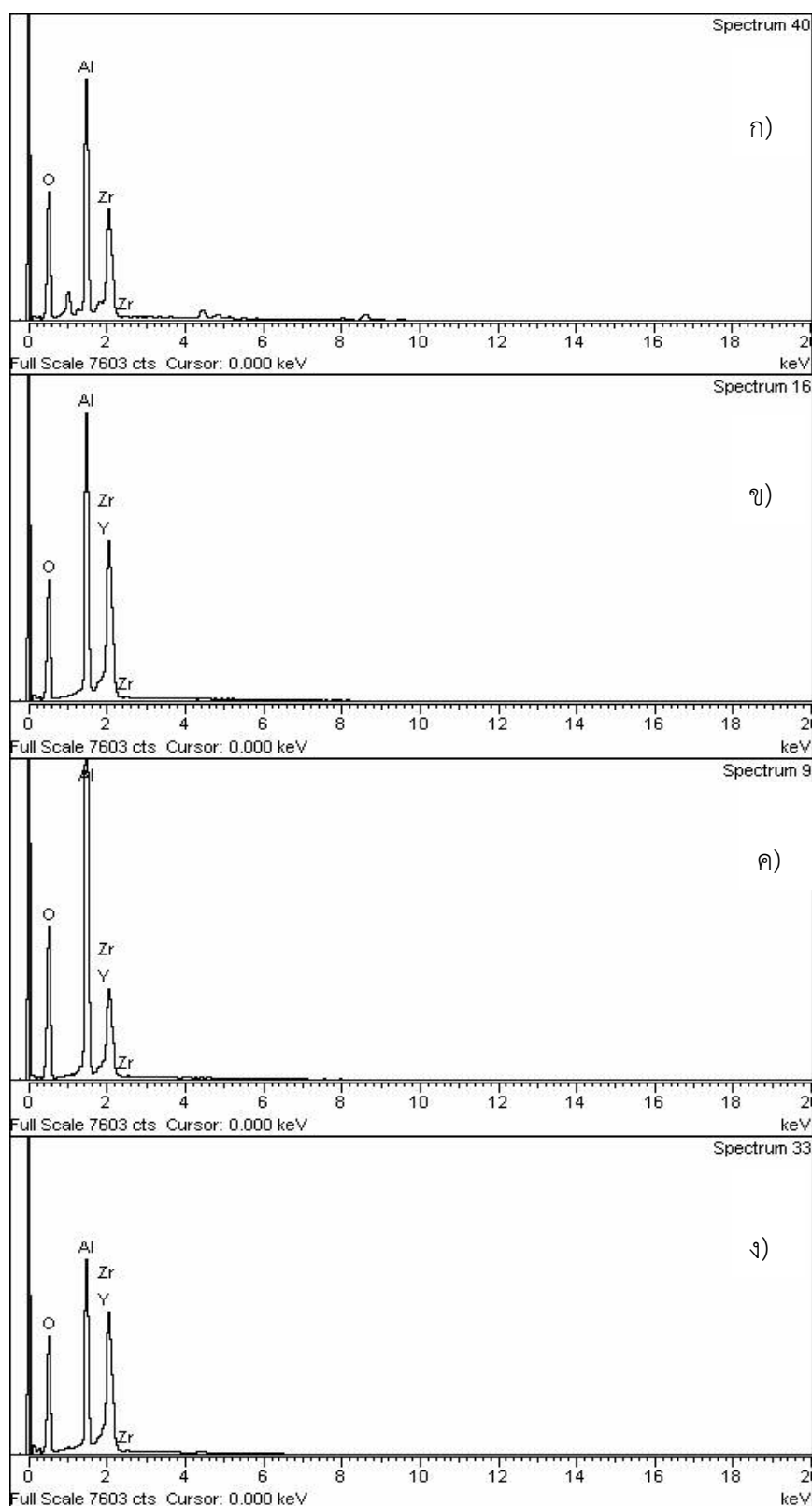
ภาพประกอบที่ 4.17 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3-0.25\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



ภาพประกอบที่ 4.18 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



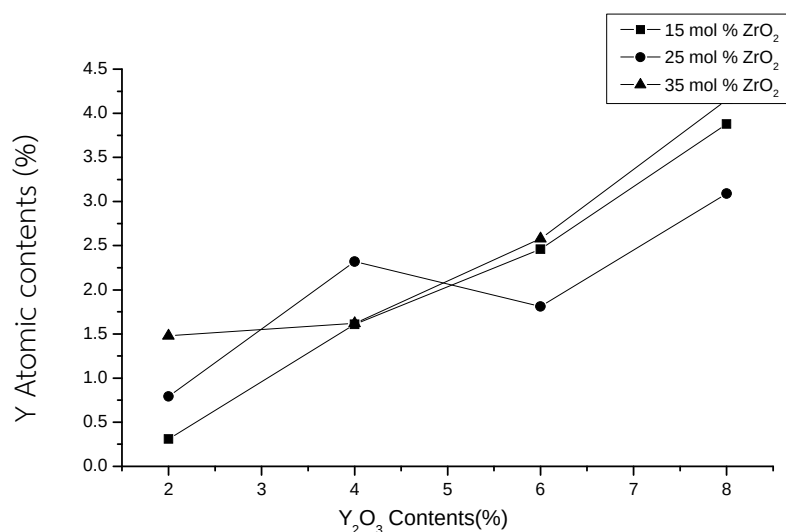
ภาพประกอบที่ 4.19 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8



ภาพประกอบที่ 4.20 ภาพการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 และ (ง) 8

ตารางที่ 4.1 สัดส่วนธาตุองค์ประกอบของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$

สัดส่วนร้อยละ โดยโมล ZrO_2	สัดส่วนร้อยละ โดยน้ำหนัก Y_2O_3	สัดส่วนร้อยละของอะตอมของธาตุองค์ประกอบของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$			
		Al	Zr	Y	O
15	2	37.31	11.93	0.31	50.46
	4	36.06	10.49	1.61	51.84
	6	32.92	10.19	2.46	54.42
	8	36.60	10.63	3.88	48.89
25	2	31.84	20.41	0.79	46.96
	4	24.14	25.85	2.32	47.69
	6	18.48	23.92	1.81	55.79
	8	18.34	26.79	3.09	51.77
35	2	22.25	32.84	1.48	43.44
	4	30.58	17.12	1.62	50.69
	6	29.15	15.41	2.58	52.86
	8	31.81	17.54	4.15	46.50
45	2	14.26	28.15	0.52	57.07
	4	23.45	27.95	-	48.60
	6	18.04	12.53	2.06	67.37
	8	21.45	19.60	1.55	57.39
50	2	24.21	27.22	-	47.87
	4	21.36	33.95	0.47	44.22
	6	18.29	37.38	0.13	44.20
	8	16.89	33.27	1.55	48.29

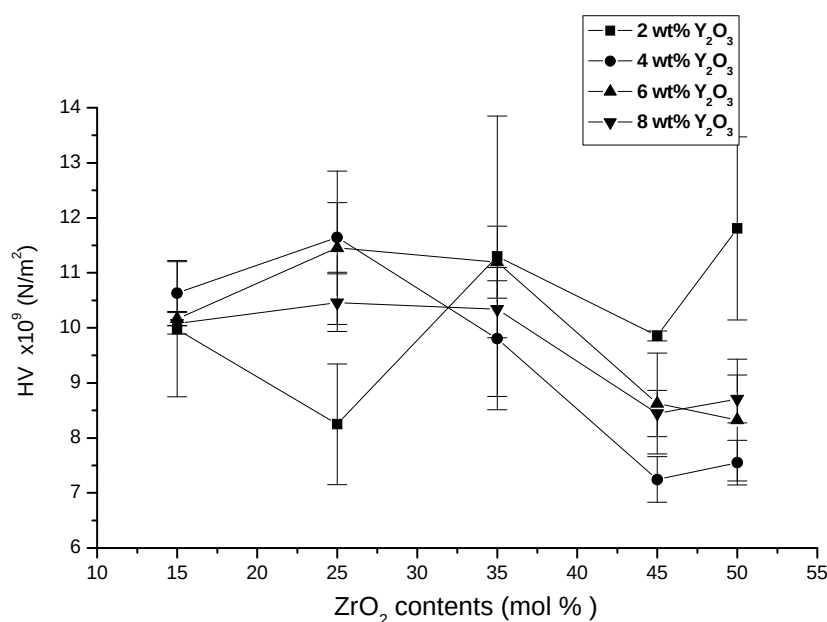


ภาพประกอบที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าสัดส่วนร้อยละอะตอม Y

4.5 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกล

4.5.1 ผลการทดสอบความแข็งของเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (vicker hardness test)

