

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมดแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
Particle Size Analyzer	Malvern	Mastersizer S
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Ball Mill	P.S.C.M.	-
Dryer	ELE	Model SDO 225E1
Vibrator/Shaker	Retsch	AS200
Hydraulic press (Compression machine, 11 tons)	Carver	Model 3620
Vernier	Mitutoyo	Diamond
High Temperature Furnace (1800°C)	Labquip	Vecstar/VF2
Furnace (1500°C)	Nabertherm	GMbH
Microhardness Tester	Wilson	450SVD CK-AH
High Speed Diamond Saw	Buehler	Isomet 1000
Grinder&Polisher Machine	Buehler	Ecomet 5
Ultrasonic	NEY	28H
Ion Sputtering Device	JEOL	JFC-1100E
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6400
Universal Testing Machine	Instron	5569

3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminum Oxide	CA 5 M	Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.
	Hydroxyapatite	Hydroxylapatite	Fluka Analytical
สารเติมแต่งสมบัติ	Zirconium Oxide	m-ZrO ₂	Riedel-de Haen
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohol	-	Fluka
สาร Stabilizer	Yttrium Oxide	-	Riedel-de Haen

3.2.1 ผงไฮดรอกซีแอปาทาइट(Hydroxyapatite Powder)

ผงไฮดรอกซีแอปาทาइट สูตรเคมี $Ca_3(PO_4)_2$ เป็นไฮดรอกซีแอปาทาइटที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 90 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ น้ำร้อยละ 5.0 โดยน้ำหนัก คลอรีนร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก แคลเมียมร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก โคบอลต์ร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก ทองแดงร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.04 โดยน้ำหนัก โพแทสเซียมร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก โซเดียมร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก นิกเกิลร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก ตะกั่ว ร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก และสังกะสีร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก (Fluka Co., Ltd.)

3.2.2 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide Powder)

ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al_2O_3 ใช้เกรด CA 5 M เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมออกไซด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก (Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.)

3.2.3 ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder)

ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (เซอร์โคเนีย) สูตรเคมี ZrO_2 เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงาน เซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย เซอร์โคเนียร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก ไททาเนียมร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.03 โดย น้ำหนัก และมลทินอื่น ๆ ร้อยละ 0.37 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เดอ ฮัท จำกัด)

ตารางที่ 3.3 ค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น

องค์ประกอบทางเคมี	ไฮดรอกซีแอปาทิต(%wt)*	อะลูมินา (%wt)**	เซอร์โคเนีย (%wt) ***
$Ca_3(PO_4)_2$	90	-	-
Al_2O_3	-	95.0	-
ZrO_2	-	-	99.0
SiO_2	-	0.2	0.3
SO_4	0.2	-	0.2
Fe	0.04	-	0.03
Fe_2O_3	-	0.02	-
Na_2O	-	0.3	-
CaO	-	0.1	-
H_2O	5.0	-	-
Cl	0.05	-	-
Ti	-	-	0.1
Cd	0.005	-	-
Co	0.005	-	-
Cu	0.005	-	-
K	0.01	-	-
Na	0.05	-	-
Ni	0.005	-	-
Pb	0.005	-	-
Zn	0.005	-	-
อื่น ๆ	4.62	4.38	0.37

