

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ผลการขึ้นรูปชิ้นงานผงซิลิคอนอัด

เนื่องจากหัวฉีดน้ำมันมีขนาด $\varnothing \times h = 57 \times 30$ มิลลิเมตร ดังนั้นการอัดขึ้นรูป Silicon compact จำเป็นต้องเผื่อขนาดไว้สำหรับกระบวนการ CIP การหดตัวหลังการเผาผนึกขึ้นต้นและการกลึงไสตัดเจาะ โดยอัดขึ้นรูป Silicon compact เป็นรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 71 มิลลิเมตร ความสูงจะขึ้นอยู่กับปริมาณผง Silicon metal และแรงดันที่ใช้ ซึ่งได้ทดลองปรับเปลี่ยนปริมาณผงซิลิคอนและแรงดันที่ใช้ ได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของแรงดันต่อปริมาณผงและความสูงที่ได้ในการอัดขึ้นรูปชิ้นงาน Silicon compact

ครั้งที่	น้ำหนักผงโดยเฉลี่ย (g)	แรงดัน (tons/cm ²)	ความสูง (mm)	ผลการอัด
1	270.00	1.00	44.96	ชิ้นงานแตก - ร้าว
2	270.00	0.75	45.37	ชิ้นงานแตก - ร้าว
3	270.00	0.70	45.92	ชิ้นงานแตก - ร้าว
4	270.00	0.40	46.23	ชิ้นงานแตก - ร้าว
5	270.00	0.30	46.41	OK
6	265.00	0.40	44.72	ชิ้นงานแตก - ร้าว
7	265.00	0.30	44.89	OK
8	260.00	1.00	43.56	ชิ้นงานแตก - ร้าว
9	260.00	0.75	43.34	ชิ้นงานแตก - ร้าว
10	260.00	0.70	43.89	ชิ้นงานแตก - ร้าว
11	260.00	0.40	44.37	ชิ้นงานแตก - ร้าว
12	260.00	0.30	44.92	ชิ้นงานแตก - ร้าว
13	260.00	0.29	44.76	OK
14	250.00	0.30	43.74	ชิ้นงานแตก - ร้าว
15	250.00	0.28	44.18	OK
16	245.00	0.28	44.07	ชิ้นงานแตก - ร้าว
17	245.00	0.27	43.71	OK
18	240.00	0.30	43.51	ชิ้นงานแตก - ร้าว
19	240.00	0.28	43.32	ชิ้นงานแตก - ร้าว
20	240.00	0.25	44.10	OK
21	230.00	0.25	43.16	OK
22	225.00	0.24	40.28	OK
23	220.00	0.24	39.76	OK

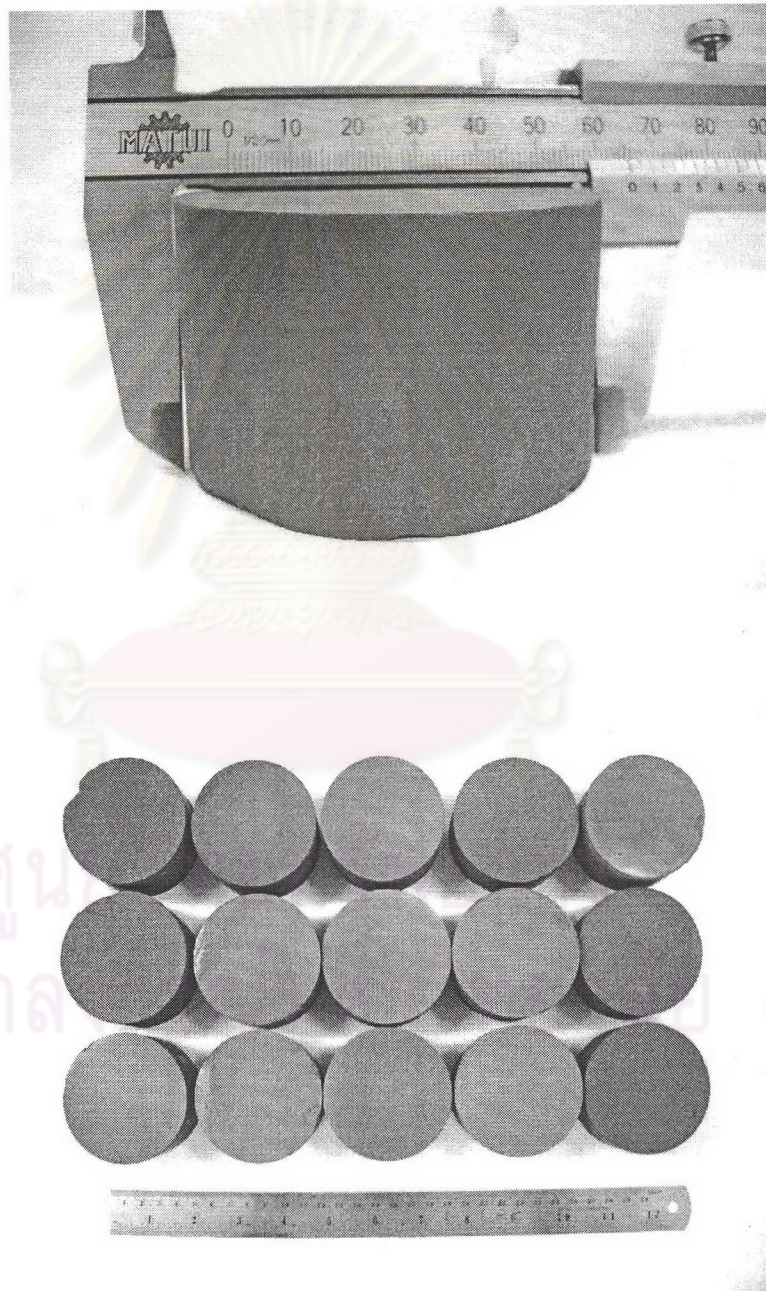
จากตารางที่ 4.1 จะเห็นว่า การอัดขึ้นรูป Silicon compact ที่แรงดันสูง ชีงงานมีโอกาศแตกร้าวได้ง่าย จึงปรับลดแรงดันและปริมาณผงลง พบว่าได้ผลดีโดยชีงงานไม่แตกร้าว ซึ่งความสูงที่ได้จากการอัดปริมาณผงที่มากเมื่อเทียบกับปริมาณผงที่น้อยแล้วมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นในการอัดขึ้นรูปชีงงาน Silicon compact สำหรับหัวฉีดน้ำมัน เพื่อความประหยัดจึงเลือกใช้ปริมาณผงที่น้อยกว่าคือ ประมาณ 230 - 240 กรัม ที่แรงดัน 0.25 tons/cm^2 เป็นทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 71 มิลลิเมตร สูง 43 - 44 มิลลิเมตร จำนวน 20 ชีง ได้ผลดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ความหนาแน่นของชีงงานภายหลังการอัดขึ้นรูปและ CIP ตามลำดับ

sample	ก่อน CIP					หลัง CIP (300 MPa)					% shrinkage	
	Ø (mm)	h (mm)	m (g)	V (cm ³)	ρ (g/cm ³)	Ø (mm)	h (mm)	m (g)	V (cm ³)	ρ (g/cm ³)	Ø	h
1	71.30	43.01	230.08	171.74	1.34	66.88	41.81	230.08	146.90	1.57	6.20	2.79
2	71.27	43.17	230.02	172.21	1.34	66.65	41.90	230.02	146.17	1.57	6.48	2.94
3	71.26	43.42	230.10	173.15	1.33	66.59	42.08	230.10	146.54	1.57	6.55	3.09
4	71.26	43.75	230.78	174.47	1.32	66.44	42.19	230.78	146.25	1.58	6.76	3.57
5	71.27	43.51	230.57	173.60	1.33	66.37	41.99	230.57	145.24	1.59	6.88	3.49
6	71.31	42.95	230.26	171.54	1.34	66.46	42.01	230.26	145.73	1.58	6.80	2.19
7	71.26	43.09	230.82	171.85	1.34	66.62	41.91	230.82	146.09	1.58	6.51	2.74
8	71.27	43.08	230.64	171.86	1.34	66.71	41.92	230.64	146.52	1.57	6.40	2.69
9	71.29	43.11	230.06	172.08	1.34	66.47	41.96	230.06	145.61	1.58	6.76	2.67
10	71.28	43.42	229.70	173.27	1.33	66.54	42.06	229.70	146.26	1.57	6.65	3.13
11	71.22	43.07	231.19	171.58	1.35	66.57	42.04	231.19	146.32	1.58	6.53	2.39
12	71.19	43.35	231.09	172.55	1.34	66.62	41.96	231.09	146.26	1.58	6.42	3.21
13	71.29	43.11	229.50	172.08	1.33	66.49	42.10	229.50	146.18	1.57	6.73	2.34
14	71.20	43.12	230.59	171.68	1.34	66.64	41.94	230.59	145.54	1.58	6.40	2.74
15	71.27	43.15	230.50	172.14	1.34	66.51	41.99	230.50	145.88	1.58	6.68	2.69
16	71.26	44.09	239.71	175.84	1.36	67.00	42.77	239.71	150.79	1.59	5.98	2.99
17	71.23	44.23	240.54	176.25	1.37	66.89	42.90	240.54	150.75	1.60	6.09	3.01
18	71.16	43.09	230.92	171.35	1.35	66.34	41.86	230.92	144.68	1.60	6.77	2.85
19	71.20	43.14	231.23	171.79	1.35	66.93	42.13	231.23	148.22	1.56	6.00	2.34
20	71.18	42.55	230.86	169.34	1.36	66.85	41.55	230.86	145.80	1.58	6.08	2.35
avg	71.25	43.27	231.46	172.52	1.34	66.63	42.05	231.46	146.59	1.58	6.48	2.81
STDV	0.04	0.39	3.01	1.58	0.01	0.19	0.30	3.01	1.59	0.01	0.28	0.38

ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปมีความหนาแน่นเฉลี่ย 1.34 g/cm^3 คิดเป็นประมาณ 57.76% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ภายหลังการ CIP มีความหนาแน่นเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเป็น 1.58 g/cm^3 คิดเป็นประมาณ 68.11 % ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งมีค่าการหดตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูงเดิมเป็น 6.48 และ 2.81 % ตามลำดับ

4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้น



รูปที่ 4.1 ชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้น (Pre-sintering)

4.2.1 ความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นที่อุณหภูมิ
1200°C เป็นเวลาต่าง ๆ

ตารางที่ 4.3 ความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นที่
อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลาต่าง ๆ

sample	Pre-sintering					% shrinkage	
	Ø (mm)	h (mm)	m (g)	V (cm ³)	ρ (g/cm ³)	Ø	h
1,10	66.67	41.64	230.08	145.37	1.58	0.31	0.41
2,10	66.09	41.54	230.02	142.50	1.61	0.84	0.86
3,10	65.96	41.64	230.10	142.29	1.62	0.95	1.05
4,10	65.68	41.66	230.78	141.15	1.63	1.14	1.26
5,10	65.54	41.62	230.57	140.41	1.64	1.25	0.88
avg	66.99±0.44	41.62±0.05	230.31±0.34	142.34±1.89	1.616±0.023	0.90±0.37	0.89±0.31
6,12	65.82	41.69	230.26	141.85	1.62	0.96	0.76
7,12	66.09	41.52	230.82	142.44	1.62	0.80	0.93
8,12	66.56	41.53	230.64	144.50	1.60	0.22	0.93
9,12	65.59	41.50	230.06	140.22	1.64	1.32	1.10
10,12	65.98	41.62	229.70	142.30	1.61	0.84	1.05
avg	66.00±0.36	41.57±0.08	230.30±0.45	142.26±1.53	1.618±0.015	0.83±0.40	0.95±0.13
11,14	66.20	41.55	231.19	143.01	1.62	0.56	1.17
12,14	65.99	41.72	231.09	142.69	1.62	0.95	0.57
13,14	65.91	41.81	229.50	142.65	1.61	0.87	0.69
14,14	66.92	41.43	230.59	142.69	1.62	1.08	1.22
15,14	65.74	41.58	230.50	141.13	1.63	1.16	0.98
avg	65.95±0.17	41.62±0.15	230.57±0.67	142.43±0.74	1.620±0.007	0.92±0.23	0.93±0.29
16,16	66.82	42.62	239.71	149.46	1.60	0.27	0.35
17,16	66.38	42.56	240.54	147.29	1.63	0.76	0.79
18,16	65.30	41.03	230.92	137.41	1.68	1.57	1.98
19,16	65.98	41.44	231.23	141.70	1.63	1.42	1.64
20,16	66.00	40.91	230.86	139.95	1.65	1.27	1.54
avg	66.10±0.56	41.71±0.83	234.65±5.01	143.16±5.06	1.638±0.029	1.06±0.54	1.26±0.67
avg _{total}	66.06±0.44	41.62±0.39	231.46±3.01	142.49±2.68	1.62±0.02	0.93±0.37	1.01±0.40

ชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 10, 12, 14 และ 16 ชั่วโมง มีความหนาแน่นเฉลี่ย 1.62 g/cm³ คิดเป็นประมาณ 69.83 %ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์การหดตัวโดยเฉลี่ยของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูงเดิมภายหลังการ CIP เป็น 0.93 และ 1.01 % ตามลำดับ โดยที่เวลาแช่ 16 ชั่วโมง พบว่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวมีค่าสูงสุดเมื่อเทียบกับที่เวลาแช่อื่น ๆ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน

4.2.2 สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นเป็นเวลาต่าง ๆ

ตารางที่ 4.4 สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลทั้งหมดของชิ้นงาน Silicon compact ภายหลัง Pre-sintering ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 10, 12, 14 และ 16 ชั่วโมงเปรียบเทียบกับผลงานที่ผ่านมา

Dwell time (hr)	Bulk density (g/cm ³)	Vickers hardness (HV)	Young's Modulus (GPa)	Fracture toughness (MPa.m ^{1/2})
10	1.616 ± 0.023 (5) ^o	48.06 ± 9.59 (102)	11.985 ± 3.096 (10)	0.42 ± 0.06 (10)
12	1.618 ± 0.015 (5)	77.02 ± 12.72 (112)	24.776 ± 1.618 (10)	0.77 ± 0.04 (10)
14	1.620 ± 0.007 (5)	83.36 ± 11.39 (192)	31.292 ± 5.759 (10)	0.86 ± 0.08 (10)
16	1.638 ± 0.029 (5)	108.90 ± 14.70 (110)	35.121 ± 3.113 (10)	0.92 ± 0.10 (10)
(25 μm 10 hr)*	1.49 ± 0.0014 (10)	26.16 ± 7.49 (16)	13.14 ± 4.76 (10)	-

*กัณยาธิพย์, [2543]