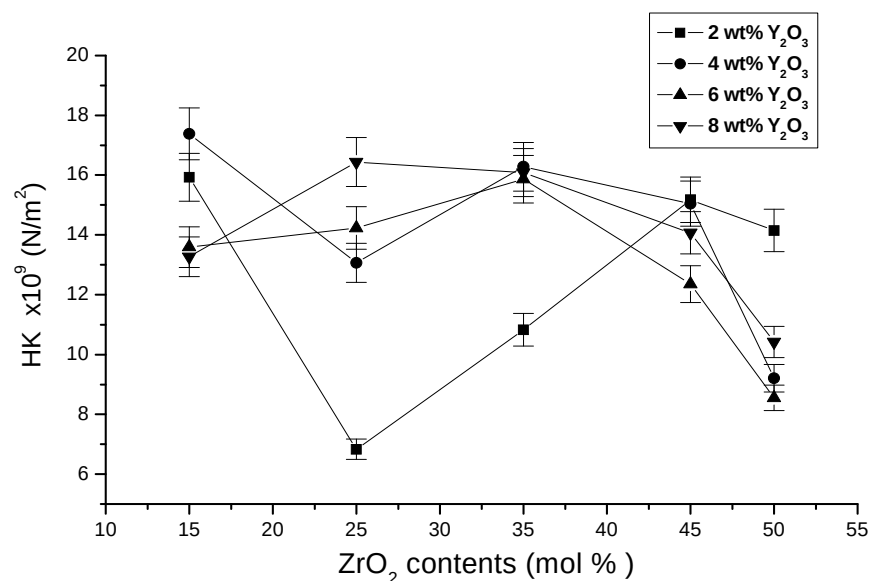
จากการทดสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ โดยการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ที่สัดส่วนร้อยละโดยโมลของ ZrO_2 ที่ต่างกัน 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 และสัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ต่างกัน 4 สัดส่วน คือ 2 4 6 และ 8 ดังภาพประกอบที่ 4.22 พบว่าที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 และ 25 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วนให้ค่าความแข็งใกล้เคียงกัน คือ ระหว่าง 9.974-10.634 และ 8.248-11.645 จิกะปาสคาล ตามลำดับ ที่สัดส่วนการเจือที่มีค่าความแข็งที่ดีในกลุ่มนี้ คือ ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 35 45 และ 50 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ต่างๆ ให้ค่าความแข็งระหว่าง 9.803-11.301 7.244-9.855 และ 7.55-11.807 จิกะปาสคาล ซึ่งที่สัดส่วนการเจือที่ให้ค่าความแข็งที่ดีในกลุ่มนี้ คือ ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาสัดส่วน ZrO_2 และการเจือ Y_2O_3 ทุกสัดส่วน พบว่าค่าความแข็งมีค่ามากที่สุดเท่ากับ 11.807 จิกะปาสคาล และจากรายงานของ อติสร มิ่งวงศ์ธรรม ที่ศึกษาเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2$ พบว่าค่าความแข็งสูงสุดเท่ากับ 17.433 เมกะปาสคาล แสดงให้เห็นว่าการเจือ Y_2O_3 มีผลทำให้มีค่าความแข็งมากขึ้น



ภาพประกอบที่ 4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าความแข็งวิกเกอร์ของเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ

4.5.2 ผลการทดสอบความแข็งของเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบนูน (knoop hardness test)

ภาพประกอบที่ 4.23 แสดงผลจากการทดสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ โดยการทดสอบความแข็งแบบนูนที่สัดส่วนร้อยละโดยโมลของ ZrO_2 ที่ต่างกัน 5 สัดส่วน คือ 15 25 35 45 และ 50 และสัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ Y_2O_3 ที่ต่างกัน 4 สัดส่วน คือ 2 4 6 และ 8 พบว่าในทุกสัดส่วนของ Y_2O_3 ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 25 และ 35 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วนให้ค่าความแข็งใกล้เคียงกัน คือ ระหว่าง 13.273-17.383 6.831-16.347 และ 10.829-16.282 จิกะปาสคาล ตามลำดับ โดยสัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 15 และ 35 โดยโมล ที่ให้ค่าความแข็งที่ดี คือ ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก และที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล คือการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 45 และ 50 โดยโมล ในทุกสัดส่วนของ Y_2O_3 ให้ค่าความแข็งระหว่าง 12.353-15.175 และ 8.552-14.148 จิกะปาสคาล ตามลำดับ ซึ่งสัดส่วนที่มีค่าความแข็งดีของกลุ่มนี้ คือ สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาสัดส่วน ZrO_2 และการเจือ Y_2O_3 ทุกสัดส่วน พบว่าค่าความแข็งมีค่ามากที่สุดเท่ากับ 17.383 จิกะปาสคาล และจากรายงานของ อติศร มิ่งวงศ์ธรรม ที่ศึกษาเซรามิก $Al_2O_3-ZrO_2$ พบว่าค่าความแข็งสูงสุดเท่ากับ 9.505 เมกะปาสคาล แสดงให้เห็นว่าการเจือ Y_2O_3 มีผลทำให้มีค่าความแข็งมากขึ้น

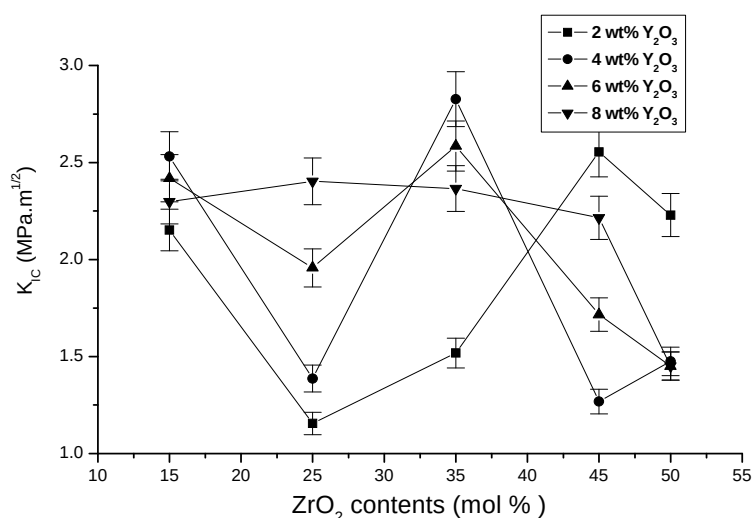


ภาพประกอบที่ 4.23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับ ค่าความแข็งนูนของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ

4.5.3 ผลการทดสอบความเหนียวของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3

จากผลการทดสอบความแข็งทั้งแบบวิกเกอร์และแบบนูนของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3 ที่สัดส่วนต่างๆกัน แล้วนำมาคำนวณตามสมการ (3.5) เพื่อหาค่าความเหนียวของเซรามิก ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของค่าความเหนียวของเซรามิก AZY ที่สัดส่วนต่างๆได้ดังภาพประกอบ 4.24 โดยพบว่าเซรามิก AZY ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 25 และ 35 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ทุกๆสัดส่วนให้ค่าความเหนียวระหว่าง 2.152-2.532 1.155-2.403 และ 1.518-2.827 เมกะปาสคาล.เมตร^{1/2} ($MPa.m^{1/2}$) โดยสัดส่วนที่มีค่าความเหนียวที่สูงของเซรามิก AZY ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 และ 35 โดยโมล พบที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก และที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล พบที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 45 และ 50 โดยโมล ในทุกสัดส่วนของ Y_2O_3 มีค่าความเหนียวระหว่าง 1.268-2.554 และ 1.451-2.229 $MPa.m^{1/2}$ ซึ่งพบว่าเซรามิก AZY ของกลุ่มนี้มีค่าความเหนียวที่ดี พบที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักและเมื่อพิจารณาในทุกสัดส่วน ZrO_2 และการเจือ Y_2O_3 พบว่าสัดส่วนของ ZrO_2 ร้อยละ 35 โดยน้ำหนัก กับการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยโมลให้ค่าความเหนียวที่มากที่สุดเท่ากับ 2.827 $MPa.m^{1/2}$ ซึ่งมีแนวโน้มสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ได้กล่าวข้างต้น นอกจากนี้ยังพบว่าสัดส่วนที่มีโครงสร้างจุลภาคของเกรนขนาดเล็กมีแนวโน้มที่ให้ค่าความเหนียวที่ดี ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของ เซรามิก ซึ่งวิเคราะห์ได้ว่า ZrO_2 ในสัดส่วนที่เหมาะสมช่วยยับยั้งการโตของเกรนที่

ผิวด้านของ Al_2O_3 จึงทำให้เซรามิกมีความแน่นตัวที่ดี อีกทั้งปริมาณการเจือ Y_2O_3 ทำให้เฟสเตตระโกนอลของ ZrO_2 มีความเสถียรมากขึ้น จึงส่งผลให้เซรามิก AZY ที่มีโครงสร้างจุลภาคของเกรนที่เล็ก มีความเหนียวที่สูงและช่วยยับยั้งการโตของเกรนที่ผิวด้านของ Al_2O_3 จึงทำให้เซรามิกมีความแน่นตัวและความแข็งแรงที่ดี ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. V. Srdic และคณะ ที่ศึกษาความแข็งแรงของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่มีเฟส ZrO_2 ต่างกัน พบว่าสัดส่วน $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่มีเฟสของ ZrO_2 อยู่ในรูปเตตระโกนอลให้ค่าความแข็งแรงเท่ากับ 502 ± 31 เมกะปาสคาล และเมื่อเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่มีเฟสของ ZrO_2 อยู่ในรูปโมโนคลินิกให้ค่าความแข็งแรงเท่ากับ 421 ± 33 เมกะปาสคาล แสดงให้เห็นว่าเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ เมื่อ ZrO_2 อยู่ในเฟสเตตระโกนอลมีสมบัติเชิงกลด้านความเหนียวที่ดี



ภาพประกอบที่ 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนการเจือ Y_2O_3 กับค่าความเหนียวของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ที่สัดส่วนการเจือ ZrO_2 ต่างๆ

4.6 ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลด

ผลการตรวจสอบปริมาณเฟสโดยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลดของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ แสดงดังตารางที่ 4.2–4.21 โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิก AZY ที่ปรับค่าพารามิเตอร์ แสดงไว้ใน ภาคผนวก ข ซึ่งผลการปรับค่าพารามิเตอร์จะแสดงค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของหน่วยเซลล์ เช่น ค่าคงที่แลตทิซ ตำแหน่งของอะตอม รวมถึงค่าร้อยละของน้ำหนักของเฟสที่เป็นองค์ประกอบ โดยตรวจพบเฟสหลักคือเฟสของ Al_2O_3 ในระบบบรมโมอีตรอล เฟสรองคือเฟสของ ZrO_2 ในระบบโมโนคลินิกและระบบเตตระโกนอล และเฟสของ Y_2O_3 ในระบบโมโนคลินิก ผล

จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ค่าสัดส่วนร้อยละของทั้ง 4 เฟส โดยสามารถสรุปค่าร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสเซรามิก AZY ทุกๆตัวที่ปรับค่าพารามิเตอร์แล้ว แสดงดังตารางที่ 4.22 พบว่าที่สัดส่วนของ ZrO_2 เพิ่มขึ้นมีผลทำให้สัดส่วน Al_2O_3 มีแนวโน้มลดลง และในทุกสัดส่วนของ ZrO_2 ที่เจือ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ พบว่าสัดส่วนของเฟสโมโนคลินิกของ Y_2O_3 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเจือของ Y_2O_3 ที่เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 15 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วน พบว่าที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2-4 โดยน้ำหนัก สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นและที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 6-8 โดยน้ำหนัก สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลมีแนวโน้มลดลง โดยร้อยละสัดส่วนเฟส เตตระโกนอลที่มีค่ามากที่สุด คือ ร้อยละ 11.0(2) ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วน พบว่าร้อยละสัดส่วนเฟสเตตระโกนอลที่มีค่ามากที่สุด คือ ร้อยละ 9.8(5) ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 35 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วน พบว่าร้อยละสัดส่วนเฟสเตตระโกนอลที่มีค่ามากที่สุด คือ ร้อยละ 15.4(6) ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก ที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 45 โดยโมล เจือ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ พบว่าร้อยละสัดส่วนเฟสเตตระโกนอลที่มีค่ามากที่สุด คือ ร้อยละ 12.7(6) ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 50 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ในทุกสัดส่วน พบว่าร้อยละสัดส่วนเฟสเตตระโกนอลที่มีค่ามากที่สุด คือ ร้อยละ 6.5(3) ที่การเจือ Y_2O_3 ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ซึ่งเห็นได้ว่าที่สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 35 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก มีค่าร้อยละของเฟส ZrO_2 ในระบบเตตระโกนอลมากที่สุด นอกจากนี้ยังเป็นสัดส่วนที่ให้ค่าความเหนียวมากที่สุด แสดงให้เห็นว่าปริมาณร้อยละของเฟสในระบบเตตระโกนอลที่มากมีผลทำให้ค่าความเหนียวมาก นอกจากนี้ยังพบว่าสัดส่วนที่มากขึ้นของ ZrO_2 และ Y_2O_3 ไม่ได้มีผลทำให้ค่าความเหนียวมากขึ้นด้วยแต่ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมของสัดส่วนการเจือของเซรามิก

ผลจากการปรับค่าพารามิเตอร์ที่ได้ในแต่ละสัดส่วนของเซรามิก AZY พบว่าค่าความน่าเชื่อถือดังต่อไปนี้ คือ R_{EP} R_p R_{WP} R_{BR} และ GOF มีค่ามากกว่าร้อยละ 20 โดยค่าความน่าเชื่อถือที่ดีควรมีค่าประมาณ 10 ซึ่งอาจเกิดจากยังคงมีบางพิกที่มีความแตกต่างกันและเฟสรวมของสารที่แท้จริงอาจมากกว่า 4 เฟส ตามที่กำหนดในการปรับค่าพารามิเตอร์ในครั้งนี้

ตารางที่ 4.2 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบวมโปไซด์รอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 7.000, c = 11.000				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.469000	0.750000	0.469000
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 3.31, b = 3.60, c = 2.93 Å, $\beta = 98.10^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.298000	0.200000
O1	4e	0.059790	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.1, c = 4.1 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 C121 ; a = 4.76, b = 3.902, c = 4.09 Å, $\beta = 97.10^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.090000	0.008990	0.090000
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.550\%$ $R_{\text{P}} = 34.123\%$ $R_{\text{WP}} = 41.318\%$ $R_{\text{BR}} = 22.481\%$ $\text{GOF} = 39.797\%$

weight fraction rhombohedral 85.8(2) %

weight fraction monoclinic 5.8(7) %

weight fraction tetragonal 6.2(8) %

weight fraction monoclinic 2.2(3) %

ตารางที่ 4.3 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.003 , c = 7.048				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.456970	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 1.00 , b = 1.00 , c = 1.00 Å, $\beta = 98.00^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 8.50 , c = 11.9 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 3.00 , b = 2.883 , c = 3.53 Å, $\beta = 98.50^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.090000	0.000890	0.090000
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.616 \% \quad R_p = 36.768 \% \quad R_{\text{WP}} = 47.174 \% \quad R_{\text{BR}} = 28.556 \% \quad \text{GOF} = 50.844 \%$$

weight fraction rhombohedral 82.8(5) %

weight fraction monoclinic 1.8(6) %

weight fraction tetragonal 11.0(2) %

weight fraction monoclinic 4.47(3) %

ตารางที่ 4.4 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 6.557 , c = 7.067				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.456970	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 5.76, b = 6.24, c = 10.05 Å, $\beta = 125.50^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.0 , c = 3.3 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.00, b = 3.97, c = 5.41 Å, $\beta = 98.60^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.090000	0.000890	0.090000
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.618\%$ $R_{\text{p}} = 39.287\%$ $R_{\text{WP}} = 51.325\%$ $R_{\text{BR}} = 29.340\%$ $\text{GOF} = 60.137\%$

weight fraction rhombohedral 83.82(8) %

weight fraction monoclinic 0.7(7) %

weight fraction tetragonal 9.7(5) %

weight fraction monoclinic 5.8(4) %

ตารางที่ 4.5 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.350, c = 12.01				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.449990	0.750000	0.460000
O3	36f	0.660000	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 1.001 , b = 1.008 , c = 1.000 Å, $\beta = 96.80^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.300000	0.200000
O1	4e	0.059000	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449990	0.759980	0.449990
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 10.96 , c = 15.91 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4 , b = 4.1 , c = 4.1 Å, $\beta = 111.00^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.090000	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.300000	0.300000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.623 \% \quad R_{\text{p}} = 40.717 \% \quad R_{\text{WP}} = 51.363 \% \quad R_{\text{BR}} = 52.765 \% \quad \text{GOF} = 60.146 \%$$

weight fraction rhombohedral 84.3(7) %

weight fraction monoclinic 2.0(3) %

weight fraction tetragonal 6.7(2) %

weight fraction monoclinic 7.0(5) %

ตารางที่ 4.6 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบวมโปฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.7569 , c = 4.000				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465770	0.756330	0.469980
O3	36f	0.622500	0.990000	0.754000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 15.8, b = 9.7 , c = 11.7 Å, $\beta = 118.50^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.1 , c = 4.0 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.3 , b = 4.01 , c = 4.20 Å, $\beta = 98.30^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.0089900	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.953\%$ $R_{\text{p}} = 34.589\%$ $R_{\text{WP}} = 45.642\%$ $R_{\text{BR}} = 28.573\%$ $\text{GOF} = 43.088\%$

weight fraction rhombohedral 75.5(2) %

weight fraction monoclinic 18.6(3) %

weight fraction tetragonal 3.9(8) %

weight fraction monoclinic 2.0(6) %

ตารางที่ 4.7 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.753 , c = 7.08				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465900	0.750000	0.469500
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 19.6 , b = 14.3 , c = 15.72 Å , $\beta = 118.53^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.465860
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 5.80 , c = 3.85 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.9 , b = 2.89 , c = 4.10 Å , $\beta = 97.00^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.449990	0.750000	0.449990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.689\%$ $R_{\text{p}} = 42.562\%$ $R_{\text{WP}} = 54.789\%$ $R_{\text{BR}} = 34.971\%$ $\text{GOF} = 67.089\%$

weight fraction rhombohedral 81.5(1) %

weight fraction monoclinic 9.1(3) %

weight fraction tetragonal 5.0(6) %

weight fraction monoclinic 4.4(1) %

ตารางที่ 4.8 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบวมโปไซด์รอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.000 , c = 6.009				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.460000	0.750000	0.460000
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 12.589, b = 8.315, c = 9.546 Å, $\beta = 118.77^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.300000	0.200000
O1	4e	0.059000	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449900	0.750000	0.460000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 15.303 , c = 10.989 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.583 , b = 2.063 , c = 3.508 Å, $\beta = 103.67^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.089990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.725\%$ $R_{\text{p}} = 44.041\%$ $R_{\text{WP}} = 55.233\%$ $R_{\text{BR}} = 69.974\%$ $\text{GOF} = 67.452\%$

weight fraction rhombohedral 75.11(5) %

weight fraction monoclinic 13.1(9) %

weight fraction tetragonal 5.8(6) %

weight fraction monoclinic 6(1) %

ตารางที่ 4.9 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.75\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.25\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบวมโปฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.295 , c = 12.388				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465970	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 15.66 , b = 9.65 , c = 10.95 Å, $\beta = 118.00^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.0 , c = 4.0 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 8.1 , b = 3.00 , c = 7.1 Å, $\beta = 102.77^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.733\%$ $R_{\text{p}} = 46.236\%$ $R_{\text{WP}} = 58.710\%$ $R_{\text{BR}} = 36.821\%$ $\text{GOF} = 76.028\%$