หมายเหตุ: * ข้อมูลจาก Fluka Co., Ltd

** ข้อมูลจาก Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd

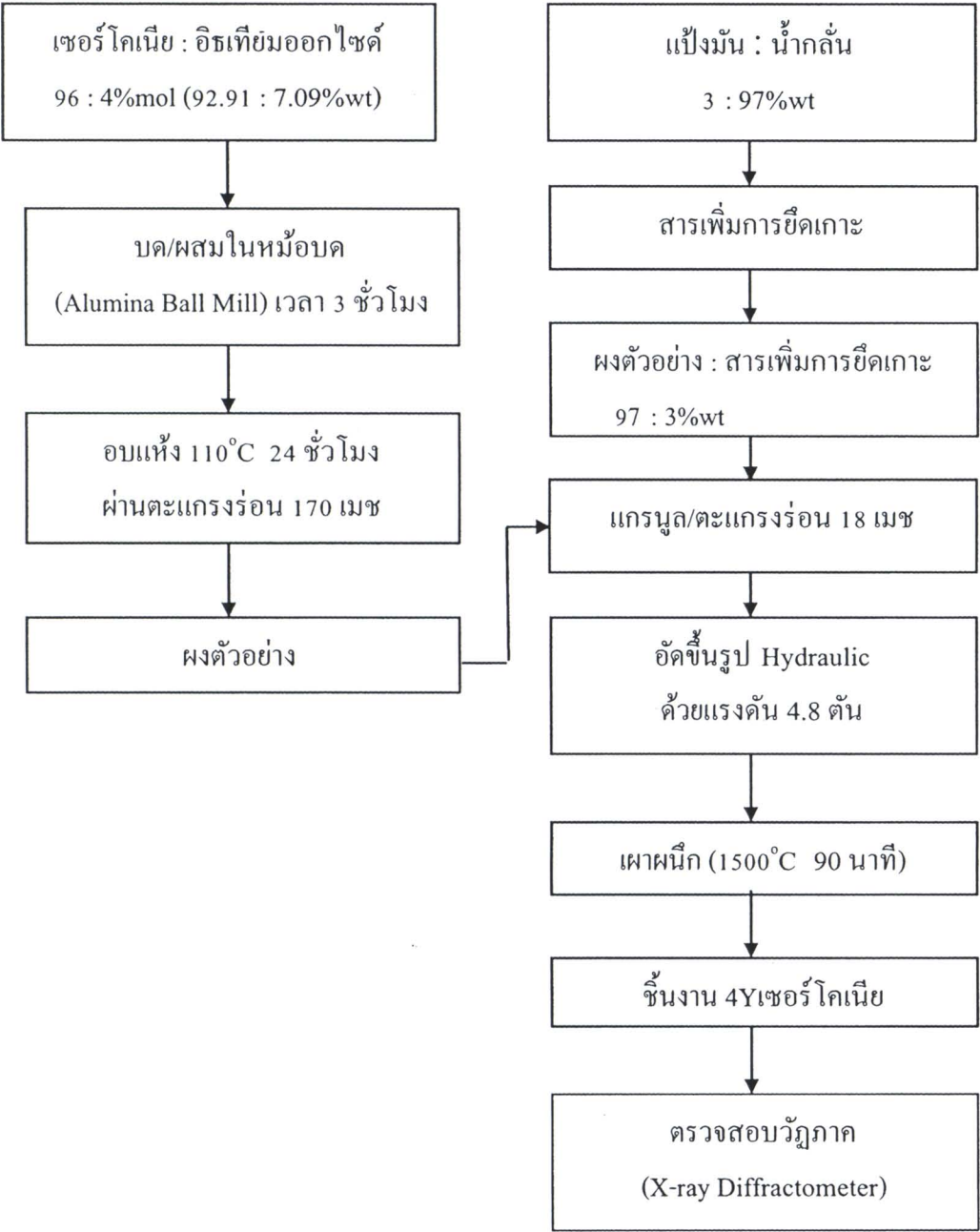
*** ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เดอ ฮัท จำกัด

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การทดลองเบื้องต้น

3.3.1.1 การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

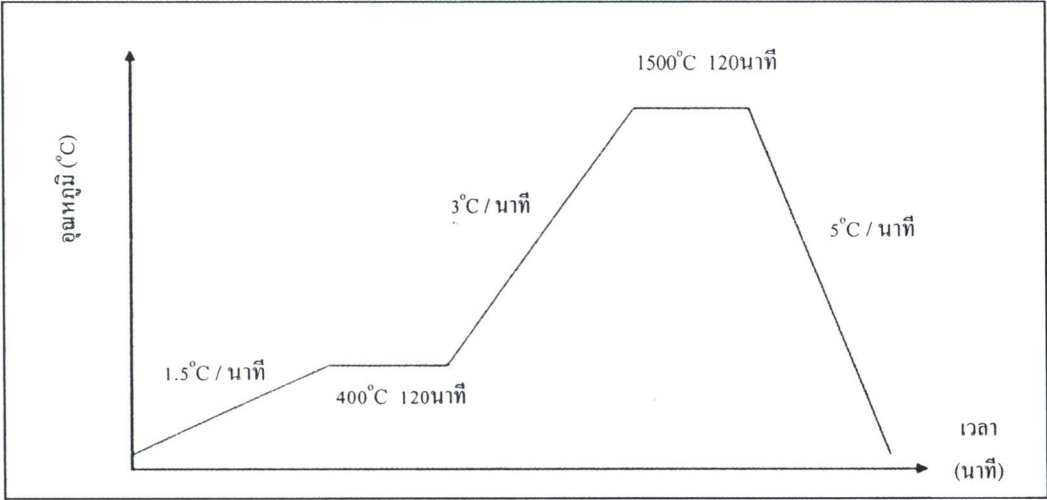
ขั้นตอนและวิธีการ Stabilize เซอร์โคเนีย แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