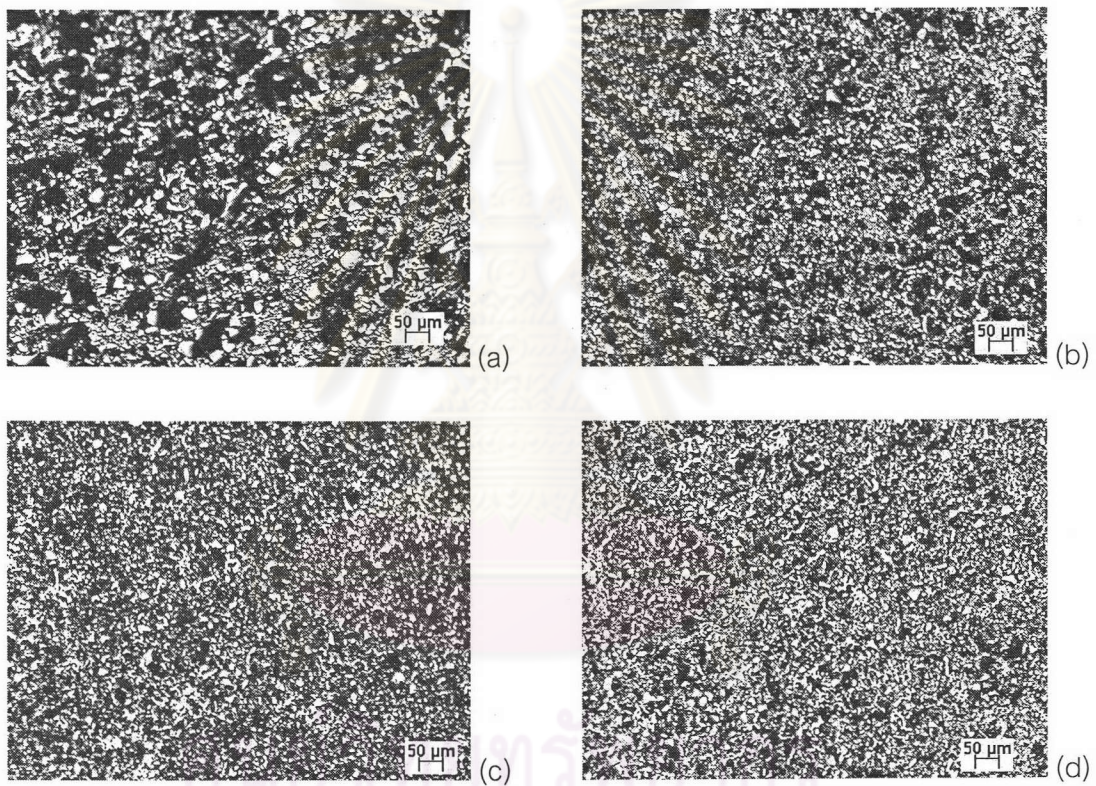
^oจำนวนครั้งที่ทดสอบ

จากตารางที่ 4.4 จะเห็นว่าความหนาแน่นของชิ้นงาน Silicon compact เพิ่มขึ้นตามเวลาในการเผาผนึกขั้นต้น โดยเวลาแช่ที่ 16 ชั่วโมง มีความหนาแน่นสูงที่สุดเมื่อเทียบกับเวลาแช่ที่ 10, 12 และ 14 ชั่วโมงซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน และสมบัติทางกลของทั้งหมดของชิ้นงาน Silicon compact จะแปรผันตามความหนาแน่นภายหลังการเผาผนึกขั้นต้น

จากการวัดค่าความแข็งของชิ้นงาน Silicon compact ภายหลังการเผาผนึกขั้นต้นเป็นเวลาต่าง ๆ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานค่อนข้างมากเนื่องจากอนุภาคเชื่อมติดกันไม่สม่ำเสมอและ

เกิดรูพรุนกระจายอยู่ทั่วโครงสร้าง ซึ่งการกวดความแข็งเป็นแบบสุ่ม โดยอาจลดลงตำแหน่งที่อนุภาคเกาะกันแน่นหนาหรืออาจลดลงตำแหน่งที่เป็นรูพรุนก็ได้ จากการทดลองพบว่าค่าโมดูลัสของยังสูงขึ้นเมื่อความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และค่าความเหนียวต่อการแตกหัก (Fracture toughness, K_{IC}) ที่ได้จะแปรผันตามค่าโมดูลัสของยัง ซึ่ง K_{IC} เป็นค่าที่ได้จากการวัดปริมาณรอยแตกภายหลังการกดและค่าโมดูลัสของยัง

4.2.3 ผลการตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope, OM) ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นชั้นเป็นเวลาที่ต่าง ๆ



รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 50 เท่า ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นชั้นเป็นเวลา (a) 10, (b) 12, (c) 14 และ (d) 16 ชั่วโมง ตามลำดับ

จากการตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนที่ผ่านการเผาขึ้นชั้น ที่กำลังขยาย 50 เท่า พบว่าเวลาเผาขึ้นชั้น 10 ชั่วโมงอนุภาคเกาะกันไม่แน่นหนาเมื่อปรับโพกัสจะเห็นอนุภาคซิลิคอนเป็นชั้น ๆ และพบรูพรุนขนาดใหญ่ (บริเวณสีดำ) ประมาณ 50-80 ไมครอนกระจายอยู่ทั่วไป เมื่อเพิ่มเวลาในการเผาขึ้นชั้นนานขึ้น โครงสร้างส่วนใหญ่ของซิลิคอนมีอนุภาคเชื่อมติดกันและสม่ำเสมอมากขึ้น (บริเวณสีขาว) และขนาดรูพรุนเล็กลง โดยผิวชิ้นงานเรียบขึ้นอย่างชัดเจนภายหลังการขัดซึ่งสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า

จากการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกลและโครงสร้างจุลภาค พบว่าความหนาแน่นและสมบัติทางกลมีความสัมพันธ์กันตามเวลาในการเผาผนึกขึ้นต้น เนื่องจากเวลาแช่ที่นานขึ้นทำให้อนุภาคเชื่อมติดกันมากขึ้นและขนาดรูพรุนลดลง อย่างไรก็ตามสมบัติทางกลที่สูงขึ้นก็ทำให้ชิ้นงานซิลิคอนที่มีความเปราะมากเช่นกัน และส่งผลต่อการขึ้นรูปชิ้นงานซิลิคอนที่มีรูปร่างซับซ้อน

4.3 ผลการกลึงและเจาะชิ้นงาน Silicon compact

จากการทดลองขึ้นรูปผงซิลิคอนอัดที่ผ่านการเผาผนึกขึ้นต้นที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 16 ชั่วโมง มีความแข็งสูงที่สุดอยู่ในช่วง 94.20 – 123.60 HV พบว่าในการกลึงและเจาะ ชิ้นงานมีโอกาสเสียหายได้ง่าย โดยบ่อยครั้งที่สามารถกลึงชิ้นงานได้ไม่แตกร้า แต่ในการเจาะนั้นทุกครั้ง ชิ้นงานจะเกิดการบิ่นและกระเทาะออกเป็นบริเวณกว้าง ดังนั้นในการขึ้นรูปจะไม่ใช้ชิ้นงานที่เวลาแช่ 16 ชั่วโมง แต่จะใช้ชิ้นงานที่เวลาแช่ 14 ชั่วโมง ซึ่งมีความแข็งต่ำกว่าเป็นแนวทางในการขึ้นรูปต่อไป

4.3.1 ผลการกลึง (Turning)

เนื่องจากซิลิคอนเป็นวัสดุที่มีแข็งและความเปราะสูง การกลึงจึงจำเป็นต้องเลือกใช้วัสดุมีดกลึงที่สามารถทนความร้อนที่เกิดขึ้นจากการเสียดสีกับวัสดุแข็งได้ดี จากการทดลองกลึงโดยใช้มีดกลึงที่ทำด้วยเหล็กกล้าความเร็วสูง (High speed steel) พบว่าการกลึงสะดุด เนื่องจากมีดกลึงทนความร้อนที่เกิดขึ้นไม่ได้ มีดกลึงใหม่จึงสูญเสียความคมและต้องถอดเปลี่ยนไปในที่สุด ทำให้การกลึงช้าจากเหตุผลดังกล่าวจึงเลือกใช้มีดกลึงที่ทำด้วย Cemented carbide (Tungsten carbide) ซึ่งกลึงได้เร็วและมีอายุการใช้งานที่นานกว่ามีดกลึงที่ทำด้วยเหล็กกล้าความเร็วสูง

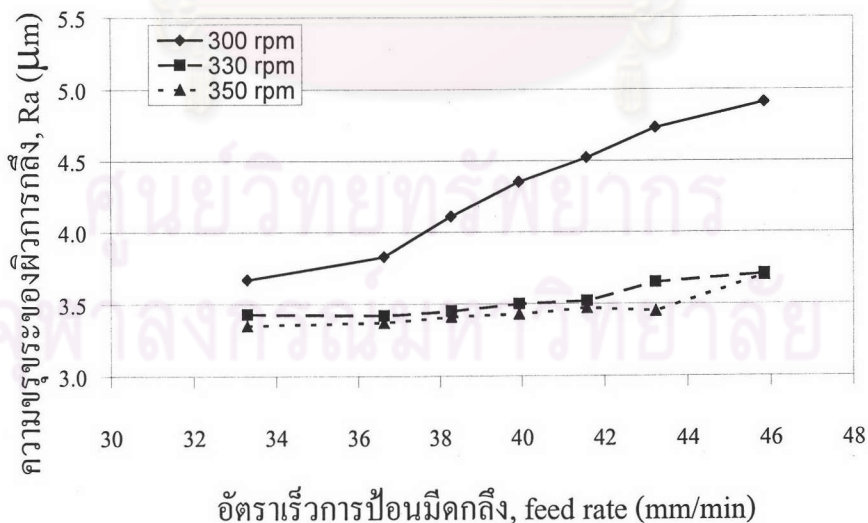
ในการทดลองงานกลึงผงซิลิคอนอัดที่ผ่านการเผาผนึกขึ้นต้นที่อุณหภูมิ 1200°C ที่เวลาแช่ 14 ชั่วโมง มีความแข็งอยู่ในช่วง 71.97-94.75 HV ชิ้นงานมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 66.53 มิลลิเมตร ใช้มีดกลึง Tungsten carbide หาความเร็วตัด (Cutting Speed, V) ที่เหมาะสม โดยปรับเปลี่ยนความเร็วรอบ (speed) ในช่วง 300 - 350 rpm คือ 300 , 330 และ 350 rpm ตามลำดับ และปรับเปลี่ยนอัตราป้อนต่อรอบของมีดกลึง (feed) ในช่วง 0.111 – 0.131 mm/rev (คิดเป็นอัตราเร็วการป้อนของมีดกลึง, feed rate ตั้งแต่ 33.30, 36.63, 38.28, 39.93, 41.58,

43.23 และ 45.85 mm/min) หาคความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Surface roughness , Ra) และแฟลคเตอร์การกลึง (MRR/V) ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แฟลคเตอร์การกลึง (MRR/V) และความขรุขระของผิวงานกลึง (Ra) ที่สภาวะการกลึงต่างๆ (Dwell time 14 hr)

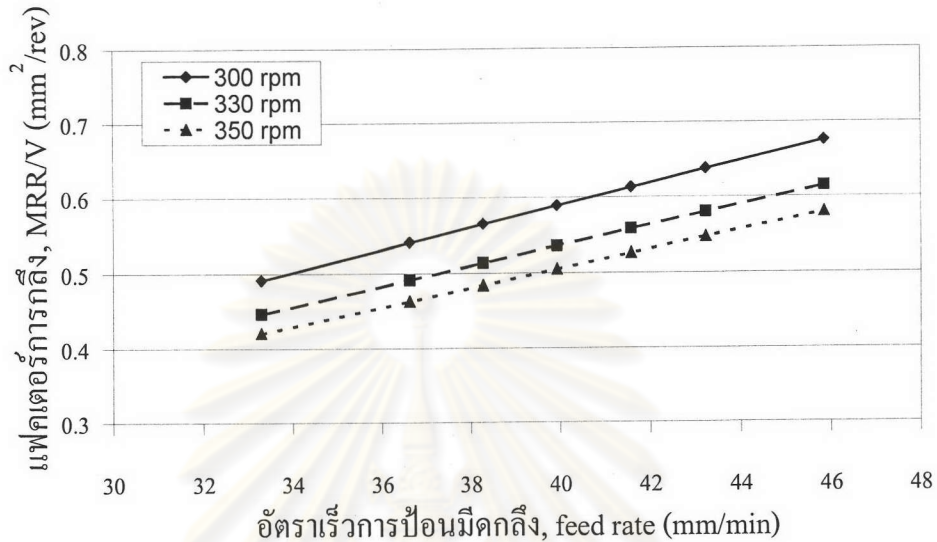
feed rate (mm/min)	Speed (rpm) , Cutting speed (m/min)								
	300 , 62.70			330 , 68.97			350 , 73.15		
	feed	MRR/V	Ra	feed	MRR/V	Ra	feed	MRR/V	Ra
	(mm/rev)	(mm ² /rev)	(μ m)	(mm/rev)	(mm ² /rev)	(μ m)	(mm/rev)	(mm ² /rev)	(μ m)
33.30	0.111	0.4910	1.87 \pm 0.35	0.101	0.4464	1.63 \pm 0.17	0.095	0.4209	1.55 \pm 0.16
36.63	0.122	0.5401	2.03 \pm 0.33	0.111	0.4910	1.62 \pm 0.40	0.105	0.4630	1.57 \pm 0.38
38.28	0.128	0.5644	2.31 \pm 0.24	0.116	0.5132	1.65 \pm 0.39	0.109	0.4838	1.61 \pm 0.17
39.93	0.133	0.5888	2.55 \pm 0.13	0.121	0.5353	1.70 \pm 0.25	0.114	0.5047	1.63 \pm 0.13
41.58	0.139	0.6131	2.72 \pm 0.19	0.126	0.5574	1.72 \pm 0.09	0.119	0.5255	1.67 \pm 0.26
43.23	0.144	0.6375	2.93 \pm 0.21	0.131	0.5795	1.85 \pm 0.13	0.124	0.5464	1.65 \pm 0.18
45.85	0.153	0.6759	3.11 \pm 0.29	0.139	0.6146	1.91 \pm 0.21	0.131	0.5795	1.90 \pm 0.11

*feed x speed = feed rate



รูปที่ 4.3 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Ra) ที่ผ่านการกลึงที่ความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนมีดกลึงสภาวะต่าง ๆ (Dwell time 14 hr)

จากรูปที่ 4.3 พบว่าในทุก ๆ ความเร็วรอบ อัตราเร็วการป้อนมีคกถึงสูงขึ้น จะให้ค่าความขรุขระผิวมากขึ้น โดยที่ความเร็วรอบสูงและอัตราเร็วการป้อนมีคกถึงต่ำ จะได้ความขรุขระผิวน้อยกว่าที่ความเร็วรอบต่ำและอัตราเร็วการป้อนมีคกถึงสูง



รูปที่ 4.4 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการกินเนื้องาน (MRR/V) ของชิ้นงานที่ผ่านการกลึง ที่ความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนมีคกถึงสภาวะต่าง ๆ (Dwell time 14 hr)

จากรูปที่ 4.4 พบว่าอัตราการเร็วการป้อนมีคกถึงสูง ส่งผลต่ออัตราการกินเนื้องานให้สูงตามไปด้วย โดยที่อัตราเร็วการป้อนมีคกถึงต่ำและความเร็วรอบการหมุนชิ้นงานสูงจะให้อัตราการกินเนื้องานต่ำกว่าที่อัตราเร็วการป้อนมีคกถึงสูงและความเร็วรอบการหมุนชิ้นงานต่ำ

จากการทดลอง การกลึงที่ความเร็วตัด (V) 73.15 m/min หรืออัตราป้อน (feed) ที่มากกว่า 0.111 mm/rev ในทุก ๆ ความเร็วรอบที่ใช้ พบว่ามีคกถึงสะดุดบ่อยครั้ง เนื่องจากความเร็วตัดที่เร็วและอัตราป้อนที่แรงเกินกว่าที่วัสดุจะรับได้ เป็นผลให้ชิ้นงานบิ่นหรือแตกร้าวและมีโอกาสเสียหายได้ง่าย นอกจากนี้ความเร็วตัดที่สูงเกินไปยังทำให้งานกลึงช้า เนื่องจากมีคกถึงทนความร้อนที่เกิดขึ้นไม่ได้ ต้องถอดเปลี่ยนหรือใหม่จนเสียความคมไปได้ ดังนั้นจึงไม่ใช้ความเร็วรอบ 350 rpm ในการกลึงชิ้นงาน

พิจารณาความเร็วตัด (V) โดยเปรียบเทียบความเร็วรอบ 300 rpm และ 330 rpm ในอัตราเร็วการป้อนของมีคกถึงเดียวกัน พบว่าความเร็วรอบ 330 rpm ให้ผลความเร็วตัดที่สูงกว่าความเร็วรอบ 300 rpm ทำให้งานกลึงเร็ว จึงช่วยประหยัดเวลาและค่าใช้จ่ายได้มากกว่า ทั้งนี้ยังให้ผลความเรียบผิวที่ดีกว่าด้วย