weight fraction rhombohedral 78.5(9) %

weight fraction monoclinic 5(1) %

weight fraction tetragonal 9.8(5) %

weight fraction monoclinic 6.4(9) %

ตารางที่ 4.10 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมไบอิตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.058 , c = 7.091				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.002000
O1	12c	0.000000	0.000000	0.002000
O2	36f	0.449990	0.750000	0.460000
O3	36f	0.660000	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 19.44 , b = 12.72 , c = 15.92 Å, $\beta = 100.30^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.289990	0.200000
O1	4e	0.059000	0.330000	0.330000
O2	4e	0.439990	0.750000	0.449990
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.1 , c = 3.2 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.32 , b = 3.20 , c = 4.40 Å, $\beta = 95.50^\circ$				
Y1	4c	0.300000	0.400000	0.500000
Y2	4c	0.001000	0.001000	0.000500
O1	4c	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4c	0.500000	0.750000	0.460000
O3	4c	0.600000	0.990000	0.750000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.665\%$ $R_{\text{P}} = 40.192\%$ $R_{\text{WP}} = 50.782\%$ $R_{\text{BR}} = 23.918\%$ $\text{GOF} = 58.054\%$

weight fraction rhombohedral 68.4(3) %

Weight fraction Monoclinic 23.1(2) %

Weight fraction Tetragonal 5.27(9) %

Weight fraction Monoclinic 3.2(9) %

ตารางที่ 4.11 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบรอมโบอีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.759 , c = 7.503				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000300
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000300
O2	36f	0.460	0.750000	0.460000
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 11.291 , b = 8.238 , c = 9.955 Å, $\beta = 98.86^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.300000	0.200000
O1	4e	0.059000	0.330000	0.330000
O2	4e	0.439990	0.750000	0.460000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.038 , c = 7.401 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 9.007 , b = 4.495 , c = 7.500 Å, $\beta = 89.03^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188980	0.100000
Y2	4c	0.009990	0.090000	0.009990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.6997\%$ $R_{\text{p}} = 39.702\%$ $R_{\text{WP}} = 48.016\%$ $R_{\text{BR}} = 21.516\%$ $\text{GOF} = 51.404\%$

weight fraction rhombohedral 64.4(4) %

weight fraction monoclinic 16.3(2) %

weight fraction tetragonal 15.4(6) %

weight fraction monoclinic 3.9(2) %

ตารางที่ 4.12 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบรมโปฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.754 , c = 10.528				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.500000	0.800000	0.400000
O3	36f	0.600000	0.899990	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 5.9 , b = 3.55 , c = 6.2 Å, $\beta = 107.20^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.300000	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.439990	0.750000	0.500000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 5.04 , c = 5.9 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 12.57 , b = 6.539 , c = 9.24 Å, $\beta = 96.10^\circ$				
Y1	4c	0.300000	0.360000	0.400000
Y2	4c	0.100000	0.100000	0.050000
O1	4c	0.050000	0.400000	0.400000
O2	4c	0.449990	0.750000	0.400000
O3	4c	0.500000	0.699980	0.540000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.814 \% \quad R_{\text{p}} = 43.750 \% \quad R_{\text{WP}} = 56.101 \% \quad R_{\text{BR}} = 42.429 \% \quad \text{GOF} = 67.779 \%$$

weight fraction rhombohedral 66.6(4) %

weight fraction monoclinic 13.3(9) %

weight fraction tetragonal 14(1) %

weight fraction monoclinic 5.7(8) %

ตารางที่ 4.13 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.65\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.35\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบรมโปฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 3.756 , c = 6.092				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.001000
O1	12c	0.000000	0.000000	0.001000
O2	36f	0.300000	0.560000	0.300000
O3	36f	0.519990	0.889980	0.649990
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 4.01 , b = 4.26 , c = 4.02 Å, $\beta = 128.90^\circ$				
Zr	4e	0.170000	0.189980	0.100000
O1	4e	0.001000	0.230000	0.230000
O2	4e	0.340000	0.649990	0.360000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 9.4 , c = 10.1 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 12.9 , b = 3.21 , c = 8.48 Å, $\beta = 98^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.300000	0.300000
O2	4c	0.400000	0.750000	0.400000
O3	4c	0.400000	0.750000	0.389990

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.865\%$ $R_{\text{p}} = 50.046\%$ $R_{\text{WP}} = 60.937\%$ $R_{\text{BR}} = 71.558\%$ $\text{GOF} = 78.792\%$

weight fraction rhombohedral 64.6(2) %

weight fraction monoclinic 18.1(1) %

weight fraction tetragonal 9.3(1) %

weight fraction monoclinic 8.0(8) %

ตารางที่ 4.14 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมไบอิตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 6.96 , c = 10.8				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.456000	0.759980	0.465700
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 5.12 , b = 5.04 , c = 5.26 Å, $\beta = 98.10^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.4 , c = 3.5 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 3.57 , b = 2.83 , c = 4.75 Å, $\beta = 98.50^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.833 \% \quad R_{\text{p}} = 41.434 \% \quad R_{\text{WP}} = 51.941 \% \quad R_{\text{BR}} = 21.243 \% \quad \text{GOF} = 57.786 \%$$

weight fraction rhombohedral 54.7(3) %

weight fraction monoclinic 30.4(1) %

weight fraction tetragonal 12.7(6) %

weight fraction monoclinic 2.2(5) %

ตารางที่ 4.15 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบรอม-โบอีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 2.006 , c = 5.400				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465900	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 19.23 , b = 14.04 , c = 16.36 Å, $\beta = 98.90^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 2.16 , c = 2.4 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.0 , b = 3.99 , c = 4.06 Å, $\beta = 98.80^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.961 \% \quad R_{\text{p}} = 34.578 \% \quad R_{\text{WP}} = 46.166 \% \quad R_{\text{BR}} = 25.835 \% \quad \text{GOF} = 43.982 \%$$

weight fraction rhombohedral 55.6(5) %

weight fraction monoclinic 35.5(7) %

weight fraction tetragonal 4.4(3) %

weight fraction monoclinic 4.5(3) %

ตารางที่ 4.16 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมไบอิตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.740 , c = 12.800				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465200	0.759980	0.469980
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 4.48 , b = 8.92 , c = 5.28 Å, $\beta = 156.30^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449900	0.759750	0.465000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.7 , c = 15.4 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 8.6 , b = 3.1 , c = 7.6 Å, $\beta = 98.80^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.864\%$ $R_{\text{p}} = 34.396\%$ $R_{\text{WP}} = 46.465\%$ $R_{\text{BR}} = 26.761\%$ $\text{GOF} = 45.820\%$

weight fraction rhombohedral 54.1(5) %

weight fraction monoclinic 34.4(8) %

weight fraction tetragonal 5.6(5) %

weight fraction monoclinic 5.8(2) %

ตารางที่ 4.17 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.55\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมไบอีดรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 4.755 , c = 8.987				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465290	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.753000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 9.22 , b = 3.73 , c = 7.04 Å, $\beta = 124.10^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.298790	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.465700
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.10 , c = 4.1 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 13.0 , b = 7.92 , c = 8.3 Å, $\beta = 95.40^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.400000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.910 \% \quad R_{\text{p}} = 36.797 \% \quad R_{\text{WP}} = 48.652 \% \quad R_{\text{BR}} = 30.890 \% \quad \text{GOF} = 49.569 \%$$

weight fraction rhombohedral 54.24(6) %

weight fraction monoclinic 31.61(9) %

weight fraction tetragonal 6.3(1) %

weight fraction monoclinic 7.9(5) %

ตารางที่ 4.18 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $2\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 2.006 , c = 5.355				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.460000	0.750000	0.460000
O3	36f	0.600000	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 19.2 , b = 16.3 , c = 16.89 Å, $\beta = 73.80^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.300000	0.200000
O1	4e	0.059000	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449900	0.750000	0.460000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.3 , c = 4.3 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 2.60 , b = 2.048 , c = 2.20 Å, $\beta = 105.60^\circ$				
Y1	4c	0.140000	0.200000	0.400000
Y2	4c	0.090000	0.090000	0.003000
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.807 \% \quad R_{\text{p}} = 41.784 \% \quad R_{\text{WP}} = 52.626 \% \quad R_{\text{BR}} = 36.498 \% \quad \text{GOF} = 59.777 \%$$

weight fraction rhombohedral 49.7(9) %

weight fraction monoclinic 41.6(6) %

weight fraction tetragonal 6.5(3) %

weight fraction monoclinic 2.2(6) %

ตารางที่ 4.19 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมโบฮีตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $4\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 2.001 , c = 6.000				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000300
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000300
O2	36f	0.460000	0.699980	0.460000
O3	36f	0.500000	0.800000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 19.2 , b = 15.25 , c = 18.0 Å, $\beta = 99.90^\circ$				
Zr	4e	0.300000	0.400000	0.250000
O1	4e	0.059980	0.300000	0.300000
O2	4e	0.449990	0.800000	0.449990
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 13.52 , c = 11.46 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 2.07 , b = 2.007 , c = 2.00 Å, $\beta = 105.60^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699800	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.862\%$ $R_{\text{p}} = 46.144\%$ $R_{\text{WP}} = 55.682\%$ $R_{\text{BR}} = 58.537\%$ $\text{GOF} = 65.840\%$

weight fraction rhombohedral 50.3(2) %

weight fraction monoclinic 40.6(2) %

weight fraction tetragonal 4.8(9) %

weight fraction monoclinic 4.3(5) %

ตารางที่ 4.20 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบบรมโปไซด์รอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $6\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 5.85 , c = 8.11				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465970	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 18.1 , b = 16.08 , c = 16.5 Å, $\beta = 115.40^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449970	0.759980	0.469980
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 3.09 , c = 2.09 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 2.0 , b = 2.0 , c = 2.2 Å, $\beta = 83.10^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.000890	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.439990	0.750000	0.439990
O3	4c	0.400000	0.699980	0.500000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$$R_{\text{EP}} = 6.682 \% \quad R_{\text{P}} = 41.191 \% \quad R_{\text{WP}} = 50.238 \% \quad R_{\text{BR}} = 45.799 \% \quad \text{GOF} = 56.519 \%$$

weight fraction rhombohedral 52.2(4) %

weight fraction monoclinic 37(1) %

weight fraction tetragonal 4.75(1) %

weight fraction monoclinic 5.8(8) %

ตารางที่ 4.21 พารามิเตอร์โครงสร้างของเซรามิก $0.50\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.50\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ในระบบรวมไบอิตรอล โมโนคลินิก และเตตระโกนอล ที่สัดส่วนการเจือร้อยละโดยน้ำหนักของ $8\text{Y}_2\text{O}_3$