3.3.1.2 การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

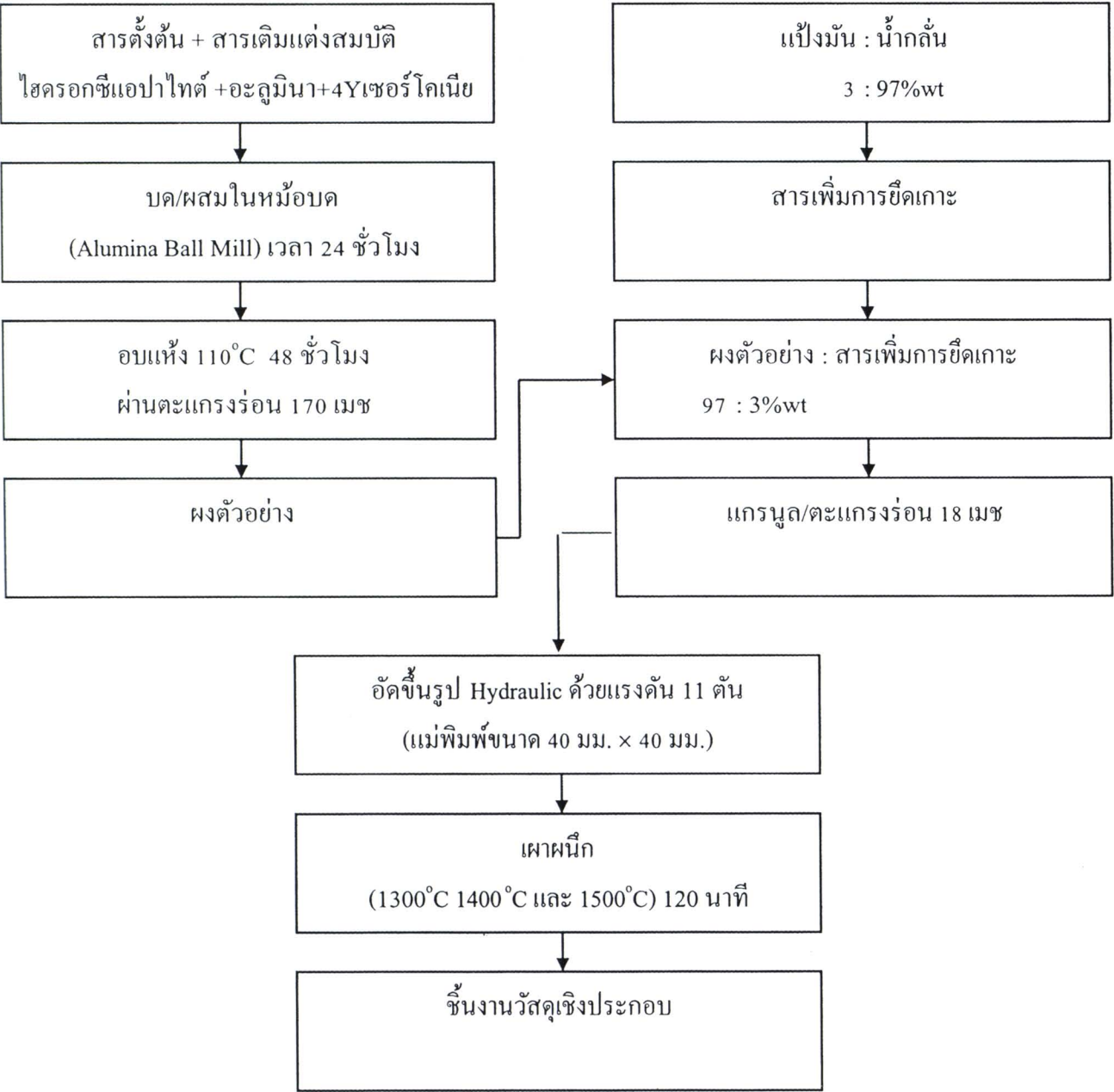
- 1) นำเซอร์โคเนียมาบดผสมแบบเปียกในหม้อบดกับอิธเทียมออกไซด์จนเข้ากันในอัตราส่วน 96 : 4%โมล (92.91 : 7.09%wt)โดยใช้เวลาบดผสม 3 ชั่วโมง
- 2) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบด แล้วร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh)
- 3) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและ แป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว
- 4) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 2. มาบดผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 3. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูลง่ายต่อการขึ้นรูป
- 5) นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกโดยใช้แรงอัด 4.8 ตัน แม่พิมพ์อัดขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C โดยใช้เวลาเผาแซ่ 90 นาที
- 6) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกที่ได้จากข้อ 5. มาทำการบดแห้งด้วยโกร่งแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช (Mesh) จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปทำการตรวจสอบวิฤภาคด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer



รูปที่ 3.2 กราฟข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิธเทียมออกไซด์ (4Y)