จากข้อมูลการทดลองการกลึงชิ้นงานซิลิคอนที่เวลาแช่ 14 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาความเร็วตัด (V) และความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Ra) เพื่อให้ได้งานกลึงที่มีความเรียบผิวที่ดีและการทำงานรวดเร็ว โดยชิ้นงานไม่เกิดการแตกร้าวเสียหาย จึงกำหนดใช้ความเร็วรอบ 330 rpm และอัตราป้อน (feed) 0.111 mm/rev (หรืออัตราเร็วการป้อนของมีดกลึง 36.63 mm/min) เป็นแนวทางสำหรับการกลึงหัวฉีดน้ำมันซิลิคอนที่เวลาแช่ต่ำกว่าต่อไป

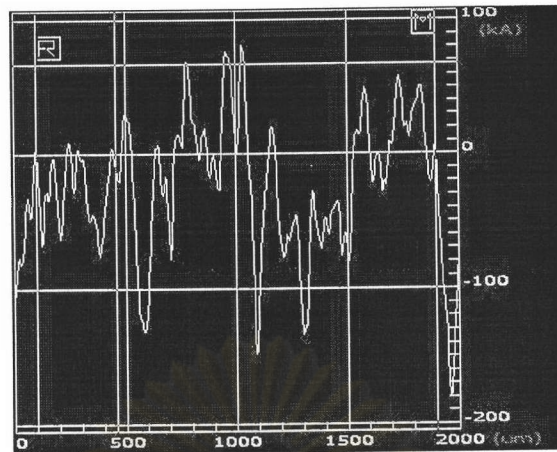
สำหรับการกลึงองศา (Taper) ของชิ้นงานหัวฉีดน้ำมัน ใช้มีดกลึง Tungsten carbide ที่ความเร็วรอบ 330 rpm เช่นกัน แต่อัตราป้อน (feed) จะเดินมือ

จากผลการกลึงชิ้นงานหัวฉีดน้ำมันที่เวลาแช่ 14 ชั่วโมง โดยใช้ speed 330 rpm, feed 0.111 mm/rev ได้ค่าแฟคเตอร์ของการกลึง (MRR/V) ไม่เกิน 0.491 mm²/rev จากข้อมูลการทดลองให้ความขรุขระของผิวชิ้นงานเฉลี่ย, Ra ไม่เกิน 1.62 ไมครอน แสดงว่าถ้ากลึงชิ้นงานด้วยแฟคเตอร์การกลึงมากกว่า 0.491 mm²/rev จะทำให้ได้ชิ้นงานมีความขรุขระผิวเฉลี่ยมากกว่า 1.62 ไมครอนและอาจเสียหายได้ โดยค่าความขรุขระผิวเฉลี่ยของชิ้นงานที่เวลาแช่อื่น ๆ แสดงได้ดังตารางที่ 4.6 และแสดง Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของชิ้นงานที่เวลาแช่ต่าง ๆ ได้ดังรูปที่ 4.5, 4.6, และ 4.7 ตามลำดับ

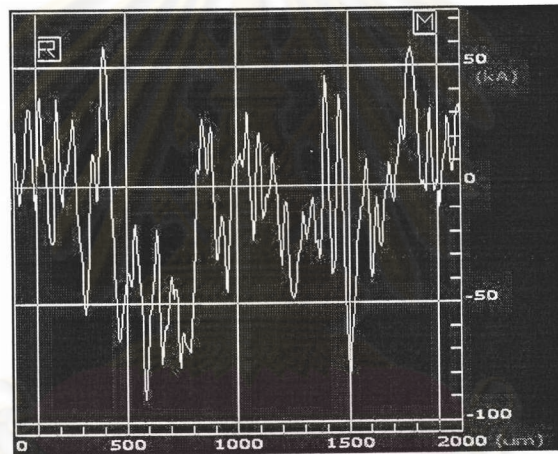
ตารางที่ 4.6 ความขรุขระของผิวชิ้นงานซิลิคอน (Ra) ที่ผ่านการเผาผนึกขึ้นต้นเป็นเวลาต่าง ๆ โดยผ่านการกลึงด้วยความเร็วรอบ (speed) 330 rpm และอัตราป้อน (feed) 0.111 mm/rev

Dwell time (hr)	Surface Roughness Average, Ra (μm)
10	3.69 \pm 0.29
12	2.61 \pm 0.65
14	1.62 \pm 0.40

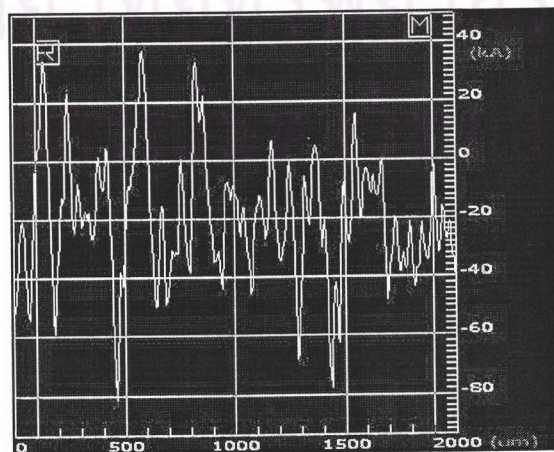
แผนภาพ Profile ความขรุขระผิว (Ra) งานกลึงของชิ้นงานที่เวลาเผาพูนีกันขึ้นต้นต่าง ๆ



รูปที่ 4.5 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานกลึง ซึ่งมีค่า $3.68 \mu\text{m}$ เมื่อกลึงด้วย Speed 330 rpm, Feed 0.111 mm/rev (Dwell time 10 hr)



รูปที่ 4.6 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานกลึง ซึ่งมีค่า $2.50 \mu\text{m}$ เมื่อกลึงด้วย Speed 330 rpm, Feed 0.111 mm/rev (Dwell time 12 hr)



รูปที่ 4.7 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานกลึง ซึ่งมีค่า $1.61 \mu\text{m}$ เมื่อกลึงด้วย Speed 330 rpm, Feed 0.111 mm/rev (Dwell time 14 hr)

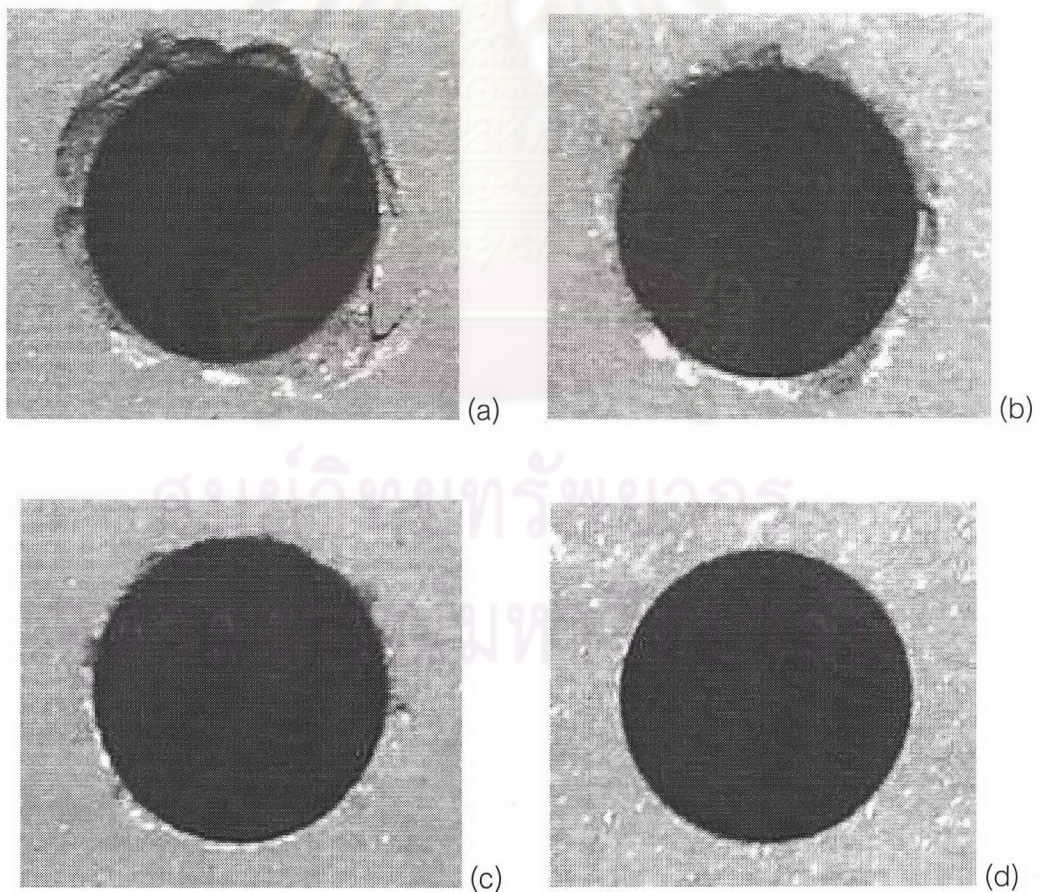


รูปที่ 4.8 ลักษณะของชิ้นงานภายใต้การกลึงด้วย Speed 330 rpm, Feed 0.111 mm/rev (กลึงองศา, Feed เดินมือ)

4.3.2 ผลการเจาะ (Drilling)

การทดลองเจาะรูชิ้นงานซีลิกอนภายหลังการเผาผนึกขั้นต้น ซึ่งมีทั้งความแข็งและความเปราะ มักพบปัญหาของการเจาะทะลุเมื่อใช้ดอกสว่านที่มีมุกจิกมาตรฐาน 118 องศา คือ ชิ้นงานเกิดการบิ่น กระทบและแตกออกบริเวณขอบรูเจาะของด้านที่ดอกสว่านออก ถึงแม้ว่าจะพยายามควบคุมความเร็วรอบการหมุนดอกสว่าน (speed) และอัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน (feed rate) แล้วก็ตาม

ดังนั้นจึงต้องหาเทคนิคการเจาะรูเพื่อให้รอยเจาะสมบูรณ์มากที่สุด เช่น การลับดอกสว่านให้มุกจิกเป็นมุมแหลมมากขึ้น ซึ่งเทคนิคดังกล่าวใช้ดอกสว่านที่ทำจากเหล็กกล้าความเร็วสูง (High speed steel) โดยลับดอกสว่านเป็นมุมแหลมประมาณ 60-85 องศา และเจาะชิ้นงานด้วยความเร็วรอบ 1000 rpm และอัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน 60 mm/min แสดงผลได้ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ผิวรอยเจาะรูขนาด 3.8 มิลลิเมตร เมื่อมุกจิกของดอกสว่านเป็น (a) 118, (b) 85, (c) 75 และ (d) 60 องศา ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.9 จะเห็นว่า เมื่อมุมจิกของดอกสว่านลดลงเป็นผลให้ได้รอยเจาะที่สมบูรณ์ขึ้น โดยที่มุมจิกมาตรฐาน 118 องศา ให้การเจาะรุนแรงที่สุด โดยรอยเจาะแตกกว้างออกบริเวณขอบ รอยเจาะ ที่มุมจิก 85 องศา รอยเจาะแตกบริเวณขอบรอยเจาะ ที่มุมจิก 75 องศา รอยเจาะบิ่นเล็กน้อย บริเวณขอบรอยเจาะ และที่มุมจิก 60 องศาให้รอยเจาะที่สมบูรณ์

การเจาะซิลิคอนต้องใช้ความเร็วตัดสูง (800-1200 rpm) ดอกสว่านที่เลือกใช้จึงจำเป็นต้องทนความร้อนจากการเสียดสีกับวัสดุแข็งได้ดีเช่นเดียวกับมีดกลึง จากการทดลองถ้าใช้ดอกสว่านที่ทำจาก High speed steel ที่ความเร็วตัดสูงนั้นจะทำให้การเจาะช้า เพราะดอกสว่านทนความร้อนที่เกิดขึ้นไม่ได้ ดอกสว่านจะทื่อหมดคมหรือไหม้จนเสียความแข็งที่ชุบไว้ ต้องถอดเปลี่ยนหรือลับใหม่ ซึ่งวัสดุที่ทำด้วย Cemented carbide (Tungsten carbide) จะเจาะได้เร็วและมีอายุการใช้งานที่นานกว่าการใช้ดอกสว่านที่ทำจากเหล็กกล้าความเร็วสูง

ในขั้นตอนการเจาะรูชิ้นงานซิลิคอนเป็นหัวฉีดน้ำมันจะใช้ชิ้นงานซิลิคอนที่ผ่านการกลึง-ปอกผิวสำเร็จเป็นหัวฉีดน้ำมัน (เวลาแช่ 14 ชั่วโมง มีความแข็งอยู่ในช่วง 71.97 - 94.75 HV) มาเจาะรูต่อ โดยใช้ดอกสว่าน Tungsten carbide ซึ่งมีมุมจิกมาตรฐาน 60 องศา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5, 3.8 และ 5.1 มิลลิเมตร ตามลำดับ

กำหนดความเร็วตัดที่เหมาะสมอยู่ในช่วง 11.50 - 13.50 m/min โดยปรับเปลี่ยนความเร็วรอบการหมุนดอกสว่านในช่วง 800 - 1200 rpm คือ 800, 1000 และ 1200 rpm และปรับเปลี่ยนอัตราป้อนต่อรอบของดอกสว่าน (feed , mm/rev) 0.08-0.1 mm/rev (หรืออัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน, feed rate ตั้งแต่ 60, 80, 100 และ 120 mm/min) หาความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Surface roughness , Ra) และแฟคเตอร์การเจาะ (MRR/V) แสดงในตารางที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ

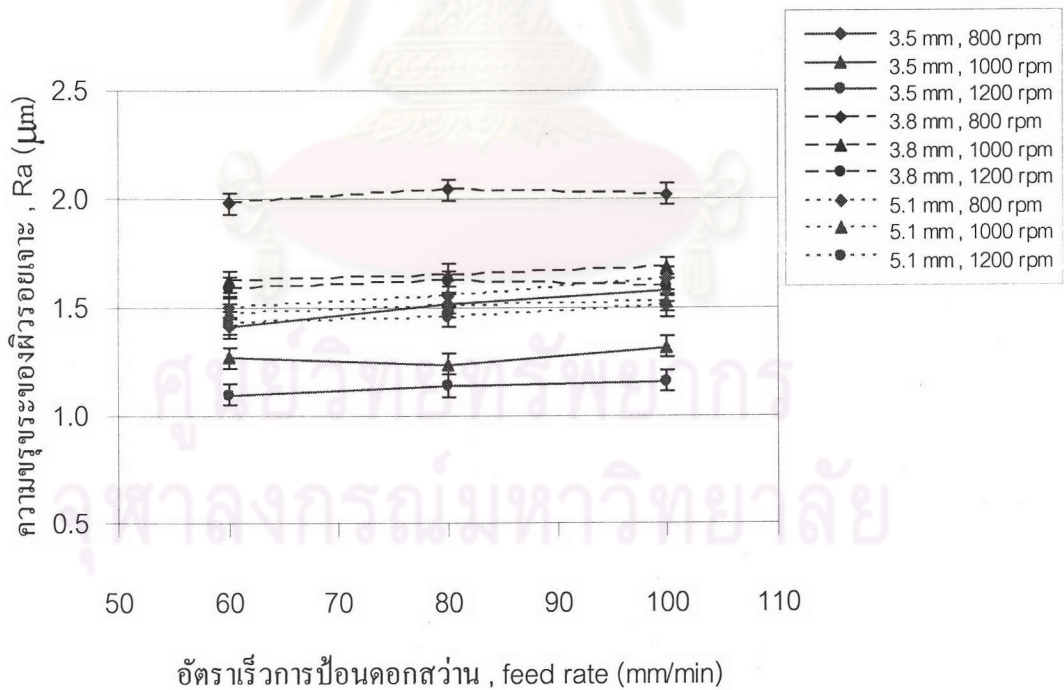
ตารางที่ 4.7 ความขรุขระของผิวรอยเจาะ (Ra) ที่สภาวะต่าง ๆ (Dwell time 14 hr)

feed rate (mm/min)	Surface Roughness Average, Ra (μm)								
	ϕ (mm) , Speed (rpm) , Cutting speed (m/min)								
	3.5			3.8			5.1		
	800,8.80	1000,11.00	<u>1200,13.20</u>	800,9.55	<u>1000,11.94</u>	1200,14.33	<u>800,12.82</u>	1000,16.02	1200,19.23
60	1.41±0.13	1.27±0.23	1.10±0.23	1.98±0.14	1.62±0.31	1.59±0.09	1.50±0.26	1.47±0.15	1.43±0.11
80	1.52±0.28	1.24±0.18	1.14±0.20	2.04±0.12	1.65±0.20	1.62±0.11	1.55±0.17	1.51±0.17	1.46±0.08
100	1.58±0.26	1.32±0.07	1.16±0.23	2.02±0.18	1.68±0.18	1.60±0.10	1.63±0.14	1.53±0.35	1.51±0.27