Atom	Site	x	y	z
Rhombohedral Al_2O_3 ; R-3c ; a = b = 7.391 , c = 11.00				
Al1	18e	0.400000	0.000000	0.250000
Al2	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O1	12c	0.000000	0.000000	0.000260
O2	36f	0.465970	0.759980	0.469940
O3	36f	0.622500	0.990000	0.750000
Monoclinic ZrO_2 ; P121/c1 ; a = 5.205 , b = 4.007 , c = 5.800 Å, $\beta = 98.90^\circ$				
Zr	4e	0.270000	0.299800	0.200000
O1	4e	0.059980	0.330000	0.330000
O2	4e	0.449690	0.758000	0.465000
Tetragonal ZrO_2 ; P42/m ; a = b = 4.67 , c = 5.3 Å				
Zr	4j	0.100000	0.100000	0.000000
O1	2d	0.000000	0.500000	0.500000
O2	2d	0.000000	0.500000	0.500000
Monoclinic Y_2O_3 ; C121 ; a = 4.4, b = 5.0 , c = 5.32 Å, $\beta = 93.47^\circ$				
Y1	4c	0.100000	0.188960	0.100000
Y2	4c	0.008990	0.090000	0.008990
O1	4c	0.050000	0.330000	0.330000
O2	4c	0.449990	0.750000	0.449990
O3	4c	0.400000	0.750000	0.400000

ค่าความน่าเชื่อถือ

$R_{\text{EP}} = 6.663\%$ $R_{\text{P}} = 42.154\%$ $R_{\text{WP}} = 50.724\%$ $R_{\text{BR}} = 55.584\%$ $\text{GOF} = 57.949\%$

weight fraction rhombohedral 53.8(8) %

weight fraction monoclinic 33.0(2) %

weight fraction tetragonal 4.8(2) %

weight fraction monoclinic 8.4(1) %

ตารางที่ 4.22 แสดงสัดส่วนร้อยละของระบบเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ ที่สัดส่วนต่างๆ ที่ได้จากการคำนวณด้วยวิธีการปรับพารามิเตอร์ของริทเวลด์

สัดส่วนร้อยละ โดยโมล ZrO_2	สัดส่วนร้อยละโดย น้ำหนัก Y_2O_3	ร้อยละของระบบเฟสของเซรามิก $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$			
		R (Al_2O_3)	M (ZrO_2)	T (ZrO_2)	M (Y_2O_3)
15	2	85.8(2)	5.8(7)	6.2(8)	2.2(3)
	4	82.8(5)	1.8(3)	11.0(2)	4.47(3)
	6	83.82(8)	0.7(7)	9.7(5)	5.8(4)
	8	84.3(7)	2.0(3)	6.7(2)	7.0(5)
25	2	75.5(2)	18.6(3)	3.9(8)	2.0(6)
	4	81.5(1)	9.1(3)	5.0(6)	4.4(1)
	6	75.11(5)	13.1(9)	5.8(6)	6(1)
	8	78.5(9)	5(1)	9.8(5)	6.4(9)
35	2	68.4(3)	23.1(2)	5.27(9)	3.2(9)
	4	64.4(4)	16.3(2)	15.4(6)	3.9(2)
	6	66.6(4)	13.3(9)	14(1)	5.7(8)
	8	64.6(2)	18.1(1)	9.3(1)	8.0(8)
45	2	54.7(3)	30.4(1)	12.7(6)	2.2(5)
	4	55.6(5)	35.5(7)	4.4(3)	4.5(3)
	6	54.1(5)	34.4(8)	5.6(5)	5.8(2)
	8	54.24(6)	31.61(9)	6.3(1)	7.9(5)
50	2	49.7(9)	41.6(6)	6.5(3)	2.2(6)
	4	50.3(2)	40.6(2)	4.8(9)	4.3(5)
	6	52.2(4)	37(1)	4.75(1)	5.8(8)
	8	53.8(8)	33.0(2)	4.8(2)	8.4(1)

*R = Rhombohedral M = Monoclinic

T = Tetragonal

บทที่ 5

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการเตรียมเซรามิก $(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3-x\text{ZrO}_2-\text{Y}_2\text{O}_3$ (AZY) ที่ x ระหว่าง 0.15 0.25 0.35 0.45 และ 0.50 ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ร้อยละโดยน้ำหนักเท่ากับ 2 4 6 และ 8 ตามลำดับ ได้ศึกษา ลักษณะเฉพาะด้านต่างๆ คือ ทางกายภาพ การศึกษาโครงสร้างจุลภาค การเกิดเฟส สมบัติเชิงกล และปรับค่าพารามิเตอร์ด้วยวิธีทวิเฟส สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. ค่าความหนาแน่นของเซรามิก AZY ที่สัดส่วนการเจือ Y_2O_3 ที่ค่าต่างๆ พบว่าค่าความหนาแน่นอยู่ในช่วง 4.203-4.950 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งการเจือ Y_2O_3 ในสัดส่วนที่สูงขึ้น ไม่ได้มีผลทำให้การอัดตัวแน่นของอนุภาคเพิ่มขึ้น แต่ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมของสัดส่วนที่เจือเข้าไป โดยสัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 25 โดยโมล ที่เจือ Y_2O_3 ร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก ให้ค่าความหนาแน่นมากที่สุด

2. ลักษณะรูปร่างของเซรามิก AZY มีลักษณะเป็นทรงกลมและรูปหลายเหลี่ยมปะปนกัน โดยลักษณะเกรนมีแนวโน้มเป็นทรงกลมมากขึ้น รวมทั้งขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเล็กลงตามสัดส่วน ZrO_2 ที่เพิ่มสูงขึ้น ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าสัดส่วน ZrO_2 มีผลต่อการยับยั้งการเติบโตที่ผิดปกติของเกรน Al_2O_3 ส่วนปริมาณการเจือ Y_2O_3 ไม่มีผลต่อรูปร่างและขนาดของเกรนมากนัก โดยขนาดของเกรนเฉลี่ยของ เซรามิกอยู่ในช่วง 0.97-2.10 ไมโครเมตร

3. การศึกษาการก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่าการเจือ Y_2O_3 ไม่มีผลทำให้โครงสร้างของเฟสหลักเปลี่ยนแปลง โดยพบว่าเฟสที่เป็นสัดส่วนหลัก คือ เฟสรวมโบฮีตรอลของ Al_2O_3 เฟสที่เป็นสัดส่วนรอง คือ เฟสโมโนคลินิกและเตตระโกนอลของ ZrO_2 และเฟสโมโนคลินิกของ Y_2O_3

4. สัดส่วน ZrO_2 ร้อยละ 35 โดยน้ำหนักที่เจือ Y_2O_3 ร้อยละ 4 โดยโมล ให้ค่าความเหนียวมากที่สุด โดยมีค่าเท่ากับ 2.827 เมกะปาสคาล.เมตร^{1/2} และยังพบว่าสัดส่วนที่มีโครงสร้างจุลภาคของเกรนขนาดเล็กมีแนวโน้มให้ค่าความเหนียวที่ดี

5. จากการปรับค่าพารามิเตอร์ด้วยวิธีทวิเฟส พบว่าเซรามิก AZY ที่เจือด้วย Y_2O_3 ร้อยละ 2 4 6 และ 8 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้สัดส่วนร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสองค์ประกอบของเซรามิก AZY เปลี่ยนแปลงตามปริมาณของ Y_2O_3 และพบว่าเซรามิกที่ให้ค่าความเหนียวที่ดีมีค่าสัดส่วนร้อยละ โดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลในสัดส่วนที่สูง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Cava S., Tebcherani S. M., Pianaro S. A., Paskocimas C. A., Longo E., Varela J. A.. Structural and spectroscopic analysis of α - Al_2O_3 to α - Al_2O_3 - CoAl_2O_4 phase transition. Material Chemistry and Physics 2006; 97: 102-108.
- [2] Byong-Taek Lee, Jae-Kil Han, Fumio Satio. Microstructure of sol-gel synthesized Al_2O_3 - $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nano-composites studied by transmission electronmicroscopy. Materials Letters 2005; 59: 355-360.
- [3] สมัย นามขารี. การเตรียมและการศึกษาคุณสมบัติทางด้านการขยายตัวทางความร้อนเชิงเส้นของเซรามิก Al_2O_3 - MgO [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2550.
- [4] สาวิตรี งามเถื่อน และพิกุล ชูรัตน์. การเตรียมและหาลักษณะเฉพาะของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 ที่เจือด้วย Y_2O_3 [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2552.
- [5] Reyes-Rojas A., Esparza-Ponce H., De la Torre S. D., Torre-Moye E.. Compressive strain-dependent bending strength property of Al_2O_3 - ZrO_2 (15 mol % Y_2O_3) composite performance by HIP. Material Chemistry and Physics 2009; 114: 756-762.
- [6] Shapior I. P., Shapiro R. I., Todd R. I., Titchmarsh J. M., Roberts S. G.. Effects of Y_2O_3 additives and powder purity on the densification and grain Boundary composition of Al_2O_3 / SiC nanocomposites. Journal of the European Ceramic Society 2009; 29: 1613-1624.
- [7] Weimin M., Lei W., Renguo G., Xudong S., Xikun L.. Sintering densification, Microstructure and transformation behavior of Al_2O_3 / $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ composite. Material Science and Engineering 2008; 477: 100-106.
- [8] เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร. วัสดุศาสตร์มูลฐาน. กรุงเทพฯ: จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2543.
- [9] Rao P. G., Iwasa M., Tanaka T., Kondoh I., Inoue T.. Preparation and mechanical properties of Al_2O_3 -15 wt% ZrO_2 composites. Scripta Material 2003; 48: 437-441.
- [10] Biamino S., Fino P., Pavese M., Badini C.. Alumina-zirconia-yttria Nanocomposites

prepared by solution combustion synthesis. *Ceramics International* 2006; 32: 509-513.