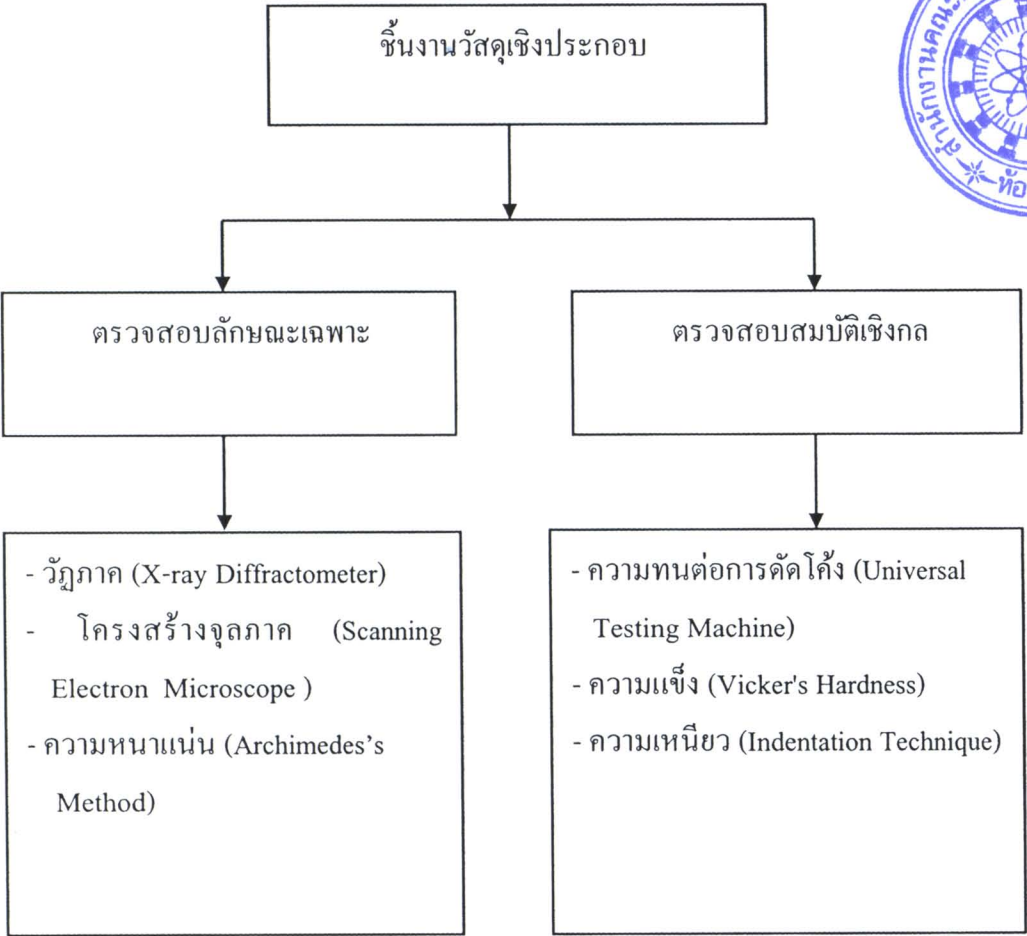
3.3.2 การทดลองในงานวิจัย

ขั้นตอนและวิธีการทดลองแบ่งเป็น 2 การทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 3.3 และรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 1

หลังจากนั้นนำชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ได้จากระบวนการเตรียมในรูปที่ 3.3 จะนำมาตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 3.3 - 3.4 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

3.3.3 การออกแบบการทดลอง

การทดลองที่ 1 เป็นการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้น ซึ่งได้แก่ ไฮดรอกซีแอพาไทต์ และอะลูมินาต่อสารเติมแต่งสมบัติซึ่งได้แก่ เซอร์โคเนีย ที่ทำให้วัสดุแข็ง ประกอบ อะลูมินา-โครเมีย/เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลซึ่งได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียวโดยตัวแปรคือ ปริมาณของอะลูมินาและเซอร์โคเนียที่เติมลงในไฮดรอกซีแอพาไทต์ และกำหนดเงื่อนไขและภาวะการทดลองของการเผาผนึก เช่น อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึก เพื่อหาภาวะการเผาผนึกที่เหมาะสมที่สุดสำหรับวัสดุชีวภาพเชิงประกอบ ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารเติมแต่ง และอุณหภูมิในการเผาผนึก ของการทดลองที่ 1

รหัสตัวอย่าง	สารตั้งต้น (ร้อยละโดยปริมาตร)		สารเติมแต่งสมบัติ (ร้อยละโดยปริมาตร)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
	Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂	Al ₂ O ₃	4Y-ZrO ₂		
FA1300	100	0	0	1300	120
FB1300	55	30	15		
FC1300	55	25	20		
FD1300	55	20	25		
FA1400	100	0	0	1400	120
FB1400	55	30	15		
FC1400	55	25	20		
FD1400	55	20	25		
FA1500	100	0	0	1500	120
FB1500	55	30	15		
FC1500	55	25	20		
FD1500	55	20	25		