ตารางที่ 4.8 แฟกเตอร์การเจาะ (MRRV) ที่ขนาดรูเจาะต่าง ๆ ในแต่ละความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน (Dwell time 14 hr)

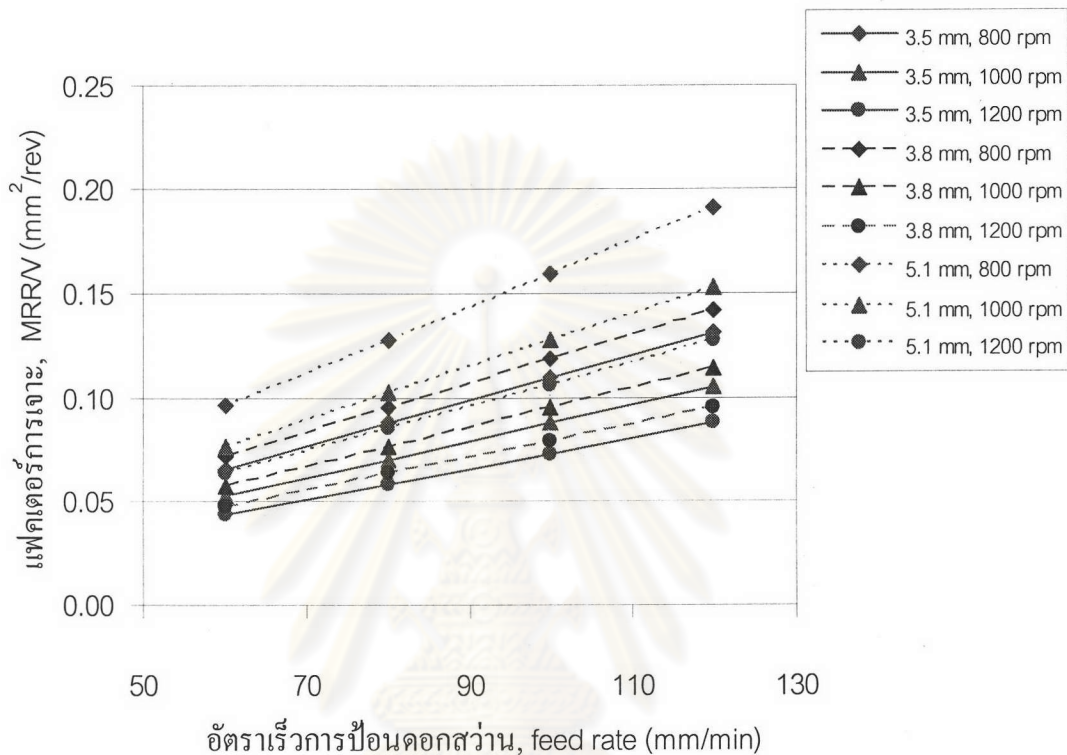
feed rate (mm/min)	แฟกเตอร์การเจาะ (mm^2/rev)								
	ϕ (mm) & Speed (rpm)								
	3.5			3.8			5.1		
	800	1000	1200	800	1000	1200	800	1000	1200
60	0.0656	0.0525	0.0438	0.0713	0.0570	0.0475	0.0956	0.0765	0.0638
80	0.0875	0.0700	0.0583	0.0950	0.0760	0.0633	0.1275	0.1020	0.0850
100	0.1094	0.0875	0.0729	0.1188	0.0950	0.0792	0.1594	0.1275	0.1063
120	0.1313	0.1050	0.0875	0.1425	0.1140	0.0950	0.1913	0.1530	0.1275

แสดงแผนภาพของตารางที่ 4.7 และ 4.8 ได้ดังรูปที่ 4.10 และรูปที่ 4.11 ตามลำดับ



รูปที่ 4.10 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Ra) ที่ผ่านการเจาะขนาด ϕ 3.5, 3.8 และ 5.1 mm ที่ความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านที่สภาวะต่าง ๆ (Dwell time 14 hr)

จากรูปที่ 4.10 ผลความขรุขระของผิวรอยเจาะ (Ra) ที่สภาวะต่าง ๆ สำหรับแต่ละขนาดรูเจาะ พบว่าความเร็วรอบดอกสว่านสูงและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านต่ำ จะให้ค่าความขรุขระผิวรอยเจาะต่ำกว่าที่ความเร็วรอบการหมุนดอกสว่านต่ำและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านสูง



รูปที่ 4.11 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างแฟคเตอร์การเจาะของชิ้นงาน (MRRV) ที่ผ่านการเจาะรูขนาด ϕ 3.5, 3.8 และ 5.1 mm ที่ความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านที่สภาวะต่าง ๆ (Dwell time 14 hr)

จากรูปที่ 4.11 พบว่าที่ความเร็วรอบเดียวกัน ขนาดรูเจาะใหญ่จะมีอัตรากินเนื้องานมากกว่าขนาดรูเจาะเล็ก และแต่ละขนาดรูเจาะพบว่าอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านสูงให้ผลอัตราการกินเนื้อชิ้นงาน (MRRV) สูงตามไปด้วย โดยอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านต่ำและความเร็วรอบการหมุนสูงจะให้ผลอัตราการกินเนื้อชิ้นงานต่ำกว่าที่อัตราเร็วการป้อนดอกสว่านสูงและความเร็วรอบการหมุนต่ำ

จากการทดลองการเจาะ ที่อัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน (feed rate) 120 mm/min ในทุก ๆ ความเร็วรอบที่ใช้เจาะ พบว่าปากรูเจาะเกิดการบิ่นและกระแทะออกได้ง่าย จึงไม่ใช้ feed rate 120 mm/min ในการเจาะชิ้นงาน

เนื่องจากในการเจาะต้องการความรวดเร็วและประหยัดค่าใช้จ่าย ที่อัตราเร็วการป้อนของดอกสว่าน 60 mm/min จะใช้เวลาในการเจาะนานเกินไป ดังนั้นอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านที่เหมาะสมในการเจาะที่ความเร็วรอบต่าง ๆ สำหรับแต่ละขนาดรูเจาะ คือ 80 และ 100 mm/min

จากผลการทดลองตารางที่ 4.7 และ 4.8 ที่แต่ละขนาดรูเจาะ ใช้ความเร็วรอบการหมุนดอกสว่านและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านต่างกัน ซึ่งได้ค่าแฟคเตอร์การเจาะ (MRR/V) และความขรุขระผิวที่แตกต่างกันด้วย

โดยที่ขนาดรูเจาะ 3.5 มิลลิเมตร เจาะด้วยความเร็วรอบ, speed 1200 rpm (ความเร็วตัด, $V = 13.20$ m/min) และใช้อัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน, feed rate 100 mm/min (อัตราป้อน, feed 0.083 mm/rev) ได้ค่าความขรุขระของผิวรอยเจาะเฉลี่ย (Ra) 1.16 ± 0.23 μm และมีอัตราการกินเนื้อชิ้นงาน (MRR/V) 0.0729 mm²/rev

ที่ขนาดรูเจาะ 3.8 มิลลิเมตร เจาะด้วยความเร็วรอบ, speed 1000 rpm ($V = 11.94$ m/min) และใช้อัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน, feed rate 100 mm/min (feed 0.100 mm/rev) ได้ค่าความขรุขระของผิวรอยเจาะเฉลี่ย (Ra) 1.68 ± 0.18 μm และมีอัตราการกินเนื้อชิ้นงาน (MRR/V) 0.0950 mm²/rev

ที่ขนาดรูเจาะ 5.1 มิลลิเมตร เจาะด้วยความเร็วรอบ, speed 800 rpm ($V = 12.82$ m/min) และใช้อัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน, feed rate 80 mm/min (feed 0.100 mm/rev) ได้ค่าความขรุขระของผิวรอยเจาะเฉลี่ย (Ra) 1.55 ± 0.17 μm และมีอัตราการกินเนื้อชิ้นงาน (MRR/V) 0.1275 mm²/rev

ค่าแฟคเตอร์การเจาะ (MRR/V) แสดงถึง อัตราการกินเนื้อของชิ้นงานใน 1 รอบการหมุนดอกสว่าน ดังเช่น การเจาะซิลิคอน ϕ 3.5 mm (speed 1200 rpm, feed rate 100 mm/min) ได้แฟคเตอร์การเจาะไม่เกิน 0.0729 mm²/rev จากการทดลองให้ค่า Ra ไม่เกิน 1.16 ± 0.23 μm แสดงว่าหากเจาะชิ้นงานด้วยแฟคเตอร์การเจาะมากกว่า 0.0729 mm²/rev จะทำให้ชิ้นงานมีความขรุขระผิวมากกว่า 1.16 ± 0.23 μm และอาจเสียหายได้ ซึ่งแฟคเตอร์การเจาะและ Ra ที่ได้ของขนาดรูเจาะอื่น ๆ ก็ให้ผลที่คล้ายคลึงกัน

จากข้อมูลการทดลองในการเจาะ (Dwell time 14 hrs) เมื่อพิจารณาความเร็วตัด (V) จากความเร็วรอบ (speed) และอัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน (feed rate) ในแต่ละขนาดรูเจาะต่าง ๆ

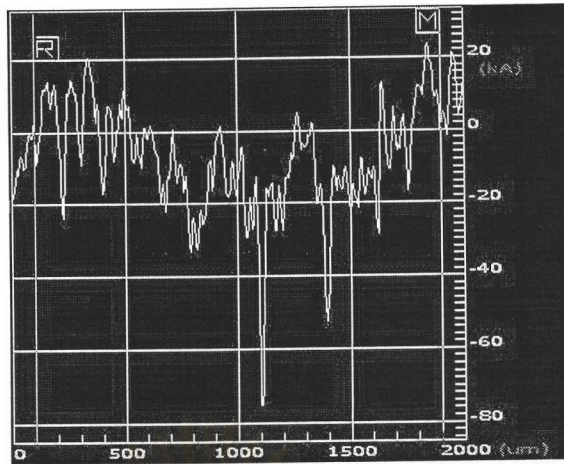
เพื่อให้ได้งานเจาะที่มีความเรียบผิวดีและการทำงานที่รวดเร็วโดยสิ้นงาน ไม่แตกร้าวเสียหาย จึงกำหนดใช้ความเร็วรอบและอัตราเร็วการป้อนดอกสว่านสำหรับเจาะรูหัวฉีดน้ำมันที่ขนาดรูเจาะต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.9 และใช้เป็นแนวทางสำหรับการเจาะรูหัวฉีดน้ำมันชนิดอื่นที่เวลาแช่ต่ำกว่าต่อไป

ตารางที่ 4.9 ความเร็วรอบ (Speed) และอัตราเร็วการป้อนดอกสว่าน (Feed rate) ในแต่ละขนาดรูเจาะ (Dwell time 14 hr)

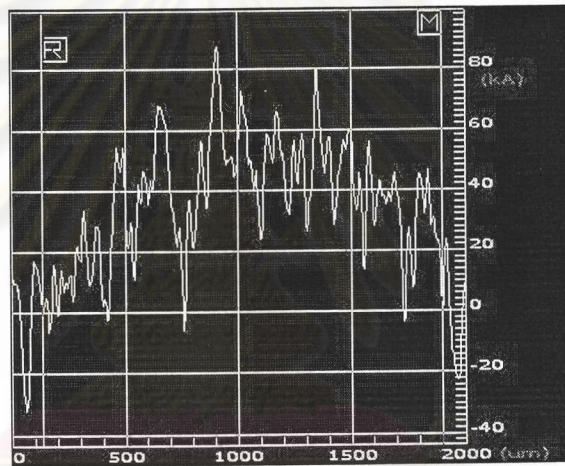
ϕ (mm)	Speed (rpm)	Feed rate (mm/min)	MRR/V (mm ² /rev)
3.5	1200	100	0.0729
3.8	1000	100	0.0950
5.1	800	80	0.1275

ตารางที่ 4.10 ความขรุขระของผิวรอยเจาะ (Ra) ที่ขนาดรูเจาะต่าง ๆ ในแต่ละเวลาการเผาผนึกชิ้นต้น เมื่อผ่านการเจาะที่ speed และ feed rate ต่าง ๆ

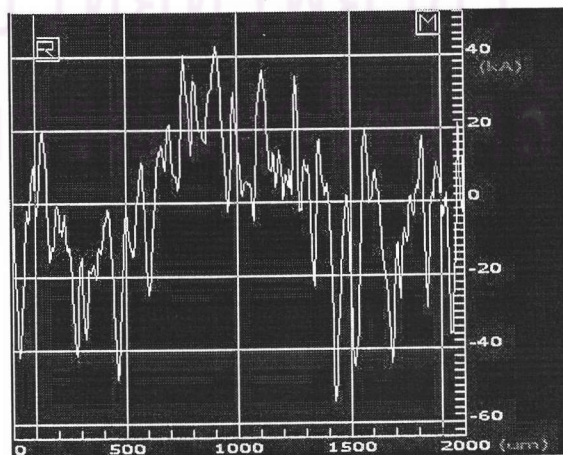
Dwell time (hr)	Surface Roughness Average, Ra (μm)		
	speed (rpm) , feed rate (mm/min)		
	ϕ 3.5	ϕ 3.8	ϕ 5.1
	1200 , 100	1000 , 100	800 , 80
10	3.38 \pm 0.57	4.52 \pm 0.62	3.62 \pm 0.25
12	2.47 \pm 0.20	2.37 \pm 0.41	1.96 \pm 0.47
14	1.16 \pm 0.23	1.68 \pm 0.18	1.55 \pm 0.17



รูปที่ 4.12 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานเจาะที่ขนาด ϕ 3.5 mm ซึ่งมีค่า $1.11 \mu\text{m}$ เมื่อ เจาะด้วย Speed 1200 rpm, Feed rate 100 mm/min (Dwell time 14 hr)