[11] Chandradass J., Yoon J. H., Bae D. S.. Synthesis and Characterization of zirconia doped alumina nanopowder by citrate-nitrate process. *Material Science and Engineering* 2008; 473: 360-364.

[12] Upadhyaya D. D., Dalvi P. Y., Dey G. K.. Processing and properties of Y-TZP/ Al_2O_3 composites. *Journal of Materials Science* 1993; 28: 6103-6106.

[13] Shi J. L., Li B. S., Yen T. S.. Mechanical Properties of Al_2O_3 particle Y-TZP matrix composite and its toughening mechanism. *Journal of Materials Science* 1993; 28: 4019-4022.

[14] Srdic V. V.', Rakic' S., Cvejic' Z.. Aluminum doped Zirconia nanopowders : Wet-chemical synthesis and structural analysis by Riteveld refinement. *Material Research Bulletin* 2003; 43: 2727-2735.

[15] Wang C. J., Huang C. Y., Wu Y. C.. Two-step sintering of fine alumina-Zirconia ceramics. *Ceramics International* 2009; 35: 1467-1472.

[16] ประภาพร ไชยทุม. การก่อเกิดเฟสของสาร Al_2O_3 - ZrO_2 ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2547.

[17] รัตติกร ยี่มนิรันฎ. การประยุกต์ของวัสดุทางไฟฟ้า. เชียงใหม่: มหาวิทยาลัยเชียงใหม่; 2543.

[18] แม้น อมรสิทธิ์ และสมชัย อัครทิวา. วัสดุวิศวกรรม. กรุงเทพฯ: ทอป แมคโคร-ฮิล; 2546.

[19] Mobasherpour I., Solati Hashjin M., Razavi Toosi S. S., Darvishi Kamachali R.. Effect of the adding ZrO_2 - Al_2O_3 on nanocrystalline hydroxyapatite bending strength and fracture toughness. *Ceramics International* 2009; 35: 1569-1574.

[20] Kan Y., Zhang G., Wang P., Van der Biest O., Vleugels J.. Yb_2O_3 and Y_2O_3 co-doped zirconia ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 2006; 26:3607-3612.

[21] Gajovic A., Furic K., Stefanic G., Music S.. In situ high temperature study of ZrO_2 ball-milled to nanometer sizes. *Journal of Molecular Structure* 2005; 744-747: 127-133.

[22] Tuan W. H., Chen R. Z., Wang T. C., Cheng C. H., Kuo P. S.. Mechanical properties of Al_2O_3 / ZrO_2 composites. *Journal of the European Ceramic Society* 2002; 22: 2827-2833.

- [23] Tekeli S., Erdogan M., Aktas B.. Influence of $\text{-Al}_2\text{O}_3$ addition on sintering and grain growth behavior of 8 mol% Y_2O_3 -stabilised cubic zirconia (c- ZrO_2). *Ceramics International* 2004; 30: 2203-2209.
- [24] เกรียงไกร ทานะเวช และ อัมพวัน ศรแสง. การศึกษาลักษณะเฉพาะของเซรามิกอะลูมินา-เซอร์โคเนียที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2550.
- [25] การ คำรัตน์ และกาญจนา บุญเคน. การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารละลายของแข็งของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2549.
- [26] Trunce M., Chlup Z.. Higher fracture toughness of tetragonal zirconia ceramics through nanocrystalline structure. *Scripta Material* 2009; 61: 56-59.
- [27] อติศร มิ่งวงศ์ธรรม. การศึกษาสมบัติเชิงกลของผลึกเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2551.
- [28] Wang J. A., Valenzuela M. A., Bokhimi X.. Crystalline structure refinements of a series of catalytic materials with the Rietveld technique. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2001; 179: 221-227.
- [29] ลัดดา โพธิ์เตี้ย. การศึกษาโครงสร้างจุลภาคที่มีต่อสมบัติเชิงกลของเซรามิกอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2548.
- [30] ศิริอร จุลทา. ผลของการให้ความร้อนในขบวนการซินเตอร์ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของเซรามิก Al_2O_3 - ZrO_2 [โครงการปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต]. มหาสารคาม: มหาวิทยาลัยมหาสารคาม; 2549.

Output ที่ได้จากโครงการ

1. ผลงานการตีพิมพ์ในวารสาร *Ceramics International* ที่มีค่า Impact factor 1.43

A. Rittidech, T. Tunkasiri, Preparation and characterization of Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 composites, *Ceramics international* 38s(2012) s125-s129.

ภาคผนวก

บทความวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

Preparation and characterization of Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 composites

A. Rittidech^{a,*}, T. Tunkasiri^b

^a Department of Physics, Faculty of Science, Maharakham University, Maharakham 44150, Thailand

^b Department of Physics and Materials Science, Faculty of Science, Chiangmai University, Chiangmai 50200, Thailand

Available online 30 April 2011

Abstract

Al_2O_3 – ZrO_2 (AZ_x), with 25 mol% ZrO_2 content, was prepared using the co-precipitation method. Synthesized powders were characterized by thermal reaction using a differential thermal analysis technique (TG–DTA) and were investigated by phase formation using X-ray diffraction. It indicated that the reaction occurred at 850 °C; cubic (c)- ZrO_2 phase and Al_2O_3 were obtained. By increasing temperature to 1100 °C, tetragonal (t)- ZrO_2 phase was detected. The Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 was sintered for 2 h in the temperature range of between 1300 and 1600 °C. The majority phases of ceramics were m- ZrO_2 and α - Al_2O_3 , although a t- ZrO_2 phase also appeared as a minor phase and decreased with higher temperature. Moreover, morphology and particle size evolution have been determined via the SEM technique. SEM showed that the particles of powder are agglomerated and basically irregular in shape. An SEM micrograph of ceramics exhibits uniform microstructure without abnormal grain growth. © 2011 Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l. All rights reserved.

Keywords: A. Grain growth; A. Sintering; D. Al_2O_3 ; D. ZrO_2

1. Introduction

Al_2O_3 ceramics is one of the most widely used engineering ceramic materials due to its high elastic modulus, high wear resistance and chemical corrosion resistance, high temperature stability and the retention of strength at high temperatures [1]. It is well known that the mechanical properties of alumina ceramics can be considerably increased by the incorporation of fine zirconia particles [2]. Therefore, the alumina–zirconia system (AZ_x with 15–30 mol% ZrO_2) is interested to study [3,4]. As a structural oxide ceramic, zirconia has received much attention due to its high toughness while alumina is known as a hard, low-cost ceramics with high thermal conductivity [5,6]. The toughening mechanisms associated with zirconia toughened alumina are mainly based on the stress-induced transformation tetragonal-monoclinic martensitic transformation toughening and micro crack toughening. The extent of a stress-induced transformation toughening depends on the dispersion of tetragonal zirconia in an alumina matrix, its volume fraction and transformability. On the other hand, a uniform distribution of ZrO_2 ceramic matrix is an important

factor for optimization of micro crack nucleation-induced toughening [7,8]. The phase composition structure is the key to control material properties.

In this work, Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 samples were prepared by a co-precipitation route and the influence of heat treatment on phase compositions and microstructure were investigated.

2. Experimental

The Al_2O_3 – ZrO_2 powders with 25 mol% ZrO_2 , respectively were synthesized using aluminum chloride ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.9% pure), zirconium oxychloride ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 99.9% pure) and ammonia solution (NH_4OH , 28%) as raw materials. Aluminum chloride and zirconium oxychloride were mixed and dissolved in distilled water. The solution was thoroughly stirred at room temperature, and then precipitated by adding ammonia to get $\text{Zr}(\text{OH})_4$ gel. The precipitate was washed repeatedly using distilled water to remove all the chloride ions (as tasted by AgNO_3 solution), and then dried in air at 100 °C. The samples from the precipitate were investigated by thermal analysis using TA instruments (SDT Q600, USA) and after, they were calcined at different temperatures between 700 and 1100 °C. Then, various sintering conditions were employed by varying the sintering temperatures from 1300 to 1600 °C for 2 h. The crystallized phase of the Al_2O_3 – ZrO_2 solid solution was

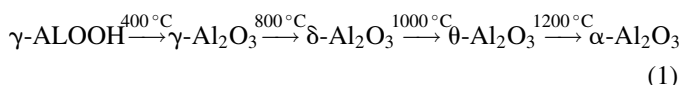
* Corresponding author. Tel.: +66 43 754379; fax: +66 43 754379.