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

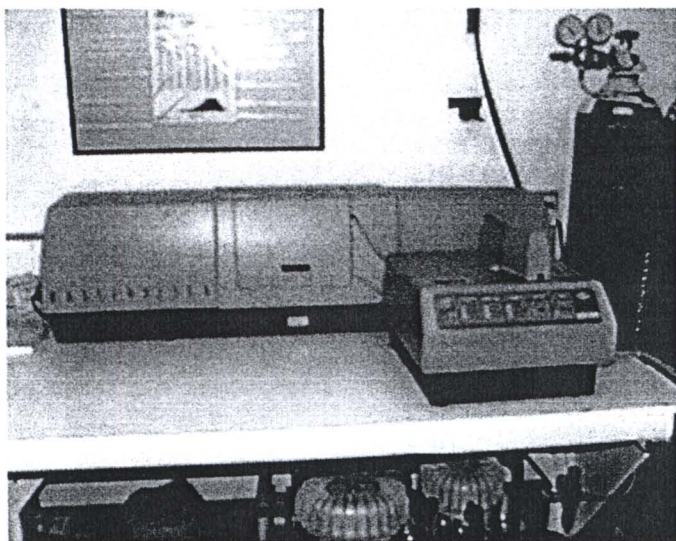
3.3.4.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ: Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd.

วิธีการทดสอบ

- 1) ชั่งผงตัวอย่างโดยการสุ่มปริมาณ 2 กรัม
- 2) เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
- 3) เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่อง Particle Size Analyzer

3.3.4.2 การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส (Phase Analysis)

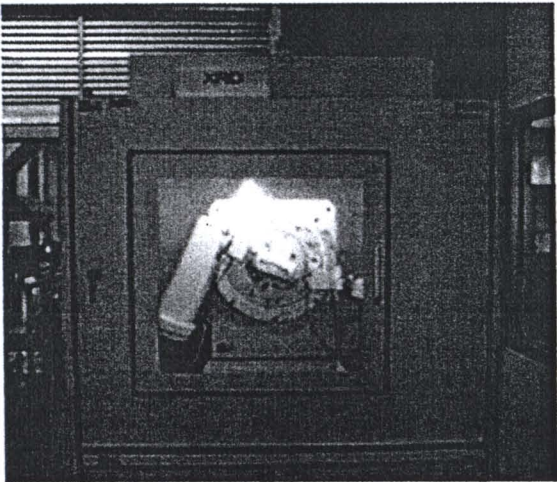
การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (Pattern) การเลี้ยวเบนเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

เครื่องมือ: XRD (PW3710 BASED) ของบริษัท Bruker ใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

วิธีการทดสอบ

- 1) โปรยผงดตัวอย่างลงบนกรอบใส่ผงดตัวอย่าง (Sample holder)
- 2) ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงดตัวอย่างให้เรียบแน่น
- 3) นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงดตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator tension	=	40 KV
Generator current	=	40 mA
Start angle	=	20°
End angle	=	70°
Time per step	=	0.5s
Step size	=	0.02°



รูปที่ 3.6 แสดงเครื่อง X-ray diffraction, XRD

3.3.5 การเตรียมแผ่นตัวอย่าง

1) นำผงไฮดรอกซีแอปาทาइटมาบดผสมกับผงอะลูมินาปริมาณร้อยละ 20-30 โดยปริมาตร เป็นสารตั้งต้น และสารเสริมแรงซึ่งจะใช้ (4Y)เซอรโคเนียปริมาณร้อยละ 15-25 โดยปริมาตร ดังแสดงในตารางที่ 3.4

2) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งทำได้โดยนำน้ำกลั่นและ Polyvinyl Alcohol มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่า Polyvinyl Alcohol ละลายจนหมดกลายเป็นน้ำใส

3) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1. มาทำการบดผสมด้วย Ball mill โดยใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวกลาง บดผสมเป็นเวลา 23 ชั่วโมง

4) นำสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 2. เติมลงใน Ball mill ที่ได้จาก ข้อ3. แล้วบดผสมต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

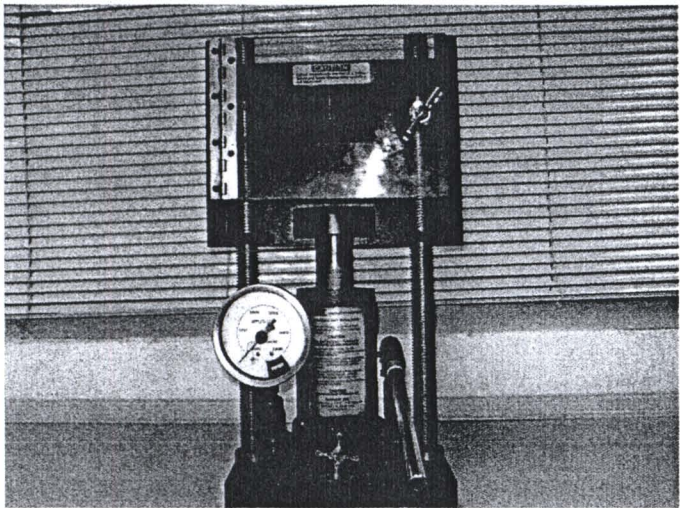
5) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

6) หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบดแห้งด้วยโกร่ง เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกันแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh) แล้วจะได้ผงตัวอย่างที่มีขนาดเล็กกว่า 90 ไมครอน

7) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและแป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว

8) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 6. มาบดผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 7. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูล ง่ายต่อการขึ้นรูป

9) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 8. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press, 11 tons ของบริษัท Carver International) ดังรูปที่ 3.8 โดยใช้แรงอัด 4.8 ตัน แม่พิมพ์อัดขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร ซึ่งจะอัดให้แผ่นตัวอย่างมีความหนา 7 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 11 ตัน

3.3.6 การเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

นำแผ่นตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.5 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาเพื่อทำให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : Furnace (1500 องศาเซลเซียส) ของบริษัท Nabertherm

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

ช่วงที่ 1

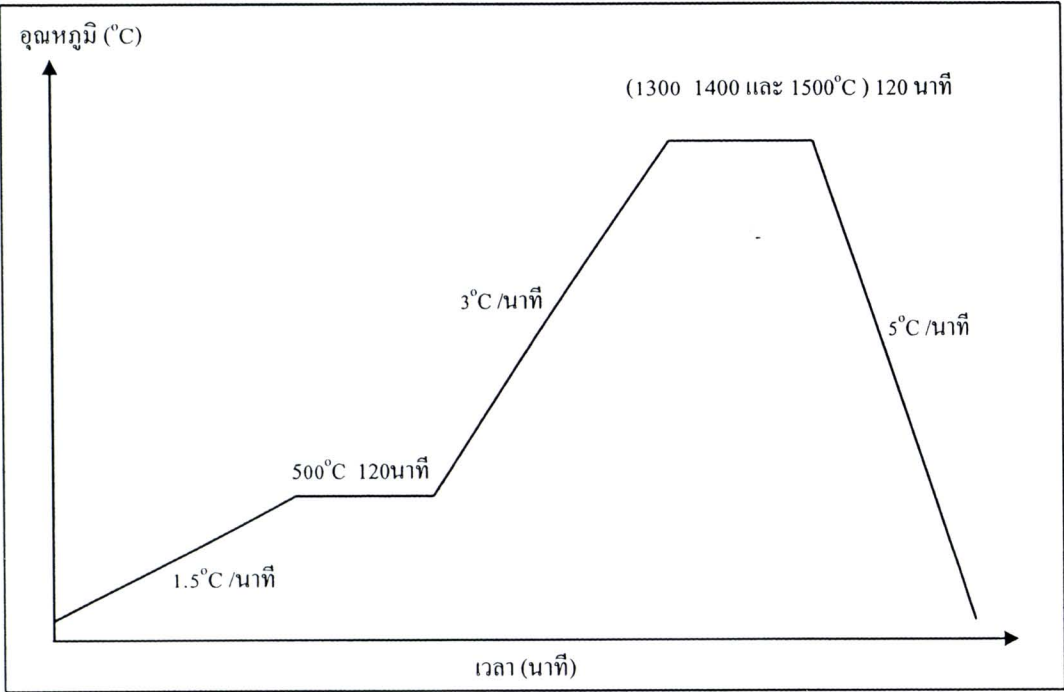
อุณหภูมิ	=	500 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	1.5 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

ช่วงที่ 2

อุณหภูมิ	=	1300 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	3 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

ช่วงที่ 3

อุณหภูมิ	=	50 องศาเซลเซียส
อัตราการลดลงของอุณหภูมิ	=	5 องศาเซลเซียส/นาที
บรรยากาศ	=	ปกติ



รูปที่ 3.8 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

3.3.7 การทดสอบความหนาแน่น

การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88

วิธีการทดสอบความหนาแน่น

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (W_D)
- 2) นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปดมในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการดมนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (W_{ss})
- 4) นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมัวในน้ำ (W_s) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาด แล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออกแล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่น

5) การคำนวณหาความหนาแน่นของตัวอย่าง

ปริมาตรของตัวอย่าง (V) = $W_s - W_{ss} / \rho$

ρ คือ ความหนาแน่นของน้ำ เท่ากับ 1 g/cm^3

ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk Density) = W_D/V

3.3.8 การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง (Bending Strength)

ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

1) การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 5 x 35 x 5 (กว้าง x ยาว x สูง) มิลลิเมตร (± 0.05 มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (Low Speed Diamond Saw)
- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ
สถานะที่ใช้ในการเตรียม
ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว
ความเร็วรอบ = 150 รอบ/นาที
น้ำหนักกดตัด = 150 กรัม
ใช้น้ำหล่อเย็นขณะตัด

2) การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

นำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

- ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดรองรับตัวอย่าง = 2 มิลลิเมตร
- ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร
- ความเร็วในการกดดัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร/นาที
- จำนวนตัวอย่าง = 12 ตัวอย่าง
- ทดสอบซ้ำตัวอย่างละ = 3 ครั้ง
- ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

การคำนวณความทนต่อการดัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

$$MOR = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (3-1)$$

โดย MOR = ความทนต่อการดัดโค้งของชิ้นงาน

P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก

L = ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง

b = ความกว้างของตัวอย่าง

d = ความสูงของตัวอย่าง

การคำนวณค่าเฉลี่ยของความทนต่อการดัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-2)

$$\bar{X} = \sum X / N \quad (3-2)$$

โดย $\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการดัดโค้ง

$\sum X$ = ผลรวมของความทนต่อการดัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

การคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความทนต่อการดัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

$$S.D. = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N}} \quad (3-3)$$

โดย S.D. = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

X_i = ค่าความทนต่อการดัดโค้งของตัวอย่าง

$\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการดัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

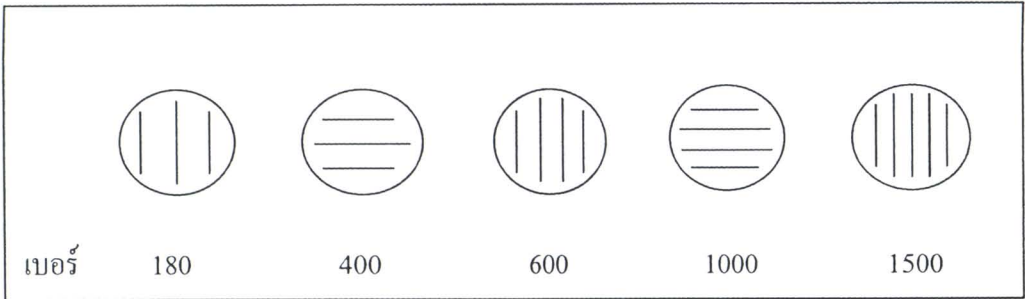
3.3.9 ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness Test)

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM E384-89

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด (เบอร์ 180-1500) ดังแสดงในรูปที่ 3.10 (เมื่อมีการเปลี่ยนกระดาษทรายต้องวางชิ้นงานให้ตัดกับรอยเดิมทุกครั้ง)



รูปที่ 3.9 แสดงการเรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด

- 2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
- 3) ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน
- 4) ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

- 5) สภาพที่ใช้ในการทดสอบ
- | | | |
|------------------------|---|----------------------------|
| น้ำหนักกด | = | 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน) |
| เวลาดกดแช่ | = | 15 วินาที |
| กำลังขยายในการวัดรอยกด | = | 100 เท่า |
| จำนวนจุดกด | = | 3 จุด |
- หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา
- การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3-4)

$$Hv = 0.1891F / d^2$$

(3-4)

- โดย
- Hv

=

ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ ตารางมิลลิเมตร
- d

=

เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็น มิลลิเมตร โดยหาได้จาก $(d_1 + d_2) / 2$
- F

=

แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

3.3.10 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของแอนทิสและคณะ (Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., and Marshall D.B., 1981) คำนวณได้จากสมการ (3-5)

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P / C^{3/2}$$

(3-5)

- โดย
- K_{IC}

=

ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว)
- E

=

ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)
- H

=

ค่าความแข็ง
- P

=

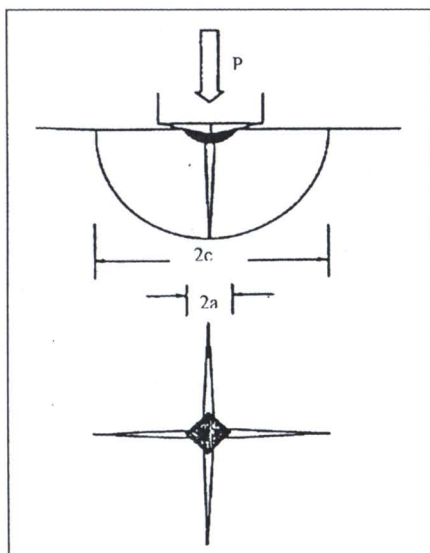
ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน
- C