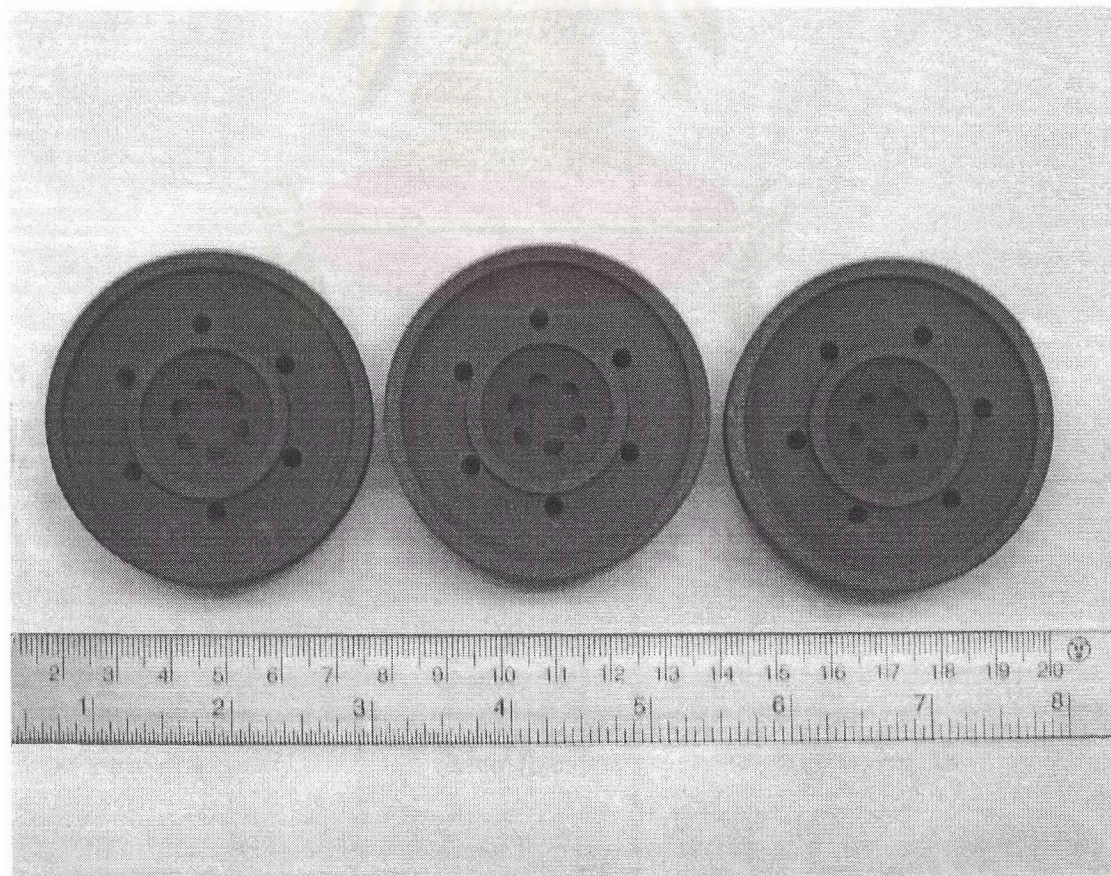
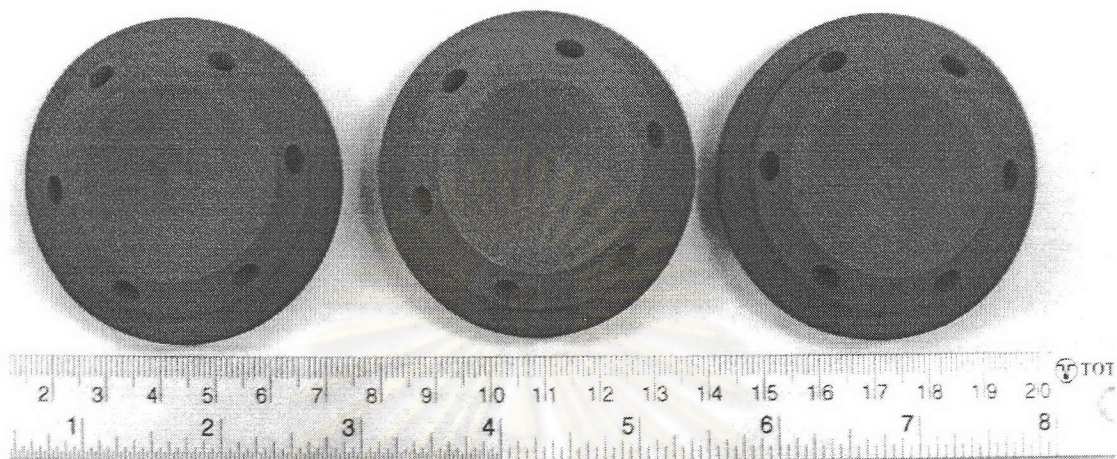
รูปที่ 4.13 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานเจาะที่ขนาด ϕ 3.8 mm ซึ่งมีค่า $1.52 \mu\text{m}$ เมื่อ เจาะด้วย Speed 1000 rpm, Feed rate 100 mm/min (Dwell time 14 hr)



รูปที่ 4.14 Profile ความขรุขระผิว (Ra) ของงานเจาะที่ขนาด ϕ 5.1 mm ซึ่งมีค่า $1.54 \mu\text{m}$ เมื่อ เจาะด้วย Speed 800 rpm, Feed 80 mm/rev (Dwell time 14 hr)



รูปที่ 4.15 ลักษณะของชิ้นงานภายหลังการเจาะที่ขนาดรูเจาะต่างๆ



รูปที่ 4.16 ลักษณะของหัวฉีดน้ำมันที่สมบูรณ์ภายหลังจากการกลึงและการเจาะ

4.4 ผลการตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 14, 20 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ

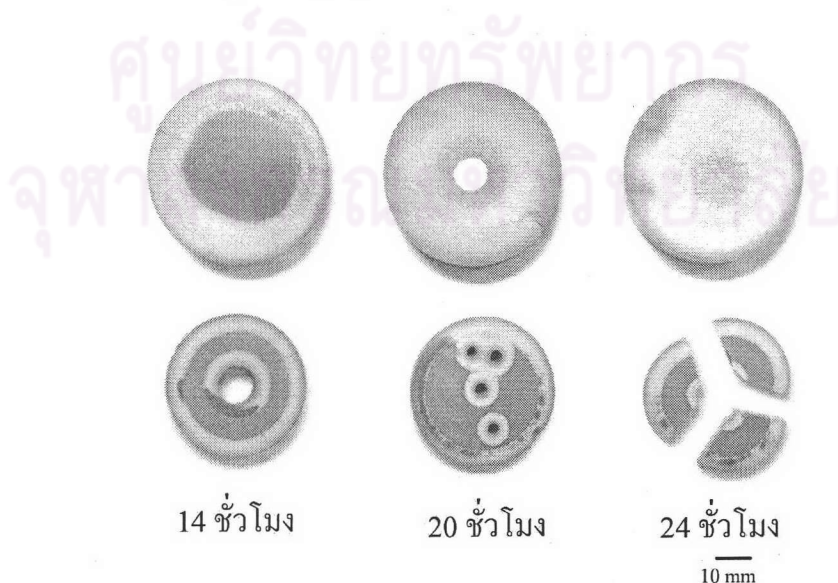
4.4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพโดยการวัดความหนาแน่น

ตารางที่ 4.11 ความหนาแน่นของชิ้นงานทรงกระบอก 2 ขนาด ที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลาต่าง ๆ ด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำ

Dimension	ρ_0 , Pre-sintering	Bulk density (g/cm ³)			% Theoretical density			- ΔL , Depth* (mm) , Si ₃ N ₄ / L ₀ (mm)		
		14	20	24	14	20	24	14	20	24
ϕ_{avg} (mm)	(g/cm ³)									
56.80	1.50	2.19	-	2.68	69.30	-	84.81	17.819/28.389	-	25.413/28.40
56.80	1.53	2.08	2.35	-	65.82	74.34	-	16.512/28.405	23.431/28.405	-
56.80	1.55	-	-	2.52	-	-	79.75	-	-	23.684/28.405
56.80	1.56	-	2.27	-	-	71.84	-	-	21.392/28.40	-
56.80	1.57	2.00	-	-	63.29	-	-	13.795/28.40	-	-
56.80	1.58	-	2.25	2.46	-	71.20	77.85	-	18.825/28.40	21.417/28.395
46.08	1.60	2.47	2.49	2.59	78.16	78.80	81.96	5.6448/23.04	5.7390/23.04	6.3577/23.04
46.08	1.65	-	2.33	2.38	-	73.73	75.32	-	5.6012/23.04	6.0972/23.035
46.08	1.67	2.28	-	-	72.15	-	-	5.3033/23.035	-	-
46.08	1.70	2.25	2.27	2.31	71.20	71.84	73.10	4.8333/23.04	5.1348/23.04	5.5401/23.04

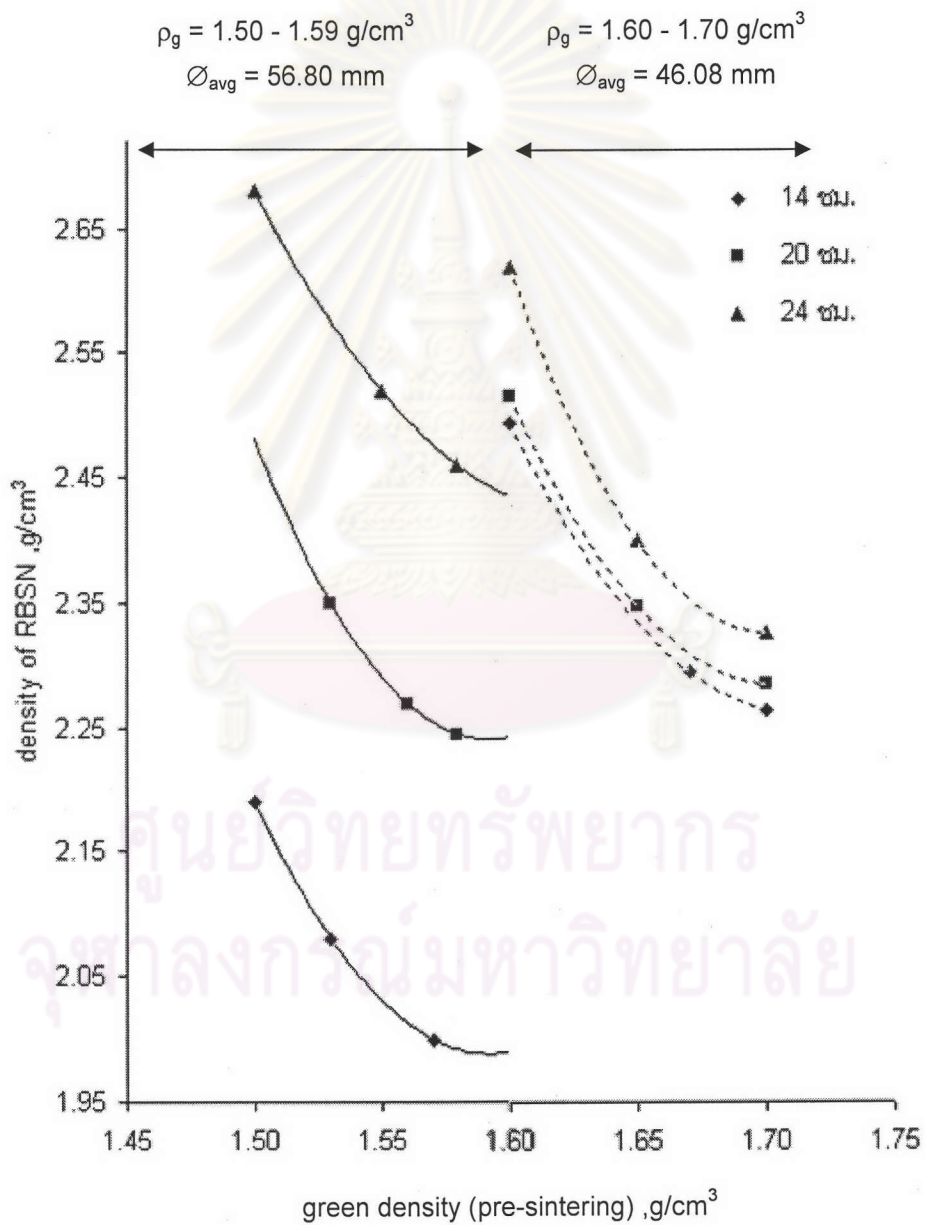
*Depth คือ ระยะทางการแพร่ของไนไตรเจนเข้าสู่ชิ้นงานและเกิดเป็น Si₃N₄ (mm)

L₀ คือ ระยะครึ่งหนึ่งของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (mm)

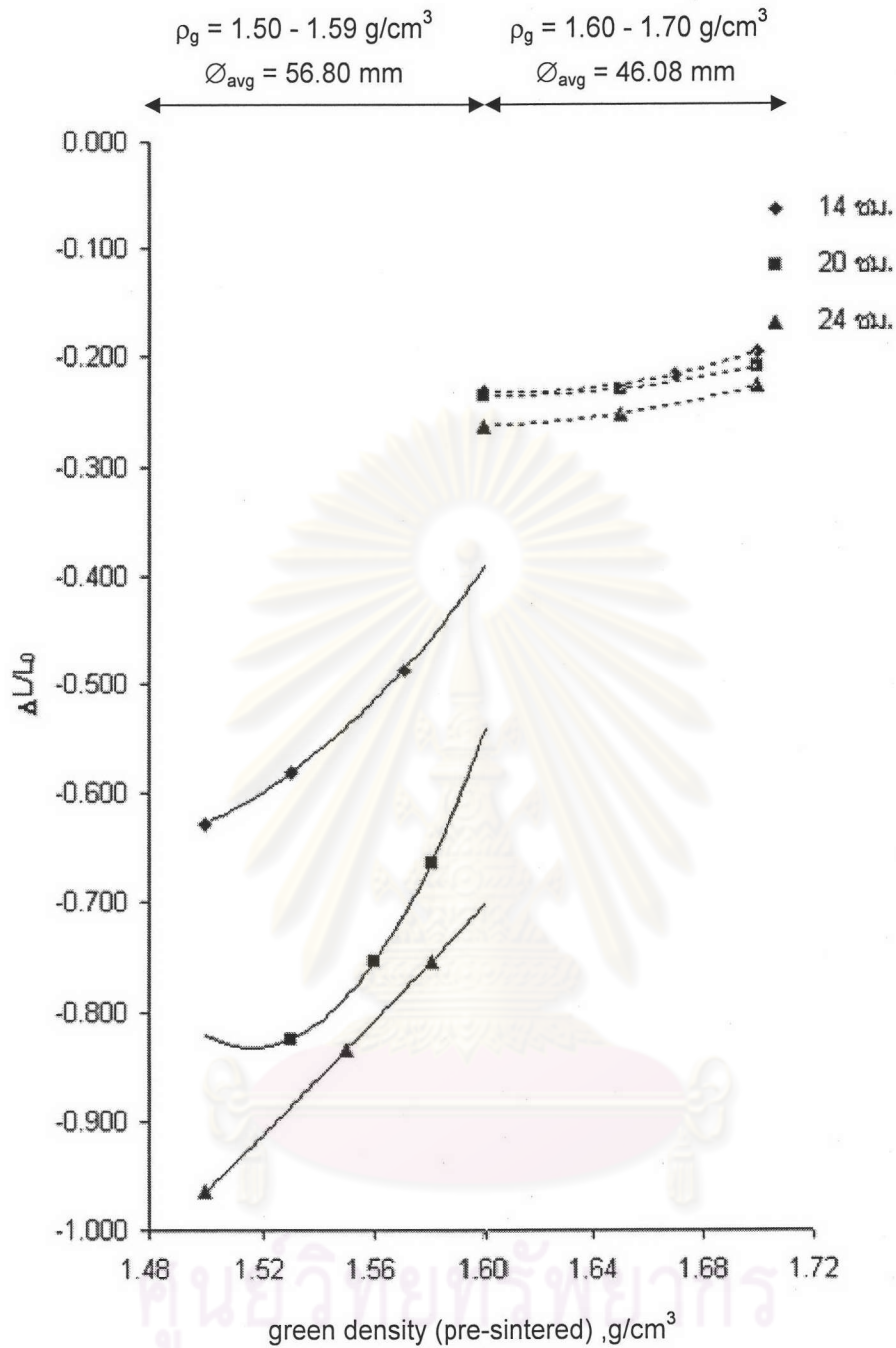


รูปที่ 4.17 ภาคตัดขวางของชิ้นงานทรงกระบอกภายหลังการไนไตรเดชัน 2 ขนาด

จากผลการตรวจสอบความหนาแน่นภายหลังการไนไตรเดชันและพิจารณาภาพตัดขวางของชิ้นงานทดสอบ 2 ขนาดที่ความหนาแน่นภายหลังการเผาผนึกขั้นต้น (ρ_g) แตกต่างกัน พบว่าบริเวณใจกลางชิ้นงานยังมีซลิคอนเหลืออยู่ และปริมาณซลิคอนที่เหลืออยู่จะลดลงเมื่อเวลาไนไตรเดชันเพิ่มขึ้น ซึ่งบริเวณสีขาวเป็นซลิคอนไดรด์ และบริเวณสีเทาเป็นซลิคอนที่เหลืออยู่ โดยค่าความหนาแน่นที่ได้เป็นความหนาแน่นผสมระหว่างซลิคอนและซลิคอนไนไตรด์ที่มีความหนาแน่นทางทฤษฎี 2.32 g/cm^3 และ 3.19 g/cm^3 ตามลำดับ