E-mail address: au_wow@yahoo.com (A. Rittidech).

measured by X-ray diffraction (XRD) using CuK α radiation (Philips PW 1729 diffractometer, Netherlands). Microstructural evolution of the powders and ceramics were observed using the scanning electron microscopy: SEM (JEOL, JSM 840A, Japan).

3. Results and discussion

Fig. 1 shows the TG and DTA curves of the Al₂O₃–ZrO₂ (AZ_x) mixed powders, with $x = 25$ mol% ZrO₂ content. It can be seen that the TG curve demonstrates three distinct weight losses below 600 °C. The first weight loss occurs below 230 °C, the second between 240 °C and 290 °C and the third above 300 °C. In the temperature range of room temperature to ~ 150 °C, the sample shows an endothermic peak in the DTA curve at ~ 100 °C, which relates to the first weight loss. This DTA peak is attributed to the elimination of water. The second weight loss between 240 °C and 290 °C were observed, which corresponded to endothermic peak at 282.50 °C on DTA curve. Previous works reported that the crystallization of t-ZrO₂ is obtained at 280 °C [7]. The third weight loss was found above 300 °C, and related to a small exothermic peak at 398 °C in the DTA curve. This result indicates the boiling point of the derivative product and corresponds to the transformation of Al(OH)₃ and γ -AlOOH into γ -alumina, consistent with other works [8]. The phase transformation from γ -AlOOH to α -Al₂O₃ follows the following path as reported by a number of workers [9].



The relationship between the TG curve and the DTA curve between 300 and 700 °C (Fig. 1) reveals a loss in the weight of raw material (TG), and a corresponding loss in the reaction of zirconium hydroxyl and aluminum hydroxyl (DTA). The DTA curve displays a sharp exothermic peak at 855 °C, which is the formation of a crystal line phase of Al₂O₃–ZrO₂ solid solution. Similar change in the crystallization temperature of Al₂O₃–ZrO₂ system were also observed by the same research group in

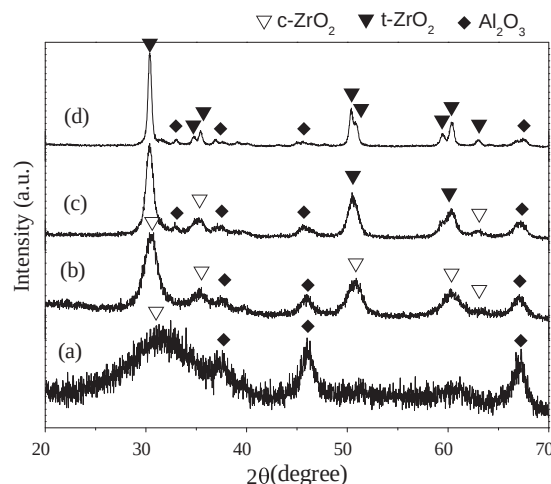


Fig. 2. XRD patterns of Al₂O₃–25 mol% ZrO₂ powders at various calcinations temperatures for 2 h: (a) 700 °C, (b) 850 °C, (c) 900 °C, and (d) 1100 °C.

earlier works [3,4,10,11]. These curve data were used to select the ranges of temperatures (700–1100 °C) for XRD investigation. To study the effect of heat treatment temperatures on Al₂O₃–25 mol% ZrO₂, the precursor powders were calcined between 700 and 1100 °C for 2 h. All calcined powders were examined by XRD in order to investigate the phase development. As shown in Fig. 2(a), phase formation of Al₂O₃–25 mol% ZrO₂ calcined at 700 °C. X-ray peaks of θ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃, and very broad peaks of c-ZrO₂ phase are present, indicating incomplete reaction. So the sample was calcined at 850 °C and the resulting XRD patterns are shown in Fig. 2(b). Due to the broad peak observed at 855 °C (Fig. 1) and the clear intensity peaks of the c-ZrO₂, θ -Al₂O₃ and δ -Al₂O₃ phases (Fig. 2(b)) it was concluded that 850 °C would complete the Al₂O₃–ZrO₂ phase. XRD pattern in Fig. 2(b) exhibits very broad peaks confirming a small crystallize size. As the temperature increase to 900 °C, the phases present are θ -Al₂O₃, c-ZrO₂ and t-ZrO₂. At this temperature, t-ZrO₂ were appeared. Agreement with previous reported that alumina could stabilize the cubic zirconia (c-ZrO₂) and the tetragonal zirconia (t-ZrO₂) if the Al₂O₃–ZrO₂ powders were prepared by the aqueous co-precipitation route, starting with mixture of zirconium oxychloride and aluminum chloride [1]. In general, the c-ZrO₂ $\rightarrow$ t-ZrO₂ phase transformation took place at about 900 °C confirming their phase and being consistent with other work [11]. When heating further to higher temperature (1100 °C), zirconia phases are composed mainly of t-ZrO₂. The presence of tetragonal phases of ZrO₂ is detected by the presence of high intensity peak at $2\theta = 30^\circ$ and splitting of peaks at around $2\theta = 50^\circ$. It is indicated the c-ZrO₂ phase transformed to complete t-ZrO₂ phase. From the little detection of θ -Al₂O₃ and δ -Al₂O₃ peaks, it was suspected that some Al₂O₃ phase still existed in an amorphous state even at 1100 °C and incompletely transformed to α -Al₂O₃. Fig. 3 shows the morphological evolution of all samples as a function of calcination conditions. For all the samples, the micrographs revealed foamy agglomerated particles. Powders calcined at 700 °C (Fig. 3(a)) shows more agglomeration state and irregular in

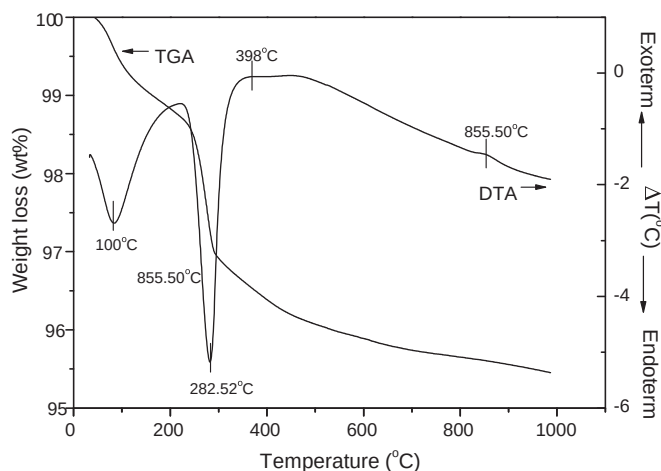


Fig. 1. A TG–DTA curve for the mixture of Al₂O₃–25 mol% ZrO₂ powders.

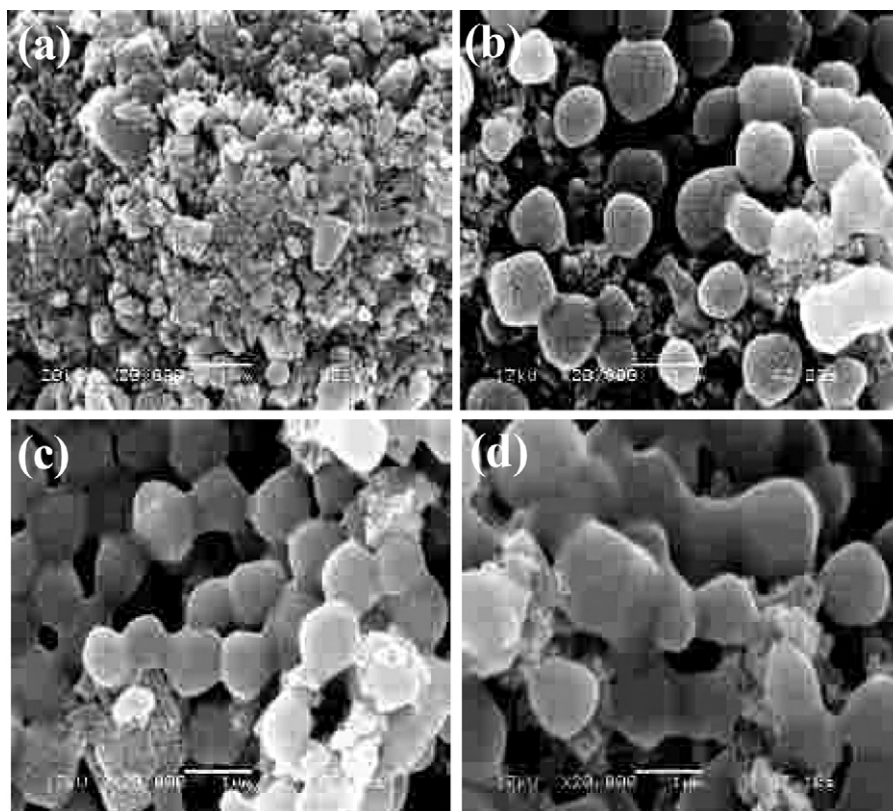


Fig. 3. SEM micrograph of the Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 powders calcined at (a) 700 °C, (b) 850 °C, (c) 900 °C, and (d) 1100 °C.

shape, with a substantial variation in particle sizes which probably have resulted from incomplete reaction. The result was agreed with XRD pattern in Fig. 2(a). SEM micrographs of powders calcined at higher temperature (in Fig. 2(b) and (c)) show spherical particles, it is likely to correspond to TEM photograph reported by Sarkar et al. [12]. The size of the particles tends to increase when the calcination temperature is increased. However, the smallest particle size estimated from SEM micrographs was $\sim 0.20 \mu\text{m}$. The phase