=

ความยาวรอยแตก/2
- ξ

=

ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทชัน โดยใช้หัดกดแบบวิกเกอร์ของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004
- สถานะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียวใช้สภาวะเดียวกันกับการทดสอบความ
- แข็งจุลภาค



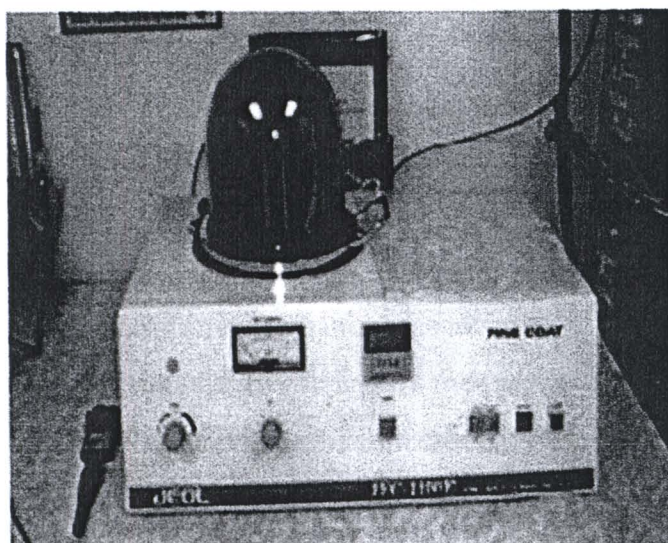
รูปที่ 3.10 แสดงลักษณะรอยแตกและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Ansis et al., 1981)

3.3.11 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure Analysis)

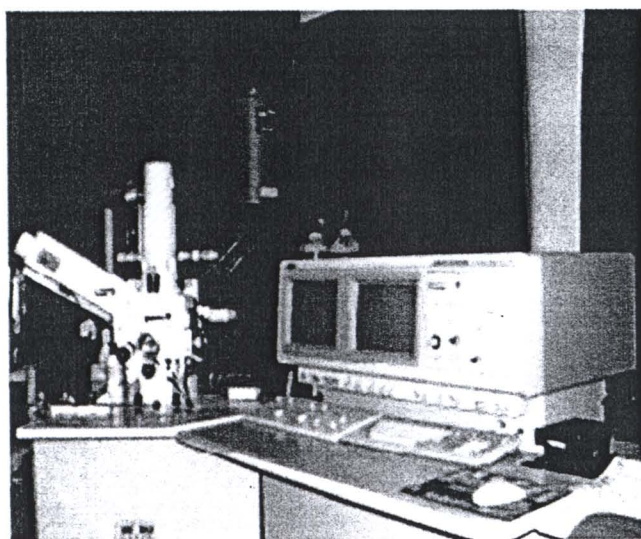
การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

- 1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด ดังแสดงตามรูปที่ 3.10
- 2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
- 3) ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
- 4) ขัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออก โดยใช้เครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง
- 5) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (Ion Sputtering Device ของบริษัท JEOL)
- 6) นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปถ่ายรูปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.11 แสดงเครื่อง Ion Sputtering Device



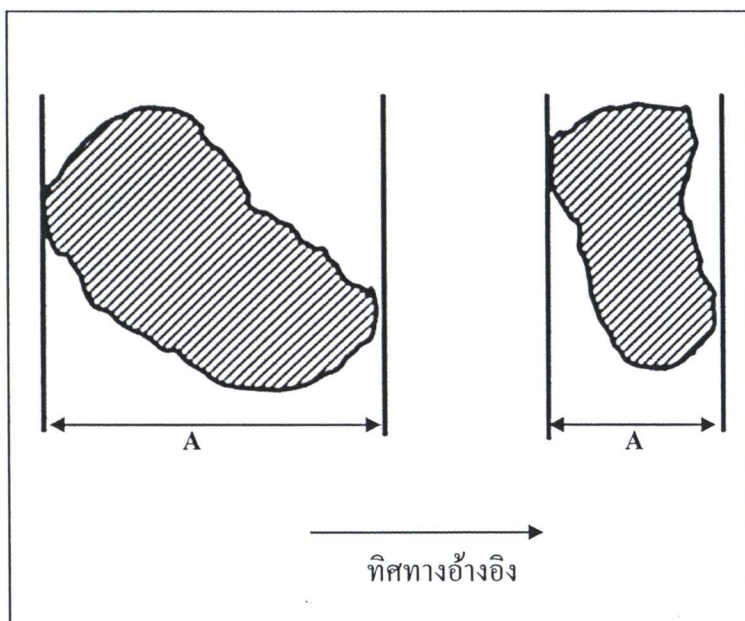
รูปที่ 3.12 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.11.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบจะทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.13.1

วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและเส้นสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของเกรนที่ต้องการวัดจากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของเกรนตามทิศทางนั้นตลอดดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.13 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์