รูปที่ 4.18 แผนภาพความหนาแน่นภายหลังการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ ของชิ้นงานทรงกระบอก 2 ขนาด ซึ่งมีความหนาแน่นภายหลังการเผาผนึกขั้นต้น (ρ_g) ต่างกัน



รูปที่ 4.19 แผนภาพอัตราส่วนระหว่างระยะทางการแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่ชิ้นงาน (Depth, ΔL) และระยะครึ่งหนึ่งของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (L_0) ภายหลังการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ ของชิ้นงานทรงกระบอก 2 ขนาด ซึ่งมีความหนาแน่นภายหลังการเผาพูนที่เริ่มต้น (ρ_g) ต่างกัน

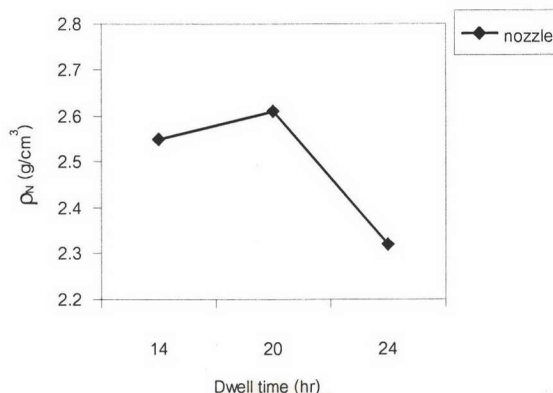
จากรูปที่ 4.18 และ 4.19 เป็นแผนภาพความสัมพันธ์แสดงแนวโน้มที่ได้จากผลการตรวจสอบความหนาแน่นภายหลังการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ และการตัดชิ้นงานเพื่อวัดระยะทางการเกิดเป็น Si₃N₄ ($\Delta L/L_0$) หรือ depth ของ Si₃N₄ ที่ความหนาแน่นภายหลังการเผาพูนที่

ชั้นต้นต่างกันของชิ้นงาน 2 ขนาด พบว่าที่เวลาแช่ของการไนไตรเดชันเดียวกัน เมื่อความหนาแน่นของชิ้นงาน Silicon compact ภายหลังจากเผาที่ชั้นต้นสูงขึ้น จะมีแนวโน้มให้ความหนาแน่น ภายหลังจากไนไตรเดชันลดลงและมีผลให้ระยะทางการแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่ชิ้นงานเกิดเป็น Si_3N_4 มีแนวโน้มลดลงเช่นกัน เมื่อปรับเพิ่มเวลาไนไตรเดชันเป็นผลให้ได้ความหนาแน่นภายหลังจากไนไตรเดชันและ depth ของ Si_3N_4 เพิ่มขึ้น ซึ่ง $\Delta L/L_0$ มีค่าติดลบมากแสดงถึงการเกิด depth ของ Si_3N_4 ได้ลึกมากขึ้นตามลำดับ และ $\Delta L/L_0$ มีค่าเป็น -1.0 หมายถึง depth ของ Si_3N_4 เกิดได้สมบูรณ์ทั้งชิ้นงาน โดยแผนภาพทั้งสองให้ผลความแตกต่างที่ชัดเจนอยู่ในช่วงความหนาแน่น ภายหลังจากเผาที่ชั้นต้น (ρ_g) 1.50 - 1.59 และ 1.60 - 1.70 g/cm^3 ซึ่งจะสังเกตพบว่าความหนาแน่นภายหลังจากเผาที่ชั้นต้นช่วง 1.60 - 1.70 g/cm^3 แม้จะปรับเพิ่มเวลาไนไตรเดชันที่แตกต่างกันค่อนข้างมาก ทั้งความหนาแน่นและ depth ของ Si_3N_4 ยังคงมีค่าใกล้เคียงกันและแตกต่างกันน้อยมาก

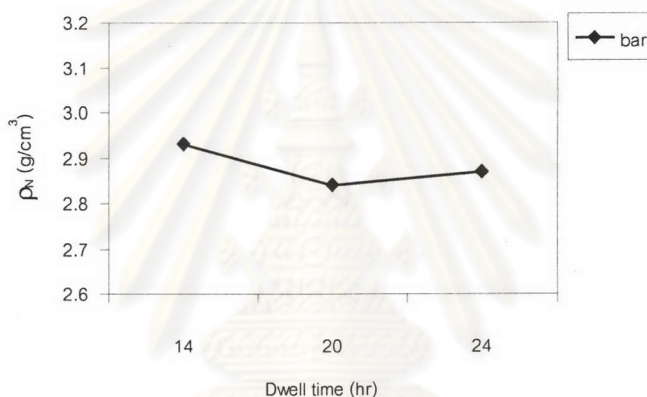
ตารางที่ 4.12 ความหนาแน่นของชิ้นงานหัวฉีดน้ำมัน (Nozzle) และรูปทรงสี่เหลี่ยม (bar) ที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลาต่าง ๆ ด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำ และใช้เครื่อง Ultrapycnometer สำหรับหา True density เปรียบเทียบกับผลงานที่ผ่านมาและชิ้นงานมาตรฐานจากบริษัท Tenmat

Sample	ρ_g (g/cm^3) Pre-sintering	Dwell time (hr)	ρ_N (g/cm^3) Nitridation	% Theoretical density	True density (g/cm^3)	% Porosity
nozzle	1.62	14	2.55	80.66	-	-
nozzle	1.63	20	2.61	84.78	-	-
nozzle	1.66	24	2.31	74.97	-	-
bar	1.71	14	2.93	92.68	3.1574	7.20
bar	1.71	20	2.84	89.84	3.1247	9.11
bar	1.72	24	2.87	90.79	3.1472	8.81
Commercial	-	-	2.67	84.46	2.99	10.73

แสดงแผนภาพความหนาแน่นของชิ้นงาน nozzle และ bar ที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ ได้ดังรูปที่ 4.20 และ 4.21 ตามลำดับ



รูปที่ 4.20 ความหนาแน่นของชิ้นงานหัวฉีดน้ำมัน (Nozzle) ภายหลังจากไนไตรเดชัน (ρ_N) เป็นเวลาต่าง ๆ



รูปที่ 4.21 ความหนาแน่นของชิ้นงานรูปทรงสี่เหลี่ยม (bar) ภายหลังจากไนไตรเดชัน (ρ_N) เป็นเวลาต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.20 และ 4.21 พบว่าความหนาแน่นของชิ้นงาน Nozzle และ bar ภายหลังจากไนไตรเดชันไม่แปรผันตามเวลาของการไนไตรเดชัน เนื่องจากความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงาน ภายหลังจากเผาพริกชิ้นต้นที่แตกต่างกัน โดยกรณีของชิ้นงาน Nozzle พบว่าที่ความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงานภายหลังจากเผาพริกชิ้นต้นใกล้เคียงกัน (1.62 และ 1.63 g/cm³) เมื่อเพิ่มเวลาของการไนไตรเดชัน ค่าความหนาแน่นภายหลังจากไนไตรเดชันจะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงานภายหลังจากเผาพริกชิ้นต้นเพิ่มขึ้นและมีค่าค่อนข้างสูง (1.66 g/cm³) แม้จะเวลาในการไนไตรเดชันเพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นภายหลังจากไนไตรเดชันก็ไม่สูงตาม และกรณีของชิ้นงาน bar ขนาด 5x12x2 มิลลิเมตร พบว่าที่ความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงานภายหลังจากเผาพริกชิ้นต้นใกล้เคียงกัน (1.71 และ 1.72 g/cm³) เมื่อเวลาของการไนไตรเดชันเพิ่มขึ้น จะได้ค่าความหนาแน่นภายหลังจากไนไตรเดชันสูงอยู่ในระดับที่ใกล้เคียงกัน โดยค่าที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันที่ชัดเจนและมีค่าเปอร์เซ็นต์รูพรุนอยู่ในเกณฑ์ต่ำเมื่อเทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์ ทั้งนี้เนื่องจาก

ชิ้นงาน bar มีขนาดเล็กและบาง ปฏิบัติการไนไตรเดชันจึงเกิดได้สมบูรณ์ ในการทดลองนี้ชิ้นงาน bar ที่เวลาแช่ 14 ชั่วโมงเป็นเวลาแช่สูงสุดของการไนไตรเดชันที่ทำให้ชิ้นงาน bar เป็น Si_3N_4 ได้สมบูรณ์ แต่ในทางปฏิบัติจริงชิ้นงานที่มีขนาดดังกล่าวอาจใช้เวลาไนไตรเดชันน้อยกว่า 14 ชั่วโมง ก็เป็นไปได้

จากผลของขนาดและความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึกขั้นต้นที่แตกต่างกันที่เวลาไนไตรเดชันต่าง ๆ เป็นผลให้ได้ความลึกจากการแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่ชิ้นงาน เกิดเป็นซิลิคอนไนไตรด์มีค่าไม่เท่ากัน งานวิจัยนี้จะสร้างแผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความลึกของการเกิดเป็นซิลิคอนไนไตรด์เมื่อเวลาไนไตรเดชันเพิ่มขึ้น ที่ความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึกขั้นต้นต่างกัน โดยวัดความลึกหรือ depth ของ Si_3N_4 (บริเวณสีขาว) จากผลของตารางที่ 4.11 ซึ่งผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย XRD พบว่าบริเวณสีขาวเป็นเฟสของซิลิคอนไนไตรด์จริง โดยจะอภิปรายในบทถัดไป

4.4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกลโดยการวัดความแข็ง

ตารางที่ 4.13 ความแข็งเฉลี่ยของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลาต่าง ๆ โดยแบ่งเป็นช่วงของความหนาแน่นภายหลังการเผาผนึกขั้นต้น เปรียบเทียบกับผลงานที่ผ่านมาและชิ้นงานมาตรฐานจากบริษัท Tenmat

Vickers Hardness (HV)			
Dwell time (hr)	ρ_g Pre-sintering (g/cm^3)		
	1.50 - 1.59	1.60 - 1.70	1.71 - 1.72 (bar)
14	923.23 ± 254.89 (30)*	985.72 ± 102.34 (30)	963.29 ± 112.23 (20)
20	958.08 ± 165.22 (30)	979.12 ± 229.81 (30)	894.52 ± 68.80 (20)
24	971.06 ± 141.04 (30)	966.98 ± 265.78 (30)	964.45 ± 99.08 (20)
5 [©]	948.77 ± 181.35 (10)		
Commercial	780.30 ± 263.64 (10)		

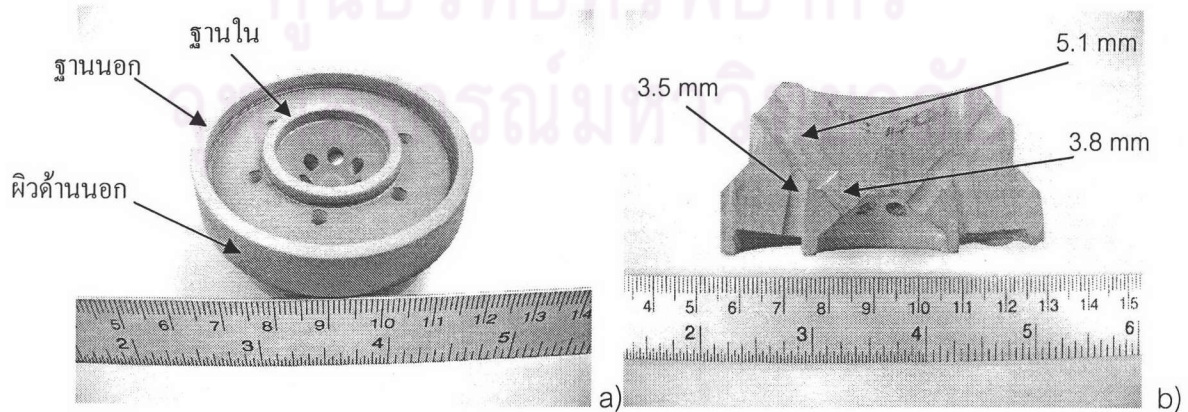
[©]กิตติมา, [2546], *จำนวนครั้งที่ทดสอบ

จากผลการทดสอบความแข็งของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ พบว่าค่าความแข็งไม่มีความสัมพันธ์กับความหนาแน่นภายหลังการเผาผนึกขั้นต้นและเวลาของการไนไตรเดชัน ซึ่งความแข็งมีค่าใกล้เคียงกันและอยู่ในช่วง 894 - 985 HV โดยมีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานค่อนข้างมากเช่นเดียวกับค่าที่ได้จากผลงานที่ผ่านมาและชิ้นงานเชิงพาณิชย์ ค่าความแข็งที่ไม่แน่นอนเนื่องจากชิ้นงานภายหลังการไนไตรเดชันรูพรุนมีขนาดเล็กและกระจายตัวอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง

4.4.3 ผลการวัดความขรุขระผิวของชิ้นงานหัวฉีดน้ำมันภายใต้การไนไตรซ์

ตารางที่ 4.14 ความขรุขระผิวเฉลี่ยของชิ้นงานหัวฉีดน้ำมันที่ผ่านการไนไตรซ์ที่อุณหภูมิ 1500°C ที่เวลาการเผาพูนิกขึ้นต้นต่าง ๆ

Dwell time (hr) pre-sintering	Surface Roughness, Ra (μm)		
	ส่วนที่วัด	Pre-sintering	Nitridation
10	ฐานนอก-ใน	3.74 ± 0.24	1.20 ± 0.17
	3.5 mm	3.38 ± 0.57	1.34 ± 0.08
	3.8 mm	4.52 ± 0.62	2.96 ± 0.35
	5.1 mm	3.62 ± 0.25	1.92 ± 0.01
	ผิวนอก	3.69 ± 0.29	1.76 ± 0.52
12	ฐานนอก-ใน	2.72 ± 0.13	0.64 ± 0.21
	3.5 mm	2.47 ± 0.20	1.23 ± 0.13
	3.8 mm	2.37 ± 0.41	1.15 ± 0.22
	5.1 mm	1.96 ± 0.47	0.91 ± 0.30
	ผิวนอก	2.61 ± 0.65	0.94 ± 0.24
14	ฐานนอก-ใน	2.02 ± 0.22	0.51 ± 0.09
	3.5 mm	1.16 ± 0.23	0.47 ± 0.15
	3.8 mm	1.68 ± 0.18	0.72 ± 0.20
	5.1 mm	1.55 ± 0.17	0.68 ± 0.13
	ผิวนอก	1.62 ± 0.40	0.43 ± 0.19



รูปที่ 4.22 ส่วนที่วัดความขรุขระผิว a) ฐานนอก-ใน และผิวด้านนอก b) ขนาดรูเจาะ 3.5, 3.8 และ 5.1 มิลลิเมตร

ตารางที่ 4.15 ความขรุขระผิวของหัวฉีดน้ำมันที่ตำแหน่งต่าง ๆ ซึ่งเป็นไปตามแบบ (Drawing) ของหัวฉีดน้ำมันที่ใช้จริง (ความขรุขระผิวตามมาตรฐาน DIN 3141, Drawing แสดงในภาคผนวก)

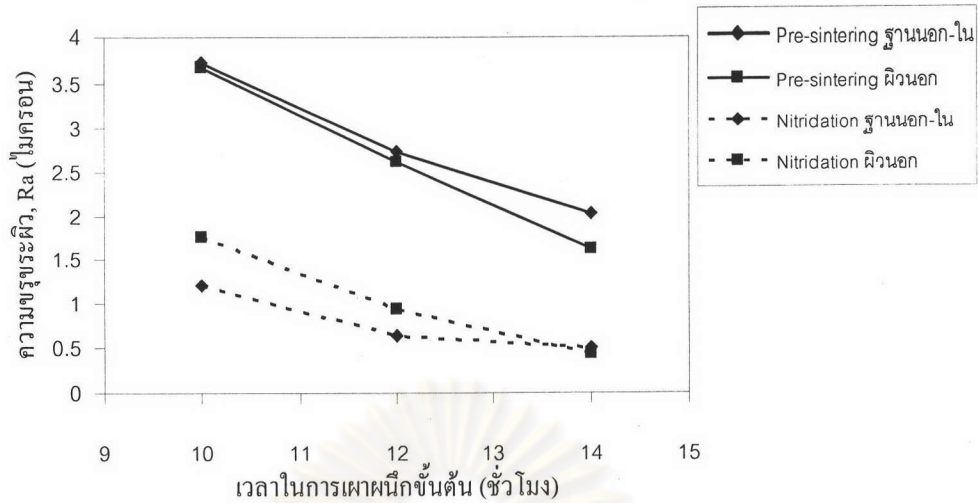
ตำแหน่งของชิ้นงาน	รหัสความขรุขระผิว	ความขรุขระผิวเฉลี่ย, Ra (μm)
ฐานนอก-ใน	N5	0.4 ± 0.1
รู 3.5, 3.8 และ 5.1 mm	N7	1.6 ± 0.1
ผิวนอก	N9	6.3 ± 0.1