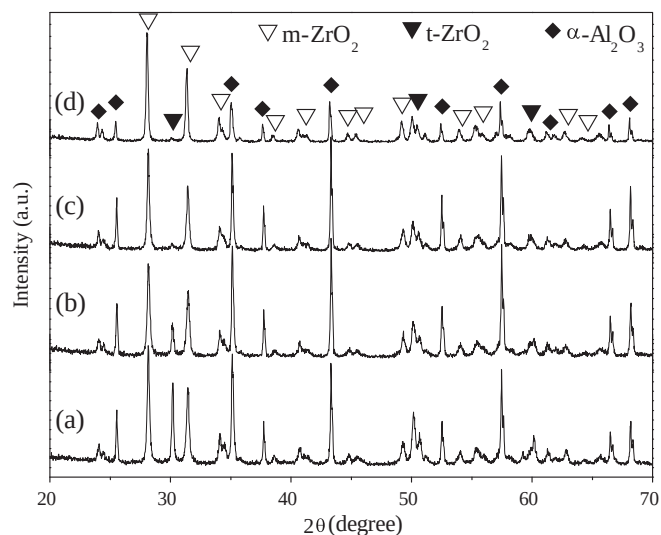


Fig. 4. XRD patterns of Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 ceramics at various sintering temperatures for 2 h: (a) 1300 °C, (b) 1400 °C, (c) 1500 °C, and (d) 1600 °C.

formations of the sintered ceramics at sintering temperatures ranging from 1300 to 1600 °C are presented via XRD patterns in Fig. 4. XRD patterns of crystalline products revealed that they contain three crystalline oxides phase of α - Al_2O_3 , m- ZrO_2 and t- ZrO_2 . Thus, at higher temperatures the ZrO_2 phase changed to become mainly monoclinic (m), while t- ZrO_2 decreased by a few degrees with increased heat-treatment. The particle size of many zirconia may exceed the critical size and so a transformation from t $\rightarrow$ m takes place. According to the stabilization of tetragonal phase of zirconia at room temperature is proved to be due to small crystallite size as well as constraining effect of matrix phase of Al_2O_3 [11]. Fig. 5 shows SEM images of as-received Al_2O_3 –25 mol% ZrO_2 as sintering conditions were varied between 1300 and 1600 °C for 2 h. Almost no abnormal grain growth was observed. The addition of ZrO_2 helped to control the abnormal grain growth in Al_2O_3 ceramics [13]. In Fig. 5(a) and (b) the free surfaces showed many pores. However, at the higher temperatures similar microstructural characteristics were observed, i.e., uniformly sized grains with well-packed and continuous grain structure (Fig. 5(c) and (d)). It can be seen that ceramics sintered at 1300–1400 °C exhibited grain size range of about 0.25–1.10 μm , while ceramics sintered at 1500–1600 °C exhibited grain size range of about 1.22–2.87 μm . The results indicate that the average grain size tend to increase with sintering temperature. It is to be noted that the stabilization of the tetragonal phase, which may be ascribed to the smaller particle-size and low temperature, is consistent with other works [10,12,14,15].

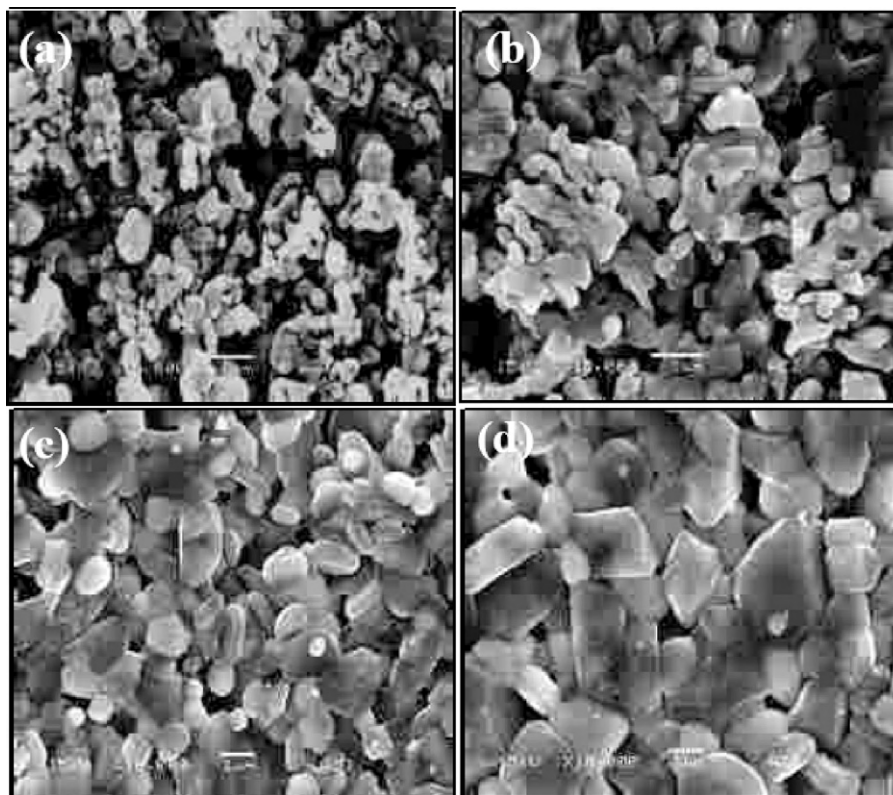


Fig. 5. SEM micrograph of the Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 ceramics sintered at (a) 1300 °C, (b) 1400 °C, (c) 1500 °C, and (d) 1600 °C.

4. Conclusions

The effect of heat treatment on phase formation and microstructure of Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 synthesized by the co-precipitation method was investigated. This work demonstrated that Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 calcined powders obtained main phase of c- ZrO_2 and combined with some θ - Al_2O_3 and δ - Al_2O_3 phases. At higher calcination temperatures (850–1100 °C), t- ZrO_2 were detected. The sintered ceramics showed the major crystalline phase of α - Al_2O_3 combined with m- ZrO_2 and t- ZrO_2 ; further, it was found that t- ZrO_2 decreased by a few degrees with increased heat-treatment. The resulting Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 powders consisted of a variety of agglomerated particle sizes, depending on calcination conditions. Al_2O_3 -25 mol% ZrO_2 grain ceramics exhibited irregular shaping and growth of grain, both of which increased with higher temperatures.

Acknowledgements

This work was supported by the Thailand Research Fund (TRF), the Commission on Higher Education (CHE) and Mahasarakham University (MSU), Thailand.

References

- [1] P.G. Rao, M. Iwasa, T. Tanaka, I. Kondoh, T. Inone, Preparation and mechanical properties of Al_2O_3 -15 wt% ZrO_2 composites, *Scripta Materialia* 48 (2003) 437–441.
- [2] B. Smuk, M. Szutkowska, J. Walter, Alumina ceramics with partially stabilized zirconia for cutting tools, *Journal of Materials Processing Technology* 133 (2003) 195–198.
- [3] J.S. Hong, S.D. De la Torre, K. Miyamoto, L. Gao, Crystallization of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ solid solution powders prepared by co precipitation, *Materials Letters* 37 (1998) 6–9.
- [4] P.G. Rao, M. Iwasa, J. Wu, J. Ye, Y. Wang, Effect of Al_2O_3 addition on ZrO_2 phase composition in the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ system, *Ceramics International* 30 (2004) 923–926.
- [5] K.J. Konsztowicz, R. Langlois, Effects of heteroflocculation of powders on mechanical properties of zirconia–alumina composites, *Journal of Materials Science* 31 (1996) 1633–1641.
- [6] R. Trabelsi, D. Treheux, G. Orange, G. Fantozzi, P. Homerin, F. Thevenot, Relationship between the mechanical properties and wear-resistance of alumina–zirconia ceramic composites, *Tribology Transactions* 32 (1) (1989) 77–84.
- [7] G.S.A.M. Theunissen, J.S. Bouma, A.J.A. Winnubst, A.J. Burggraaf, Mechanical properties of ultra-fine grained zirconia ceramics, *Journal of Materials Science* 27 (1992) 4429–4438.
- [8] B. Basu, J. Vleugels, O. Van Der Biest, Transformation behavior of tetragonal zirconia: role of dopant content and distribution, *Materials Science and Engineering: A* 36 (2) (2004) 338–347.
- [9] T. Venkateswaran, D. Sarkar, B. Basu, Tribological properties of WC– ZrO_2 nanocomposites, *Journal of the American Ceramic Society* 88 (3) (2005) 691–697.
- [10] J. Chandradass, D.S. Bae, Nano, α - Al_2O_3 -t- ZrO_2 composite powders by calcining on emulsion precursor at 1100 °C, *Journal of Alloys and Compounds* 469 (2009) L10–L12.
- [11] S.T. Aruna, K.S. Rajam, Mixture of fuels approach for the solution combustion synthesis of Al_2O_3 - ZrO_2 nanocomposite, *Materials Research Bulletin* 39 (2004) 157–167.

- [12] D. Sarkar, S. Adak, N.K. Mitra, Preparation and characterization of an Al_2O_3 – ZrO_2 nanocomposite. Part I. Powder synthesis and transformation behavior during fracture, *Composites Part A* 38 (2007) 124–131.
- [13] W. Hsing, J.R. Chen, C.J. Ho, Critical zirconia amount to enhance the strength of alumina, *Ceramics International* 34 (2008) 2129–2135.
- [14] B.B. Roge, G.L. Messing, Effect of seeding and water vapor on the nucleation and growth of alpha Al_2O_3 , *Journal of the American Ceramic Society* 82 (1999) 820–825.
- [15] A.H. Heuer, N. Claussen, W.M. Kriven, M. Ruhle, Stability of tetragonal ZrO_2 particles in ceramics materials, *Journal of the American Ceramic Society* 65 (1982) 642–648.