จากผลการวัดความขรุขระผิวเฉลี่ย (Ra) บริเวณผิวนอกของหัวฉีดน้ำมัน RBSN ที่เวลาแช่ของการเผาผนึกชิ้นต้น 10, 12 และ 14 ชั่วโมง พบว่ามีค่า 1.76 ± 0.52 , 0.94 ± 0.24 และ 0.43 ± 0.19 ไมครอนตามลำดับ ซึ่งมีค่าต่ำกว่าและอยู่ในพิสัยที่กำหนดของชิ้นงานต้นแบบที่ต้องการความขรุขระผิวเฉลี่ยไม่เกิน 6.3 ± 0.1 ไมครอน

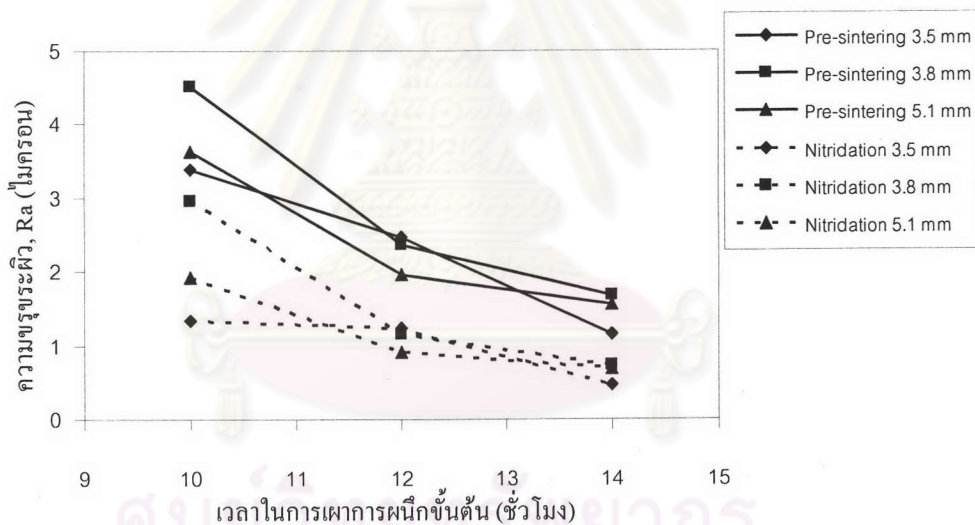
จากผลการวัดความขรุขระผิวเฉลี่ย (Ra) บริเวณฐานนอก-ในของหัวฉีดน้ำมัน RBSN ที่เวลาแช่ของการเผาผนึกชิ้นต้น 10, 12 และ 14 ชั่วโมง พบว่ามีค่า 1.20 ± 0.17 , 0.64 ± 0.21 และ 0.51 ± 0.09 ไมครอน ตามลำดับ โดยที่เวลาแช่ 10 ชั่วโมงมีค่าความขรุขระผิวเฉลี่ยสูงสุดและแตกต่างจากค่าจากชิ้นงานต้นแบบค่อนข้างมากเมื่อเทียบกับเวลาแช่ที่ 12 และ 14 ชั่วโมงที่ให้ผลความขรุขระผิวเฉลี่ยมีค่าใกล้เคียงกันและแตกต่างจากค่าที่กำหนดของชิ้นงานต้นแบบเพียงเล็กน้อย ซึ่งหัวฉีดน้ำมัน RBSN ที่เวลาแช่ของการเผาผนึกชิ้นต้น 14 ชั่วโมงมีค่าความขรุขระผิวเฉลี่ยต่ำสุดและอยู่ในพิสัยที่ใกล้เคียงที่สุดกับค่าความขรุขระผิวเฉลี่ยที่กำหนดของชิ้นงานต้นแบบที่มีความขรุขระผิวเฉลี่ยไม่เกิน 0.4 ± 0.1 ไมครอน

จากผลการวัดความขรุขระผิวเฉลี่ย (Ra) ส่วนที่เป็นรูเจาะแต่ละขนาดของหัวฉีดน้ำมัน RBSN ที่ผ่านการเผาผนึกเป็นเวลาต่าง ๆ พบว่าที่เวลาแช่ของการเผาผนึกชิ้นต้น 10 ชั่วโมง ความขรุขระผิวเฉลี่ยของรอยเจาะแต่ละขนาดส่วนใหญ่หยาบเกินพิสัยที่กำหนด แต่เวลาแช่ของการเผาผนึกชิ้นต้นที่ 12 และ 14 ชั่วโมง ให้ผลความขรุขระผิวเฉลี่ยของรอยเจาะแต่ละขนาดของหัวฉีดน้ำมัน RBSN อยู่ในช่วง $0.91-1.23$ และ $0.47-0.72$ ไมครอนตามลำดับ ซึ่งค่าดังกล่าวอยู่ในพิสัยที่กำหนดของชิ้นงานต้นแบบที่มีความขรุขระผิวเฉลี่ยของรูเจาะไม่เกิน 1.6 ± 0.1 ไมครอน

จากตารางที่ 4.14 แสดงแผนภาพความขรุขระผิว (Ra) ของการกลึงและเจาะหัวฉีดน้ำมัน โดยเปรียบเทียบระหว่าง Pre-sintering และ Nitridation ได้ดังรูปที่ 4.23 และ 4.24 ตามลำดับ



รูปที่ 4.23 แผนภาพความสัมพันธ์ของความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Ra) ที่ผ่านการกลึงภายหลังการเผาผืนึกขึ้นต้นและการไนไตรเดชัน

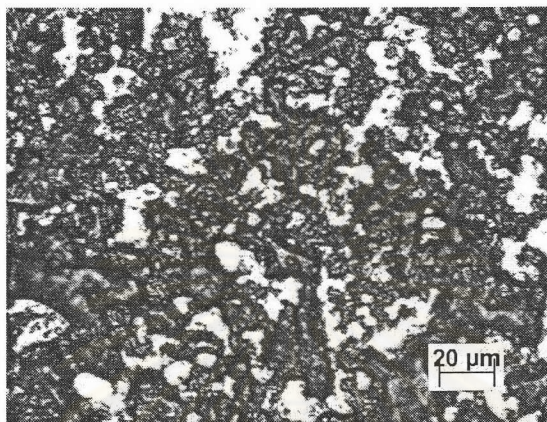


รูปที่ 4.24 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระของผิวชิ้นงาน (Ra) ที่ผ่านการเจาะรูขนาด ϕ 3.5, 3.8 และ 5.1 mm ภายหลังการเผาผืนึกขึ้นต้นและการไนไตรเดชัน

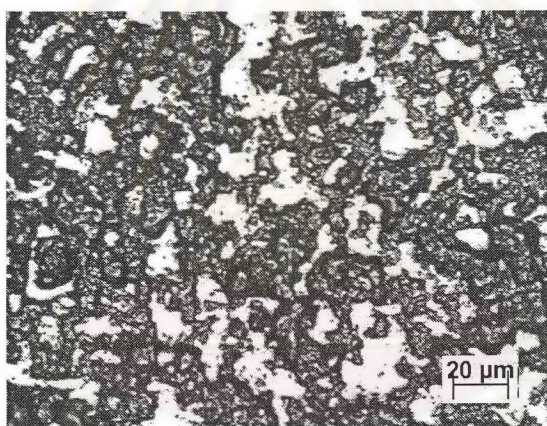
จากรูปที่ 4.23 และ 4.24 จะเห็นว่าภายหลังการกลึงและเจาะชิ้นงานซิลิคอนที่ผ่านการเผาผืนึกขึ้นต้นเป็นเวลานานขึ้น ชิ้นงานมีความขรุขระของผิวลดลง และภายหลังการไนไตรเดชันพบว่า ชิ้นงานมีผิวการกลึงและการเจาะที่เรียบขึ้นจากเดิมประมาณ 1 - 2 ไมครอน เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาไนไตรเดชันได้ผลิตภัณฑ์เป็นซิลิคอนไนไตรด์ (Si_3N_4) และรูพรุนมีขนาดเล็กลงจากการทดลองภายหลังการไนไตรเดชันของชิ้นงานที่เวลาเผาผืนึกขึ้นต้น 14 ชั่วโมง จะให้ผลความเรียบผิวดีที่สุด

4.4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคภายใต้การไนไตรเดชันเป็นเวลาต่างๆ

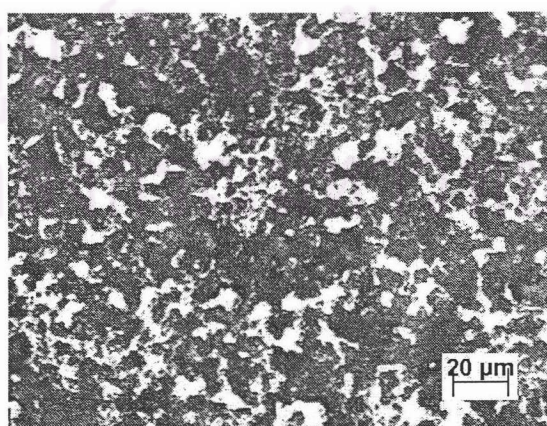
4.4.4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope, OM)



a) x200



b) x200



c) x200

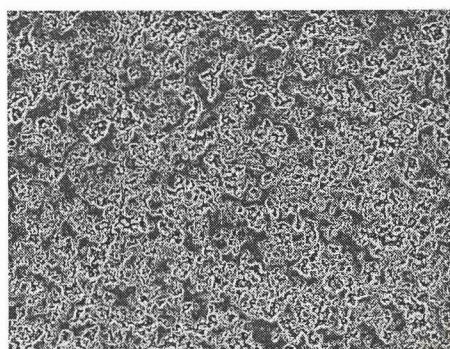
รูปที่ 4.25 โครงสร้างจุลภาคของซีลิกอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลา a) 14, b) 20 และ c) 24 ชั่วโมง

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์เป็นเวลาต่าง ๆ ด้วยกล้อง OM ที่กำลังขยาย 200 เท่า พบว่าที่เวลาไนไตรเดชัน 14, 20 และ 24 ชั่วโมง มีลักษณะโครงสร้างที่คล้ายคลึงกัน โดยโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นซิลิคอนไนไตรด์ (บริเวณสีเทา-ขาว) ที่มีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ และพบรูพรุน (บริเวณสีดำ) ขนาดเล็กกว่า 10 ไมครอน กระจายอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง

4.4.4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด (SEM)

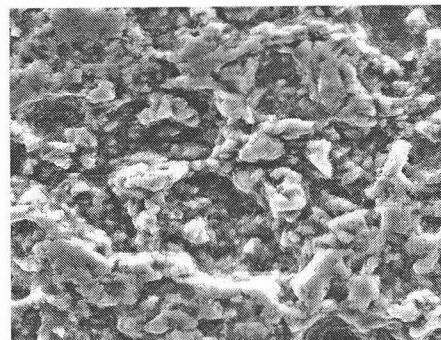
จากผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ ด้วยกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 200 เท่าและ 1500 เท่า ดังรูปที่ 4.26 พบว่ามีลักษณะโครงสร้างที่คล้ายคลึงกัน ที่เวลาไนไตรเดชัน 14, 20 และ 24 ชั่วโมง โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นซิลิคอนไนไตรด์และมีการกระจายตัวสม่ำเสมอทั่วโครงสร้าง (สังเกตจากอนุภาคเกาะตัวกันแน่นหนาเป็นบริเวณกว้าง) โดยรูพรุนส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นรูพรุนไม่ต่อเนื่อง ขนาดรูพรุนเล็กกว่า 10 ไมครอน กระจายอยู่ทั่วไปและมีรูพรุนขนาดใหญ่ในโครงสร้างเพียงบางส่วน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



300 μm

(A) 1500°C (X200) 14 ชั่วโมง



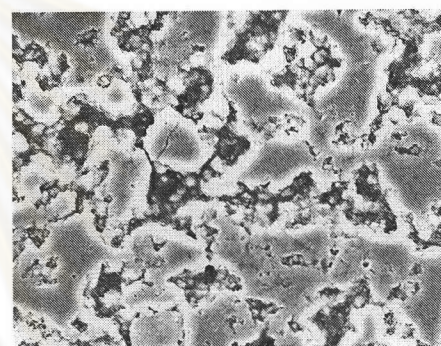
40 μm

(B) 1500°C (X1500) 14 ชั่วโมง



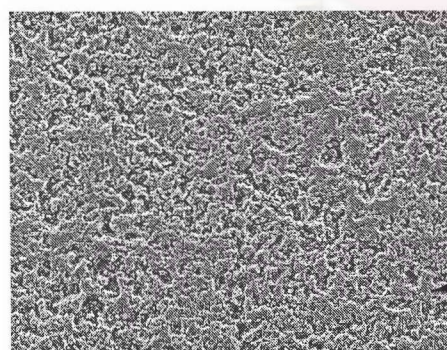
300 μm

(C) 1500°C (X200) 20 ชั่วโมง



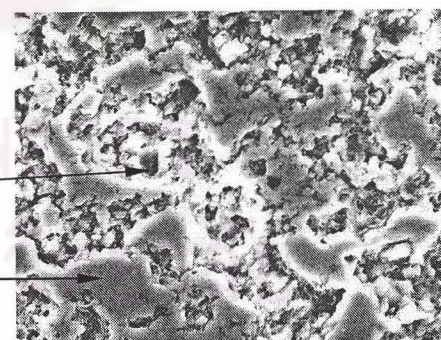
40 μm

(D) 1500°C (X1500) 20 ชั่วโมง



300 μm

(E) 1500°C (X200) 24 ชั่วโมง

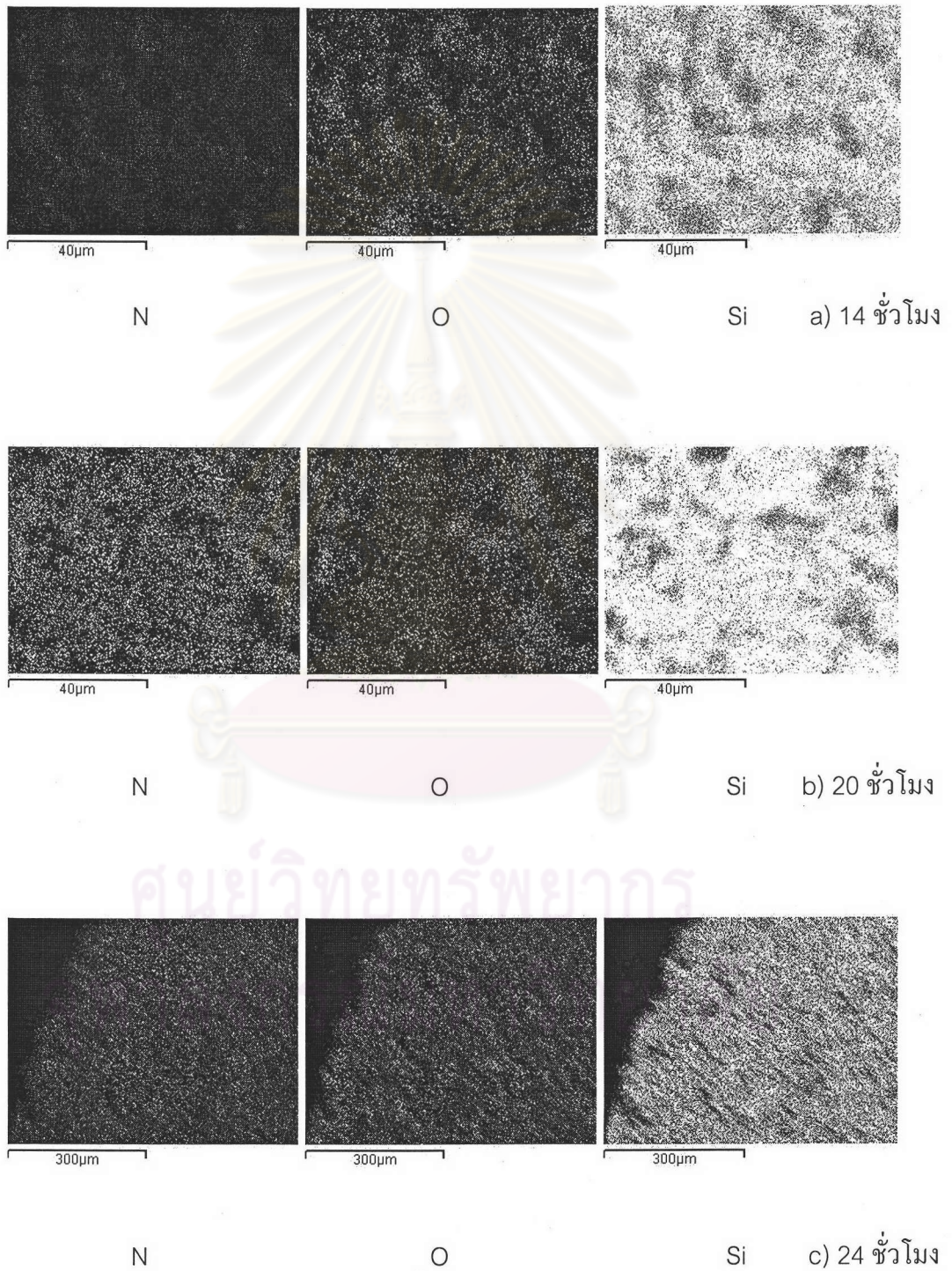


40 μm

(F) 1500°C (X1500) 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคจากกล้อง SEM ที่อุณหภูมิไนไตรเดชัน 1500°C เป็นเวลาต่างๆ

4.4.4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย Energy Dispersive Spectrometer (EDS) โดยการทำ mapping บริเวณผิวชิ้นงาน (ผิว - 3 mm) ที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่างๆ

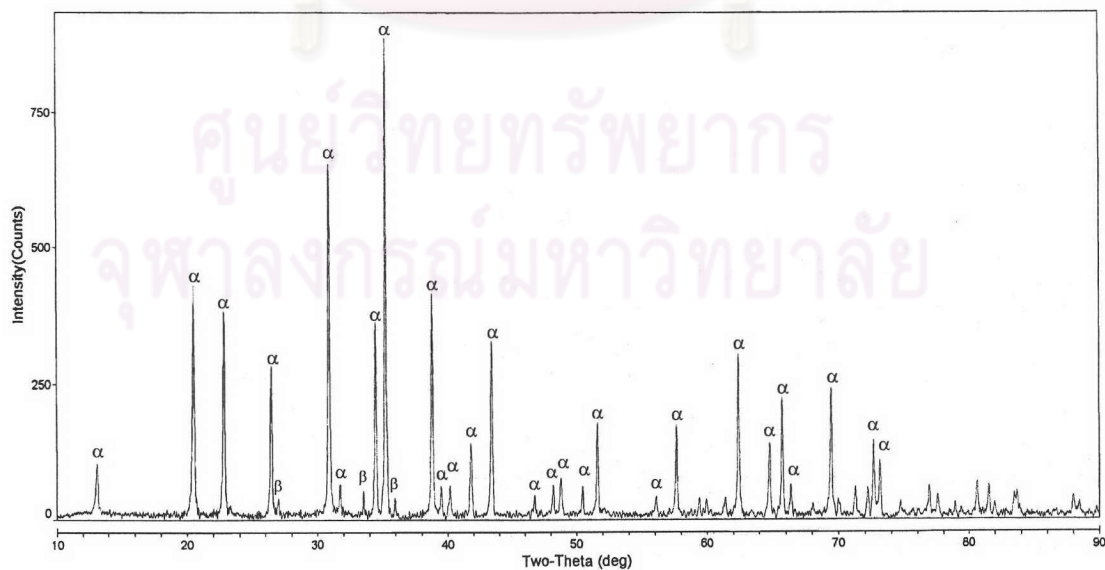


รูปที่ 4.27 การ mapping บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา a) 14 ชั่วโมง, b) 20 ชั่วโมง และ c) 24 ชั่วโมง

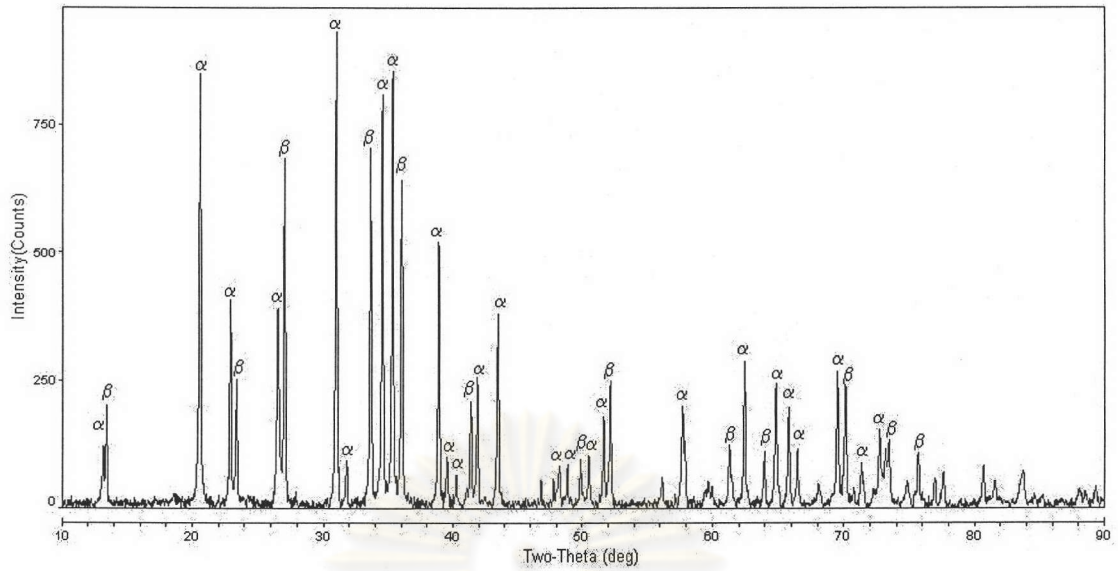
จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคโดยการทำ mapping บริเวณผิวของชิ้นงานซิลิคอน (ผิว - 3 mm) ที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ พบว่าที่เวลาการไนไตรเดชัน 14 - 24 ชั่วโมง โครงสร้างมีความสม่ำเสมอ และจากการ mapping ให้ผลคล้ายคลึงกัน คือบริเวณผิวตรวจพบ ออกซิเจนและไนโตรเจนกระจายตัวอยู่ทั่วไป โดยที่เวลาไนไตรเดชัน 14 ชั่วโมง บริเวณผิวตรวจพบการกระจายของออกซิเจนมากกว่าไนโตรเจน ซึ่งต่างจากที่เวลาไนไตรเดชัน 20 และ 24 ชั่วโมง ที่ตรวจพบออกซิเจนและไนโตรเจนกระจายตัวในปริมาณใกล้เคียงกัน

4.4.4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย X-Ray Diffractometer (XRD)

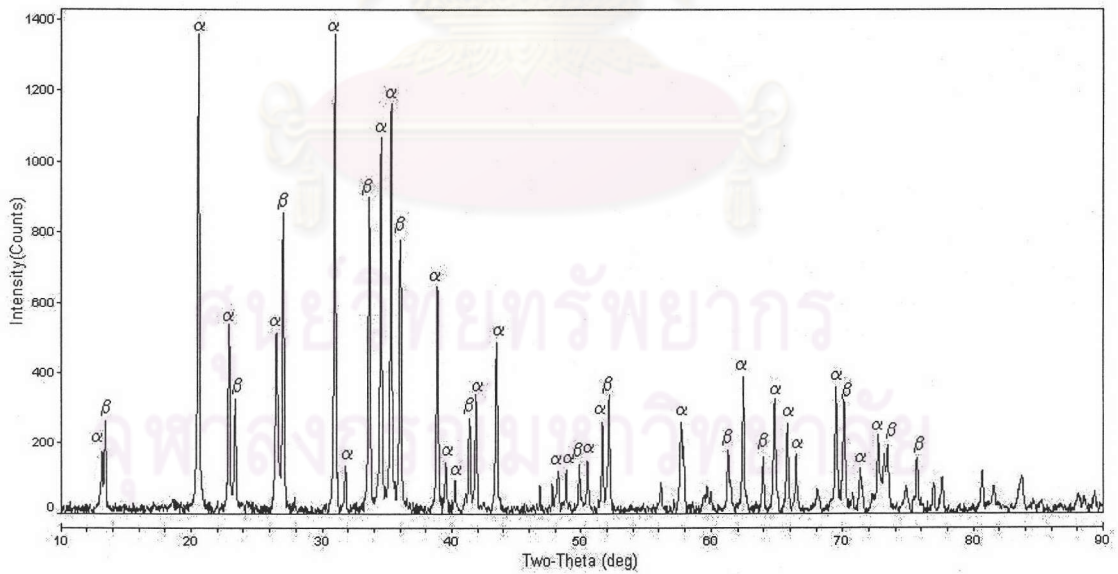
จากการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย XRD ของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่ อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลาต่าง ๆ ไม่พบ peak ของ Si เหลืออยู่ โดย peak ส่วนใหญ่ที่พบเป็น peak ของ α -Si₃N₄ และ β -Si₃N₄ แสดงผลข้อมูลที่ได้จากการตรวจสอบ XRD บริเวณผิวชิ้นงานได้ ดังรูปที่ 4.28, 4.29 และ 4.30 ตามลำดับ และรูปบางส่วน (ตรวจสอบ XRD ที่บริเวณกลางชิ้นงาน) แสดงในภาคผนวก โดยสามารถแสดง Relative Integrated Intensity ของ α -Si₃N₄ และ β -Si₃N₄ ของชิ้นงานบริเวณผิวและกลางชิ้นงานได้ดังตารางที่ 4.16 และ 4.17 ตามลำดับ



รูปที่ 4.28 ข้อมูล XRD บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 14 ชั่วโมง



รูปที่ 4.29 ข้อมูล XRD บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง



รูปที่ 4.30 ข้อมูล XRD บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

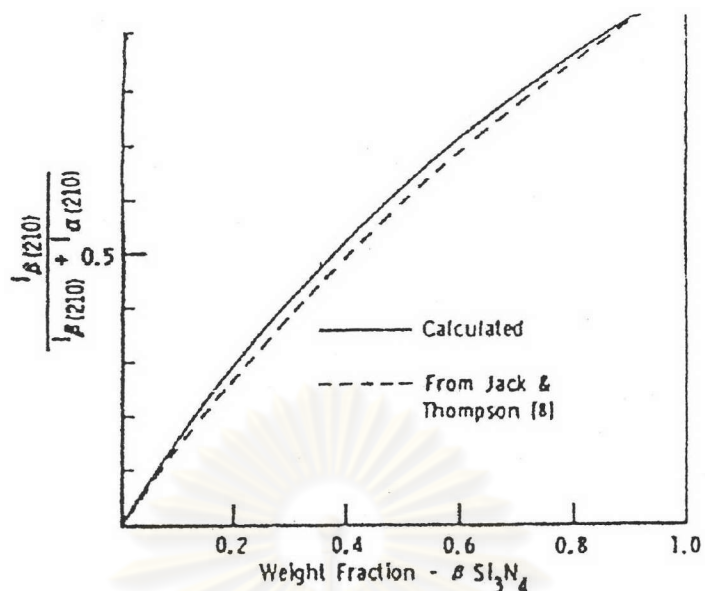
ตารางที่ 4.16 Relative Integrated Intensity ของ peak β -Si₃N₄ เทียบกับ peak ของ α -Si₃N₄ บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ

Dwell time (hr)	Relative Integrated Intensity ของ Peak β -Si ₃ N ₄	Relative Integrated Intensity ของ Peak α -Si ₃ N ₄	$I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4}/(I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4}+I_{\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4})$
14	4.87	100	0.05
20	75.68	100	0.43
24	66.18	100	0.40

ตารางที่ 4.17 Relative Integrated Intensity ของ peak β -Si₃N₄ เทียบกับ peak ของ α -Si₃N₄ บริเวณกลางชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ

Dwell time (hr)	Relative Integrated Intensity ของ Peak β -Si ₃ N ₄	Relative Integrated Intensity ของ Peak α -Si ₃ N ₄	$I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4}/(I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4}+I_{\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4})$
14	100	64.09	0.61
20	100	58.58	0.63
24	100	52.89	0.65

นำค่า Relative Integrated Intensity [$I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4}/(I_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4} + I_{\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4})$] จากตารางที่ 4.16 และ 4.17 มาเปรียบเทียบกับ Calibration curve ดังรูปที่ 4.31 จะได้ค่า Weight fraction ของ β -Si₃N₄ คิดเป็นปริมาณเฟส β -Si₃N₄ โดยคุณ 100 และในทางกลับกันจะได้ปริมาณเฟส α -Si₃N₄ แสดงผลดังตารางที่ 4.18 และ 4.19 ตามลำดับ



รูปที่ 4.31 Calibration curve ความสัมพันธ์ระหว่าง Integrated Intensity ของ α - Si_3N_4 และ β - Si_3N_4 เทียบกับ Weight fraction β - Si_3N_4 [Charles and Donald, 1977]

ตารางที่ 4.18 ปริมาณของ β - Si_3N_4 และ α - Si_3N_4 บริเวณผิวของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ

Dwell time (hr)	ปริมาณ β - Si_3N_4 (%)	ปริมาณ α - Si_3N_4 (%)
14	3.67	97.33
20	30.67	69.33
24	29.33	70.67

ตารางที่ 4.19 ปริมาณของ β - Si_3N_4 และ α - Si_3N_4 บริเวณกลางชิ้นงานของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันเป็นเวลาต่าง ๆ

Dwell time (hr)	ปริมาณ β - Si_3N_4 (%)	ปริมาณ α - Si_3N_4 (%)
14	48.67	51.33
20	50.67	49.33
24	52.00	48.00

จากตารางที่ 4.18 แสดงปริมาณ α - Si_3N_4 และ β - Si_3N_4 ภายหลังจากตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย XRD บริเวณผิวชิ้นงานที่เวลาไนไตรเดชัน 14 - 24 ชั่วโมง พบว่าบริเวณผิวชิ้นงานมีปริมาณเฟส α - Si_3N_4 มากกว่า β - Si_3N_4 ซึ่งปริมาณเฟส α - Si_3N_4 ไม่แปรผันตามเวลาไนไตรเดชันจากการทดลองเวลาไนไตรเดชันที่ 14 ชั่วโมง มีปริมาณเฟส α - Si_3N_4 สูงสุดเมื่อเทียบกับเวลาไนไตรเดชันที่ 20 และ 24 ชั่วโมง ที่มีปริมาณเฟส α - Si_3N_4 ใกล้เคียงกัน

จากตารางที่ 4.19 ผลการตรวจสอบ XRD ที่บริเวณกลางชิ้นงาน จะเห็นว่าที่เวลาไนไตรเดชันต่าง ๆ บริเวณถัดจากผิวเข้าไปในชิ้นงานมีแนวโน้มของปริมาณเฟส α - Si_3N_4 ลดลง จากการทดลองพบว่าบริเวณกลางชิ้นงานมีปริมาณเฟส α - Si_3N_4 และ β - Si_3N_4 เกิดขึ้นในสัดส่วนที่ใกล้เคียงกัน โดยปริมาณเฟส β - Si_3N_4 มากกว่า α - Si_3N_4 และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาของการไนไตรเดชัน



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย