



การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์-มัลไลต์
โดยวิธีการ การทำหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

**Synthesis and Characterization of TiB_2 - Mullite Composite *via* Self - Propagating
High Temperature Synthesis Method**

ทวัช ชนะดี

Tawat Chanadee

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of
Master of Engineering in Materials Engineering
Prince of Songkla University**

2553

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

(1)

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ - ไม้ไผ่
โดยวิธีการ การกำหนดค่าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ผู้เขียน นายรัช ชนะดี

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

คณะกรรมการสอบ

.....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)

.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)

.....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นภิสพร มีมงคล)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นภิสพร มีมงคล)

.....กรรมการ
(ดร.กุลจิรา สุจิโรจน์)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.เกริกชัย ทองหนู)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดบอไรด์ - มัลไลต์
โดยวิธีการ การกำหนดค่าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ผู้เขียน นายรัช ชนะดี

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

ปีการศึกษา 2552

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยนี้คือการสังเคราะห์วัสดุเซรามิกเชิงประกอบ จากสารตั้งต้นในระบบอะลูมิเนียม ไทเทเนียมไดออกไซด์ โบรอนออกไซด์ และ Metakaolin ซึ่งสามารถแบ่งเป็นสองส่วน โดยการทดลองส่วนแรกเป็นการศึกษาผลกระทบของความหนาแน่นกรีน ความดันของแก๊สอาร์กอนภายในเตาปฏิกรณ์ เวลาในการอบของ Metakaolin (1 4 8 12 และ 16 ชั่วโมง) และชนิดของสารตัวเติมตั้งต้นต่อการเกิดปฏิกิริยา และหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์โดยวิธีปฏิกิริยากำหนดค่าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ส่วนที่สองของการทดลอง เป็นการทดสอบผลกระทบของเวลาในการอบ Metakaolin 1 8 และ 16 ชั่วโมง ต่อสมบัติทางกล และทางความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ

จากการศึกษาพบว่า ความหนาแน่นกรีน และความดันภายในเตาปฏิกรณ์ที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ คือ 50 กิโลนิวตัน และ 0.5 เมกกะปาสคาล ตามลำดับ เวลาในการอบ Metakaolin เพิ่มขึ้นถึง 16 ชั่วโมง จะให้อัตราการเกิดปฏิกิริยากำหนดค่าด้วยตัวเองสูงสุดประมาณ 0.79 มิลลิเมตรต่อวินาที ปริมาณของมัลไลต์ ไทเทเนียมไดบอไรด์ และอะลูมินาเสริมแรง ที่เป็นองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ มีการแปรผันตามเวลาในการอบและชนิดของสารตัวเติมนั้นคือ ซิลิกา Metakaolin และซีเถ้าแคลบ

วัสดุเชิงประกอบจะมีค่าความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียวที่ดี เมื่ออบ Metakaolin เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเผาอบผนึกด้วยอุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียส โดยวัสดุเชิงประกอบจะมีความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง 26.79 เมกกะปาสคาล มีความแข็ง 1052.89 เมกกะปาสคาล และมีความเหนียว 4.03 เมกกะปาสคาลต่อตารางเมตร การอบ Metakaolin เป็นเวลา 16 ชั่วโมง จะทำให้วัสดุเชิงประกอบมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำที่สุด 4.0 ต่อองศาเซลเซียส โดยที่มีสัดส่วนปริมาณของมัลไลต์สูงที่สุดในวัสดุเชิงประกอบคือร้อยละ 35.57

Thesis Title	Synthesis and Characterization of TiB ₂ -Mullite Composite <i>via</i> Self Propagating High -Temperature Synthesis Method
Author	Mr. Tawat Chanadee
Major Program	Materials Engineering
Academic Year	2009

Abstract

The purpose of this investigation was to synthesize the ceramic composite from the aluminum (Al), Titanium dioxide (TiO₂), Boron oxide (B₂O₃) and metakaolin (Al₂O₃.2SiO₂+2H₂O) reactants system, which divided into two parts. In first part of the experiment was to study the effects of the green density of the reactants mixture, the pressure of Ar gas in the SHS reactor, the milling durations of metakaolin (1, 4, 8, 12 and 16 hours) and the kind of the reactants additive on the reactions and to determine the optimum condition of the self propagating high temperature synthesis. In the second part of the experiment, the SHS resulted product from the milling duration of metakaolin 1, 8 and 16 hours on the mechanical and thermal properties of the composite were investigated.

The experimental results showed that the best condition of green density was 50 kN and Ar pressure for the completed reaction was 0.5 MPa. The fastest self propagated rate was achieved at 0.79 mm/s, when the milling duration of metakaolin of sample was 16 hours. The composition of result product in which compose of mullite, TiB₂ and Al₂O₃ reinforcement was varies by milling durations and the additive reactants. (SiO₂, metakaolin and rice husk ash)

The best properties of flexural strength, hardness and fracture toughness from this study were 26.79 MPa, 1052.89 MPa and 4.03 MPa.m^{1/2}, respectively, obtained from the 1 hour milling duration of metakaolin and 1700°C of sintering temperature. The minimum value of thermal expansion coefficient at 4.0/°C could be achieved from the reactant of 16 hour milling duration of metakaolin and with the highest mullite quantities of 35.57% in the result composite.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่ออกนามและมิได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นิยมवास ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นภิสพร มีมงคล กรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่คอยให้คำปรึกษาและแนะนำดูแลตลอดช่วงการทำวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และ ดร.กุลจิรา สัจจิโรจน์ นักวิจัยห้องปฏิบัติการชิ้นส่วนเซรามิกเพื่องานทางวิศวกรรม ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่กรุณาได้รับเป็นกรรมการสอบและแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ และบุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้คำแนะนำและเป็นທີ່ปรึกษาเกี่ยวกับการทำปฏิบัติการและงานด้านเอกสารต่างๆ และขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และกลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม สถาบันวิจัยวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่เอื้อเฟื้อและสนับสนุนเกี่ยวกับการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือ

ขอขอบพระคุณ คุณสุคันธกานต์ เงินบำรุง ผู้ช่วยนักวิจัยห้องปฏิบัติการชิ้นส่วนเซรามิกเพื่องานทางวิศวกรรม และ คุณธวัชชัย สิงห์โสม ผู้ช่วยนักวิจัยห้องปฏิบัติการทดสอบทางกล ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือในการขึ้นรูปชิ้นงานและการทดสอบสมบัติของวัสดุ

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ และเพื่อนๆ จากหลักสูตรวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา

ท้ายที่สุดขอขอบพระคุณ บิดา มารดา น้องสาว ที่อยู่เบื้องหลังคอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีที่สุดทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ธวัช ชนะดี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(3)
กิตติกรรมประกาศ	(5)
สารบัญ	(6)
รายการตาราง	(9)
รายการรูป	(10)
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้อวิจัย	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	4
1.2.1 พื้นฐานของวัสดุเชิงประกอบ	4
1.2.2 การเปลี่ยนเฟสในดินขาว	11
1.2.3 ปฏิกริยาระหว่างสารประกอบของแข็ง	12
1.2.4 ปฏิกริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง	15
1.3 การตรวจเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	27
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ	31
1.5 ขอบเขตของการวิจัย	32
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	32
1.7 สถานที่ทำการวิจัย	32
2. วิธีการวิจัย	33
2.1 อุปกรณ์การทดลอง	33
2.2 วัสดุและสารเคมี	36
2.3 การออกแบบการทดลองและวิธีการทดลอง	38
2.3.1 การศึกษาผลของแรงอัดขึ้นรูปต่อการเกิดปฏิกิริยาก้ำวหน้าด้วยตัวเอง	38
2.3.2 การศึกษาผลของความดันของแก๊สภายในเตาปฏิกรณ์ต่อการเกิดปฏิกิริยาก้ำวหน้าด้วยตัวเอง	38

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.3 การศึกษาผลของเวลาในการบด Metakaolin ต่อการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเอง	38
2.3.4 ศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ โดยการเปลี่ยนชนิดของสารตั้งต้น	42
2.3.5 การเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติ	43
2.3.6 การทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการอบผนึก	45
2.3.6.1 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน	45
2.3.6.2 การทดสอบความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง	45
2.3.6.3 การทดสอบความแข็งจุลภาค	46
2.3.6.4 การหาค่าความเหนียว	47
2.3.6.5 การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากความร้อน	48
2.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป	49
3. ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง	52
3.1 ผลการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์	52
3.2 ผลของความหนาแน่นของชิ้นงานหลังอัดต่อการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเอง	55
3.3 ผลของความดันของแก๊สอาร์กอนภายในเตาปฏิกรณ์ SHS ต่อการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเอง	57
3.4 ผลของขนาดอนุภาคของ Metakaolin	58
3.4.1 ผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง	59
3.4.2 ผลต่อการก่อรูปของเฟส	62
3.4.3 ผลต่อพัฒนาการของโครงสร้างจุลภาค	64
3.5 ผลของสารตั้งต้นที่ต่างกันต่อการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์	67
3.6 ผลของอุณหภูมิการอบผนึกต่อการก่อรูปของเฟสและการเปลี่ยนแปลงของวัสดุเชิงประกอบ	69
3.7 ผลการทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการอบผนึก	72

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.7.1 ผลการทดสอบหาค่าความหนาแน่นและปริมาณของรูพรุน	72
3.7.2 ผลการทดสอบความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง	73
3.7.3 ผลการทดสอบความแข็งจุดภาค	78
3.7.4 ผลการทดสอบความเหนียว	81
3.7.5 ผลการทดสอบอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อน	86
4.บทสรุปและข้อเสนอแนะ	89
4.1 สรุปผล	89
4.2 ข้อเสนอแนะ	90
บรรณานุกรม	92
ภาคผนวก	97
ประวัติผู้เขียน	114

รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	สมบัติเชิงฟิสิกส์และเชิงกลของไทเทเนียมไดออกไซด์	5
1.2	สมบัติเชิงกล - ความร้อนของมัลไลต์และเซรามิกชนิดออกไซด์อื่นๆ	10
1.3	แสดงผลิตภัณฑ์ที่สามารถใช้กระบวนการ SHS ในการสังเคราะห์	26
2.1	เครื่องมือ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการทดลอง	33
2.2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	36
2.3	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของ Kaolin ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิค XRF	39
2.4	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.2	39
2.5	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.7	42
2.6	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.8	42
2.7	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของซีเถ้าเคลบ ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิค XRF	43
3.1	ผลของแรงอัดขึ้นรูปต่อค่าความหนาแน่น	55
3.2	ผลของเวลาในการบดลดขนาด ต่อขนาดอนุภาคของ Metakaolin	58
3.3	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน	63
3.4	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณที่มีระบบของสารตั้งต้นต่างกัน	68
3.5	ปริมาณเฟสของวัสดุเชิงประกอบจากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณหลังการอบพูน	71
4.1	เปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีและสมบัติที่เด่นในแต่ละเงื่อนไขของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์และผลิตได้	91

รายการรูป

รูปที่		หน้า
1.1	ใบพัดเครื่องยนต์กังหันแก๊สเทอร์ไบน์สำหรับใช้ในเทอร์โบเจเนอเรเตอร์ขนาดเล็ก (a) ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) (b) ซิลิกอนไนไตรด์-ไทเทเนียมไนไตรด์ ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$) และ (c) วัสดุเสียดทาน	1
1.2	แผนผังการแปลงรูปของโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิก	3
1.3	ลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์	5
1.4	การประยุกต์ใช้ของมัลไลต์	6
1.5	ระบบสองเฟสของ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$	7
1.6	ลักษณะของมัลไลต์	8
1.7	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านของมัลไลต์ที่มีโครงสร้างเกือบเท่ากันทุกทิศทาง (Eguxied) และขอบเกรนที่ปราศจากสถานะคล้ายแก้ว	9
1.8	ปฏิกิริยาระหว่างสองผลึก (A และ B) ที่มีผิวสัมผัสหนึ่งด้าน ภายหลังจากการเริ่มต้นก่อรูปของผลิตภัณฑ์ C	12
1.9	ผลึกลูกบาศก์ (a) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 6 cm^2 และ (b) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 60 cm^2	13
1.10	ลักษณะการเผาไหม้ (a) และการเย็นตัว (b) ตามเวลา (t) ที่เปลี่ยนไปของสารในกระบวนการ SHS	16
1.11	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการ SHS	16
1.12	ความสัมพันธ์ระหว่าง T_{ad} และ $\Delta H_{298}^\circ/C_p$ ของสารประกอบบางชนิดที่ผลิตโดย SHS	17
1.13	ปรากฏการณ์ของปฏิกิริยาแบบ Propagating	18
1.14	ภาพถ่ายความเร็วสูงของปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในระหว่างเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้ในแบบต่างๆ	19

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
1.15	โครงสร้างลักษณะเป็นชั้นของ Ti-Si-Al-C	19
1.16	ปรากฏการณ์ของปฏิกิริยาแบบ Bulk	20
1.17	อิทธิพลของขนาดอนุภาค (a) และอุณหภูมิการอุ่นสาร (b) ต่ออัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเอง	21
1.18	ภาพถ่ายจากกระบวนการ SHS ของระบบ Ni-Ti-C จากเวลา (t) เริ่มจุดระเบิด ถึงเวลาสิ้นสุดการเผาไหม้ (a) คาร์บอนขนาดอนุภาค 75 μm (b) คาร์บอนขนาดอนุภาค 1 μm	22
1.19	ผลของการเปียกผิว (Wetting) ต่อแรงดึงดูดระหว่างอนุภาคหรือมุมสัมผัส (a) ไม่เปียกผิว (Repulsive Force) และ (b) เปียกผิว	22
1.20	ชิ้นงาน WO_3/Zn หลังกระบวนการ SHS ที่มีค่าความหนาแน่นกรีนต่างกัน	23
1.21	ผลของปริมาณตัวทำละลาย (a) และผลของสารตั้งต้น 2 ชนิด (b) ต่ออัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเองและอุณหภูมิการเผาไหม้	24
1.22	ขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารในระบบ TiO_2 , B_2O_3 และ Al	29
2.1	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์	34
2.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการอัดแน่นและเตรียมชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติ	35
2.3	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณสมบัติ	35
2.4	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลและเชิงความร้อน	36
2.5	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกาว แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง	37
2.6	ส่วนประกอบของเตาปฏิกรณ์ SHS	40
2.7	ลักษณะของ (a) แกลบ (Rice Husk) และ (b) ขี้เถ้าแกลบสีขาว (Rice Husk Ash)	43

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
2.8	ข้อมูลอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ และเวลาในการแช่ สำหรับการอบผืนึก	44
2.9	ลักษณะของชิ้นงานหลังอัดขึ้นรูปในลักษณะแท่ง (Bar Shape)	44
2.10	ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน	48
2.11	ลักษณะของชิ้นงานที่นำมาทดสอบหาการขยายตัวเนื่องจากความร้อน	48
2.12	ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ	49
2.13	ขั้นตอนการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นที่ต่างกันต่อผลิตภัณฑ์วัสดุเชิงประกอบ	50
2.14	ขั้นตอนการทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ	51
3.1	ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาทั้ง 7 ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 ถึง 3000 °C	54
3.2	ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อหน้าหักต่อการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารตั้งต้นในระบบ $TiO_2 + B_2O_3 + Al + Metakaolin$ (ที่เวลาการอบ Metakaolin ต่างกัน)	55
3.3	ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่แปรค่าแรงอัด (a) 30 kN (b) 40 kN และ (c) 50 kN	56
3.4	แบบจำลองการส่งผ่านคลื่นความร้อนของอนุภาคสารตั้งต้น (a) ไม่มี การอัดแน่น และ (b) ผ่านการอัดแน่น	56
3.5	ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS แสดงบริเวณที่ไม่เกิดการเผาไหม้หรือไม่เกิดปฏิกิริยาเมื่อใช้แรงอัดเท่ากับ 25 kN	57
3.6	ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่แปรค่าแรงดันของแก๊สอาร์กอน (a) 0.0 MPa (b) 0.3 MPa และ (c) 0.5 MPa	58
3.7	ความสัมพันธ์ระหว่างขนาด และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค กับเวลาในการอบของ Metakaolin	59

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.8	ภาพถ่าย ชิ้นงานขณะทำปฏิกิริยา SHS ระหว่างสารตั้งต้นในระบบ $TiO_2 + B_2O_3 + Al + Metakaolin$ (ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน) (a) 16 ชั่วโมง (b) 8 ชั่วโมง และ (c) 1 ชั่วโมง	59
3.9	ลักษณะจำลองการเคลื่อนที่ของคลื่นของการเผาไหม้ที่ก้าวหน้าด้วยตัวเอง (a) แบบ Spinning Wave และ (b) ลักษณะของการกระจายความร้อนออกจากจุดศูนย์กลางของการจุดระเบิด	60
3.10	ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่ผ่านการอัดด้วยแรงอัดขนาด 50 kN (a) Metakaolin บด 1 ชั่วโมง (b) Metakaolin บด 8 ชั่วโมง และ (c) Metakaolin บด 16 ชั่วโมง	60
3.11	ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเคลื่อนที่ของคลื่นการเผาไหม้ด้วยตัวเอง กับระยะของการเคลื่อนที่ผ่านชิ้นงาน	61
3.12	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $TiO_2 + Al + B_2O_3 + Metakaolin$ (ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน)	62
3.13	การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS (บน) แสดงปริมาณของธาตุ และ (ล่าง) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)	64
3.14	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ $TiO_2 + Al + B_2O_3 + Metakaolin$ (ที่เวลาการบดต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 4 ชั่วโมง (c) 8 ชั่วโมง (d) 12 ชั่วโมง และ (e) 16 ชั่วโมง	65
3.15	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $TiO_2 + Al + B_2O_3 + (SiO_2, RHA, Metakaolin)$	68
3.16	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานตัวอย่างหลังการอบผืนึกด้วยอุณหภูมิที่ต่างกัน ที่เวลาการบดของ Metakaolin (a) 1 ชั่วโมง (b) 8 ชั่วโมง และ (c) 16 ชั่วโมง	70

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.17	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความหนาแน่นและปริมาณของรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ	73
3.18	ภาพถ่ายลักษณะภาคตัดขวางของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C	74
3.19	ภาพถ่ายลักษณะการเปลี่ยนแปลงรูปทรง (Deformation) ของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C และ 1650°C และ (b) 1700°C	74
3.20	ภาคตัดขวางของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิ 1700°C (a) ขนาดของความกว้างเดิม และ (b) ขนาดของความกว้างที่นำมาคำนวณใหม่	74
3.21	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความแข็งแรงต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ	75
3.22	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของลักษณะรอยแตกจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ (a) เวลาการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง (b) เวลาการบด Metakaolin 8 ชั่วโมง และ (c) เวลาการบด Metakaolin 16 ชั่วโมง	76
3.23	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของรูพรุน กับความแข็งแรงต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ	78
3.24	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความแข็งจุลภาค ของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ	79

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.25	การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการอบผนึก (บน) แสดงปริมาณของธาตุ และ (ล่าง) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ: บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)	79
3.26	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะการกระจายขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบหลังจากการอบผนึก	80
3.27	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกุดและความยาวรอยแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C	81
3.28	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกุดและความยาวรอยแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการบด Metakaolin 8 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C	82
3.29	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกุดและความยาวรอยแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการบด Metakaolin 16 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C	83
3.30	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ	84
3.31	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะการโตของเกรนที่เงื่อนไขเวลาการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C	85

รายการรูป (ต่อ)

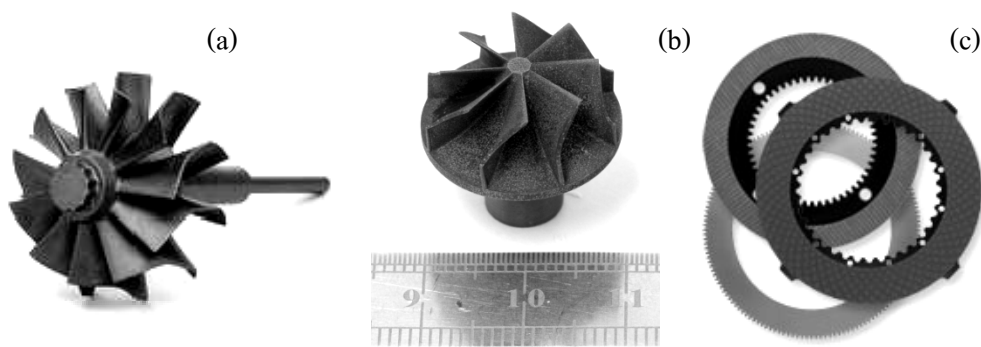
รูปที่		หน้า
3.32	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะการทวีและการหักเหของรอยร้าวในวัสดุที่มีขนาดเกรนที่ต่างกัน (a) เกรนขนาดใหญ่ และ (b) เกรนขนาดเล็ก	86
3.33	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ กับ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ หลังอบพูนที่อุณหภูมิ 1650°C ที่เวลาของการบด Metakaolin ต่างๆ	87
3.34	แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซรามิกชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิการใช้งาน 1000°C	88

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้อวิจัย

เซรามิกเชิงประกอบ (Ceramic Composites) จัดเป็นวัสดุน้ำหนักเบาที่มีความทนทานต่อการเกิดออกซิเดชันและการเสื่อมสภาพที่อุณหภูมิสูง ถ้าไม่มีการแตกหักแบบเปราะเกิดขึ้น อาจจะจัดได้ว่าเป็นวัสดุในอุดมคติที่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงและในระดับความเค้นที่รุนแรง (Callister 2005) โดยเฉพาะอย่างยิ่งทำเป็นส่วนประกอบในเครื่องยนต์หรือใบพัดเครื่องยนต์กังหันในเครื่องบิน (Turbine Blade) หรืออาจจะทำเป็นผนังเตาเผาหรือฉนวนกันความร้อนที่มีลักษณะพรุน เพื่อทดแทนอะลูมินาบริสุทธิ์ (Pure Alumina) ที่มีราคาค่อนข้างสูงในอุตสาหกรรมเซรามิก เซรามิกเชิงประกอบยังสามารถนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรง (Reinforcement Materials) ในวัสดุชนิดอื่นๆ เช่น การผสมลงในวัสดุเชิงประกอบเนื้อพื้นโลหะ (Metal Matrix Composite: MMC) ที่มีน้ำหนักเบา อาทิเช่น อะลูมิเนียม หรือผสมในวัสดุเสียดทาน (Friction Materials) เช่น ผ้าเบรกรถยนต์เพื่อเพิ่มความแข็งและความแข็งแรง ดังที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 1.1 เป็นต้น อย่างไรก็ตาม เซรามิกเชิงประกอบที่ใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้มีการวิจัยและพัฒนาอย่างต่อเนื่อง

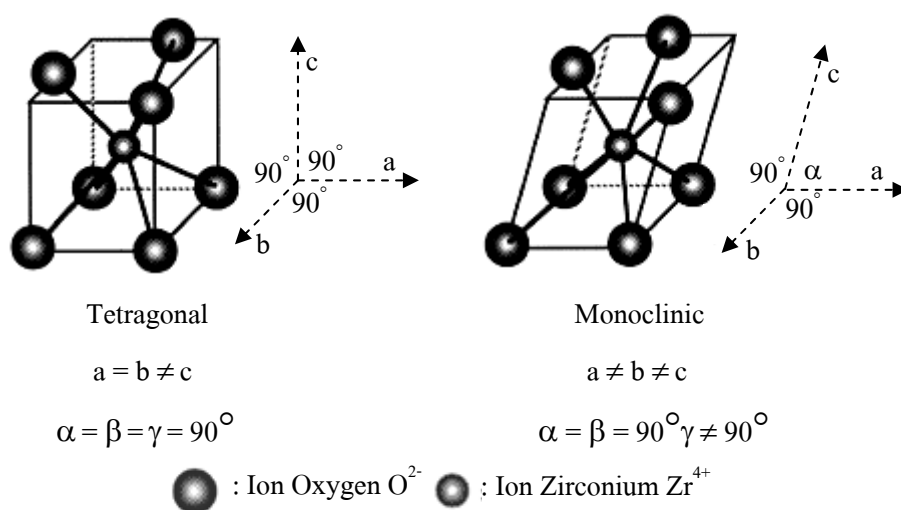
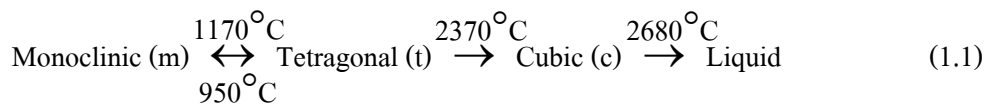


รูปที่ 1.1 ใบพัดเครื่องยนต์กังหันแก๊สเทอร์โบสำหรับใช้ในเทอร์โบเจเนอเรเตอร์ขนาดเล็ก (a) ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) (b) ซิลิกอนไนไตรด์-ไทเทเนียมไนไตรด์ ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$) และ (c) วัสดุเสียดทาน (Avure Technologies Inc. 2008)

มีงานวิจัยหลายฉบับที่สนใจศึกษาเกี่ยวกับเซรามิกเชิงประกอบในแง่ของ ความต้านทานต่อการแตกหักแบบเปราะ (Fracture Toughness) และการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงหรือเพิ่มสูงขึ้นในระบบเชิงประกอบด้วยอะลูมินา เช่น ซิลิกอนไนไตรด์-อะลูมินา ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$) (Lee et al. 2001) ซิลิกอนคาร์ไบด์-อะลูมินา ($\text{SiC-Al}_2\text{O}_3$) (Descamps et al. 1999) ไนโอเบียมโบไรด์-อะลูมินา ($\text{NbB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) (Yeh and Li 2009) หรือเซอร์โคเนียมไดออกไซด์-อะลูมินา ($\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) (Tuan et al. 2002) ปัญหาที่พบตามมาจากการวิจัยวัสดุเซรามิกข้างต้น คือ ความแข็งแรงจากการแตกหักแบบเปราะและอัตราการขยายตัวอันเนื่องมาจากความร้อน (Thermal Expansion) ที่ยังคงมีค่าสูงอยู่พอสมควร จึงเล็งเห็นว่าควรที่จะศึกษาวัสดุเซรามิกเชิงประกอบชนิดใหม่ เพื่อปรับปรุงสมบัติที่ยังด้อยอยู่นี้ให้ดีขึ้น

มัลไลต์ (Mullite: $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$) ซึ่งเป็นวัฏภาคหรือเฟส (Phase) หนึ่งในสารประกอบจำพวกอะลูมิโนซิลิเกต (Alumino Silicate Compound: $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ที่พบได้ เมื่อมีการให้ความร้อนสูงจนถึงอุณหภูมิการก่อรูปของมัลไลต์แก่ดินขาว (Kaolin) หรือแร่เคโอลินไนต์ (Kaolinite Minerals) เป็นวัตถุดิบหลักที่มีความสำคัญมากชนิดหนึ่งในอุตสาหกรรมการผลิตชิ้นส่วน หรืออุปกรณ์เซรามิกทางความร้อน พบได้ในอุตสาหกรรมเหมืองแร่ในประเทศไทย โดยเฉพาะในภาคใต้พบมากที่จังหวัดชุมพร ระนอง นครศรีธรรมราช และนราธิวาส (เล็ก 2543) มัลไลต์จัดว่าเป็นวัสดุเซรามิกขั้นสูง (Advance Ceramic Materials) ที่มีความสำคัญต่อการประยุกต์ใช้งานที่เกี่ยวกับอุณหภูมิสูง เนื่องจากมัลไลต์มีสมบัติ เช่น จุดหลอมเหลวสูง ทนต่อสารเคมี การขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ มีความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง (Bending Strength) สูง เมื่ออยู่ในสภาวะอุณหภูมิสูง อัตราการคืบต่ำและมีความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิกะทันหัน (Thermal Shock) แต่อย่างไรก็ตาม มัลไลต์ก็ยังมีข้อจำกัดอยู่ คือ ณ อุณหภูมิห้อง มัลไลต์มีความแข็งแรงต่อการแตกหักแบบเปราะ ที่ค่อนข้างต่ำ (ประมาณ $2 \text{ MPa}\cdot\text{M}^{1/2}$) เมื่อเทียบกับเซรามิกวิศวกรรมชนิดอื่น เช่น เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) หรือ ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) เป็นต้น ถึงแม้ว่ามีการผสมหรือเติมวัสดุที่มีความแข็งแรงทางกลและความแข็งแรงต่อการแตกหักสูงลงไป เช่น เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) แล้วจะทำให้วัสดุผสมมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามข้อจำกัดอื่นๆ ก็ยังคงมีอยู่คือ ความแข็ง (Hardness) และอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อน เนื่องจากเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก เตตระโกนอล (Tetragonal) ไปเป็นโมนอกลิติก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิประมาณ 1170°C พร้อมกับการขยายตัวของปริมาตร (สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (Thermal Expansion Coefficient, α) ของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ เท่ากับ $9.6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) ซึ่งอาจทำให้เกิดการแตกร้าวขึ้นได้ในเนื้อวัสดุ (Callister 2007)

โดยที่เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือ (Dope) มีการแปลงรูป (Transformation) ดังสมการแสดงความสัมพันธ์ที่ 1.1 (Basu et al. 2004) และแผนผังการแปลงรูปของโครงสร้างในรูปที่ 1.2 ตามลำดับ



รูปที่ 1.2 แผนผังการแปลงรูปของโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิก (Dambreville 2009)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiB_2) จึงเป็นวัสดุเซรามิกที่สามารถเพิ่มสมบัติให้กับมัลไลต์ได้ เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ มีความแข็งแรงสูง มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ มีความแข็งสูง ความหนาแน่นต่ำ จุดหลอมเหลว (Melting Point) สูง และทนต่อสารเคมี (Shahbahrani et al. 2007)

ที่ผ่านมา การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกหรือสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic Compound) จะใช้วิธีการแบบดั้งเดิม (Conventional Process) เช่น ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid State Reaction) การใช้กระบวนการคาร์โบเทอร์มอล (Carbothermal Process) หรือกระบวนการทางโลหกรรมวัสดุผง (Powder Metallurgy) ซึ่งต้องอาศัยอุณหภูมิสูงมากในการอบผนึก (Sintering) และมีหลายขั้นตอน เช่น การให้ความร้อนเพื่อให้ได้สารที่ต้องการ (Calcinations) ที่ต้องใช้เวลานาน แต่ในปัจจุบันการสังเคราะห์วัสดุเซรามิกขั้นสูง หรือวัสดุเชิงประกอบเนื้อพื้นเซรามิก (Ceramic Matrix Composites) เริ่มนิยมหันมาใช้วิธีการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ SHS (Self - Propagating

High Temperature Synthesis) เนื่องจากเป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูงเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้เตาเผาอุณหภูมิสูง วัสดุที่ได้มีความเป็นเนื้อเดียว (Homogeneous) และบริสุทธิ์สูง นอกจากนี้ SHS ยังเป็นกระบวนการที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและสิ้นเปลืองพลังงานน้อยกว่า (Varmar et al. 2004)

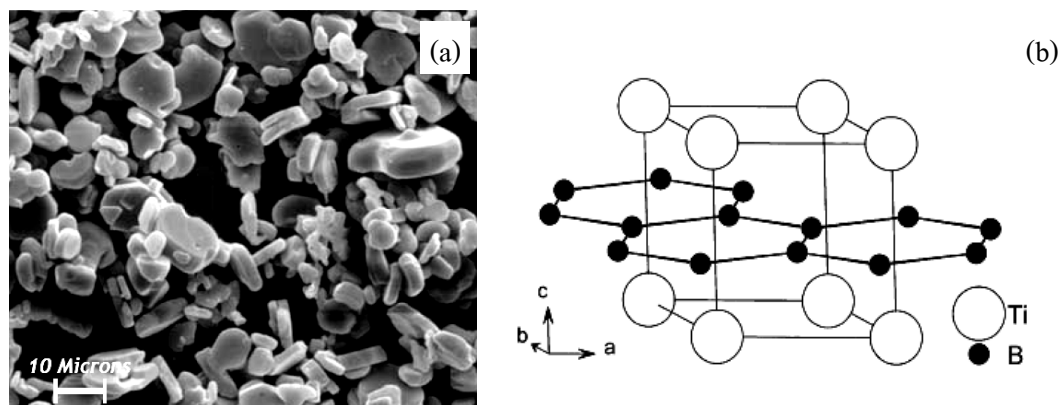
ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์ - มัลไลต์ ด้วยกระบวนการ SHS โดยใช้สารตั้งต้นเป็นดินขาวซึ่งเป็นสารประกอบในธรรมชาติเพื่อการสังเคราะห์เป็นเฟสของมัลไลต์ ซึ่งช่วยลดปริมาณการใช้สารสังเคราะห์ทางการค้าลง และผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้อาจสามารถนำไปพัฒนาต่อเนื่อง เพื่อการใช้งานหรือประยุกต์ใช้เป็นชิ้นส่วนในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิสูงต่อไป

1.2 ทฤษฎีและหลักการ

1.2.1 พื้นฐานของวัสดุเชิงประกอบ

ในส่วนแรกนี้ กล่าวถึงรายละเอียดและสมบัติของผลิตภัณฑ์เซรามิกที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในระบบของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์-มัลไลต์

ไทเทเนียมไดโบไรด์ (Titanium Diboride: TiB_2) เป็นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างไทเทเนียม (Ti) กับ โบรอน (B) ซึ่งลักษณะทางสัณฐานวิทยาและโครงสร้างผลึกแสดงไว้ในรูปที่ 1.3 ไทเทเนียมไดโบไรด์มีจุดหลอมเหลวและความแข็งสูง มีความหนาแน่นต่ำ มีความสามารถในการนำความร้อนและไฟฟ้าได้ดีรวมถึงมีความต้านทานต่อสารเคมี (คุณสมบัติบางประการของไทเทเนียมไดโบไรด์ในตารางที่ 1.1 ประกอบ) ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์เป็นวัสดุทนไฟ (Refractory Materials) หัวพ่น (Nozzle)เกราะที่มีน้ำหนักเบา (Light Armor) วัสดุคมตัด (Cutting Tool) เป็นตัวเติมเพื่อผลิตวัสดุเซรามิกเชิงประกอบชนิดพิเศษ หรือเติมลงในโลหะเพื่อใช้เป็นเฟสเสริมแรง เช่น วัสดุเชิงประกอบเนื้อพื้นแมกนีเซียมหรืออะลูมิเนียม และอาจใช้เป็นวัสดุเคลือบ (Coating Materials) เป็นต้น (Shahbahrami et al. 2007; Niyomwas et al. 2008)



รูปที่ 1.3 ลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์ (a) ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีลักษณะแผ่นเรียบ (Flat) หรือผลึกคล้ายแผ่นรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal Platelets) (Momentive Performance Materials Inc. 2008) และ (b) โครงสร้างทางเคมีของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ (Will 2004)

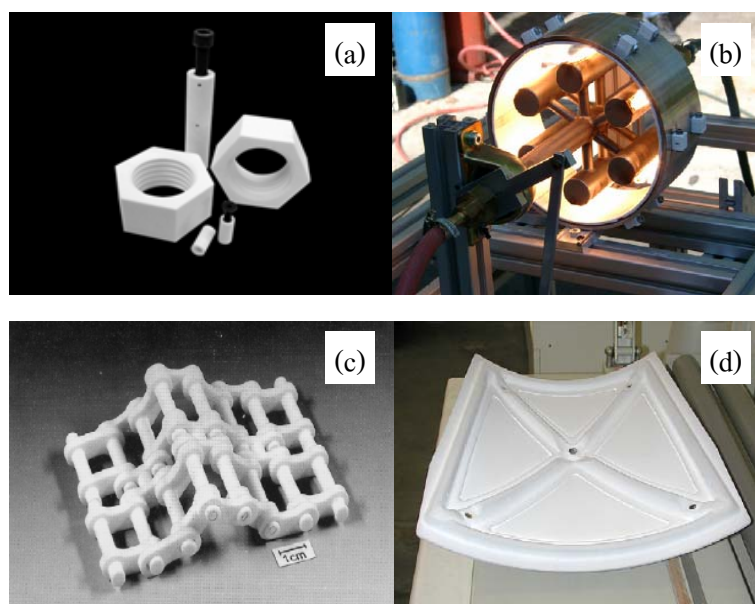
ตารางที่ 1.1 สมบัติเชิงฟิสิกส์และเชิงกลของไทเทเนียมไดออกไซด์

(Momentive Performance Materials Inc. 2008)

สมบัติเชิงฟิสิกส์และเชิงกล	ค่า
ความหนาแน่น (ทางทฤษฎี) (Theoretical Density)	4.52 g/cm ³
จุดหลอมเหลว (Melting Point)	2850-2900°C
การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (Thermal Expansion)	8.1x10-6/°C
การนำความร้อน (Thermal Conductivity)	
ที่ 25°C	60-120 W/m-k
ที่ 2300°C	55-125 W/m-k
ความต้านทานไฟฟ้า (Electrical Resistivity)	10-30 micro-ohm-cm
ความต้านทานต่อการแตกหัก (Fracture Strength)	350-500 MPa
มอดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of Elasticity)	550 GPa
ความแข็งแบบนูน (Knoop Hardness)	3000 kg/mm ²

* สมบัติมีการเปลี่ยนแปลงขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์

มัลไลต์ (Mullite: $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) มัลไลต์เป็นสารประกอบจำพวกอะลูมิโนซิลิเกต เช่น ดินขาว (Clay: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) แร่ซิลิมาไนต์ (Silimanite: Al_2SiO_5) แอนดาลูไซต์ (Andalusite: Al_2SiO_5) และไคยาไนต์ (Kyanite: Al_2SiO_5) ซึ่งประกอบไปด้วยอะลูมินาร้อยละ 71.83 โดยน้ำหนัก (คุณลักษณะโครงสร้างผลึกในรูปที่ 1.6 a) มัลไลต์นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ ผลิตภัณฑ์เซรามิกทั่วไปจะมีมัลไลต์เป็นเฟสผสมอยู่ในโครงสร้างถ้าหากใช้สารตั้งต้นที่มีดินขาวและซิลิกาเจือปนอยู่ในปัจจุบัน มัลไลต์กลายเป็นวัสดุที่ถูกนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านอิเล็กทรอนิกส์ วัสดุทางทัศนศาสตร์ (Optical Materials) และวัสดุโครงสร้างที่ใช้เกี่ยวกับอุณหภูมิสูง เนื่องจากมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric Constant) ที่ต่ำ มีการส่องผ่านของแสงที่ดีและมีความต้านทานต่อการคืบ (Creep) ที่ดีเยี่ยม (Anggono 2005) ตัวอย่างการประยุกต์ใช้มัลไลต์แสดงในรูปที่ 1.4 และในส่วนของสมบัติต่างๆ ของมัลไลต์ เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเซรามิกชนิดอื่นๆ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 1.2

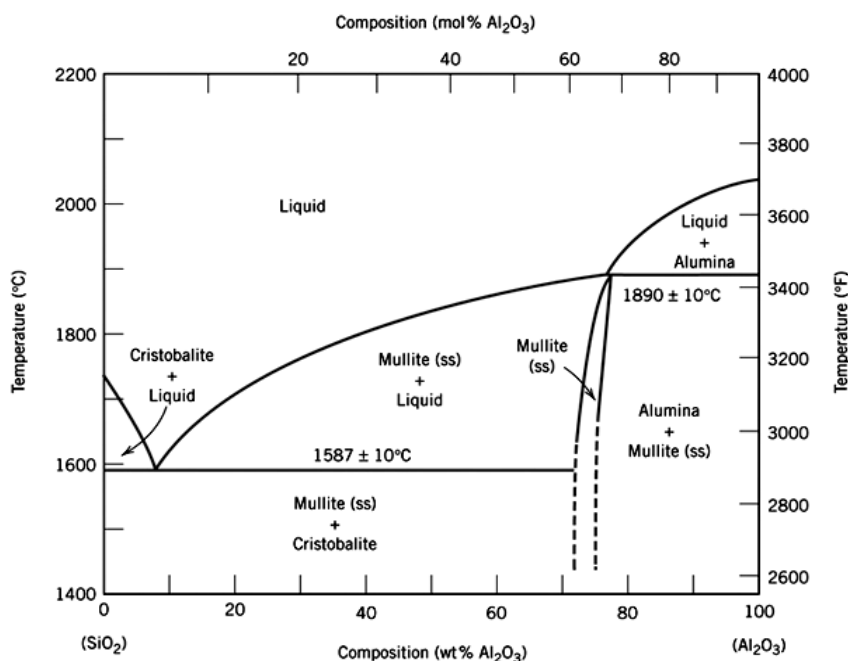


รูปที่ 1.4 การประยุกต์ใช้ของมัลไลต์ (a) ข้อเกี่ยว (Fastener) ทนความร้อนและสารเคมี (b) แผ่นกันความร้อนในระบบการเผาไหม้ของเครื่องยนต์แก๊สเทอร์ไบน์ของเครื่องบิน (c) สายพานลำเลียงมัลไลต์ (Mullite Conveyor Belt) สำหรับเตาเผาแบบต่อเนื่อง และ (d) ชิ้นส่วนในยานพาหนะที่เคลือบด้วยวัสดุเชิงประกอบมัลไลต์-คาร์บอน-ซิลิกอนคาร์ไบด์ (Schneider et al. 2008)

หากมีการแบ่งประเภทการใช้งานของมัลไลต์ อาจแบ่งได้เป็น อุตสาหกรรมโลหะ ซึ่งใช้เป็นวัสดุทนไฟจำพวกโครงหลังคาของเตาหลอมไฟฟ้า (Electric-Furnace Roof) เป็นอุปกรณ์

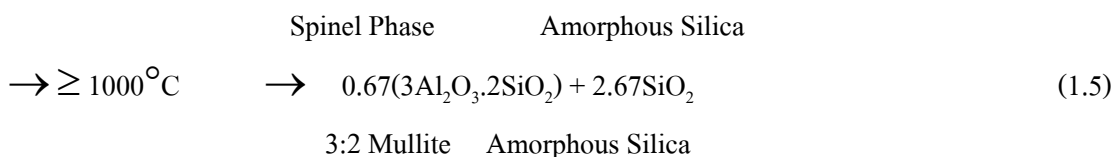
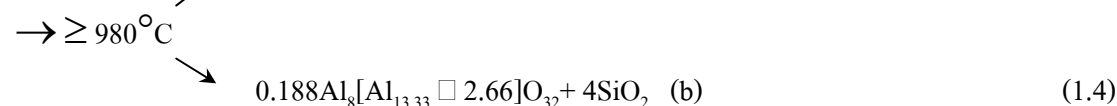
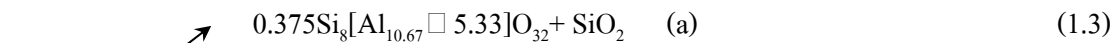
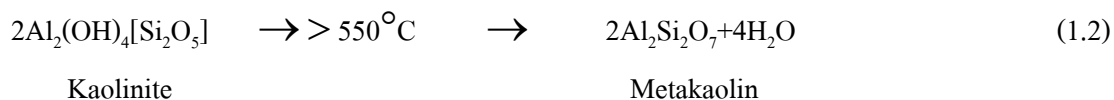
สำหรับผสมโลหะร้อน (Hot Metal Mixers) และอุปกรณ์ในเตาเผาโลหะเหนี่ยวนำความถี่ต่ำ (Low Frequency Induction Furnace) สำหรับในอุตสาหกรรมแก้ว วัสดุทนไฟชนิดนี้จะใช้สำหรับเป็นโครงสร้างของถังที่ใช้หลอมแก้วและใช้เป็นถังสำหรับขึ้นรูปแก้ว (Drawing) นอกจากนี้ยังใช้เป็นวัสดุบุผนังเตาเผา (Lining) เซรามิกอุณหภูมิสูง และเมื่อไม่นานมานี้ มัลไลต์ยังสามารถพัฒนาเป็นวัสดุเนื้อพื้นสำหรับวัสดุเชิงประกอบที่ใช้งานเกี่ยวข้องกับอุณหภูมิสูง วัสดุฐาน (Substrate) ในตัวจัดเก็บหลายชั้น (Multilayer Packaging) วัสดุเคลือบป้องกัน ชิ้นส่วนในเครื่องยนต์แก๊สเทอร์ไบน์ (Gas Turbine Engine) และหน้าต่างโปร่งแสงสำหรับอุปกรณ์อุณหภูมิสูง (Anggono 2005)

เมื่อให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิหนึ่งในช่วง 1000°C ขึ้นไปก็จะเริ่มเกิดเฟสของมัลไลต์ขึ้น เรียกว่า Mullitization (Callister 2007) ดังแสดงในรูปที่ 1.5

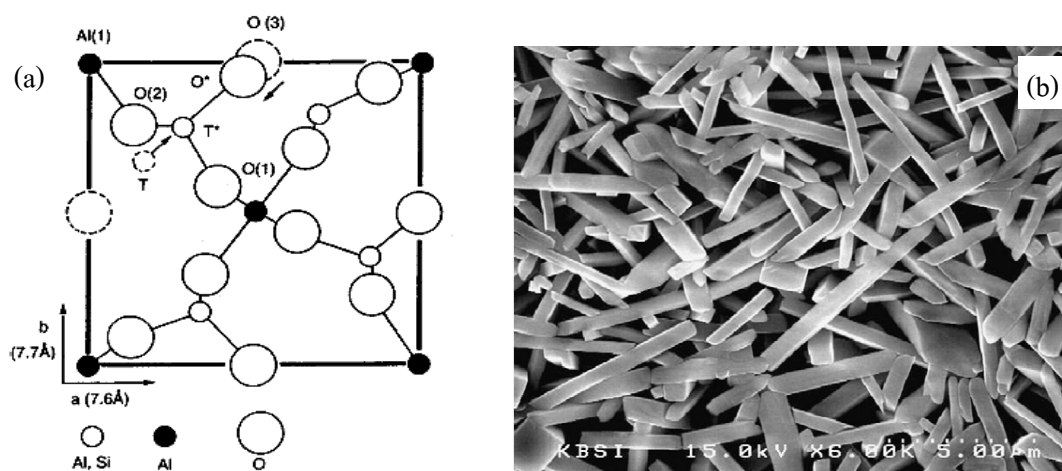


รูปที่ 1.5 ระบบสองเฟสของ SiO_2 - Al_2O_3 (Callister 2007)

โดยทั่วไป มัลไลต์เกิดจากการสลายตัวทางความร้อน (Thermal Decomposition) จากสารตั้งต้นที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ซึ่งมีปรากฏการณ์เกิดขึ้นในหลายขั้นตอน ณ อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงไว้ในสมการที่ 1.2 ถึงสมการที่ 1.5 (Anggono 2005)



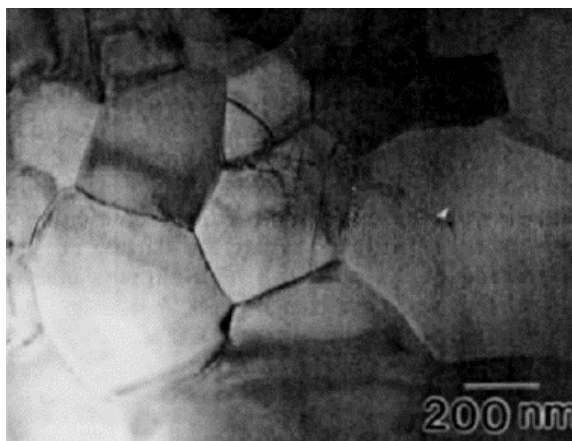
โดยที่ รูปสี่เหลี่ยม (\square) คือ ช่องว่างในโครงผลึก และ (a) กับ (b) เป็นชนิดของสปีเนลที่ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น ปฏิกริยาระหว่างอะลูมินาและซิลิกาที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิสูง โดยการนิวเคลียชัน (Nucleation) และการโต (Growth) บริเวณอินเทอร์เฟซ (Interface) ระหว่างสองเฟส (Anggono 2005)



รูปที่ 1.6 ลักษณะของมัลไลต์ (a) โครงสร้างแบบอโรทอมบิก (Orthorhombic) ของผลึกมัลไลต์ (Anggono 2005) และ (b) ผลึกมัลไลต์ที่มีลักษณะคล้ายแท่ง (Needle-like) (Kim et al. 2009)

ผลึกของมัลไลต์ นั้นมีรูปร่างได้หลายลักษณะ มีทั้งรูปเข็ม รูปแท่ง รูปทรงกระบอกป้อมๆ ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบภายใน เวลา เนื้อแก้ว และอุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 1.6 b (Kim et al. 2009)

ดังที่ทราบกันแล้วว่าส่วนใหญ่แล้วมัลไลต์ถูกนำไปใช้ในงานที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิสูง เนื่องจากมีความต้านทานต่อการคืบและความแข็งแรงกด (Compressive Strength) สูงเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง ความแข็งแรงต่อการแตกหักแบบเปราะของมัลไลต์อย่างมีนัยสำคัญ มีผลมาจากการรวมตัวของขอบเขตคล้ายแก้ว (Glassy Boundary) ดังแสดงไว้ในรูปที่ 1.7 ขอบเขตคล้ายแก้วดังกล่าวจะทำให้เกิดการอ่อนตัว (Softening) อย่างรวดเร็วและเกิดการแตกในระดับจุลภาค (Microcracking) ซึ่งทำให้ความแข็งแรงลดลง ในทางกลับกัน ถ้ามัลไลต์มีขอบเขตคล้ายแก้วที่มีขนาดเล็ก ความเสียหายที่เกิดจากการเลื่อนไถลของขอบเกรน (Grain Boundary Sliding) ก็จะลดลง และในกรณีที่ไม่มีขอบเขตดังกล่าวนี้ พบว่าเฟสของมัลไลต์หลายผลึก (Poly Crystalline) จะมีความแข็งแรงสูงกว่าร้อยละ 90 จากอุณหภูมิห้องถึง 1500°C รวมถึงมีความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างกะทันหัน และด้วยความที่มีอัตราการแพร่ที่ต่ำ จึงเป็นเหตุผลที่ทำให้มัลไลต์มีเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูง (Anggono 2005)



รูปที่ 1.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านของมัลไลต์ที่มีโครงสร้างเกือบเท่ากันทุกทิศทาง (Eguxed) และขอบเกรนที่ปราศจากสถานะคล้ายแก้ว (Anggono 2005)

ตารางที่ 1.2 สมบัติเชิงกล - ความร้อนของมัลไลต์และเซรามิกชนิดออกไซด์อื่นๆ

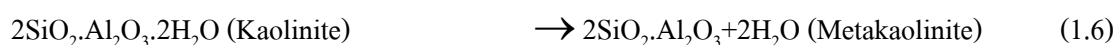
(Schneider et al. 2008)

สารประกอบ	Tieillite	Cordierite	Spinel	α -Alumina	Zirconia	Mullite
องค์ประกอบ (Composition)	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{TiO}_2$	$2\text{MgO}.2\text{Al}_2\text{O}_3.5\text{SiO}_2$	$\text{MgO}.\text{Al}_2\text{O}_3$	Al_2O_3	ZrO_2	$3\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$
จุดหลอมเหลว (Melting Point, °C)	1860	1465	2135	2050	2600	≈ 1830
ความหนาแน่น (Density, g/cm^3)	3.68	2.20	3.56	3.96	5.60	≈ 3.20
การขยายตัวเนื่องจากความร้อนเชิงเส้น (Linear Thermal Expansion, $\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)						
20-1400°C	≈ 1	≈ 0	9	8	10	≈ 4.5
การนำความร้อน (Thermal Conductivity, $\text{kcalm}^{-1}\text{h}^{-1}\text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)						
20°C	1.5-2	$\approx 10-15$	13	26	1.5	6
1400°C	2.5	-	4	4	2	3
ความแข็งแรง (Strength, MPa)	30	120	180	500	200	≈ 200
การต้านทานการแตกหัก (Fracture Toughness: K_{IC} , $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$)	-	≈ 1.5	-	≈ 4.5	≈ 2.4	≈ 2.5

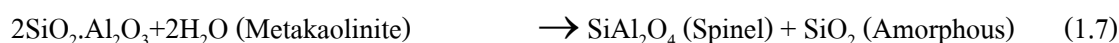
1.2.2 การเปลี่ยนเฟสในดินขาว

ดินขาวหรือเกาลินที่ประกอบด้วยเฟสเกาลินไนต์ (Kaolinite) ซึ่งอยู่ในรูปแบบของ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ และมีสิ่งเจือปน (Impurities) อยู่ในปริมาณเล็กน้อย เช่น ไมก้า (Mica) สารประกอบจำพวกฟิลาโตซิลิเกต (Phyllosilicates) เหล็ก (Iron) ไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) และควอร์ซ (SiO_2) เป็นต้น (Chen et al. 2004; Mitra et al. 1969) โดยสามารถแสดงการเปลี่ยนเฟสของดินขาวโดยการสลายตัวทางความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในสมการที่ 1.6 ถึงสมการที่ 1.12 (Chen et al. 2004)

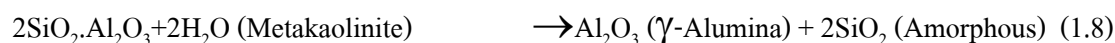
เมื่อ $T = 400 - 650^\circ\text{C}$



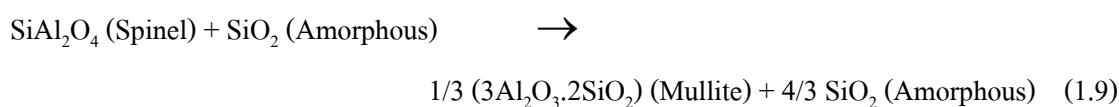
เมื่อ $T = \sim 980^\circ\text{C}$



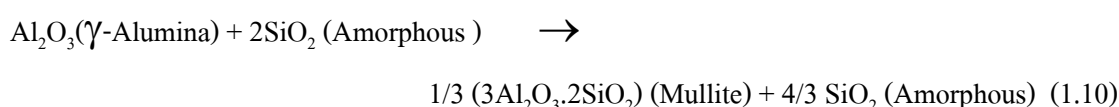
หรือ



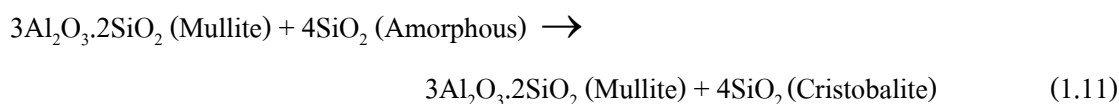
เมื่อ $T > 1100^\circ\text{C}$



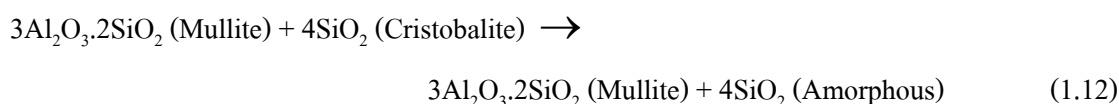
หรือ



เมื่อ $T > 1200^\circ\text{C}$



เมื่อ $T > 1500^\circ\text{C}$

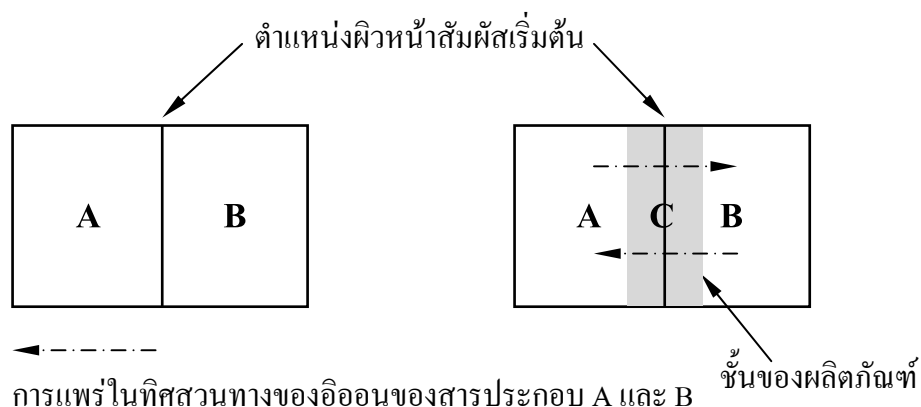


1.2.3 ปฏิกริยาระหว่างสารประกอบของแข็ง

เมื่อสารประกอบของแข็งทำปฏิกริยาระหว่างกันที่อุณหภูมิสูง ไม่ได้หมายความว่า สารประกอบทุกตัว ยังคงรักษาสถานะของแข็งไว้ที่อุณหภูมิที่มีปฏิกริยาเกิดขึ้น เฟสของเหลว (หลอมละลายจากของแข็ง) หรือแม้แต่เฟสแก๊ส อาจมีส่วนร่วมทำให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวลขึ้น

ลักษณะทั่วไปของปฏิกริยาของแข็ง

ในการที่จะทำความเข้าใจความแตกต่างระหว่างปฏิกริยาในสารละลายและในสถานะของแข็ง รวมทั้งปัญหาที่เกี่ยวข้องกับปฏิกริยาของแข็ง จะใช้การพิจารณาปฏิกริยาทางความร้อนของผลึกสารประกอบ A และ B ที่สัมผัสกันอย่างแนบสนิทตลอดผิวหน้าด้านหนึ่ง ดังรูปที่ 1.8 ในกรณีที่ไม่มีกรหลอมเหลวเกิดขึ้นในระหว่างปฏิกริยา ดังนั้นปฏิกริยาจะต้องเกิดขึ้นที่จุดสัมผัสระหว่างสารประกอบทั้งสองเป็นจุดเริ่มต้น แล้วต่อมาปฏิกริยาจะดำเนินไป โดยการแพร่เข้าสู่เนื้อผลิตภัณฑ์



รูปที่ 1.8 ปฏิกริยาระหว่างสองผลึก (A และ B) ที่มีผิวสัมผัสหนึ่งด้าน ภายหลังจากเริ่มต้นก่อรูปของผลิตภัณฑ์ C ออกจาก A และ B จะต้องมีการแพร่ในทิศตรงกันข้ามผ่านชั้นของผลิตภัณฑ์ เพื่อก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์ใหม่ ที่มีผิวหน้ารอยต่อระหว่าง A/C และ B/C (สุธรรม 2552)

ในขั้นตอนแรกของปฏิกริยา คือ การก่อเกิดนิวคลีไอ (Nuclei) ของผลิตภัณฑ์ C ที่พื้นที่ผิวหน้าสัมผัสระหว่างสาร A และ B ซึ่งอาจพบอุปสรรคถ้าหากการก่อเกิดสารใหม่นี้ ต้องการการจัดระเบียบโครงสร้างใหม่อย่างสูง ซึ่งภายหลังกระบวนการนิวคลีเอชัน (Nucleation) ของผลิตภัณฑ์ C ชั้นของผลิตภัณฑ์ได้ถูกก่อตัวขึ้น ในขั้นตอนนี้ผิวหน้าสัมผัสเพิ่มเป็น 2 ตำแหน่ง นั่นคือผิวหน้าสัมผัสระหว่างสาร A กับ สาร C และสาร B กับสาร C ในการที่จะทำให้ปฏิกริยาดำเนิน

ต่อไปได้ การแพร่ในทิศสวนทางของอออนจากสาร A กับสาร B จะต้องเคลื่อนที่ผ่านชั้นของสาร C เพื่อไปสู่ผิวหน้าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นใหม่

เมื่อปฏิกิริยาดำเนินต่อไป ชั้นของผลิตภัณฑ์หนาขึ้น ส่งผลให้การแพร่ของอออนจากสาร A กับสาร B เพื่อไปทำปฏิกิริยายากขึ้น และทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาช้าลง เนื่องจากชั้นของผลิตภัณฑ์ทำหน้าที่คล้ายเป็นแนวป้องกัน ในกรณีอย่างง่ายที่ปฏิกิริยาถูกควบคุมโดยการแพร่แบบแลตทิซ ผ่านชั้นระนาบ (Planar Layer) กฎอัตรา (Rate Law) จะอยู่ในรูปของสมการพาราโบลา ดังนี้

$$\frac{dx}{dt} = k \cdot x^{-1} \quad (1.13)$$

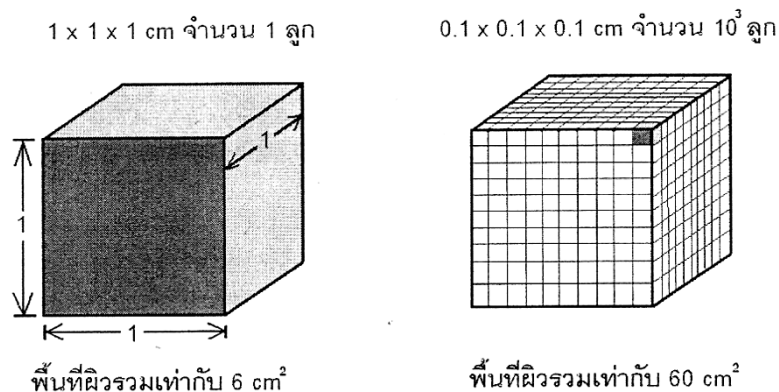
โดยที่ x คือ ปริมาณของปฏิกิริยา (ในที่นี้คือ ชั้นความหนาของผลิตภัณฑ์)

t คือ เวลา

k คือ ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา (Rate Constant)

โดยปกติอออนจะถูกดักอยู่ในแลตทิซที่เหมาะสมและยากที่จะเคลื่อนย้ายไปสู่ตำแหน่งอื่นๆ มีเพียงแต่กรณีที่อุณหภูมิสูงเพียงพอที่อออนจะมีพลังงานเพียงพอในการแพร่ผ่านแลตทิซของผลึก โดยปกติสำหรับสารหนึ่งๆ อุณหภูมิ 2 ใน 3 ของจุดหลอมเหลว ก็เพียงพอที่จะกระตุ้นให้เกิดการแพร่ดังกล่าวและส่งผลให้สามารถทำปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้ (สุธรรม 2552)

พื้นที่ผิวของของแข็ง



รูปที่ 1.9 ผลึกลูกบาศก์ (a) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 6 cm² และ (b) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 60 cm² (สุธรรม 2552)

พื้นที่ผิวของของแข็งจำนวนหนึ่ง ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคของของแข็งนั้นๆ การคำนวณอย่างง่ายแสดงได้ดังนี้ เช่น พิจารณาผลึกลูกบาศก์ที่มีปริมาตร 1 cm^3 ซึ่งประกอบไปด้วย 6 ด้าน ที่มีพื้นที่ในแต่ละด้านเท่ากับ 1 cm^2 นั่นคือมีพื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 6 cm^2 เมื่อตัดผลึกก้อนนี้ตามแนวขนานแต่ละด้านจะเป็น 10 ส่วนเท่าๆ กัน (รูปที่ 1.9 a) ผลที่ได้ก็คือผลึกลูกบาศก์จำนวน 10^3 ลูก มีขนาด $0.1 \times 0.1 \times 0.1 \text{ cm}^3$ ในแต่ละลูก ทั้งนี้ ผลึกลูกบาศก์จำนวน 10^3 ลูก มีมวลและปริมาตรรวมเท่ากับกับผลึกลูกใหญ่ แต่พื้นที่ผิวโดยรวมใหม่ จะมีค่ามากกว่าลูกบาศก์เดิมถึง 10 เท่า ($10^3 \times 6 \times 0.01 \text{ cm}^2$) (รูปที่ 1.9 b)

ในการบดลดขนาดของอนุภาคในช่วงเวลาหนึ่ง สามารถลดขนาดผลึกจาก 1 cm^3 ไปสู่อนุภาคในช่วงขนาด $10 \text{ }\mu\text{m}$ ดังนั้นถ้าหากทุกๆ อนุภาคเป็นผลึกลูกบาศก์ พื้นที่ผิวรวมของผง จะกลายเป็น $6 \times 10^3 \text{ cm}^2$ (0.6 m^2) (ข้อสังเกต: ขนาดอนุภาค $10 \text{ }\mu\text{m}$ เป็นตัวแทนของระยะทางการแพร่ โดยประมาณเท่ากับ 10^4 เท่าของหน่วยเซลล์ (Unit Cell))

แม้ว่าพื้นที่ผิวของของแข็ง จะเป็นตัวควบคุมส่วนใหญ่ของพื้นที่สัมผัสของเกรนของตัวทำปฏิกิริยาของสารผสม แต่ก็ไม่ได้ปรากฏอย่างชัดเจนโดยตรงในสมการความสัมพันธ์ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 1.13 แต่อย่างไรก็ตามพื้นที่ผิวได้ถูกใส่ไว้โดยอ้อม จากการศึกษาที่มีผลผลิตของความสัมพันธ์ของความหนาของชั้นผลิตภัณฑ์ (x) และพื้นที่ของการสัมผัส ดังตัวอย่างเช่น เมื่ออนุภาคลูกบาศก์ ขนาด $10 \text{ }\mu\text{m}$ 2 ลูก ทำปฏิกิริยาระหว่างกัน ชั้นของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการเปลี่ยนรูปร้อยละ 50 คือความหนา $10 \text{ }\mu\text{m}$ เมื่อขนาดของผลึกถูกลดลงเป็น $1 \text{ }\mu\text{m}$ พื้นที่ผิวของผลึกที่มีน้ำหนักเท่ากัน จะเพิ่มขึ้นถึง 10 เท่าตัว แต่ความหนาของชั้นผลิตภัณฑ์ที่การเปลี่ยนรูปร้อยละ 50 มีค่าเพียง $1 \text{ }\mu\text{m}$ ซึ่งตามความสัมพันธ์ในสมการที่ 1.13 ผลที่ได้จะทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น

ในทางปฏิบัติ การที่จะทำให้ผิวสัมผัสของสารตั้งต้นของแข็งสัมผัสกันอย่างดีทุกส่วนเป็นไปได้ยาก โดยปกติ พื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างสารตั้งต้น จะมีค่าน้อยกว่าพื้นที่ผิวทั้งหมด พื้นที่ผิวสัมผัสอาจเพิ่มขึ้นได้โดยการใช้แรงกดอัดผงผสมสารตั้งต้นให้เป็นเม็ด (Pellet) อย่างไรก็ตามแม้จะใช้ความดันสูงในการอัด แต่ก็ไม่สามารถทำให้ได้ผิวสัมผัสสูงสุดได้ ผิวสัมผัสระหว่างสารสามารถเพิ่มขึ้นได้อีกโดยการใช้แรงอัดและความร้อนในเวลาเดียวกัน แต่ก็เป็นกระบวนการที่ช้า และอาจต้องใช้เวลาหลายชั่วโมงต่อกระบวนการ (สุธรรม 2552)

1.2.4 ปฏิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ปฏิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Self Propagating High Temperature Synthesis: SHS) หรือเรียกอีกชื่อว่าปฏิริยาการเผาไหม้ (Combustion: CS) เป็นกระบวนการที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อสังเคราะห์วัสดุเซรามิกขั้นสูงทางด้านวิศวกรรม อาทิเช่น วัสดุทนไฟ (Refractory) วัสดุเชิงประกอบเนื้อพื้นเซรามิก (Ceramic Matrix Composites) และสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallics Compounds) เนื่องจากมีข้อดีทางด้านประหยัดพลังงานและต้นทุนการผลิตต่ำกว่ากระบวนการผลิตวัสดุด้วยวิธีดั้งเดิม ในขณะเดียวกันก็สามารถผลิตวัสดุที่มีสมบัติใหม่ๆ (Varmar et al. 2004)

SHS เป็นการสังเคราะห์วัสดุโดยการเผาไหม้ที่อาศัยปฏิริยาคายความร้อนสูง ปฏิริยาดังกล่าวจะมีพลังงานกระตุ้น (Activation Energy) สูง และสามารถสร้างความร้อนจากปฏิริยาในปริมาณที่สูงด้วย เมื่อปฏิริยาได้ถูกเริ่มต้นขึ้น โดยการป้อนพลังงานจากภายนอกอย่างรวดเร็ว ความร้อนที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากปฏิริยา มีเพียงพอที่ทำให้ปฏิริยาเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องได้ด้วยตัวเอง (รูปที่ 1.10) ตัวทำปฏิริยาจึงถูกทำให้ร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว ($10^3 - 10^6$ K/s) ไปสู่อุณหภูมิที่สูงมาก (2300 - 3500 K หรือ 2573-3773 °C) ปฏิริยาเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วเป็นวินาที จนอยู่ในสถานะเสมือนของปฏิริยาเอเดียเบติก (Pseudo-Adiabatic) นั่นคือ พลังงานที่ปลดปล่อยออกจากปฏิริยาคายความร้อนถูกใช้ไปกับการทำความร้อนให้กับตัวอย่าง โดยไม่มีการสูญเสียสู่สิ่งแวดล้อม จากการวิจัยพบว่า อุณหภูมิเอเดียเบติก (Adiabatic Temperature, T_{ad}) คืออุณหภูมิที่ได้จากการวัดค่าความร้อนของปฏิริยาคายความร้อน (Exothermic Reaction) และเป็นตัวกำหนดค่าอุณหภูมิสูงสุดของระบบการเผาไหม้นั้นๆ ซึ่งทำให้ทราบได้ว่า ถ้า $T_{ad} < 1200^{\circ}\text{C}$ จะไม่เกิดการเผาไหม้ และถ้า $T_{ad} > 1800^{\circ}\text{C}$ จะเกิดการเผาไหม้โดยการแผ่ด้วยตัวเอง ส่วนอุณหภูมิที่อยู่ระหว่าง $1200-1800^{\circ}\text{C}$ คลื่นการเผาไหม้ (Combustion Front) ไม่สามารถแผ่ออกไป จึงต้องให้ความร้อนแก่ชิ้นงานก่อน (Preheat) การทำปฏิริยา (สุพรรณ 2552)

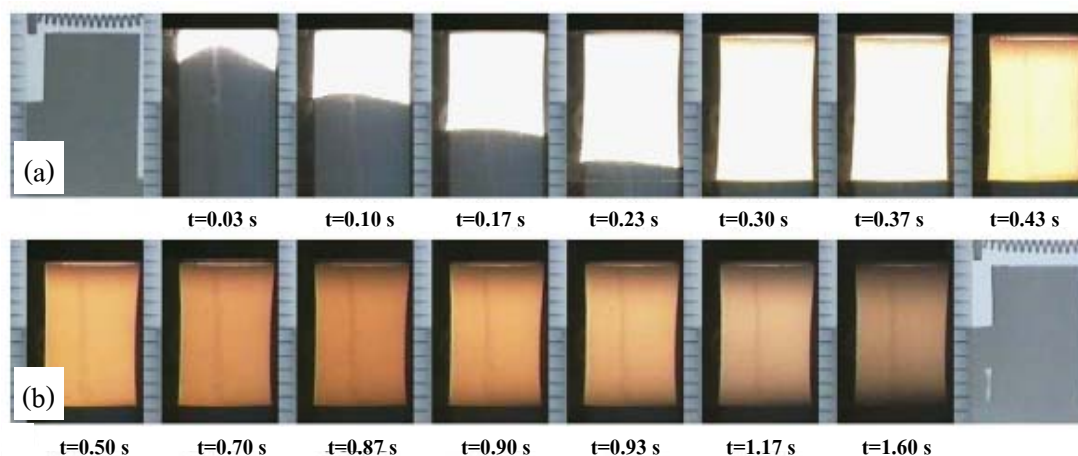
ปฏิริยาระหว่างสารตั้งต้นของของแข็ง A และ B ที่เกิดขึ้น สามารถประมาณได้จากปฏิริยาที่ผันกลับได้ในรูปแบบดังสมการที่ 1.14 (Baras 2008)



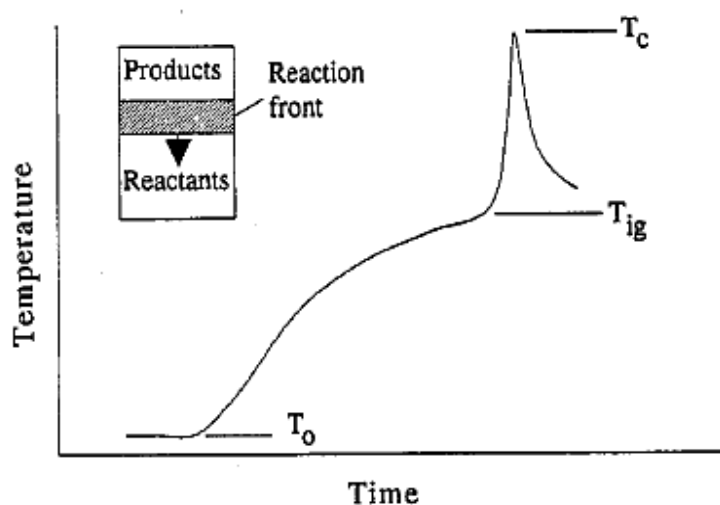
SHS แบ่งเป็นขั้นตอนหลัก ๆ ได้ 3 ขั้นตอน ได้แก่

- การให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน ณ ปลายด้านใดด้านหนึ่ง
- การเกิดปฏิริยา

- การผ่อนคลาย (Relaxation) หรือเย็นตัวไปสู่สภาวะเริ่มต้น



รูปที่ 1.10 ลักษณะการเผาไหม้ (a) และการเย็นตัว (b) ตามเวลา (t) ที่เปลี่ยนแปลงของสารในกระบวนการ SHS (Yeh and Liu 2006)



รูปที่ 1.11 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการ SHS (Moore and Feng 1995)

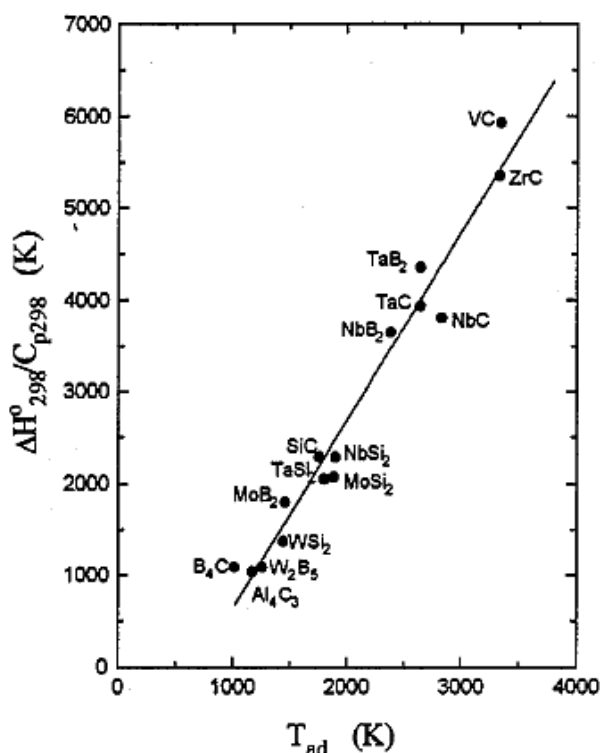
กระบวนการ SHS เริ่มต้นที่อุณหภูมิห้อง (T_0) ถูกให้ความร้อนอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิการจุดระเบิด (T_{ig}) ซึ่งก็คือจุดที่กระบวนการไม่ต้องการพลังงานเพิ่มเติมในการทำปฏิกิริยา แต่กลไก (Kinetic) ของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก โดยอุณหภูมิทางทฤษฎีสูงสุดของปฏิกิริยา หรือเรียกว่า อุณหภูมิเอเดียเบติก เกิดขึ้นภายใต้สมมติฐานการไม่สูญเสียความร้อนของปฏิกิริยาสู่สิ่งแวดล้อม ทำให้ในความเป็นจริงค่าอุณหภูมิสูงสุดหรืออุณหภูมิของการเผาไหม้ (T_c) จะมีค่าต่ำ

กว่าอุณหภูมิเอเดียเบติกเสมอ โดยปกติการเตรียมผงอัดของสารตั้งต้นจะกระทำภายใต้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิสูงสุด ดังแสดงในรูปที่ 1.11

ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิต่าง ๆ นี้ กับเวลาโดยคำนวณค่าอุณหภูมิเอเดียเบติกภายใต้สภาวะเอเดียเบติก สามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของเอนทัลปีของการก่อรูป (Enthalpy of Formation, ΔH_T°) ดังแสดงในสมการที่ 1.15

$$-\Delta H_T^\circ = H_{T_{ad}} - H_T = \int_T^{T_{ad}} nC_p dT \quad (1.15)$$

โดยปกติค่าอุณหภูมิเอเดียเบติก จากปฏิกิริยาของระบบสารต่าง ๆ จะมีค่าอยู่ระหว่าง 1,000-6,000 K โดยปกติ และได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง T_{ad} และ $\Delta H_{298}^\circ/C_p$ ดังรูปที่ 1.12 (Moore and Feng 1995)



รูปที่ 1.12 ความสัมพันธ์ระหว่าง T_{ad} และ $\Delta H_{298}^\circ/C_p$ ของสารประกอบบางชนิดที่ผลิตโดย SHS (Moore and Feng 1995)

ในกรณีที่มีการเปลี่ยนเฟสในผลิตภัณฑ์ก่อนที่ชิ้นงานจะมีอุณหภูมิถึงอุณหภูมิเอเดียเบติก สมการที่ 1.15 จะมีการเพิ่มเทอมของความร้อนแฝงของการเปลี่ยนเฟส ดังแสดงในสมการที่ 1.16 (Moore and Feng 1995)

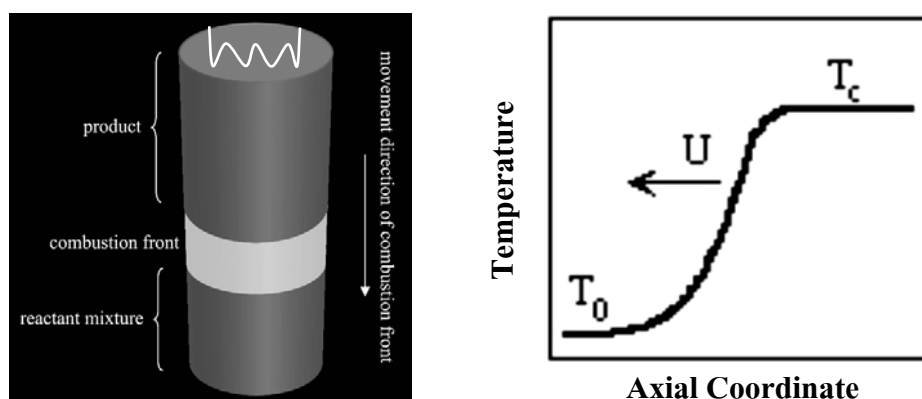
$$\Delta H_T^0 + \int_T^{T_{ad}} \sum n C_p dT + \sum n L = 0 \quad (1.16)$$

โดยที่ n คือ จำนวน โมลของผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้

C_p คือ ค่าความจุความร้อน และ

L คือ ค่าเอนทาลปีของการเปลี่ยนเฟส

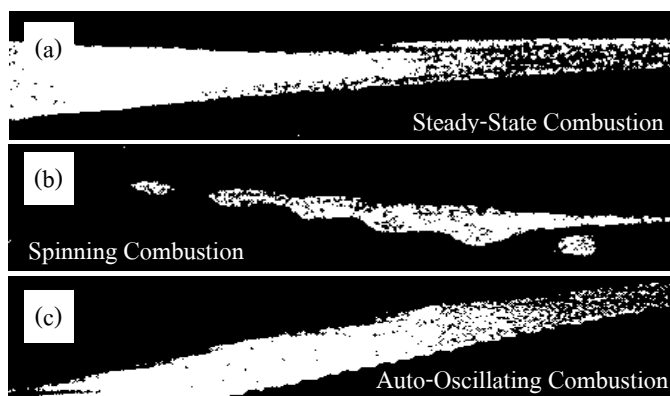
ปฏิกิริยาของ SHS แบ่งได้เป็นสองแบบ คือ แบบ “Propagating” จะเกิดขึ้นเมื่อผงสารตั้งต้นที่ผ่านการอัดแน่นถูกจุดระเบิดด้วยความร้อนสูง ตามมาด้วยการก้าวหน้าด้วยตัวเองผ่านลงไปทั้งชิ้นงาน (รูปที่ 1.13)



รูปที่ 1.13 ปรากฏการณ์ของปฏิกิริยาแบบ Propagating (Varmar et al. 2004)

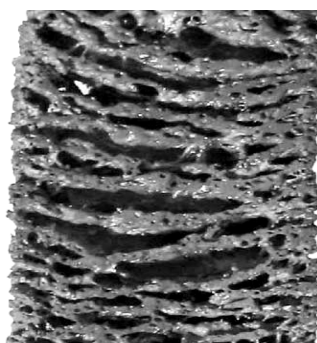
ปฏิกิริยาแบบ Propagating อาจแบ่งได้เป็น 2 แบบคือ การเผาไหม้แบบเสถียร (Stable Combustion) และแบบไม่เสถียร (Unstable Combustion) การเผาไหม้แบบเสถียรจะพบได้ในปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง (Solid-Solid Reaction) โดยที่คลื่นของการเผาไหม้ (Combustion Front) จะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วที่คงที่ (รูปที่ 1.14 a) สำหรับการเผาไหม้แบบไม่เสถียร คลื่นของการเผาไหม้จะเปลี่ยนแปลงตามเวลา ยกตัวอย่างเช่น คลื่นการเผาไหม้แบบหมุน (Spinning) และคลื่น

การเผาไหม้แบบแกว่งอัตโนมัติ (Auto-Oscillating) ดังรูปที่ 1.14 (b) และ 1.14 (c) ตามลำดับ (Yi and Moore 1990)



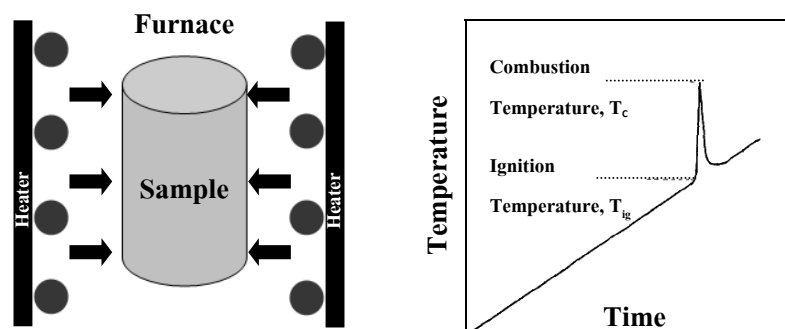
รูปที่ 1.14 ภาพถ่ายความเร็วสูงของปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในระหว่างเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้ในแบบต่างๆ (Yi and Moore 1990)

คลื่นการเผาไหม้แบบหมุนเกิดขึ้นหลังจากการจุดระเบิดแล้วเกิดคลื่นความร้อนจากจุด (Spot) ผ่านขึ้นงานลงไปแบบก้นหอย (Spiral) เกิดขึ้นของการเผาไหม้ที่ผิวซึ่งมีระยะแคบๆ ประมาณ 2 mm คลื่นการเผาไหม้แบบแกว่งอัตโนมัติเป็นการเคลื่อนที่ด้วยอัตราช้าและเร็วอย่างต่อเนื่องเป็นช่วงๆ ผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะมีโครงสร้างเป็นชั้นๆ (Layers Structure) ดังแสดงในรูปที่ 1.15 (Yi and Moore 1990)



รูปที่ 1.15 โครงสร้างลักษณะเป็นชั้นของ Ti-Si-Al-C (Vadchenko et al. 2006)

ส่วนปฏิกิริยาแบบ “Bulk” เกิดขึ้นเมื่อผงอัดของสารตั้งต้นถูกทำให้ร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว เช่น ใส่นิตาเผา จนกระทั่งถึงอุณหภูมิของปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ หลังจากนั้นปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างพร้อมเพรียงกันทั้งชิ้นงาน เรียกว่า การระเบิดทางความร้อน (Thermal Explosion) ดังแสดงในรูปที่ 1.16



รูปที่ 1.16 ปรัชการณัของปฏิกิริยาแบบ Bulk (Yi and Moore 1990)

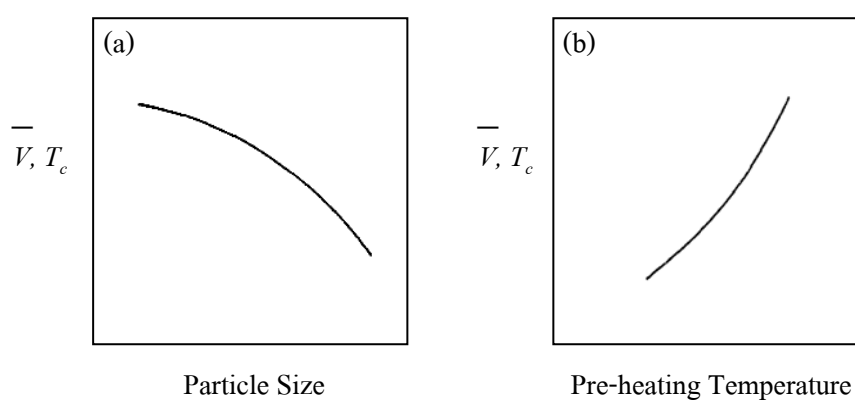
ปฏิกิริยาแบบนี้อาจจะถูกใช้เมื่อมีการสังเคราะห์สารที่ต้องการอุณหภูมิในการจุดระเบิดที่ต่ำหรือนำมาใช้ในการอุ่น (Preheat) สารที่มีอัตราของการคายความร้อนที่ต่ำก่อนการจุดระเบิด (Ignition) (Yi and Moore 1990)

ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเผาไหม้ในกระบวน SHS มีหลายประการ ดังนี้ (Yi and Moore 1990)

- ขนาดอนุภาคของสารตั้งต้น (Reactant Particle Size)
- สัดส่วนทางเคมี (Stoichiometry) รวมถึงปริมาณของตัวทำละลาย (Diluents) และตัวไม่ทำปฏิกิริยา (Inert)
- ค่าความหนาแน่นก่อนทำปฏิกิริยา (Green Density)
- อุณหภูมิของการจุดระเบิด (Ignition Temperature)
- วิธีการจุดระเบิด (Ignition Technique)
- การสูญเสียความร้อน (Heat Loss) และการนำความร้อน (Thermal Conductivity)
- อุณหภูมิของการเผาไหม้ (Combustion Temperature)
- อุณหภูมิการอุ่นสาร (Preheat Temperature)
- อัตราการเพิ่มขึ้นของความร้อนและอัตราการเย็นตัว (Heating and Cooling Rate)
- เงื่อนไขทางกายภาพของสารตั้งต้น (Physical of Reactants e.g. Solid, Liquid, Gas)
- สิ่งเจือปน (Impurities)

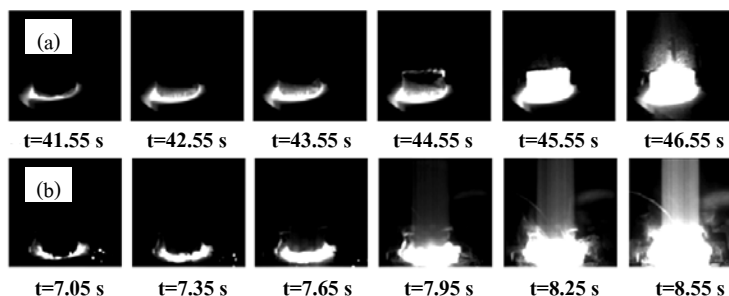
ขนาดอนุภาคของสารตั้งต้น

ขนาดของอนุภาคส่งผลต่อปฏิกิริยา SHS เพราะว่ากลไกของปฏิกิริยาในสถานะของแข็งขึ้นอยู่กับ การกระจายของขนาดและบริเวณการสัมผัสกัน (Contact Area) ระหว่างอนุภาคของสารตั้งต้น อนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีการเสียดทานระหว่างอนุภาค (Interparticle Friction) และมีสะพานเชื่อมอนุภาค (Particle Bridging) สูง หากอนุภาคของสารตั้งต้นมีขนาดใหญ่จะส่งผลต่ออัตราเร็วของการก้าวหน้า (Propagated Velocity, V) และอุณหภูมิของการเผาไหม้, T_c ดังแสดงในรูปที่ 1.17 (a)



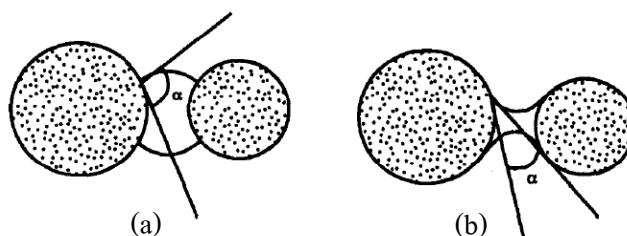
รูปที่ 1.17 อิทธิพลของขนาดอนุภาค (a) และอุณหภูมิการอุ่นสาร (b) ต่ออัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเอง (Yi and Moore 1990)

ตัวอย่างของผลของอนุภาคเช่น การสังเคราะห์สารประกอบในระบบ Ni-Ti-C (ดูรูปที่ 1.18) ในรูป (a) ที่เติมคาร์บอนที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ จะเห็นได้ว่าการจุดระเบิด จะเกิดกระบวนการ 2 ขั้นตอนคือ ช่วงการเกิดเปลวไฟ (Frame Front) ขึ้น ซึ่งคล้ายกับการอุ่นสารให้ระอุขึ้นเรื่อยๆ และช่วงการทำปฏิกิริยาการเผาไหม้ด้วยตัวเองไปตลอดทั้งชิ้น แสงที่เปล่งออกมาจากคลื่นความร้อนของการเผาไหม้มีความเข้มข้น น้นแสดงถึงปฏิกิริยาคายความร้อนที่ต่ำ ความร้อนค่อยๆ ทำปฏิกิริยาที่ส่วนบนของชิ้นงานโดยใช้เวลาประมาณ 44.55 วินาที หลังจากนั้น ความร้อนจะทำให้เกิดการก้าวหน้าด้วยตัวเองประมาณ 2 วินาที มีอุณหภูมิการเผาไหม้ 2 ช่วง คือก่อนการก้าวหน้าหรือหลังจากการจุดระเบิดประมาณ 1500°C และอุณหภูมิการเผาไหม้ประมาณ 2470°C



รูปที่ 1.18 ภาพถ่ายจากกระบวนการ SHS ของระบบ Ni-Ti-C จากเวลา (t) เริ่มจุดระเบิด ถึงเวลาสิ้นสุดการเผาไหม้ (a) คาร์บอนขนาดอนุภาค 75 μm (b) คาร์บอนขนาดอนุภาค 1 μm (Yang et al. 2008)

ในทางกลับกัน (รูป 1.18 b) เมื่อเติมคาร์บอนที่มีขนาดอนุภาคขนาดเล็กลง ทำให้การก้าวหน้าด้วยตัวเองเร็วขึ้น โดยมีขั้นตอนเหลือเพียงการเผาไหม้ด้วยตัวเองที่เกิดขึ้นทันทีทันใดสามารถสังเกตได้จากแสงที่เปล่งออกมามีความสว่างมากเนื่องจากปฏิกิริยาคายความร้อนที่สูงมาก โดยมีอุณหภูมิของการเผาไหม้ประมาณ 2567°C



รูปที่ 1.19 ผลของการเปียกผิว (Wetting) ต่อแรงดึงดูดระหว่างอนุภาคหรือมุมสัมผัส (a) ไม่เปียกผิว (Repulsive Force) และ (b) เปียกผิว (Attractive Force) (Yi and Moore 1990)

อันตรกิริยาระหว่างอนุภาคของแข็งและของเหลว เกิดขึ้นเมื่อมีสารตั้งต้นตัวใดตัวหนึ่งประพฤติตัวเป็นตัวทำละลายหรือตัวทำให้เกิดการเปียกผิว (Wetting) ระหว่างของแข็งของแข็งจะถูกเชื่อมต่อกันด้วยของเหลวดังกล่าว การเชื่อมต่อนี้จะเกิดขึ้นอยู่กับมุมสัมผัส (Contact Angle) ระหว่างของแข็งกับของเหลวที่ต้องมีขนาดเล็กๆ (ดูรูปที่ 1.19 ประกอบ) รวมถึงขึ้นอยู่กับพลังงานพื้นผิว ยิ่งอนุภาคมีขนาดเล็กลง พลังงานพื้นผิวก็จะสูงขึ้นเนื่องจากมีพื้นที่ผิวมาก

ขึ้น ดังนั้นระบบจึงต้องพยายามลดพลังงานลงให้อยู่ในสภาวะสมดุล โดยการลดพื้นที่ผิวลงด้วยการเชื่อมต่ออนุภาคเข้าด้วยกันนั่นเอง ซึ่งจะส่งผลต่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

ความหนาแน่นก่อนทำปฏิกิริยา

ขนาดของอนุภาคยังเกี่ยวข้องกับความหนาแน่นกรีน กล่าวคือ อนุภาคขนาดเล็กจะให้ค่าความหนาแน่นกรีนที่สูง ทำให้มีความเป็นไปได้ในการที่จะเพิ่มหรือบังคับให้มีบริเวณสัมผัสระหว่างอนุภาคที่มากขึ้น ซึ่งอาจง่ายต่อการจุดระเบิดและสูญเสียความร้อนไปจากบริเวณของแนวการทำปฏิกิริยา (Reaction Zone) น้อย ส่งผลให้การแพร่ระหว่างสารตั้งต้นมีอัตราสูงหลังจากเกิดความร้อนขึ้นในชิ้นงาน ความหนาแน่นกรีนต่อความยากง่ายของการจุดระเบิดในแบบต่างๆ ของปฏิกิริยาระหว่างของแข็งสามารถเปรียบเทียบกันระหว่างการอัดขึ้นรูปและไม่อัดขึ้นรูป (Loose) สารตั้งต้นในระบบ $3\text{TiO}_2 + 3\text{B}_2\text{O}_3 + 10\text{Al}$ พบว่าผงที่ไม่อัดขึ้นรูปจะง่ายต่อการจุดระเบิดในเตาเผาธรรมดา แต่ยากต่อการจุดระเบิดด้วยลวดความร้อน

ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นกรีนที่ต่ำ เมื่อผ่านกระบวนการ SHS จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของขนาดโดยการยืดสูงขึ้น ส่วนชิ้นงานที่มีความหนาแน่นกรีนสูง ที่ผิวจะเกิดรอยเป็นชั้นเนื่องจากเกิดการเผาไหม้แบบหมุนดังรูปที่ 1.20



รูปที่ 1.20 ชิ้นงาน WO_3/Zn หลังกระบวนการ SHS ที่มีค่าความหนาแน่นกรีนต่างกัน (Lee et al. 2001)

ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นยังทำให้อัตราการซึมผ่านของแก๊สลดลงเมื่อความเร็วและการขยายตัวเชิงปริมาตรของแก๊สที่ดูดซับอยู่บนอนุภาคของสารตั้งต้นเพิ่มสูงขึ้น แก๊สที่ถูกกักอยู่ในช่องระหว่างอนุภาค (Interstices) จะพยายามดันออกสู่ภายนอก ทำให้ความดันภายในชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้น เช่น 5-7 atm ณ แนวของคลื่นความร้อนของระบบ $\text{Ti}+\text{C} \rightarrow \text{TiC}$ หรือ 2-3 atm ณ แนวของคลื่นความร้อนของระบบ $\text{Ta}+\text{C} \rightarrow \text{TaC}$ ซึ่งส่งผลให้ผลิตภัณฑ์เกิดการขยายตัวออกหรือการหลุดออกเป็นเกล็ด (Exfoliation) ถ้าหากความหนาแน่นกรีนมีค่ามากเกินไป และบางครั้งอาจทำให้เกิด

การระเบิดทางความร้อน (Explosion) เนื่องจากแก๊สที่ขังอยู่ในช่องว่างหนีออกสู่ภายนอกได้ไม่ทัน

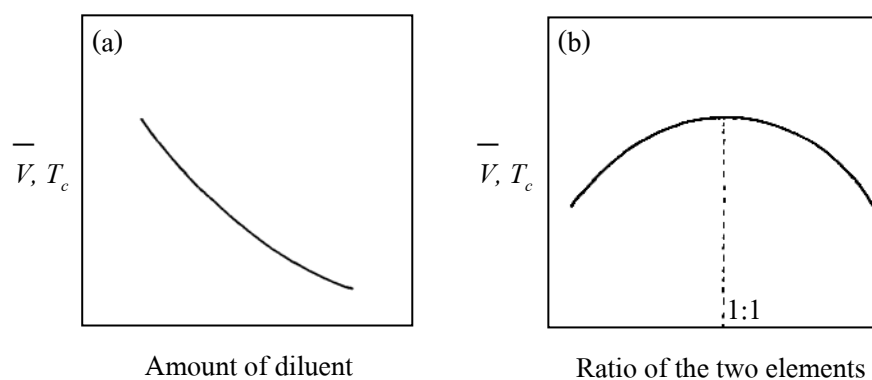
อุณหภูมิการอุ่นสาร

จากรูปที่ 1.17 (b) พบว่าเมื่ออุณหภูมิการอุ่นสารเพิ่มขึ้น ทำให้พลังงานกระตุ้นและอุณหภูมิเอเดียเบติกเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราเร็วของการก้าวหน้าด้วยตัวเองและอุณหภูมิการเผาไหม้สูงขึ้น พบมากในการสังเคราะห์สารประกอบเชิงโลหะ เช่น NiAl หรือ CuAl

สัดส่วนทางเคมีและปริมาณสารสัมพัทธ์

โดยทั่วไปหากสัดส่วนทางเคมีของสารตั้งต้นมีความคลาดเคลื่อนไปมาก จะส่งผลให้อุณหภูมิเอเดียเบติกต่ำลง ตามหลักทางอุณหพลศาสตร์ สารตั้งต้นหรือผลิตภัณฑ์ที่เกินมา (Excess) จะไปลดปฏิกิริยาการคายความร้อนลง เช่น ระบบของ Ti+C เมื่อมีการเติม TiC ลงไป ทำให้อุณหภูมิเอเดียเบติกลดลง ดังแสดงในรูปที่ 1.21

เมื่ออัตราการก้าวหน้าในกระบวนการ SHS ทำให้มีการปลดปล่อยพลังงานออกมา การเติมตัวทำละลาย (Diluents) เช่น Al หรือ Cu ลงในผสมที่ไม่ทำปฏิกิริยาจะไปลดอัตราการก้าวหน้าลง ในปฏิกิริยา $Ti+2B \rightarrow TiB_2$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารสัมพัทธ์ จะทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้และลักษณะของผลิตภัณฑ์เปลี่ยนไป



รูปที่ 1.21 ผลของปริมาณตัวทำละลาย (a) และผลของสารตั้งต้น 2 ชนิด (b) ต่ออัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเองและอุณหภูมิการเผาไหม้ (Yi and Moore 1990)

ณ อุณหภูมิห้อง อัตราส่วนอะตอมของ Ti:2B สำหรับการก่อรูปเป็น TiB_2 ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนสูงและมีการเปลี่ยนแปลงของเอนทัลปีประมาณ -279 kJ/mol เมื่อเพิ่มปริมาณของ B ให้เข้าใกล้ปริมาณที่พอดีของผลิตภัณฑ์ อัตราการคายความร้อนและอุณหภูมิการเผาไหม้ก็ยิ่งเพิ่มสูงขึ้นอย่างมาก ในขณะที่เดียวกันจะก่อรูปขึ้นในผลิตภัณฑ์ และทำให้เกิดความเค้นเนื่องจากความร้อนและแก๊สจะถูกขับออกไปอย่างรวดเร็ว ส่งผลทำให้ชิ้นงานยืดออก แต่อย่างไรก็ตามหากปริมาณของ B มากเกินไป จะทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้และอัตราการก้าวหน้าลดลง

วิธีการจุดระเบิด

สำหรับวิธีการจุดระเบิดในกระบวนการ SHS มีหลายวิธี เช่น การใช้เลเซอร์ ขดลวดทนความร้อน การใช้ฟลักซ์พาคความร้อน การทำให้เกิดประกายไฟ และการใช้เตาเผา วิธีการที่เป็นที่นิยมที่สุดวิธีการหนึ่งคือ การจุดระเบิดด้วยขดลวดความร้อนของ Merzhanov (ตัวอย่างดังรูปที่ 1.10) โดยใช้ลวดความร้อนทั้งสแตนหรือโลหะผสมนิกเกิล-โครเมียม และใช้เชื้อล่อปะทุด้วยสารประกอบจำพวก $CaSi_2$, Fe_2O_3 , Mg , Al_2O_3 , SiO_2 , Ti และ B (Yi and Moore 1990)

มีการวิจัยเกี่ยวกับวิธีการจุดระเบิดวิธีใหม่เรียกว่า Direct Combustion (Wu et al. 1999) ด้วยแก๊สออกซี-อะเซทิลีน (Oxy-Acetylene) ในอากาศ ในการสังเคราะห์ SiC เพื่อเป็นแนวทางในการสังเคราะห์ในปริมาณมากและต่อเนื่อง โดยอาจดัดแปลงให้หัวพ่นแก๊สติดตั้งอยู่ส่วนบนหรือด้านล่างเตาเผากระบวนการ SHS ยังมีรูปแบบอื่นๆ อีก โดยอาจจะประกอบไปด้วยกระบวนการทำให้แน่น (Consolidation) ร่วมกับกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งจะมีขั้นตอน 2 ขั้นตอน คือ เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองได้เป็นเซรามิกพูน และการทำให้แน่นตัวด้วยการให้แรงอัด ดังเช่น กระบวนการการเผาไหม้ตามด้วยกระบวนการเสมือนการอัดแน่นทุกทิศทาง (SHS-Quasi-Isostatic Pressing: SHS-QIP) (Pacheco et al. 2008)

SHS-Dynamic Compaction (Mishra et al. 2007) เป็นกระบวนการที่เมื่อกระบวนการ SHS เสร็จสิ้น แรงอัดก็จะถูกส่งผ่านมายังชิ้นงานที่ยังร้อนแดงอยู่ โดยที่ชิ้นงานกรีนจะวางอยู่ในแม่พิมพ์เหล็กกล้าที่มีทรายละเอียดเต็มอยู่รอบๆ เพื่อลดอัตราการสูญเสียความร้อน

การประยุกต์ใช้งานของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี SHS (Yi and Moore 1990)

วิธีการ SHS สามารถสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ โดยแบ่งออกเป็นสารประกอบชนิดต่างๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 1.3

ตารางที่ 1.3 แสดงผลิตภัณฑ์ที่สามารถใช้กระบวนการ SHS ในการสังเคราะห์

(Moore and Feng 1995)

ประเภทของสารประกอบ	ตัวอย่างสารประกอบและอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาของบางระบบ (°C)
โบไรด์ (Borides)	TiB ₂ (3190), ZrB ₂ (3310), NbB ₂ (2400), TaB ₂ (3370), MoB ₂ (1800), LaB ₆ (2800)
คาร์ไบด์ (Carbides)	TiC (3210), HfC (3900), B ₄ C (1000), Al ₄ C ₃ (1200), TaC (2700), SiC (1800), WC (1000), ZrC (3400), NbC (2800)
คาร์โบไนไตรด์ (Carbonitrides)	TiC-TiN, NbC-NbN, TaC-TaN
ไนไตรด์ (Nitrides)	TiN (4900), ZrN (4900), BN (3700), AlN (2900), Si ₃ N ₄ (4300), TaN (3360), HfN (5100)
ซิลิไซด์ (Silicides)	MoSi (1900), Ti ₅ Si ₃ (2900), Zr ₅ Si ₃ (2800), Nb ₅ Si ₃ (3340), WSi ₂ (1500), V ₅ Si ₃ (2260)
ไฮไดรด์ (Hydrides)	TiH ₂ , ZrH ₂ , NbH ₂
สารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallics)	NiAl, FeAl, Ni ₃ Ge, Ni ₃ Ti, CoTi, CuAl
คาลโคจีไนด์ (Chalcogenides)	MoS ₂ , TaSe ₂ , NbS ₂ , WSe ₂
ซีเมนต์คาร์ไบด์ (Cemented Carbides)	TiC-Ni, TiC-(Ni, Mo), WC-Co, Cr ₃ C-(Ni, Mo)
วัสดุเชิงประกอบ (Composites)	TiC-TiB ₂ , TiB ₂ -Al ₂ O ₃ , B ₄ C-Al ₂ O ₃ , TiN-Al ₂ O ₃

ผลิตภัณฑ์จาก SHS สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับงานด้านต่างๆ อาทิเช่น

- วัสดุขัด ดัด และผงสำหรับขัด เช่น TiC หรือ ซีเมนต์คาร์ไบด์
- วัสดุต้านทานความร้อน เช่น MoSi₂
- วัสดุจำรูป (Shape Memory material) เช่น TiNi
- สารประกอบเชิงโลหะทนความร้อนสูง เช่น NiAl
- ตัวเติมในกระบวนการของเหล็กกล้า เช่น ไนไตรด์เฟอร์ไรต์ลอยด์

- วัสดุเคลือบผิว สำหรับด้านทานการกัดกร่อน เช่น TiN และ TiB₂
- วัสดุเคลือบผิว เช่น กระบวนการเทอร์ไมท์ (Termite Process)
- ผงเซรามิกที่นำไปเข้ากระบวนการอื่นๆ เช่น Si₃N₄
- ฟิล์มบาง (Thin Film) เช่น MoSi₂ และ TiB₂
- วัสดุที่ใช้เฉพาะฟังก์ชันการใช้งาน (Functional grad Materials: FGM) เช่น TiC+Ni
- วัสดุผสม เช่น TiC+Al₂O₃ หรือ TiC+Al₂O₃+Al
- วัสดุแม่เหล็กหรือวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ เช่น BaTiO₃ และ YBa₂Cu₃O_{7-x}

1.3 การตรวจเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องเพื่อเป็นแนวทางในการสังเคราะห์ จะแบ่งเป็นการศึกษา งานวิจัยของวัสดุเชิงประกอบในระบบ TiB₂-Al₂O₃ และระบบ TiB₂-Mullite เพราะทั้งสองระบบนี้ เป็นการศึกษาเกี่ยวกับงานด้านความแข็งแรง ความต้านทานต่อการสึกหรอและอุณหภูมิสูง นอกจากนี้ระบบ TiB₂-Mullite เป็นการศึกษาที่ต่อเนื่องจากระบบ TiB₂-Al₂O₃ ดังนี้

Jianxin และคณะ (1997) สังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบในระบบ TiB₂-Al₂O₃ เพื่อ ศึกษาอัตราการสึกหรอ (Wear) โดยใช้สารตั้งต้นเฟสหลักเป็น Al₂O₃ และใช้อนุภาค TiB₂ เป็นตัว เสริมแรง ตามด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน (Hot Pressing) ด้วยแรงดัน 35 MPa ในบรรยากาศ ของแก๊สไฮโดรเจน (H₂) พบว่าอัตราการสึกหรอลดลงเมื่อปริมาณ TiB₂ เพิ่มขึ้น ต่อมา Jianxin และ คณะ (2005) ยังได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับวัสดุเชิงประกอบ TiB₂-Al₂O₃ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ เป็น เซรามิกคมตัด (Ceramic Cutting Tool) โดยใช้สารตั้งต้นเช่นเดียวกันกับงานวิจัยในปี ค.ศ. 1997 และใช้วิธีอัดขึ้นรูปร้อนด้วยแรงดัน 36 MPa ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน (N₂) ด้วยช่วง อุณหภูมิระหว่าง 1650-1800 °C นอกจากนี้ยังนำเอาวัสดุเชิงประกอบชนิดนี้ไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุ ล้อลื่นด้วยตัวเอง (Self Lubricating Materials)

Tjong และคณะ (1999) สังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบเนื้อพื้นอะลูมิเนียมในระบบ TiB₂-Al₂O₃/Al และ TiB₂-Al₂O₃/Al-Cu ด้วยวิธีการแบบ *in-situ* ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อนที่ อุณหภูมิ 600 °C เพื่อศึกษาอัตราการสึกหรอ โดยใช้สารตั้งต้นในระบบของ Ti-Al-B TiO₂-Al-B TiO₂-Al-B-CuO และ TiO₂-Al-B₂O₃ พบว่าระบบของสารตั้งต้น TiO₂-Al-B และ TiO₂-Al-B-CuO มี ความต้านทานการสึกหรอสูงที่สุด เนื่องจากมีพันธะ ระหว่างเฟส (Interfacial Bonding) ภายในเนื้อ วัสดุที่ดีที่สุด

Mayers และคณะ (2001) สังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบในระบบ $TiB_2-Al_2O_3$ ด้วยวิธีการ การก้าวน้ำด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงพร้อมกับการทำให้แน่นตัว (SHS-Densification) โดยใช้สารตั้งต้น TiO_2 , B_2O_3 และ Al บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันเป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง ต่อด้วยอบผงเพื่อไล่ความชื้นด้วยอุณหภูมิ $90^\circ C$ เพื่อลดการเพิ่มขึ้นของความดันภายในชิ้นงานระหว่างการทำปฏิกิริยา ซึ่งทำให้เกิดการระเบิดทางความร้อน ผงจะถูกอัดขึ้นรูปด้วยแรงดัน 110 MPa ชิ้นงานหลังการอัด (Green Compact) จะถูกวางในวัสดุฉนวนและป้องกันการสูญเสียความร้อน และโรยด้วยผงผสมของสารตั้งต้นไว้ส่วนบน ทำการจุดระเบิดด้วยไม้ขีดไฟฟ้า (Electric Match) ในระหว่างที่ชิ้นงานยังร้อนแดงอยู่ ตัวอัดด้านบนจะเคลื่อนลงมาอัดทำให้เกิดความแน่นตัว จากการทดลองพบว่าวัสดุเชิงประกอบมีค่าความหนาแน่นร้อยละ 90 - 95.7 ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี และมีความแข็ง 21.6 GPa

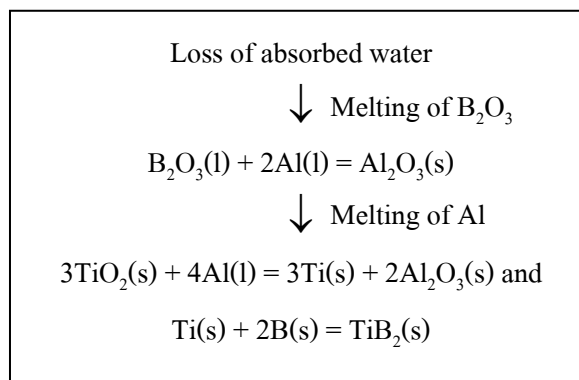
Plovnick และ Richards (2001) สังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบในระบบ $TiB_2-Al_2O_3$ โดยเตรียมสารตั้งต้นเริ่มจากการละลายผงอะลูมิเนียมด้วยกรดคาร์บอกซิลิก (Carboxylic Acid) ได้เป็นสารละลายอะลูมิเนียมคาร์บอกซิเลต (Aluminium Carboxylate) ผงของกรดบอริก (Boric Acid: H_3BO_3) จะถูกละลายในสารละลายอะลูมิเนียมคาร์บอกซิเลตที่อุณหภูมิ $90^\circ C$ ทำให้แห้งที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ เเผาแคลไซต์ (Calcined) ด้วยอุณหภูมิ $900^\circ C$ เป็นเวลา 30 นาที ได้สารประกอบ $2Al_2O_3 \cdot B_2O_3$ หลังจากนั้นบดผสมด้วย TiO_2 และ Al ในตัวกลางน้ำกลั่นและตัวทำกระจายโพลีอะคริเลต (Polyacrylate Dispersing Agent) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง กรองและทำให้แห้ง ที่อุณหภูมิ $120^\circ C$ ได้ผงของ $3TiO_2 + 3(2Al_2O_3 \cdot B_2O_3) + Al$ ผงสารตั้งต้นถูกอัดขึ้นรูปในแกนเดี่ยว (Uniaxially) เป็นลักษณะทรงกระบอกด้วยแรงดันประมาณ 100 MPa ชิ้นงานถูกจุดระเบิดด้วยคลื่นไมโครเวฟและทำปฏิกิริยาการก้าวน้ำด้วยตัวเองภายใต้บรรยากาศแก๊สฮีเลียม (He) และสามารถสรุปปฏิกิริยาโดยรวมได้ดังนี้



Takacs (2002) ศึกษาการคายความร้อนและการเกิดขึ้นได้เองของปฏิกิริยา (Self-Sustaining Reaction) ของผงผสมสารตั้งต้นที่มีอุณหภูมิการจุดระเบิดต่ำ โดยการบดลดขนาดด้วยลูกบด (Ball Milling) จากปฏิกิริยาที่เรียกว่า Mechanically Induced Self-Propagating Reaction (MSR) พบว่า ผงสารตั้งต้นจะเล็กลงเรื่อยๆ บริเวณของการกระตุ้นการทำปฏิกิริยา (Chemically Active Defect Site) ถูกสร้างเพิ่มขึ้น การจุดระเบิดและการเกิดปฏิกิริยาได้ด้วยตัวเองเกิดขึ้นเมื่อผ่านกระบวนการ MSR

Ferrenti และ Thadhani (2003) ทำการศึกษาการเชื่อมต่อของอนุภาคระหว่างสองเฟสคือ TiB_2 กับ Al_2O_3 โดยการสังเคราะห์ผงสารผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีการ การก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงจากสารตั้งต้น TiO_2 B_2O_3 และ Al ตามด้วยการอัดขึ้นรูปร้อน พบว่าอนุภาคของ TiB_2 สามารถเชื่อมต่อกับเนื้อพื้น Al_2O_3 ได้ดียิ่งขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาในการบดผงสารผลิตภัณฑ์แล้วตามด้วยการอัดขึ้นรูปร้อน

Zhiqiang และ Zhenguo (2007) ศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีระหว่าง การสังเคราะห์สารในระบบ $TiB_2-Al_2O_3$ ด้วยวิธีการ การก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงดังแสดงในขั้นตอนในรูปที่ 1.22

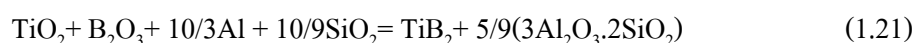


รูปที่ 1.22 ขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารในระบบ TiO_2 B_2O_3 และ Al (Zhiqiang and Zhenguo 2007)

Deqing (2009) ศึกษาสารตัวเติม (Additive) Al_2O_3 SiC และ Kaolin ที่มีผลต่ออุณหภูมิเอเดียเบติก ความเร็วของคลื่นการเผาไหม้ (Combustion Wave Velocity) การเปลี่ยนแปลงของปริมาตรความหนาแน่น และความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง (Bending Strength) ของเซรามิกเชิงประกอบ $TiB_2-Al_2O_3$ พบว่าอุณหภูมิเอเดียเบติกของระบบสารตั้งต้น $Al-TiO_2-H_3BO_3$ มีค่าเท่ากับ $2314.85^\circ C$ และลดลงเมื่อเติมสารตัวเติมเพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคของ TiB_2 ละเอียดยิ่งขึ้น ความเร็วของคลื่นการเผาไหม้ลดลง เฟสที่เกิดขึ้นไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเติม Al_2O_3 เฟสของมัลไลต์ปรากฏเมื่อเติม SiC และ Kaolin ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นมากที่สุดเมื่อเติม Kaolin ร้อยละ 10 ถึง 30 โดยน้ำหนัก ทำให้ปริมาตรเปลี่ยนแปลงจากร้อยละ -4.6 ถึง -1.2 และค่าความแข็งแรงต่อการดัดโค้งเพิ่มขึ้นถึง 8 เท่า เมื่อเติม Kaolin ร้อยละ 30

เป็นมัลไลต์ เป็นปฏิกิริยาแบบดูดความร้อน (Endothermic: $\Delta H = 98.6$ kJ) ทำให้มีอุปสรรคในการทำปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นเกิดขึ้น เนื่องจากมัลไลต์มีจุดหลอมเหลวที่สูง (1850°C) ดังนั้นในการทำปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ต้องอาศัยมัลไลต์หลอมเหลวเพื่อเป็นแรงผลักดันในการเกิดปฏิกิริยา เพราะฉะนั้น ต้องอุ่นชิ้นงานก่อนการจุดระเบิดให้ได้ค่าของอุณหภูมิเอเคียเบติกสูงกว่าจุดหลอมเหลวของมัลไลต์ ซึ่งก็คือที่ 650°C และมีพลังงานรวมเท่า 1046 kJ จึงเพียงพอที่จะหลอมละลายมัลไลต์ได้

Zaki (2009) ยังได้ทดลองสังเคราะห์วัสดุผสมในระบบ TiB_2 - Mullite โดยใช้ TiO_2 , B_2O_3 , Al และ SiO_2 เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงในสมการปริมาณสารสัมพันธ์



Zaki พบว่าระบบ TiO_2 , B_2O_3 และ Al จะมีอัตราการคายความร้อนที่สูงมากเช่นเดียวกับระบบก่อนหน้า แต่ปฏิกิริยาระหว่าง Al_2O_3 กับ SiO_2 ที่จะก่อรูปเป็นมัลไลต์เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ($\Delta H = 67.6$ kJ) จึงต้องดำเนินการเหมือนกับการทดลองที่ผ่านมา คือ อุ่นชิ้นงานให้มีอุณหภูมิเอเคียเบติกที่สูงกว่าจุดหลอมเหลวของมัลไลต์ ซึ่งในการทดลองนี้พบว่าต้องอุ่นให้ถึง 289°C (มีพลังงานรวมเท่ากับ 890 kJ) จึงจะมีการก่อรูปของมัลไลต์

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องพอที่จะสรุปได้ว่า ไทเทเนียมไดบอไรด์ และมัลไลต์สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการ SHS และสามารถนำเอาสารประกอบทั้งสองชนิดนี้ไปสังเคราะห์กับสารตั้งต้นชนิดอื่น ๆ เป็นวัสดุเชิงประกอบ และสำหรับงานวิจัยนี้จะใช้สารตั้งต้นที่เป็นสารทางการค้า (Commercial Grad) (TiO_2 , Al, B_2O_3) ร่วมกับสารประกอบจากธรรมชาติ (Kaolin) ในการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดบอไรด์ - มัลไลต์

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.4.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดบอไรด์ - มัลไลต์

1.4.2 ศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้

1.4.3 ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงความร้อนของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ผลิตได้

1.5 ขอบเขตของการวิจัย

ในการวิจัยนี้มุ่งเน้นถึงการหาสภาวะหรือเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์ - มัลไลต์ จากสารตั้งต้น TiO_2 - Al - B_2O_3 - Metakaolin ด้วยวิธีการ การปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) พิสูจน์ทราบเฟสที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) และทดสอบสมบัติเชิงกลและเชิงความร้อนของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์และผลิตได้

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.6.1 ทราบถึงวิธีการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์ - มัลไลต์ จากสารประกอบระหว่างสารทางการค้าและสารประกอบจากธรรมชาติ ด้วยวิธีการ การก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

1.6.2 ได้สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไดโบไรด์ - มัลไลต์

1.6.3 เป็นแนวทางในการพัฒนาเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบที่ใช้งานทางด้านเชิงกล-เชิงความร้อน เพื่อนำไปสู่การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมยานยนต์ และอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้งานเฉพาะอย่าง

1.6.4 สร้างองค์ความรู้ใหม่ ที่เป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาวัสดุชนิดใหม่ในอนาคต

1.7 สถานที่ทำการวิจัย

1.7.1 ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ และภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.7.2 ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.7.3 ห้องปฏิบัติการวิจัยชิ้นส่วนเซรามิกเพื่องานทางวิศวกรรม และห้องปฏิบัติการทดสอบทางกล ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (เอ็มเทค) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.) กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

บทที่ 2

วิธีการดำเนินการวิจัย

เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัย ประกอบไปด้วยวัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ รวมถึงขั้นตอนการดำเนินการ

2.1 อุปกรณ์การทดลอง

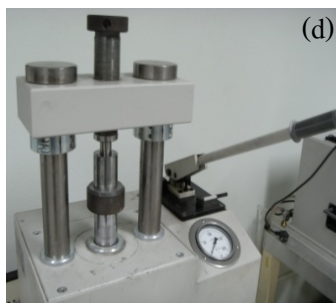
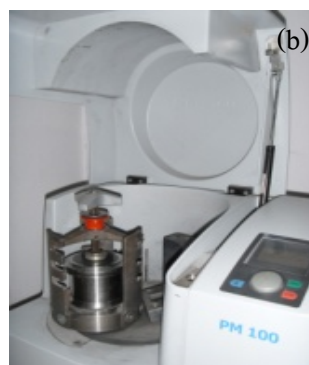
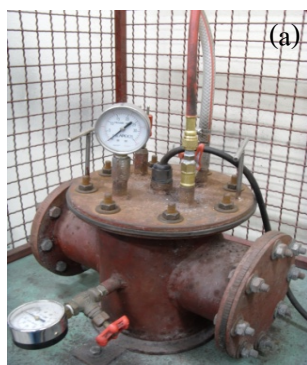
เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบ แสดงในตารางที่ 2.1 และรูปที่ 2.1 ถึงรูปที่ 2.4

ตารางที่ 2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการทดลอง

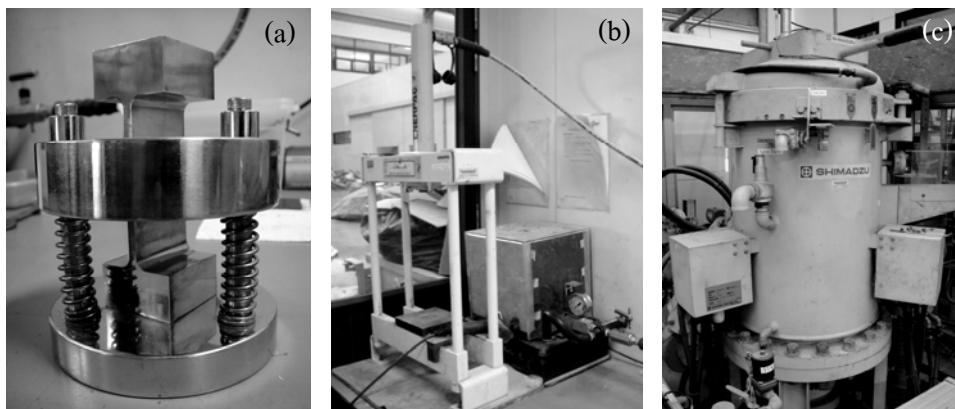
เครื่องมือและอุปกรณ์	ยี่ห้อ	แบบ/รุ่น
Electronic Balance	AND	GF-300
Hydraulic Press	Herzog	TP 20 P
X-ray Diffractometer (XRD)	Philips	X' Pert MPD
Scanning Electron Microscope (SEM) With Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDX)	JEOL,FEI	JSM-5800 LV, QUANTA
Vicker Micro Hardness Tester	Oxford	ISIS 300
Laser Particle Size Analyzer (LPSA)	High Wood	HWDM-3
Planetary Ball Mill	Beckman Coulter	LS 230
SHS Reactor	Retsch	PM 100/200
	Constructed by Dr. Sutham Niyomwas	-
Tool Steel Mould (2.54 cm ϕ)	Constructed by Dr. Sutham Niyomwas	SKD 11

ตารางที่ 2.1 (ต่อ)

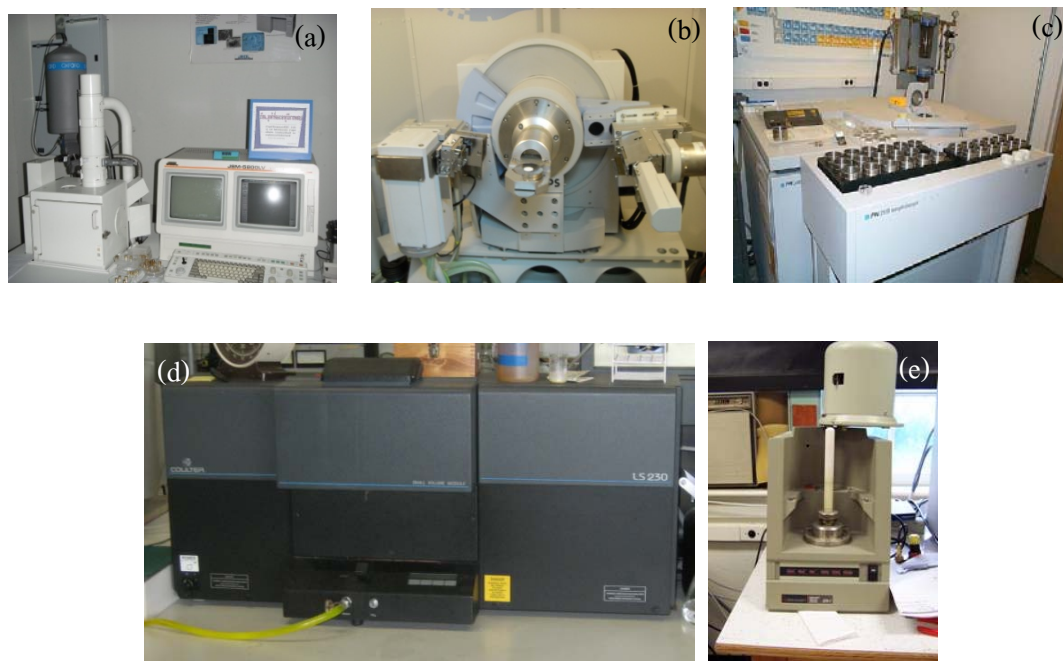
เครื่องมือและอุปกรณ์	ยี่ห้อ	แบบ/รุ่น
Tool Steel Mould (4x4x32 mm)	Constructed by Ceraparts Group, MTEC	-
Low Temperature Furnace (1200 °C)	Constructed by Dr. Sutham Niyomwas	-
X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF)	Philips	PW 2400
Hydraulic Press (10 ton)	Enerpac	HYP CER-04
High Temperature Furnace (1800 °C)	Shimadzu	PVSGgr 20/20
Differential Thermal Analysis (DTA)	Perkin Elmer	DTA7
Dilatometer (1500 °C)	Theta	LVDT 3130
Bending Testing Machine	Instron	55R 4502



รูปที่ 2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ (a) SHS Reactor (b) Planetary Ball Mill (c) Low Temperature Furnace (d) Hydraulic Press และ (e) Cylindrical Tool Steel Mould



รูปที่ 2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการอัดแน่นและเตรียมชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติ (a) Rectangular Tool Steel Mould (b) Hydraulic Press และ (c) High Temperature Furnace



รูปที่ 2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณลักษณะ (a) SEM with EDX (b) XRD (c) XRF (d) LPSA และ (e) DTA



รูปที่ 2.4 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลและเชิงความร้อน (a) Bending Machine (b) Vicker Hardness Tester และ (c) Dilatometer

2.2 วัสดุและสารเคมี

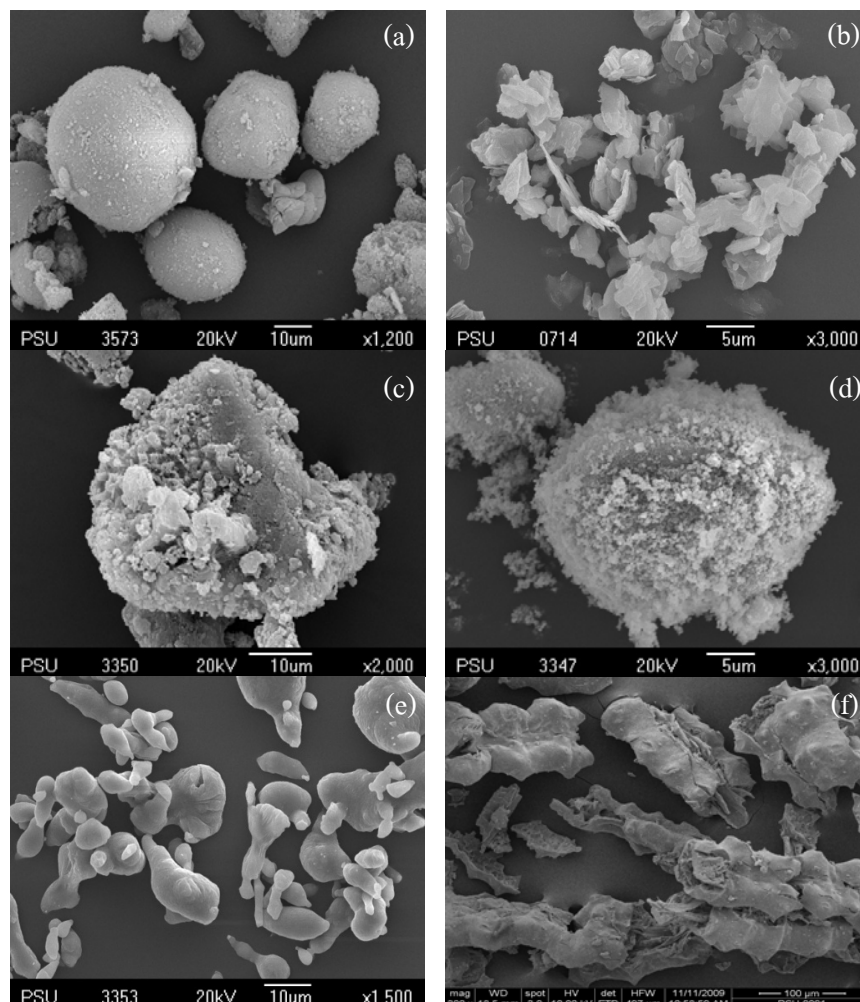
วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อทางการค้า	ขนาดอนุภาค (μm)	ความบริสุทธิ์ (%)	ผู้ผลิต / ให้ความอนุเคราะห์
Aluminum Powder (Al)	45	93	Himedia Laboratories
Titanium Dioxide (TiO_2)	36.71	93	Asia pacific Specialty Chemicals Limited
Boron Oxide (B_2O_3)	1017	99	Aldrich Chemical Company, Inc

ตารางที่ 2.2 (ต่อ)

ชื่อทางการค้า	ขนาดอนุภาค (μm)	ความบริสุทธิ์ (%)	ผู้ผลิต /ให้ความอนุเคราะห์
Silicon Dioxide (SiO_2) precipitated	0.018	98	Ajax Finechem pty Ltd.
Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	-	-	เหมือง MRD จ.ระนอง
Rice Husk Ash: RHA		90% SiO_2	-



รูปที่ 2.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง (a) SiO_2 (b) Kaolin (c) B_2O_3 (d) TiO_2 (e) Al และ (f) RHA

2.3 การออกแบบการทดลองและวิธีการทดลอง

2.3.1 กิจกรรมตอนที่ 1 : ศึกษาผลของแรงอัดขึ้นรูป

ศึกษาผลของแรงอัดขึ้นรูป 0 (ผงไม่อัด) 30 40 และ 50 kN ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังอัดแน่นเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.1 (ดูรายละเอียดในภาคผนวก ค ประกอบ)

$$\frac{\rho_{th}}{\rho_{Exp}} = \frac{W_{t_{th}} / A.L_{th}}{W_{t_{Exp}} / A.L_{Exp}} = \frac{L_{Exp}}{L_{th}} \quad (2.1)$$

2.3.2 กิจกรรมตอนที่ 2 : ศึกษาผลของความดันของแก๊สภายในเตาปฏิกรณ์

ศึกษาผลของความดันของแก๊สอาร์กอนภายในเตาปฏิกรณ์ SHS 0.0 0.3 และ 0.5 MPa ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

2.3.3 กิจกรรมตอนที่ 3 : ศึกษาผลของเวลาในการบด Metakaolin

เป็นที่ทราบกันแล้วจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ระบบของ $TiO_2/Al/B_2O_3$ เป็นระบบที่มีอัตราการคายความร้อนที่สูงอยู่แล้ว และได้มีการวิจัยเบื้องต้นแล้วว่าปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาคือ Kaolin รวมถึงได้มีการศึกษาเกี่ยวกับอิทธิพลของโมเลกุลของน้ำในโครงสร้าง และขนาดอนุภาคของ Kaolin ดังนั้นในการวิจัยจึงมุ่งเน้นศึกษาผลของขนาดอนุภาคของ Metakaolin (โครงสร้างของ Kaolin ที่กำจัดน้ำออกแล้ว) ที่ผ่านการบดด้วยเวลา 1 4 8 12 และ 16 ชั่วโมง ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง องค์ประกอบและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้

ขั้นตอนการดำเนินการ

2.3.3.1 บดลดขนาด Kaolin ด้วยเครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (Planetary Ball Mill) เป็นเวลา 1 4 8 12 และ 16 ชั่วโมง โดยใช้หม้อบดและลูกบอลเหล็กกล้า ด้วยความเร็วรอบในการหมุนเท่ากับ 250 รอบ/นาที

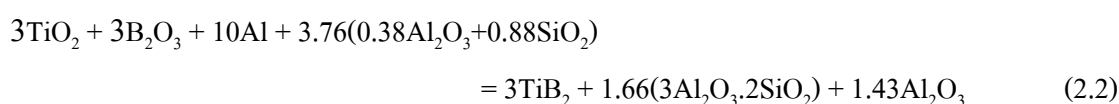
2.3.3.2 วัดขนาดของอนุภาคผง Kaolin ที่ผ่านการลดขนาด

2.3.3.3 ให้ความร้อนแก่ Kaolin ที่อุณหภูมิ 650°C เพื่อกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างของอะลูมิเนียมซิลิเกต ดังนั้น Kaolin จึงเปลี่ยนเฟสไปเป็น Metakaolin (ดูสมการที่ 1.6)

ตารางที่ 2.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของ Kaolin ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (XRF)

องค์ประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก
Al ₂ O ₃	38.86
SiO ₂	53.18
K ₂ O	5.28
Fe ₂ O ₃	2.43
MnO ₂	0.20
Rb	0.04
Trace Elements: Mg S Ti Cu Zr Sn W	-

2.3.3.4 ดวงสารตั้งต้นทั้งหมด (TiO₂, B₂O₃, Al และ Metakaolin) ตามสัดส่วนที่คำนวณไว้ดังสมการปริมาณสารสัมพันธ์ที่ 2.2 และตารางที่ 2.4



ตารางที่ 2.4 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.2

ชนิดสาร	สารตั้งต้น			
	TiO ₂	B ₂ O ₃	Al	Metakaolin
อัตราส่วนโดยโมล	3.000	3.000	10.000	3.760
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	0.888	0.774	1.000	2.698
น้ำหนักสาร x 10 (กรัม)	8.880	7.740	10.000	26.980

2.3.3.5 ผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (Planetary Ball Mill) เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้หม้อบดและลูกบอลทั้งสแตนคาร์ไบด์-โคบอลต์ (WC-Co) ด้วยความเร็วรอบในการหมุนเท่ากับ 250 รอบ/นาที

2.3.3.6 อบผงผสมของสารตั้งต้นเพื่อไล่ความชื้นเป็นเวลา 8 ชั่วโมง

2.3.3.7 ตวงผสมของสารตั้งต้น 14 กรัม อัดแน่นในแกนเดี่ยวเป็นลักษณะทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 cm ด้วยขนาดแรงอัดเท่ากับ 50 kN

2.3.3.8 ทำปฏิกิริยา SHS กับชิ้นงานหลังอัดในเตापฏิกิริยา SHS ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (ลักษณะของเตापฏิกิริยา SHS แสดงไว้ในรูปที่ 2.6) โดยมีขั้นตอนดังนี้

2.3.3.8.1 ติดไส้หลอดทั้งสแตนกับขั้ว วางชิ้นงานบนแผ่นกราฟไฟต์ที่เป็นแท่นวางปิดฝาเตापฏิกิริยาให้แน่น

2.3.3.8.2 สูบอากาศออกให้ความเป็นสุญญากาศภายในเตापฏิกิริยาเท่ากับ 0.09 MPa

2.3.3.8.3 ปลดอยแก๊สอาร์กอนที่มีความดันเท่ากับ 0.5 MPa เข้าสู่เตापฏิกิริยา

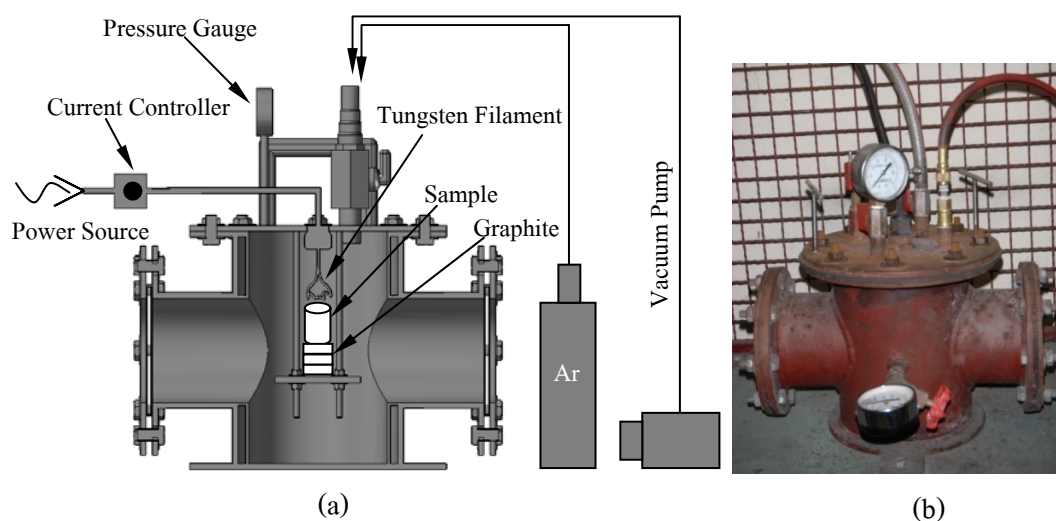
2.3.3.8.4 ทำซ้ำตามขั้นตอนที่ 2.3.3.8.2

2.3.3.8.5 ทำซ้ำตามขั้นตอนที่ 2.3.3.8.3

2.3.3.8.6 ปลดอยกระแสไฟฟ้าผ่านไปยังขดลวดทั้งสแตน เกิดปฏิกิริยา

2.3.3.8.7 ปลดอยความดันและฝุ่นผงหลังจากการทำออกสู่ระบบกักเก็บ นำชิ้นงานออกจากเตापฏิกิริยา

2.3.3.9 วิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยา องค์ประกอบ และลักษณะสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวด (SEM) ตามลำดับ



รูปที่ 2.6 ส่วนประกอบของเตापฏิกิริยา SHS (a) ภาพสเก็ต และ (b) เตापฏิกิริยา SHS เครื่องจริง

การหาปริมาณของผลิตภัณฑ์ โดยวิธีเชิงกิ่งปริมาณ

การหาปริมาณของมัลไลต์ ไทเทเนียมไดบอไรด์ และอะลูมินาโดยประมาณ ซึ่งคำนวณจากพื้นที่ใต้กราฟของพีคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD Pattern) ของวัสดุเชิงประกอบโดยคำนวณจากสมการ (2.3) (2.4) และ (2.5)

$$R_{\text{Mullite}} = \frac{A_{\text{Mullite}}}{A_{\text{Mullite}} + A_{\text{Al}_2\text{O}_3} + A_{\text{TiB}_2}} \times 100\% \quad (2.3)$$

$$R_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{A_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{A_{\text{Mullite}} + A_{\text{Al}_2\text{O}_3} + A_{\text{TiB}_2}} \times 100\% \quad (2.4)$$

$$R_{\text{TiB}_2} = \frac{A_{\text{TiB}_2}}{A_{\text{Mullite}} + A_{\text{Al}_2\text{O}_3} + A_{\text{TiB}_2}} \times 100\% \quad (2.5)$$

เมื่อ

R_{Mullite} คือ ปริมาณของมัลไลต์

$R_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ คือ ปริมาณของอะลูมินา

R_{TiB_2} คือ ปริมาณของไทเทเนียมไดบอไรด์

A_{Mullite} คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคมัลไลต์

$A_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคอะลูมินา

A_{TiB_2} คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคไทเทเนียมไดบอไรด์

การคำนวณอัตราเร็วของคลื่นของการเผาไหม้ด้วยตัวเอง

อาศัยสมการอัตราเร็วดังนี้

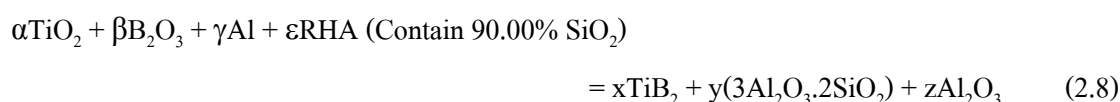
$$\text{อัตราเร็วของคลื่นการเผาไหม้, } V = \frac{\text{ความสูงของชั้นงาน (mm)}}{\text{เวลาในการก้าวหน้าด้วยตัวเอง (S)}} \quad (2.6)$$

2.3.4 กิจกรรมตอนที่ 4 : ศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ โดยการเปลี่ยนชนิดของสารตั้งต้น
 ศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์-
 มัลไลต์ โดยเปรียบเทียบการสังเคราะห์เป็นสามระบบ ดังนี้

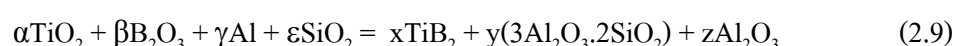
ระบบที่ 1 (เติม Metakaolin) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.4)



ระบบที่ 2 (เติมขี้เถ้าแกลบ: RHA) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.5)



ระบบที่ 3 (เติม SiO₂) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.6)



โดยที่ α β γ ε x y และ z เป็นจำนวนโมลของสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์ตามลำดับ

ตารางที่ 2.5 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.7

ชนิดสาร	สารตั้งต้น			
	TiO ₂	B ₂ O ₃	Al	RHA
อัตราส่วนโดยโมล	9.000	9.000	30.000	10.000
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	0.888	0.774	1.000	0.773
น้ำหนักสาร x 10 (กรัม)	8.880	7.740	10.000	7.730

ตารางที่ 2.6 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.8

ชนิดสาร	สารตั้งต้น			
	TiO ₂	B ₂ O ₃	Al	SiO ₂
อัตราส่วนโดยโมล	9.000	9.000	30.000	10.000
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	0.888	0.774	1.000	0.742
น้ำหนักสาร x 10 (กรัม)	8.880	7.740	10.000	7.420

ขั้นตอนการดำเนินการ

2.3.4.1 เเผาแกลบด้วยอุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน เพื่อให้ได้ขี้เถ้าแกลบที่มีเฟสของ SiO₂ มากที่สุด (Omatola and Onojah 2009) ลักษณะของแกลบและขี้เถ้าแกลบ รวมถึงองค์ประกอบของขี้เถ้าแกลบหลังจากเผาแสดงไว้ในรูปที่ 2.7 และตารางที่ 2.7 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.7 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของขี้เถ้าแกลบ ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (XRF)

องค์ประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก
SiO ₂	90.00
K ₂ O	7.68
CaO	1.64
Trace Elements	0.68



รูปที่ 2.7 ลักษณะของ (a) แกลบ (Rice Husk) และ (b) ขี้เถ้าแกลบสีขาว (Rice Husk Ash)

2.3.4.2 ดำเนินการตามข้อที่ 2.3.3.4 ถึง 2.3.3.9 (เปลี่ยนจาก Metakaolin เป็น RHA และ SiO₂)

2.3.5 กิจกรรมตอนที่ 5 : การเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติ

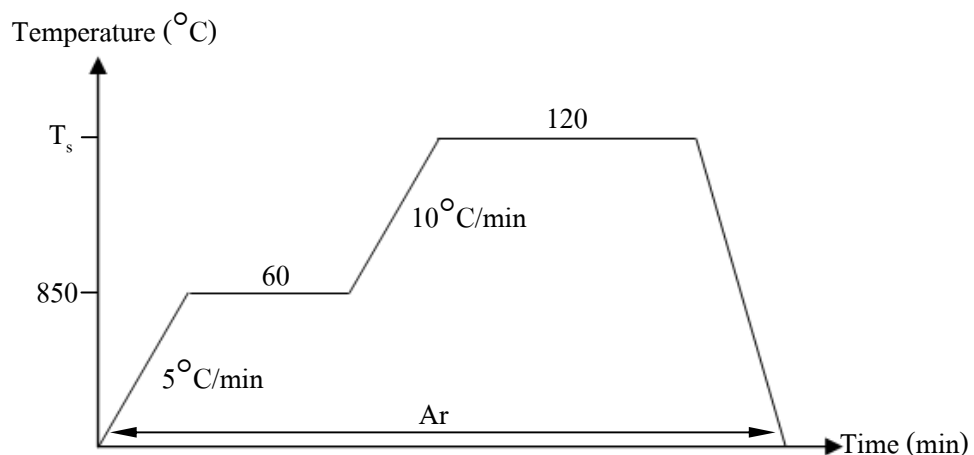
เตรียมผงของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์-ซิลิกา ที่เงื่อนไขของคาร์บอไนต์-มัลไลต์ ที่เงื่อนไขของการบด Metakaolin 1 8 และ 16 ชั่วโมง และใช้วิธีการอัดรูปเย็นในแกนเดี่ยว อบพูนึกด้วยอุณหภูมิ 1600 1650 และ 1700°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน

ขั้นตอนการดำเนินการ

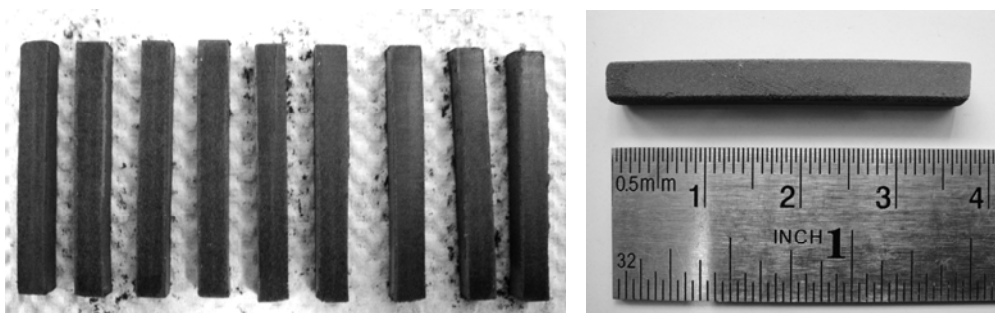
2.3.5.1 บดวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์-มัลไลต์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (Planetary Ball Mill) โดยใช้หม้อบดและลูกบดทั้งสแตนคาร์ไบด์-โคบอลต์ (WC-Co) ด้วยความเร็วรอบในการหมุนเท่ากับ 250 รอบ/นาทิต เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ผงที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 9.12 ไมโครเมตรและมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาค 0.04-43.67 ไมโครเมตร (วิเคราะห์ด้วย LPSA)

2.3.5.2 ตวงผงตัวอย่างน้ำหนัก 1.5 กรัมต่อหนึ่งตัวอย่าง อัดขึ้นรูปในลักษณะแท่งขนาด 4x4x32 mm (ดังแสดงในรูปที่ 2.9) ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยใช้แรงอัดขนาด 22.06 MPa คงแรงอัดไว้เป็นเวลา 30 วินาที

2.3.5.3 ออบพูนิก (T_s) ขึ้นงานด้วยอุณหภูมิ 1600 1650 และ 1700°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน โดยลักษณะการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิแสดงไว้ในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ข้อมูลอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ และเวลาในการแช่ สำหรับการอบพูนิก



รูปที่ 2.9 ลักษณะของชิ้นงานหลังอัดขึ้นรูปในลักษณะแท่ง (Bar Shape)

2.3.6 กิจกรรมตอนที่ 6 : การทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการอบผึ่ง

2.3.6.1 การทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน

การทดสอบความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-72 (1977)

ขั้นตอนการดำเนินการ

2.3.6.1.1 นำชิ้นงานที่ผ่านการอบผึ่งไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (D)

2.3.6.1.2 นำชิ้นงานในข้อที่ 2.3.6.1.1 ไปต้มในน้ำกลั่นให้เดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.3.6.1.3 นำตัวอย่างในข้อที่ 2.3.6.1.2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (S)

2.3.6.1.4 นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมิดิเอตในน้ำ (M) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาดแล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออก แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน

2.3.6.1.5 การคำนวณหาความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง

$$\text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} = \frac{M-D}{\rho_{\text{น้ำ}}} \quad (2.10)$$

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk Density)} = \frac{D}{V} \quad (2.11)$$

$$\text{ปริมาตรรูพรุน (Apparent Porosity)} = \left[\frac{M-D}{D} \right] \times 100 \quad (2.12)$$

ในการศึกษาสมบัติเชิงกล โดยการทดสอบความแข็งแรงต่อการแตกหัก และความแข็งแรง และสมบัติเชิงความร้อน โดยการทดสอบอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อน โดยการเลือกเงื่อนไขตามการทดลองที่ 2.3.5 มาศึกษา

2.3.6.2 การทดสอบความแข็งแรงต่อการตัดโค้ง

ขั้นตอนการดำเนินการ

2.3.6.2.1 ตัวอย่างแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ $4 \times 4 \times 35$ mm

2.3.6.2.2 ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ

2.3.6.2.3 ทดสอบความแข็งแรงต่อการตัดโค้งด้วยเทคนิค 3 - Point Bending

สภาวะที่ใช้ทดสอบ

ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (Support Span) = 20 mm

ความเร็วในการกดตัดโค้ง (Crosshead Speed) = 1 mm / min

ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.6.2.4 การคำนวณความทนต่อการตัดโค้งแบบแรงกระทำ 3 จุด คำนวณได้จาก

สมการ 2.13

$$\text{MOR} = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (2.13)$$

เมื่อ

MOR = ความทนต่อการตัดโค้งของชิ้นงาน (MPa)

P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก (N)

L = ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (mm)

B = ความกว้างของตัวอย่าง (mm)

D = ความสูงของตัวอย่าง (mm)

2.3.6.3 การทดสอบความแข็งจุลภาค

ขั้นตอนการดำเนินการ

2.3.6.3.1 เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยใบขัดซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) โดยขัดเรียงลำดับจากเบอร์หยาบ ไปยังเบอร์ละเอียดตามลำดับ ด้วยเครื่องขัดแบบจานหมุน

2.3.6.3.2 นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 2.3.6.2.1 ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินา 1 ไมครอน ด้วยจานขัดแบบผ้าสักหลาด

2.3.6.3.3 ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

2.3.6.3.4 ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออกด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่น

ความถี่สูง (Ultrasonic) แล้วนำไปทดสอบ

สภาวะที่ใช้ทดสอบ

น้ำหนักกด = 4.905 นิวตัน

เวลากดแช่ = 10 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 5 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

2.3.6.3.5 การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) คำนวณตามสมการ 2.14

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์} = \frac{0.1891F}{d^2} \text{ MPa} \quad (2.14)$$

เมื่อ

$$d = \text{เส้นทแยงมุมของรอยกด} = (d_1 + d_2) / 2 \text{ (mm)}$$

$$F = \text{แรงที่ใช้กด (N)}$$

2.3.6.4 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชัน ของแอนทิส และคณะ (1981) คำนวณได้จากสมการ 2.15 และใช้รูปที่ 2.10 ประกอบการคำนวณ

$$\text{Fracture Toughness, } K_{IC} = \zeta (E/H)^{1/2} P / C^{3/2} \quad (2.15)$$

เมื่อ

K_{IC} = ค่าความต้านทานการขีดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว) ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

E = ค่าโมดูลัสของยัง (Young' modulus) (MPa)

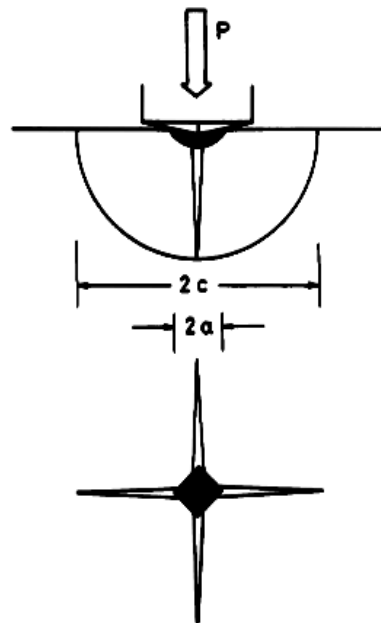
H = ค่าความแข็ง (MPa)

P = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน (N)

C = ความยาวรอยแตก/2 (mm)

ζ = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทชันโดยการ ใช้หัวกดแบบ วิกเกอร์ของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.016 ± 0.004

สถานะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียว ใช้สถานะเดียวกันกับการทดสอบ ความแข็งจุลภาค



รูปที่ 2.10 ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Antis et al. 1981)

2.3.6.5 การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากความร้อน

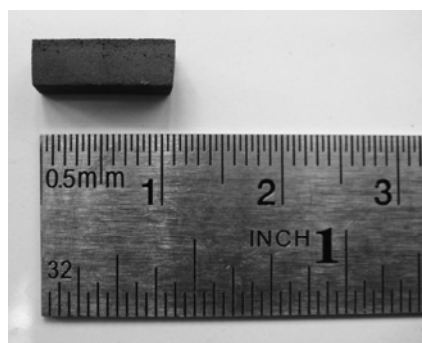
เลือกชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการอบพูนที่อุณหภูมิ 1650°C มาทดสอบ
สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

ขนาดของตัวอย่าง 4x4x10 mm (แสดงในรูปที่ 2.11)

อุณหภูมิเริ่มต้น 30°C

อุณหภูมิสิ้นสุด 1500°C

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C / นาที

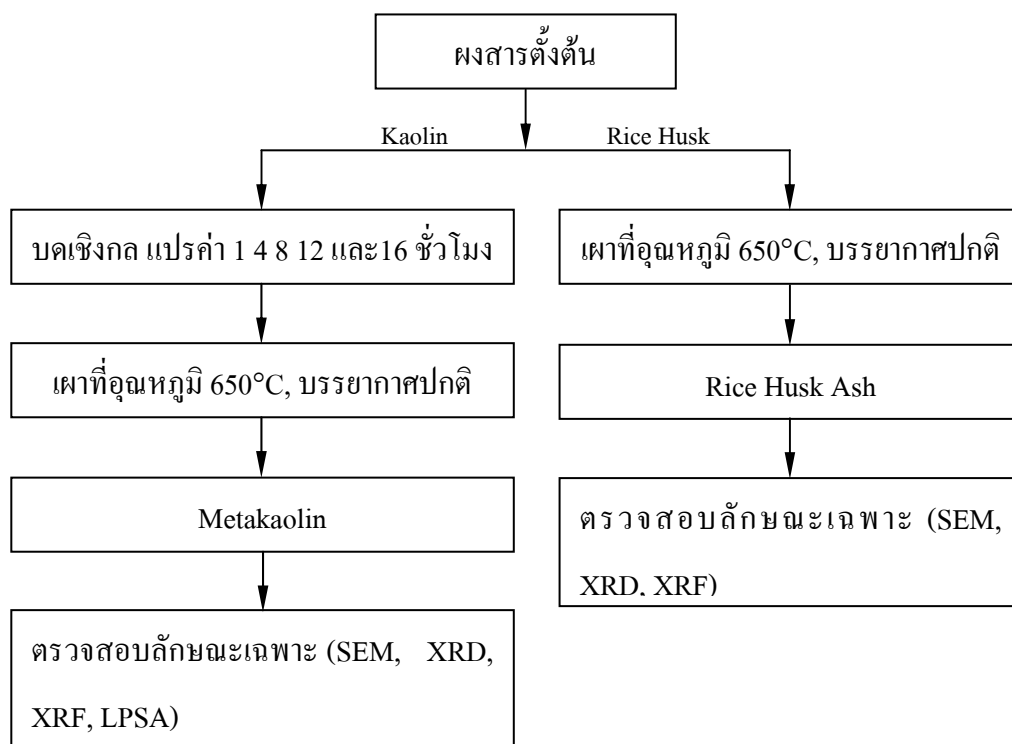


รูปที่ 2.11 ลักษณะของชิ้นงานที่นำมาทดสอบหาการขยายตัวเนื่องจากความร้อน

2.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป

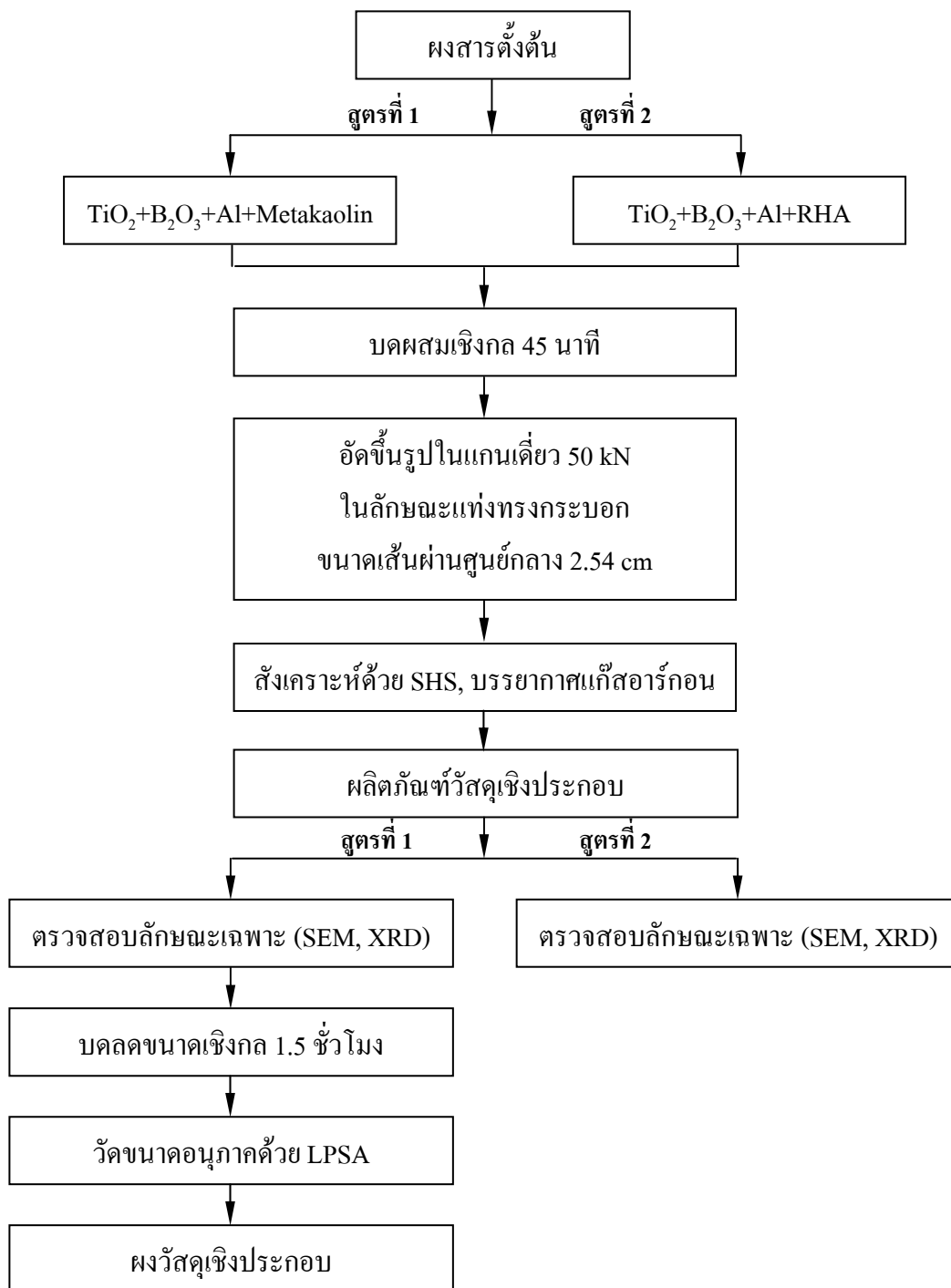
สำหรับวิธีการวิจัยและขั้นตอนต่างๆ แสดงไว้ในรูปที่ 2.12 ถึง รูปที่ 2.14

การทดลองที่ 1



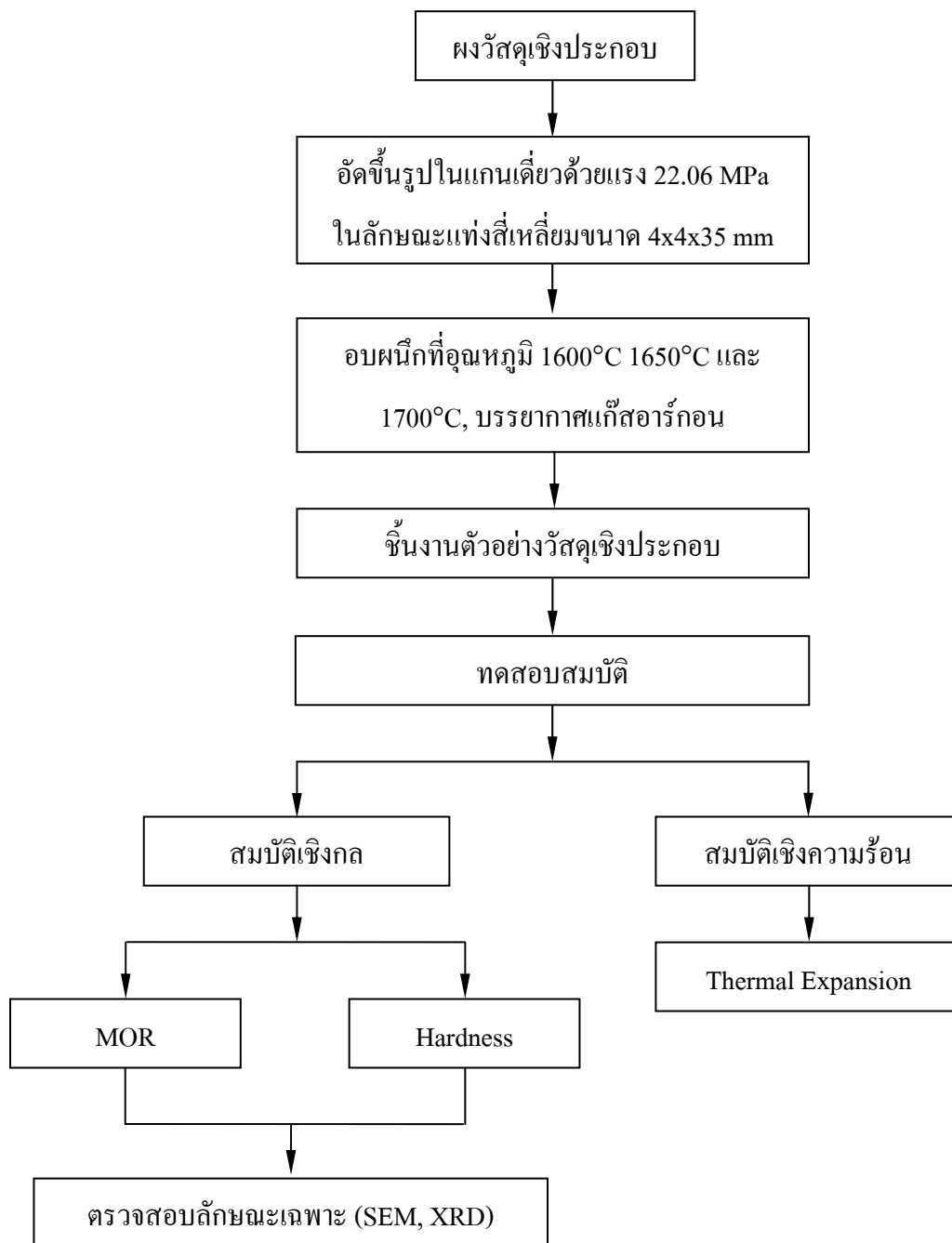
รูปที่ 2.12 ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบ

การทดลองที่ 2



รูปที่ 2.13 ขั้นตอนการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นที่ต่างกันต่อผลิตภัณฑ์วัสดุเชิงประกอบ

การทดลองที่ 3



รูปที่ 2.14 ขั้นตอนการทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิจัยในครั้งนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นผลการคำนวณและวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา การคำนวณด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ผลการทดลองส่วนที่สอง เป็นการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์-ซิลิกา โดยศึกษาผลกระทบของความหนาแน่นของชั้นงานหลังอัด ความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS เวลาในการบดของ Metakaolin และศึกษาความเป็นไปได้ในสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์-ซิลิกา โดยการเปลี่ยนตัวเติมของสารตั้งต้น (ซิลิกา Metakaolin และขี้เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash: RHA)) และเปรียบเทียบปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

ผลการทดลองส่วนสุดท้าย ศึกษาสมบัติเชิงกล และเชิงความร้อนของวัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์-ซิลิกา ที่สังเคราะห์และผลิตได้

3.1 ผลการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์

ในการวิเคราะห์หาค่าพลังงานกิบส์ต่ำที่สุด (Gibbs Energy Minimization) ในการคำนวณความเข้มข้นสมดุล (Equilibrium Concentration) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการ การคำนวณที่อุณหภูมิสูง (Gokcen and Reddy 1996)

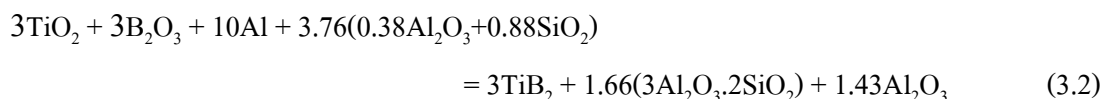
พัฒนาการของการก่อรูปของสาร คำนวณจากการลดลงของบรรยากาศซึ่งเป็นฟังก์ชันในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 ถึง 3000°C และในการคำนวณสมมติให้เป็นสภาวะแก๊สอุดมคติ (Ideal Gas) และการผสมของแก๊สอุดมคติ และเฟสควบแน่น (Condense Phase) เป็นเฟสบริสุทธ์ พลังงานรวมของกิบส์ของระบบ สามารถแสดงได้ดังสมการที่ 3.1

$$G = \sum_{\text{gas}} n_i (g_i^\circ + RT \ln P_i) + \sum_{\text{condensed}} n_i g_i^\circ + \sum_{\text{solution}} n_i (g_i^\circ + RT \ln x_i + RT \ln \gamma_i) \quad (3.1)$$

เมื่อ G คือ พลังงานกิบส์รวมของระบบ, g_i° คือ โมลาร์มาตรฐานของพลังงานกิบส์ของสาร i ที่ค่าความดันและอุณหภูมิ

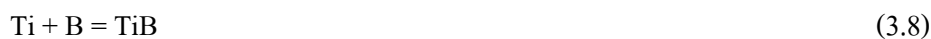
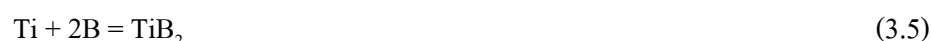
n_i คือ จำนวนโมลของสาร i , x_i คือ สัดส่วนโมลของสาร i และ γ_i คือ สัมประสิทธิ์แอกติวิตี้ของสาร i

ปฏิกิริยาเคมีโดยรวมของการวิจัยหลัก แสดงไว้ดังนี้



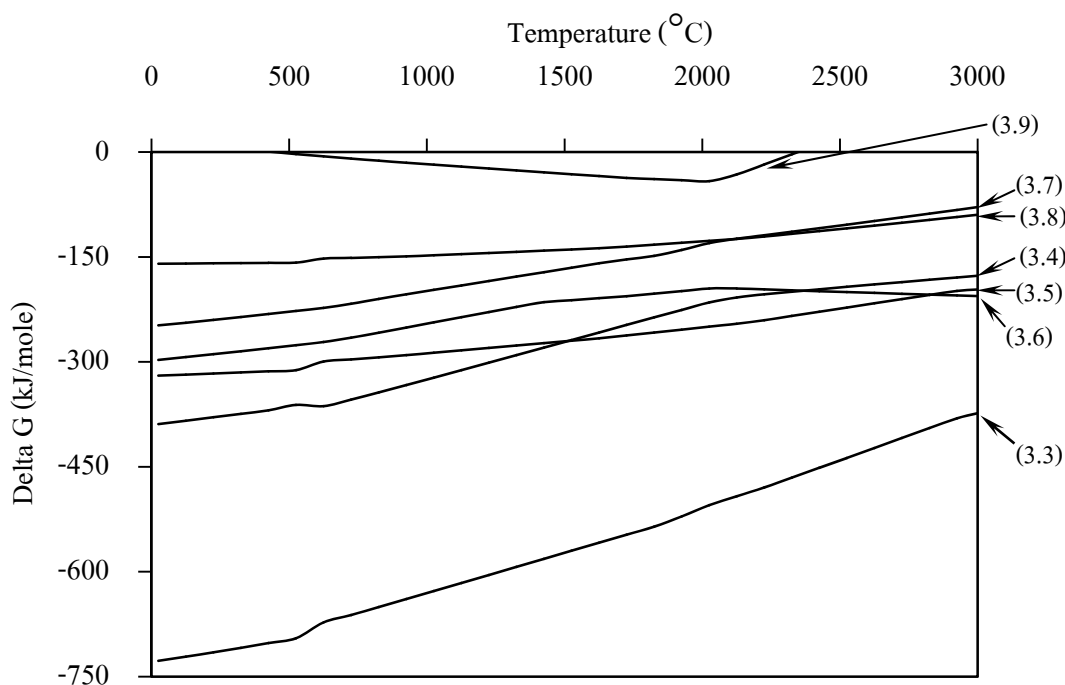
จากสมการปฏิกิริยาดังกล่าว สามารถคำนวณหาอุณหภูมิเอเดียบติกได้เท่ากับ 2053.9°C (Outokumpu HSC Chemistry[®] for Window, HSC 4.0) โดยหลักการ (สุธรรม 2009) ปฏิกิริยาจะสามารถเกิดขึ้นด้วยตัวเองเนื่องจากปฏิกิริยาคายความร้อน เมื่ออุณหภูมิเอเดียบติกของปฏิกิริยามากกว่า 1800°C ซึ่งจากการคำนวณ อุณหภูมิเอเดียบติกที่ได้มีค่าสูงกว่า 1800°C เพราะฉะนั้น มีความเป็นไปได้ในการอาศัยปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองเพื่อสังเคราะห์สารในระบบนี้

ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเอง TiO_2 , B_2O_3 , Al และ Metakaolin มีอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างกันเพื่อก่อรูปเป็นสารประกอบที่เป็นไปได้ ปฏิกิริยาในขั้นตอนระหว่างกลาง (Intermediate) โดยอาศัยพื้นฐานการคำนวณและคาดคะเนความเป็นไปได้ของปฏิกิริยาจากโปรแกรม HSC Chemistry[®] โดยสามารถแสดงได้ดังสมการที่ 3.3 ถึงสมการที่ 3.9



จากรูปที่ 3.1 ปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองเริ่มขึ้นที่อุณหภูมิหลอมเหลวของ Al (660°C) โดยที่ Al จะไปลดรูป (Reduced) B_2O_3 หลอมเหลวที่บริเวณแนวของการเผาไหม้ (Combustion Front) และก่อรูปเป็น Al_2O_3 และ B อิสระ ดังแสดงในสมการที่ 3.4 แต่โดยปกติ TiO_2 จะทำปฏิกิริยากับ Al หลัง SiO_2 แต่ถ้าหากในระบบมี B อิสระเจือปนอยู่ จะทำให้ปฏิกิริยาโดยรวมมี

พลังงานกิบส์ที่ต่ำลง ปฏิริยาการลดรูป TiO_2 ด้วย Al จึงเกิดขึ้นได้ในขณะเดียวกันกับที่มีการลดรูป B_2O_3 ซึ่งได้ผลิตภัณฑ์เป็น TiB_2 กับ Al_2O_3 ดังแสดงในสมการที่ 3.3 ดังนั้น Al จึงถูกใช้ไปในการลดรูปจนหมด จึงไม่สามารถทำปฏิกิริยากับ SiO_2 ได้ เพราะฉะนั้นปฏิกิริยาที่ 3.6 จึงไม่สามารถเกิดขึ้นได้ และสิ่งที่เหลืออยู่ในปฏิกิริยา คือ Al_2O_3 และความร้อนที่ปลดปล่อยออกมาจากปฏิกิริยาก่อนหน้า ความร้อนดังกล่าวนี้จะส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาระหว่าง Al_2O_3 กับ SiO_2 นำไปสู่การก่อรูปของมัลไลต์ ในสมการที่ 3.9 และสังเกตได้ว่าเฟสของ TiB_2 ในปฏิกิริยาที่ 3.5 มีความเสถียรมากกว่าเฟสของ TiB ในสมการที่ 3.8 เนื่องจากมีพลังงานกิบส์ในการก่อรูปที่ต่ำกว่า จึงมีความเป็นไปได้ในการก่อรูปได้มากกว่า

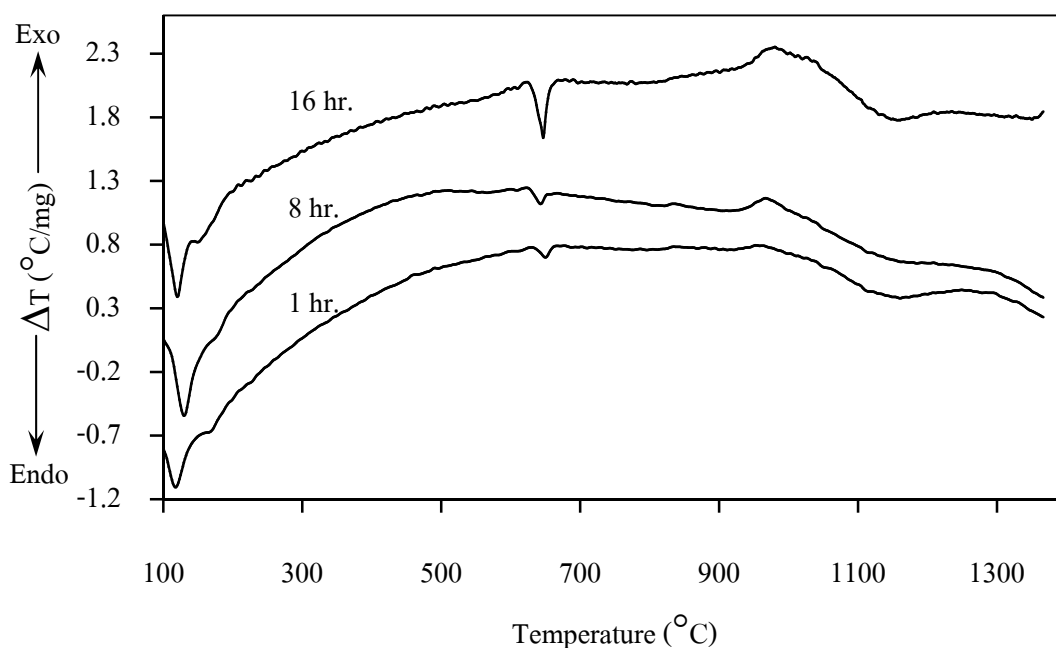


รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาทั้ง 7 ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 ถึง $3000^{\circ}C$ (พื้นฐานการคำนวณจากโปรแกรม HSC Chemistry[®])

จากข้อมูลที่วิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA (รูปที่ 3.2) พบว่าข้อมูลมีการเกิดปฏิกิริยาหลักๆ ดังนี้ ที่อุณหภูมิประมาณ $110^{\circ}C$ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาของการกำจัดน้ำ (Dehydration) ออกจากโครงสร้างของดินขาว หรือ Metakaolin จนในที่สุดเหลือเพียง $Al_2O_3+SiO_2$ อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิประมาณ $180^{\circ}C$ ที่อุณหภูมิประมาณ $660^{\circ}C$ ซึ่งเป็นช่วงของการดูดความร้อนเพื่อใช้ในการหลอมละลายโลหะอะลูมิเนียม ในระหว่างนั้นก็จะมีการคายความร้อนออกมาจำนวน

หนึ่ง ทำให้เกิดการลดรูปของ B_2O_3 และ TiO_2 เกิดเป็นเฟสของ TiB_2 และความร้อนส่วนที่เหลือที่มากกว่าจะถูกคายออกมาเพื่อก่อรูปเป็นมัลไลต์ (Mullitization) ที่อุณหภูมิประมาณ $980^\circ C$

สังเกตได้ว่า เมื่อเวลาของการบด Metakaolin เพิ่มขึ้น ทำให้อัตราของการกำจัดน้ำและการหลอมละลายของอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลให้การก่อรูปของมัลไลต์มีความสมบูรณ์และแท่งมัลไลต์ที่นิวเคลียส (Nucleated) ขึ้นในโครงสร้างมีขนาดใหญ่ขึ้นด้วย



รูปที่ 3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อน้ำหนัก ต่อการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารตั้งต้นในระบบ $TiO_2+B_2O_3+Al+Metakaolin$ (ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน)

3.2 ผลของความหนาแน่นของชิ้นงานหลังอัดต่อการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเอง

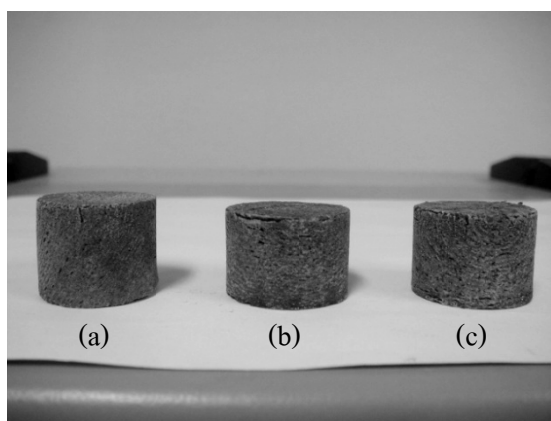
ผลของแรงอัดขึ้นรูปต่อค่าความหนาแน่นแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ผลของแรงอัดขึ้นรูปต่อค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

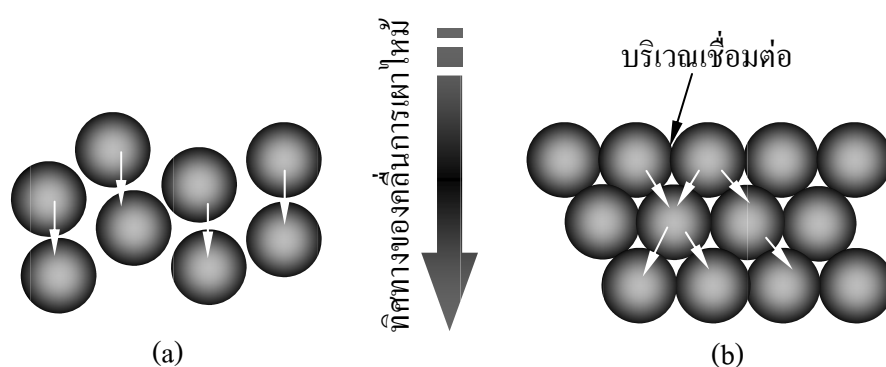
แรงอัด (kN)	ความหนาแน่นเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี (%)
Loose	ไม่มีข้อมูล
30	28.40
40	35.50
50	38.80

เนื่องจากความหนาแน่นในการอัดขึ้นรูป ของสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมเป็น ปัจจัยที่ส่งผลต่ออัตราการก้าวหน้าหรืออีกนัยหนึ่ง อาจกล่าวได้ว่าเป็นปัจจัยที่บ่งบอกถึงความสมบูรณ์ของการเผาไหม้ซึ่งนำไปสู่ผลิตภัณฑ์สุดท้าย

จากผลการทดลองในรูปที่ 3.3 ปรากฏว่า ชิ้นงานที่ไม่มีการอัดขึ้นรูป ไม่สามารถทำปฏิกิริยา การก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงได้เนื่องจากการที่อนุภาคนั้นเรียงตัวกันแบบสุ่มอย่างหลวม จึงมีบริเวณของการเชื่อมต่อกันของอนุภาคค่อนข้างน้อยและมีช่องว่าง จึงไม่เพียงพอสำหรับการส่ง ผ่านความร้อนไปยังบริเวณใกล้เคียงเมื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นภายหลังจากการจุดระเบิดดัง แสดงในรูปที่ 3.4 a



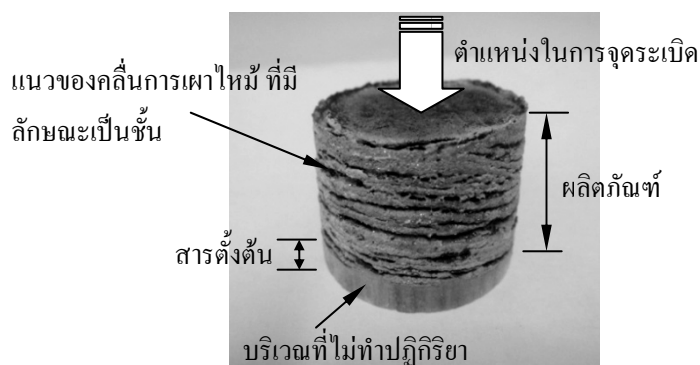
รูปที่ 3.3 ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่แปรค่าแรงอัด (a) 30 kN (b) 40 kN และ (c) 50 kN



รูปที่ 3.4 แบบจำลองการส่งผ่านคลื่นความร้อนของอนุภาคสารตั้งต้น (คัดแปลงจาก Yi and Moore 1990) (a) ไม่มีการอัดแน่น และ (b) ผ่านการอัดแน่น

เมื่อนำผงสารตั้งต้นไปอัดแน่นด้วยแรงอัดขนาดต่างๆ แล้วทำปฏิกิริยา พบว่าปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงสามารถเกิดขึ้นได้ ทุกๆ ขนาดของแรงอัด อันเนื่องมาจากอิทธิพลของบริเวณการเชื่อมต่อของอนุภาค (ดูรูปที่ 3.4 b)

ถึงแม้ว่า สารตั้งต้นที่ผ่านการอัดแน่น จะสามารถทำปฏิกิริยาได้ แต่เป็นที่น่าสังเกตว่า เมื่อใช้แรงอัดเท่ากับ 25 kN (รูปที่ 3.5) จะต้องทำปฏิกิริยาถึงสองครั้ง (ครั้งที่หนึ่งเปรียบเสมือนการอุ่นสาร) นั่นหมายถึง การอัดแน่นหรือความใกล้ชิดกันของขนาดอนุภาคยังมีค่าน้อยอยู่ หรือในบางครั้งเกิดการเผาไหม้แต่ไม่สมบูรณ์ คือ คลื่นความร้อนที่ถูกส่งผ่านลงมาหยุดลง ณ ตำแหน่งใดตำแหน่งหนึ่ง เนื่องจากเมื่อเกิดความร้อนขึ้น จะมีการปลดปล่อยความดันที่กักอยู่ในชิ้นงานออกมา ทำให้เกิดการแยกในลักษณะที่เป็นชั้นๆ อย่างรวดเร็ว ซึ่งในระหว่างนี้ ความร้อนก็จะสูญเสียออกไปก่อนที่จะก้าวหน้าต่อไปทั้งชิ้นงานอย่างสมบูรณ์ สังเกตได้ในรูปที่ 3.3 a ชิ้นงานมีการขยายตัวสูงขึ้น

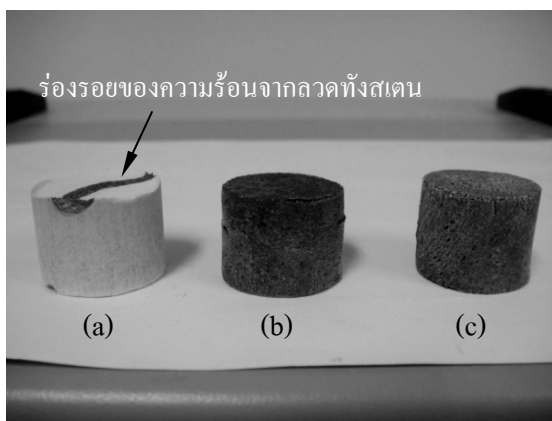


รูปที่ 3.5 ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS แสดงบริเวณที่ไม่เกิดการเผาไหม้หรือไม่เกิดปฏิกิริยาเมื่อใช้แรงอัดเท่ากับ 25 kN

3.3 ผลของความดันของแก๊สอาร์กอนภายในเตาปฏิกรณ์ SHS ต่อการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเอง

ลักษณะชิ้นงานหลังจากการเผาไหม้แสดงดังรูปที่ 3.6 เมื่อสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอนที่ความดัน 0.0 MPa พบว่า ไม่เกิดการเผาไหม้ ชิ้นงานยังคงสภาพเดิม เมื่อเพิ่มความดันเท่ากับ 0.3 MPa เกิดปรากฏการณ์เช่นเดียวกันกับการใช้แรงอัดที่ 25 kN คือเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ ต้องทำการจุดระเบิดมากกว่าหนึ่งครั้ง และเมื่อเพิ่มความดันเป็น 0.5 MPa (ค่าความดันสูงสุดที่เตาปฏิกรณ์สามารถบรรจุ) เกิดการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ในการจุดระเบิดเพียงครั้งเดียว

เมื่อจุดระเบิดและเกิดปฏิกิริยาขึ้น พลังงานความร้อนที่คายออกมาทำให้สารตั้งต้นเริ่มหลอมละลาย และเกิดการก้าวหน้าของแนวคลื่นความร้อน ซึ่งความดันของแก๊สที่เพิ่มขึ้น จะช่วยเพิ่มแรงกดดันให้เฟสที่เป็นของเหลวนำความร้อนที่คายออกไปใช้ในการเผาไหม้ชิ้นงานได้อย่างทั่วถึงทุกบริเวณ



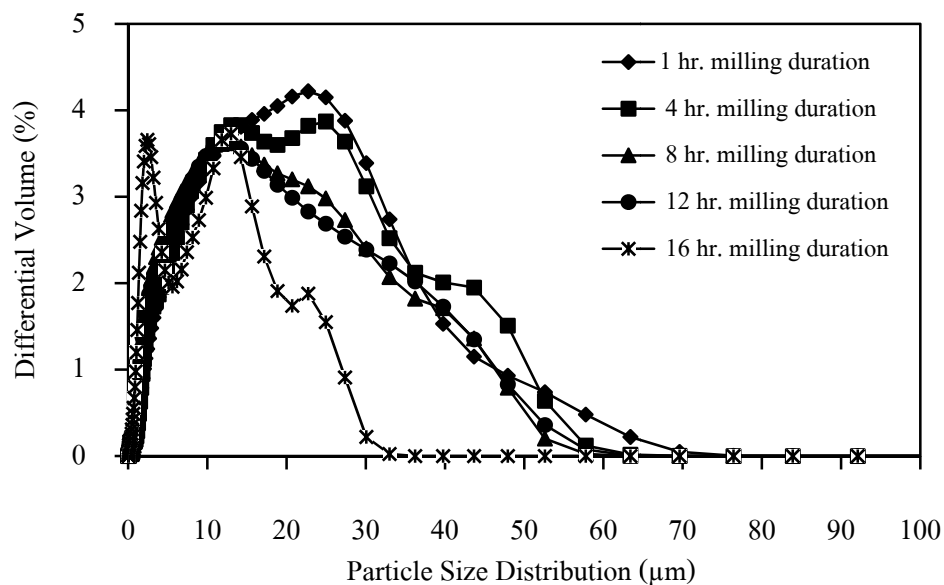
รูปที่ 3.6 ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่แปรค่าแรงดันของแก๊สอาร์กอน (a) 0.0 MPa (b) 0.3 MPa และ (c) 0.5 MPa

3.4 ผลของขนาดอนุภาคของ Metakaolin

ขนาดอนุภาคของ Metakaolin และลักษณะการกระจายของขนาดอนุภาคตามเวลาในการบดที่ต่างกันแสดงในตารางที่ 3.2 และรูปที่ 3.7 ตามลำดับ

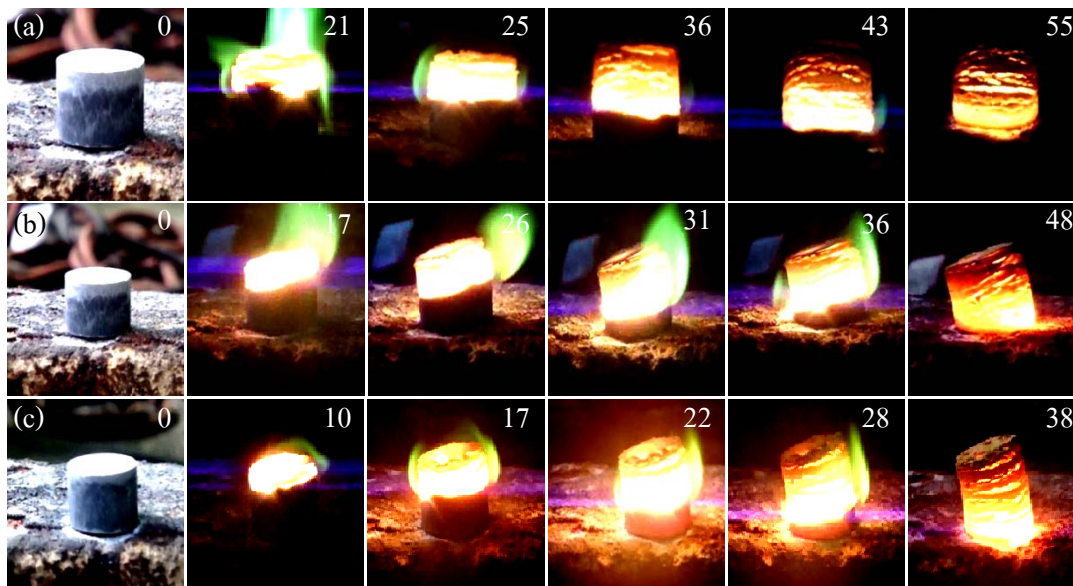
ตารางที่ 3.2 ผลของเวลาในการบดลดขนาด ต่อขนาดอนุภาคของ Metakaolin

เวลาของการบด (ชั่วโมง)	ปริมาตร (ร้อยละ)	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (μm)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
1	100	12.52	15.84
4	100	12.56	15.69
8	100	11.42	13.46
12	100	11.75	13.37
16	100	6.88	7.43



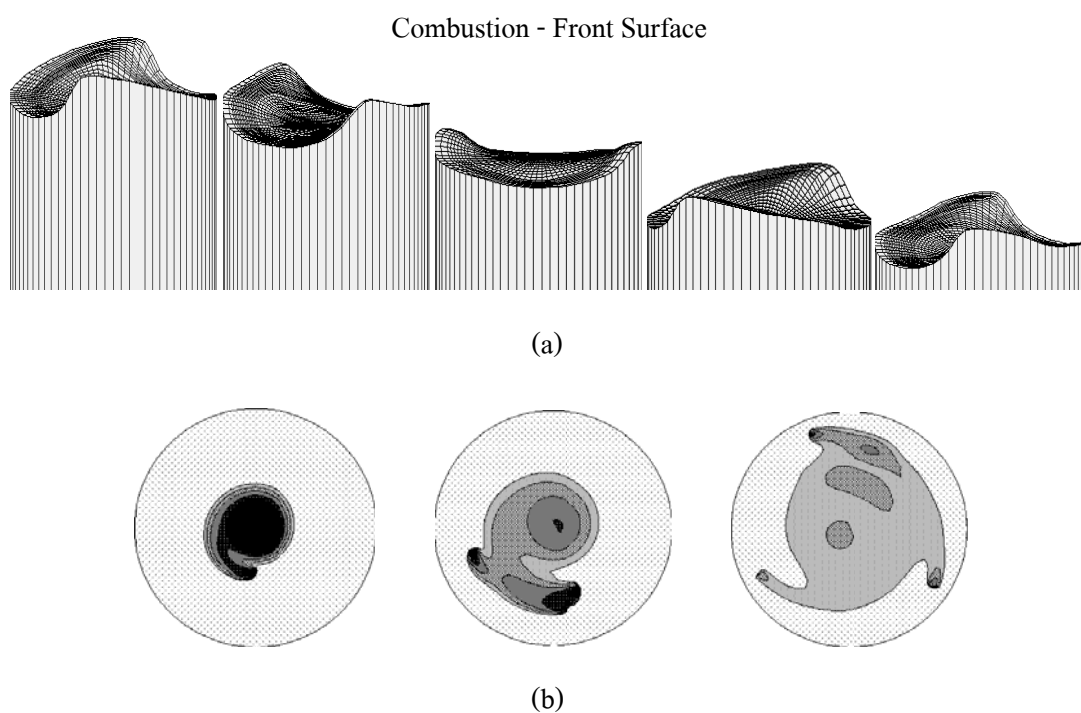
รูปที่ 3.7 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาด และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค กับเวลาในการบดของ Metakaolin

3.4.1 ผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

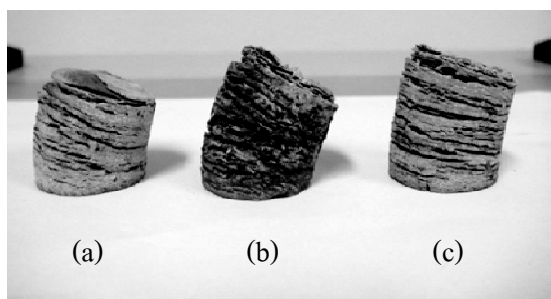


รูปที่ 3.8 ภาพถ่าย ชีงงานขณะทำปฏิกิริยา SHS ระหว่างสารตั้งต้นในระบบ $\text{TiO}_2 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Al} + \text{Metakaolin}$ (ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 8 ชั่วโมง และ (c) 16 ชั่วโมง

รูปที่ 3.8 แสดงภาพถ่ายชิ้นงานตั้งแต่เริ่มทำปฏิกิริยาจนสิ้นสุดการทำปฏิกิริยา สังเกตเห็นได้ว่า ลักษณะของการก้าวหน้าด้วยตัวเองจะอยู่ในรูปแบบของการเคลื่อนที่แบบหมุนเหวี่ยง (Spinning) ดังแสดงไว้ในแบบจำลองในรูปที่ 3.9

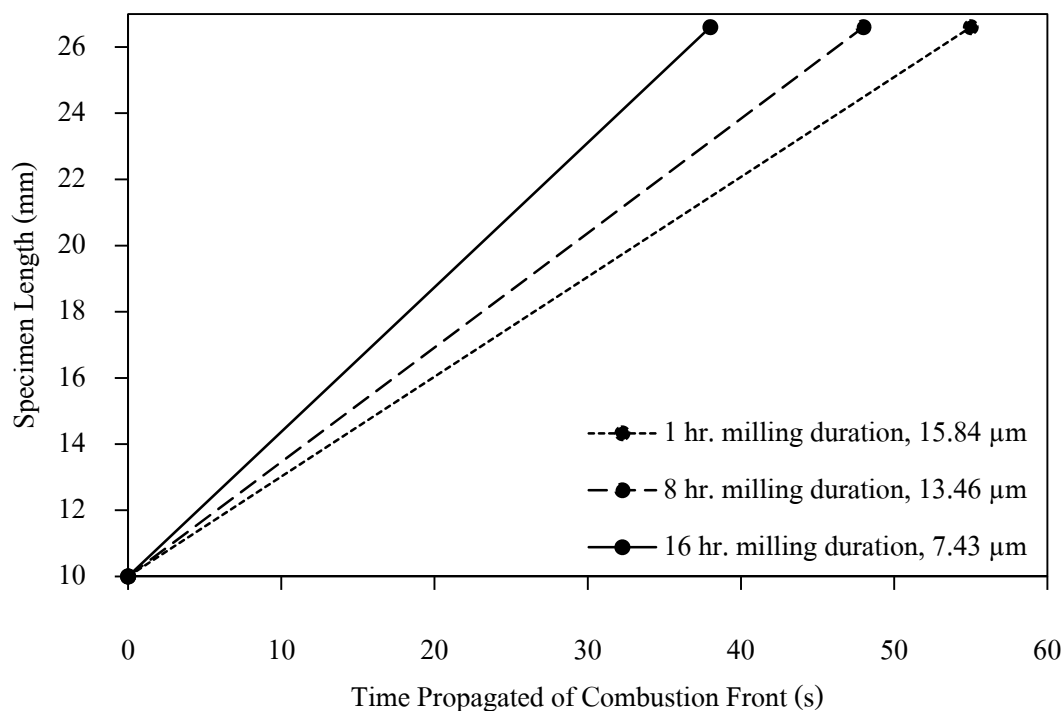


รูปที่ 3.9 ลักษณะจำลองการเคลื่อนที่ของคลื่นของการเผาไหม้ที่ก้าวหน้าด้วยตัวเอง (a) แบบ Spinning Wave และ (b) ลักษณะของการกระจายความร้อนออกจากจุดศูนย์กลางของการจุดระเบิด (Ivleva and Merzhanov 2000)



รูปที่ 3.10 ชิ้นงานหลังทำปฏิกิริยา SHS ที่ผ่านการอัดด้วยแรงอัดขนาด 50 kN (a) Metakaolin บด 1 ชั่วโมง (b) Metakaolin บด 8 ชั่วโมง และ (c) Metakaolin บด 16 ชั่วโมง

รูปที่ 3.10 แสดงชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยแรงอัดขนาด 50 kN ภายหลังจากการทำปฏิกิริยา พบว่า เมื่อขนาดอนุภาคของ Metakaolin ลดลง จะทำให้ชิ้นงานมีการขยายตัวออกและแยกเป็นโครงสร้างมีลักษณะเป็นชั้นที่มีความพรุนตัวสูงขึ้น เนื่องจากความดันที่เกิดขึ้นภายในชิ้นงานถูกขับออกมาพร้อมกับอัตราการคายความร้อนที่สูงขึ้น



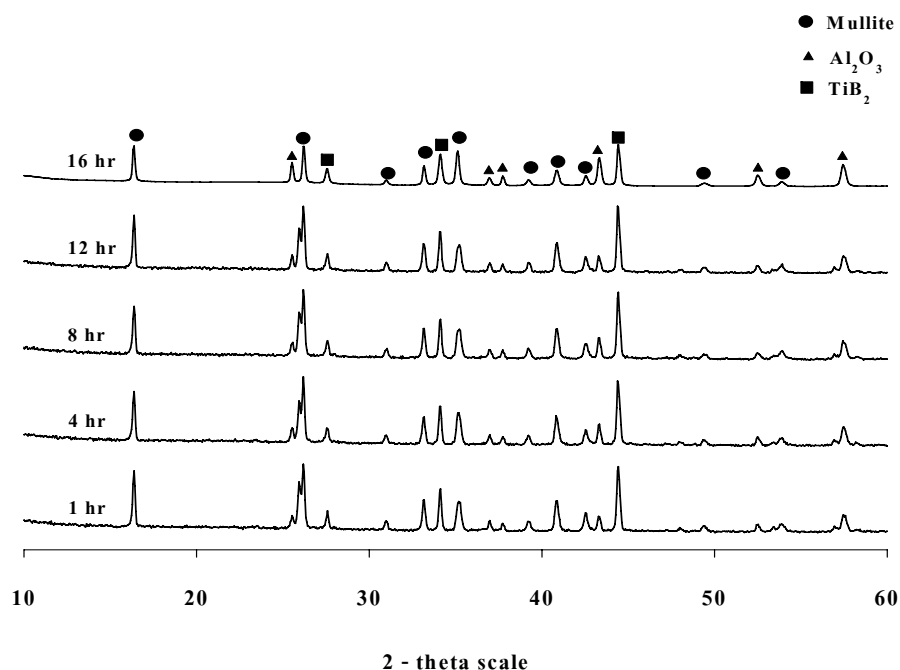
รูปที่ 3.11 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเคลื่อนที่ของคลื่นการเผาไหม้ด้วยตัวเอง กับระยะของการเคลื่อนที่ผ่านชิ้นงาน

รูปที่ 3.11 แสดงอัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเองซึ่งจะเพิ่มขึ้น (0.52 mm/s 0.59 mm/s และ 0.79 mm/s) (ดูข้อมูลในภาคผนวก ง) เมื่ออนุภาคของ Metakaolin มีขนาดเล็กลง คือ 15.84 μm 13.46 μm และ 7.43 μm ตามลำดับของเวลาในการบดที่เพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคที่เล็กลงทำให้มีการสร้างพื้นที่ในการทำปฏิกิริยา หรือพื้นที่บกพร่อง (Defect Size) ที่เป็นจุดกำเนิดของการนิวเคลียชันเพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลให้พลังงานพื้นผิว (Surface Energy) สูงขึ้น พลังงานกิ๊บส์และอุณหภูมิเอดิชเบติกลดต่ำลง พลังงานกระตุ้น (Activation Energy) ในการเกิดกลไกการแพร่ผ่านชั้นของแนวปฏิกิริยาสูงขึ้น และช่องว่างระหว่างอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะช่วยป้องกันการสูญเสียหรือกระจาย (Dissipation) ความร้อนไประหว่างเกิดปฏิกิริยา จึงสามารถกักเก็บความร้อนไว้สำหรับการทำ

ปฏิกิริยา ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงทำให้อัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเองเพิ่มขึ้น (Medda et al. 2003 และ Liu et al. 2007) ซึ่งสอดคล้องกับรายงานของ Kong และคณะ (2009) ที่กล่าวว่า เมื่อขนาดของอนุภาคของสารผสมมีขนาดเล็กลง ความว่องไวของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก เฟสของ $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$ (Mullite) มีการผสมเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น เนื่องจากความหนืดของเฟสของเหลว SiO_2 (SiO_2 -Rich Liquid Phase) ที่บริเวณแนวของปฏิกิริยาลดลง ทำให้ความหนาแน่นของการนิเวศลิเธียมของสารใหม่และกลไกของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น

3.4.2 ผลต่อการก่อรูปของเฟส

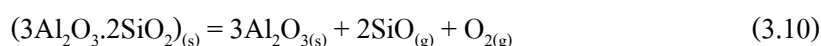
ข้อมูลจาก XRD ในรูปที่ 3.12 แสดงให้เห็นการก่อรูปของสารผลิตภัณฑ์ประกอบด้วยเฟสของ มัลไลต์ ไทเทเนียมไดโบไรด์ และอะลูมินา ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่สามารถคำนวณเชิงกึ่งปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.3 พบว่า เฟสของไทเทเนียมไดโบไรด์ที่ก่อรูปขึ้น มีปริมาณที่ใกล้เคียงกัน ไม่ได้เปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการบด Metakaolin มากนัก เนื่องจากไทเทเนียมไดโบไรด์เป็นสารประกอบที่ค่อนข้างมีเสถียรภาพทางอุณหพลศาสตร์ ดังนั้นเมื่อมีการทำปฏิกิริยากันระหว่างโบรอนกับไทเทเนียมแล้ว การทำปฏิกิริยาใดๆ ที่อุณหภูมิสูงอีกมีน้อยมาก



ที่ 3.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{TiO}_2 + \text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Metakaolin}$ (ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน)

ลักษณะแนวโน้มนำโดยรวมแล้ว สิ่งที่เปลี่ยนแปลงไปก็คือ เฟสของมัลไลต์ กับ อะลูมินา จากตารางที่ 3.3 พบว่า เมื่อเวลาในการบดของ Metakaolin เพิ่มขึ้น ทำให้เฟสของมัลไลต์มี ปริมาณลดลง และอะลูมินามีปริมาณเพิ่มขึ้น (ที่เวลาในการบดเพิ่มจาก 1 ถึง 16 ชั่วโมง)

เนื่องจากเมื่อ Metakaolin มีขนาดเกรนที่เล็กลง พื้นผิวสัมผัส (Contact Surface) ระหว่าง Al กับ B₂O₃ จะเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มีบริเวณทำปฏิกิริยา (Reaction Site) และอุณหภูมิของการ ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้เกิดการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของมัลไลต์ มัลไลต์มีความเสถียรที่ อุณหภูมิต่ำกว่า 2027°C (Zaki 2009) และเมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาสูงขึ้นกว่านี้ พันธะระหว่างไอออนของอะลูมิเนียมและออกซิเจนที่ยึดเหนี่ยวกับไอออนอื่นๆ จะอ่อนแอลง นำไปสู่การแยกตัว ออก (Segregated) ของอะลูมินาออกจากโครงสร้างของมัลไลต์ร่วมกับการก่อรูปของซิลิกาหลอม เหลว (Fielitz et al. 2008) และระเหย (Evaporated) ไปอยู่ในเฟสของแก๊สซิลิกอนมอนออกไซด์ (SiO) ดังสมการที่ 3.10 (Zaki 2009)



เมื่อซิลิการะเหยออกไป ทำให้ปริมาณของซิลิกามีไม่เพียงพอสำหรับทำปฏิกิริยากับอะลูมินา ดังนั้น เฟสของมัลไลต์จึงมีปริมาณลดลง และมีปริมาณของอะลูมินาส่วนเกิน (Exceed-Alumina) เพิ่มขึ้น

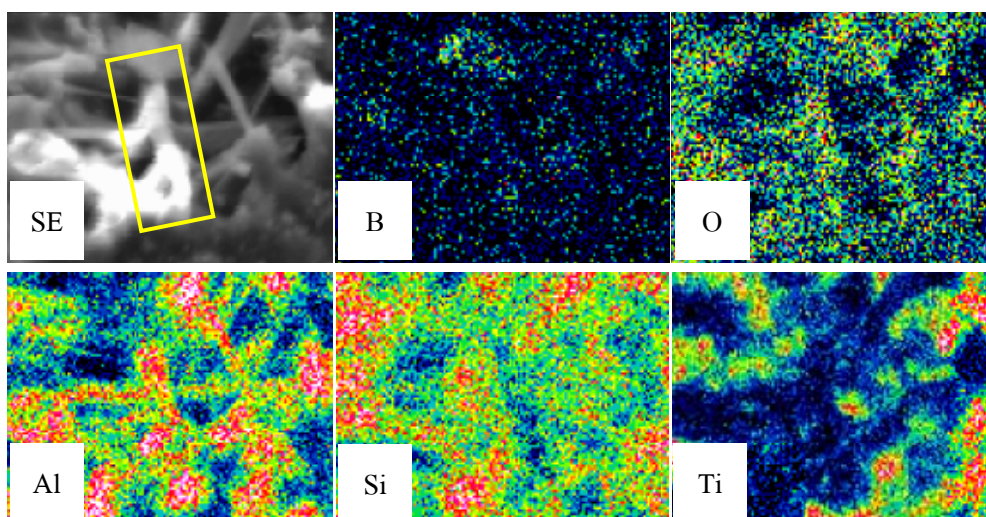
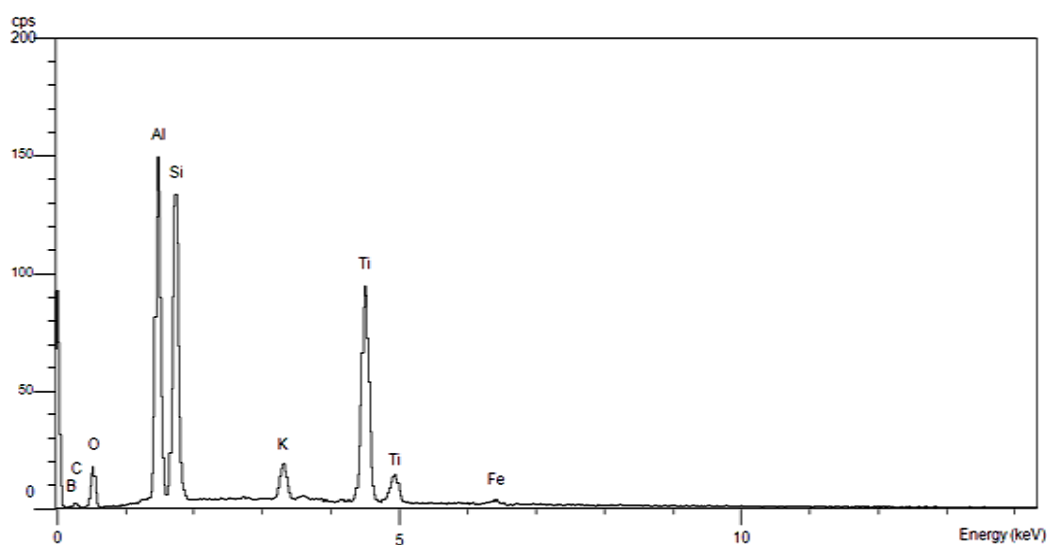
ปริมาณของมัลไลต์ที่เพิ่มขึ้น และปริมาณของอะลูมินาที่ลดลง ยังอาจมีสาเหตุมาจากการที่อนุภาคของ Metakaolin เกิดการรวมตัว (Agglomerated) กันอีกครั้ง ซึ่งทำให้พันธะระหว่างซิลิกากับอะลูมินามีความแข็งแรงขึ้น ส่งผลให้อัตราการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของมัลไลต์น้อยลง

ตารางที่ 3.3 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกิ่งปริมาณ ที่เวลาการบด Metakaolin ต่างกัน

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
	มัลไลต์	ไทเทเนียมไดออกไซด์	อะลูมินา
1	36.26	40.63	23.11
4	36.14	36.46	27.40
8	31.76	38.74	29.50
12	35.78	40.92	23.30
16	30.29	35.47	34.24

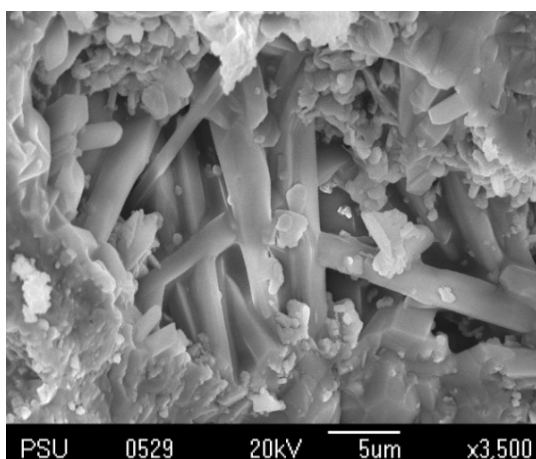
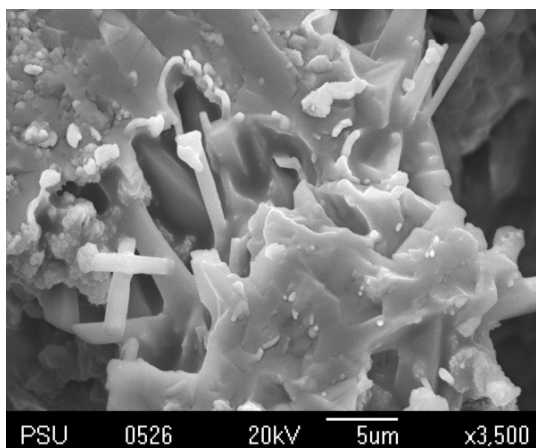
3.4.3 ผลต่อพัฒนาการของโครงสร้างจุลภาค

โดยทั่วไป มัลไลต์จะลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) คล้ายแท่ง หรือ คล้ายเข็ม (Stick or Needle like) ดังแสดงในรูปที่ 3.13 พบว่าลักษณะแท่งในกรอบสี่เหลี่ยม ประกอบไปด้วยธาตุอะลูมิเนียม (Al) มากที่สุด (สีเข้มที่สุด) รองลงมาคือ ซิลิกอน (Si) และสุดท้ายคือ ออกซิเจน (O) ซึ่งเป็นไปตามกับสูตรโครงสร้างของมัลไลต์ ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)

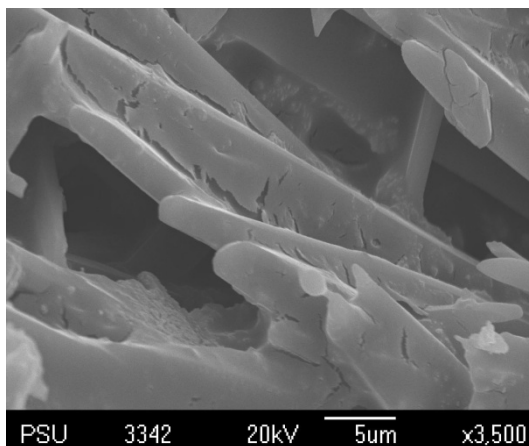
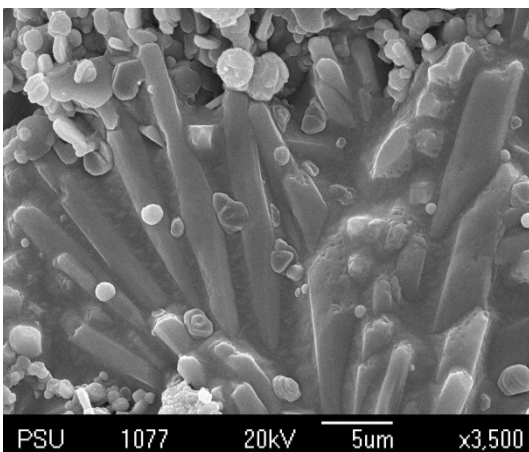
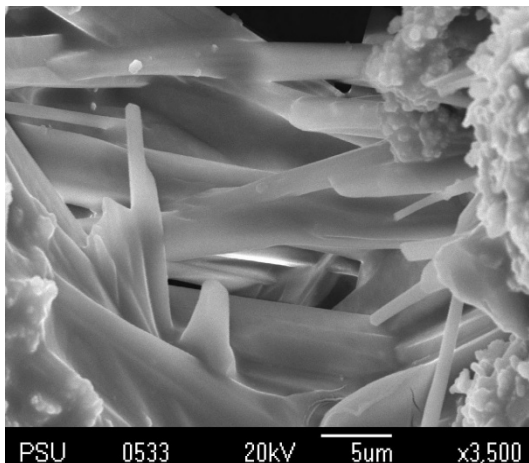


รูปที่ 3.13 การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS (บน) แสดงปริมาณของธาตุ และ (ล่าง) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ: บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

รูปที่ 3.14 แสดงให้เห็นผลของเวลาในการบดของ Metakaolin ต่อโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยา การก้าวหน้าด้วยตัวเอง จากการพิสูจน์ทราบเฟสที่เกิดขึ้นในหัวข้อที่ผ่านมาพบว่า มัลไลต์มีปริมาณโดยน้ำหนักที่มากที่สุด ดังนั้นมัลไลต์จึงจัดได้ว่าเป็นเนื้อพื้นหรือเฟสหลัก (Matrix) โดยมีเฟสของอะลูมินาครอบคลุม (Cover) โครงสร้างของมัลไลต์ไว้ และมีเฟสของไทเทเนียมไดบอไรด์ที่มีลักษณะเป็นหกเหลี่ยม (Hexagonal) ขนาดเล็กๆ กระจายอยู่ในเนื้อพื้นนั้น (ดูรูปที่ 3.14 d) เมื่อเวลาในการบด Metakaolin เพิ่มขึ้น (ขนาดอนุภาคลดลง) ทำให้เฟสมัลไลต์ที่เกิดขึ้นมีขนาดโตขึ้น รวมถึงการหลอมละลายของเฟสที่ครอบคลุมมัลไลต์ที่เพิ่มขึ้น และเนื่องจากขนาดของ Metakaolin ที่เล็กลง ทำให้มีพื้นที่ผิวหรือบริเวณในการทำปฏิกิริยาระหว่างอะลูมินากับซิลิกาเพิ่มขึ้น หรืออีกนัยหนึ่งก็คือ มีเวลาที่ใช้ในการโตของเกรนนานขึ้น



รูปที่ 3.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{TiO}_2 + \text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Metakaolin}$ (ที่เวลาการบดต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 4 ชั่วโมง (c) 8 ชั่วโมง (d) 12 ชั่วโมง และ (e) 16 ชั่วโมง

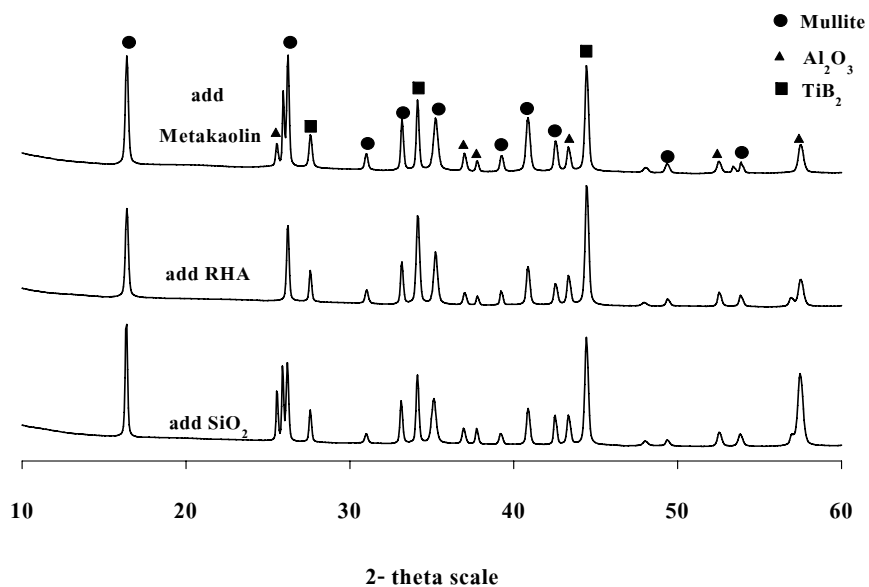


รูปที่ 3.14 (ต่อ)

3.5 ผลของสารตั้งต้นที่ต่างกันต่อการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์

จากรูปที่ 3.15 และตารางที่ 3.4 เป็นการเปรียบเทียบการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดบอไรด์ - มัลไลต์ โดยการใช้สารตั้งต้นในระบบที่ต่างกัน เมื่อสารตั้งต้นมีองค์ประกอบของ Metakaolin พบว่าวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณของมัลไลต์และไทเทเนียมไดบอไรด์ต่ำที่สุด และมีปริมาณของอะลูมินาสูงที่สุด เนื่องจากภายในโครงสร้างของ Metakaolin มีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบอยู่แล้ว ดังนั้นเมื่อมีการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง อะลูมินาเหล่านั้นจึงอาจจะแยกตัวออก (Segregated) จากโครงสร้างของ Metakaolin และเหตุผลอีกประเด็นคือ ในระบบสารตั้งต้นมีอะลูมิเนียมผสมอยู่ จึงมีส่วนที่อะลูมิเนียมไปทำปฏิกิริยากับออกซิเจน และก่อรูปเป็นอะลูมินาอิสระ เมื่ออะลูมินามีปริมาณเพิ่มขึ้นจึงส่งผลให้มัลไลต์มีปริมาณลดลง เนื่องจากมีอะลูมินาเหลืออยู่ในระบบที่จะทำปฏิกิริยาได้ไม่เพียงพอ ส่วนไทเทเนียมไดบอไรด์ที่ก่อรูปขึ้นน้อยเช่นกันในกรณีนี้ อาจมีสาเหตุมาจากการที่ระบบที่เดิม Metakaolin มีอัตราการคายความร้อนที่ต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับอีกสองระบบ เพราะฉะนั้น อัตราการลดรูปโบรอนออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์โดยอะลูมิเนียมเพื่อก่อรูปเป็นไทเทเนียมไดบอไรด์จึงน้อยลงด้วย

สำหรับระบบที่เดิมด้วยซิลิกาและ RHA พบว่าเฟสที่ก่อรูปขึ้นมีสัดส่วนที่ค่อนข้างใกล้เคียงกัน กรณีที่เดิมซิลิกา เฟสของมัลไลต์มีการก่อรูปขึ้นมากกว่า อาจเนื่องมาจากซิลิกาเป็นสารที่บริสุทธิ์กว่า RHA ดังนั้นการเข้าทำปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นจึงมีความเป็นไปได้ที่สูงและเร็วกว่า และอาจมีสาเหตุมาจากลักษณะเฉพาะของ RHA คือ มีลักษณะที่เปราะและมีความแข็งน้อยมาก เมื่อผ่านการบดผสมที่ระยะเวลาหนึ่ง จึงเปลี่ยนสภาพเป็นผงที่ค่อนข้างละเอียดมากกว่าซิลิกาที่เริ่มต้นมีความแข็งและมีขนาดใหญ่กว่า ด้วยเหตุนี้ เมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง ทำให้เฟสต่างๆ เกิดการสลายตัวเนื่องจากความร้อนได้ง่ายกว่าระบบที่เดิมซิลิกา



ที่ 3.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{TiO}_2 + \text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + (\text{SiO}_2, \text{RHA}, \text{Metakaolin})$

ตารางที่ 3.4 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ ที่มีระบบของสารตั้งต้นต่างกัน

ระบบของสารตั้งต้น	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
	มัลไลต์	ไทเทเนียมไดโบไรด์	อะลูมินา
$\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$	33.19	41.02	25.79
$\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{RHA}$	31.37	44.26	24.37
$\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Metakaolin}$	30.29	35.47	34.34

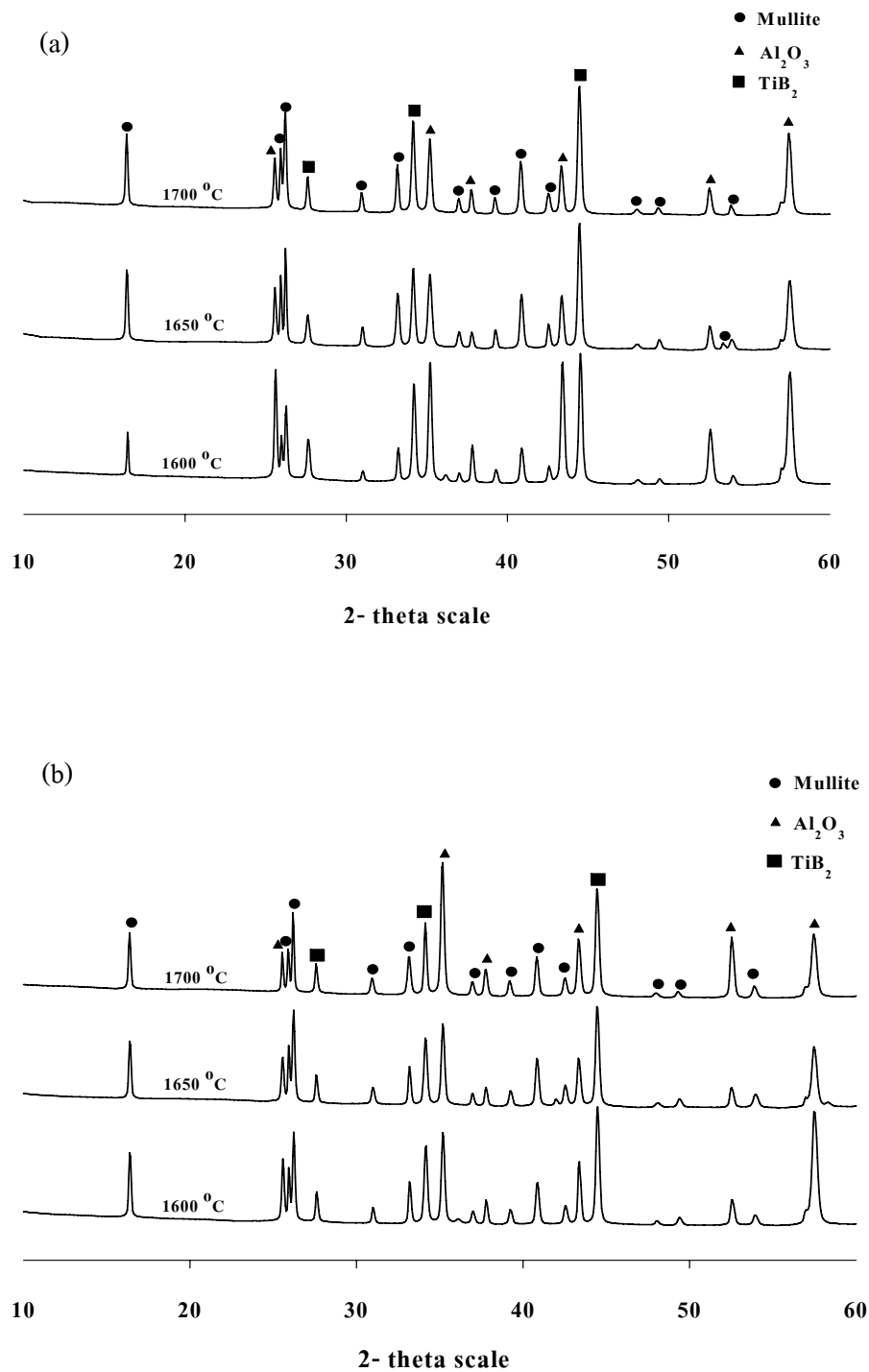
3.6 ผลของอุณหภูมิการอบผนึกต่อการก่อรูปของเฟสและการเปลี่ยนแปลงของวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 3.16 และตารางที่ 3.5 พบว่ามีการก่อรูปของเฟสของ มัลไลต์ ไทเนียมไดโบไรด์ และอะลูมินา โดยที่เฟสของไทเทเนียมไดโบไรด์มีความเสถียรในสัดส่วนที่ก่อรูปขึ้น ความเปลี่ยนแปลงของเฟสจึงถูกเน้นไปที่เฟสของมัลไลต์กับอะลูมินา โดยพบว่า เมื่อนำชิ้นงานไปอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ กัน จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของการก่อรูปของเฟสดังนี้คือ ที่เวลาการของการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง เฟสของมัลไลต์จะมีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการอบผนึกเพิ่มขึ้น ส่วนอะลูมินาจะลดลงเป็นสัดส่วนกับมัลไลต์ตามลำดับ แต่เมื่อเวลาการของการอบ Metakaolin เพิ่มขึ้นเป็น 8 และ 16 ชั่วโมง พบว่าเฟสของมัลไลต์มีปริมาณลดลง และอะลูมินามีปริมาณเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิการอบผนึกเพิ่มขึ้น

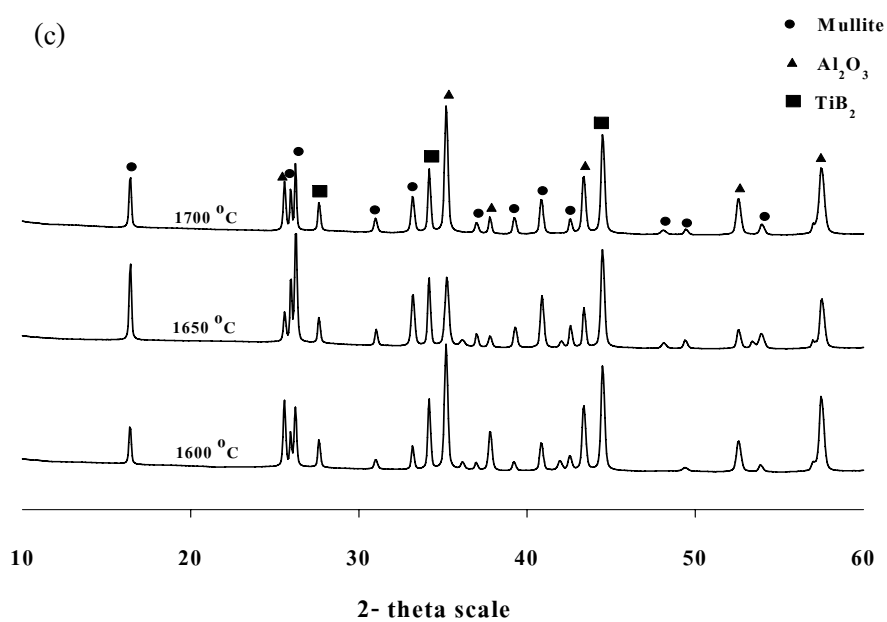
อุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นในเงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง ส่งผลทำอะลูมินามีการละลายในซิลิกาหลอมเหลวคล้ายแก้ว (Glass Silica) ที่ทำหน้าที่คล้ายอ่างหลอม (Sink) ที่เป็นองค์ประกอบภายในมัลไลต์ได้มากขึ้น จึงส่งผลให้ปริมาณของมัลไลต์มีค่าเพิ่มขึ้น และปริมาณของอะลูมินาลดลง แต่เมื่อเวลาการอบ Metakaolin เพิ่มขึ้นเป็น 8 และ 16 ชั่วโมง มัลไลต์กลับมีปริมาณลดลง และอะลูมินามีปริมาณเพิ่มขึ้นตามลำดับ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงดังกล่าว ซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในมัลไลต์นี้ จะเกิดการสลายตัวเนื่องจากความร้อนกลายเป็นแก๊สมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากมัลไลต์ที่ได้จากการอบ Metakaolin 8 และ 16 ชั่วโมง มีการก่อรูปขึ้นอย่างรวดเร็ว (ดูรูปที่ 3.11 ประกอบ) จึงส่งผลให้โครงสร้างของมัลไลต์ดังกล่าวยังไม่สมบูรณ์ จึงมีโอกาที่จะสลายตัวได้ง่าย

Schneider และคณะ (2005) ได้รายงานไว้และเชื่อว่า ในกรณีที่สารตั้งต้นมีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบ เมื่ออุณหภูมิของกระบวนการสูงขึ้น ทำให้อัตราการนิวคลีเอชันของอะลูมินาเพิ่มขึ้น เนื่องจากอะลูมินาที่พรีซิพิเตต (Precipitate) ที่อุณหภูมิสูงจะประพุดิตัวเสมือนอ่างหลอมละลายอะลูมิเนียมที่เป็นองค์ประกอบจากมัลไลต์ได้มากขึ้น

ปริมาณของมัลไลต์ที่เพิ่มขึ้น และปริมาณของอะลูมินาที่ลดลงในเงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 16 ชั่วโมงและอบผนึกด้วยอุณหภูมิ 1650°C อาจมีสาเหตุมาจากการที่อุณหภูมิของ Metakaolin เกิดการรวมตัว (Agglomerated) กันอีกครั้ง ซึ่งทำให้พันธะระหว่างซิลิกากับอะลูมินามีความแข็งแรงขึ้น ส่งผลให้อัตราการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของมัลไลต์น้อยลง



รูปที่ 3.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานตัวอย่างหลังการอบนึ่งด้วยอุณหภูมิที่ต่างกัน ที่เวลาการอบของ Metakaolin (a) 1 ชั่วโมง (b) 8 ชั่วโมง และ (c) 16 ชั่วโมง



รูปที่ 3.16 (ต่อ)

ตารางที่ 3.5 ปริมาณเฟสของวัสดุเชิงประกอบจากการคำนวณเชิงกิ่งปริมาณหลังการอบผืนึก

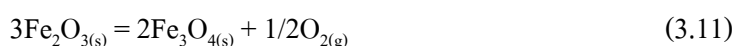
เวลาการอบ Metakaolin (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ การอบผืนึก (°C)	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
		มัลไลต์	ไทเทเนียมไดโบไรด์	อะลูมินา
1	1600	15.50	38.21	46.29
	1650	24.61	43.06	32.33
	1700	26.71	45.11	28.18
8	1600	28.76	38.61	32.63
	1650	27.57	39.52	32.91
	1700	20.26	36.96	42.78
16	1600	16.94	36.29	46.77
	1650	35.57	36.37	28.06
	1700	19.23	35.62	45.15

3.7 ผลการทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการอบผนึก

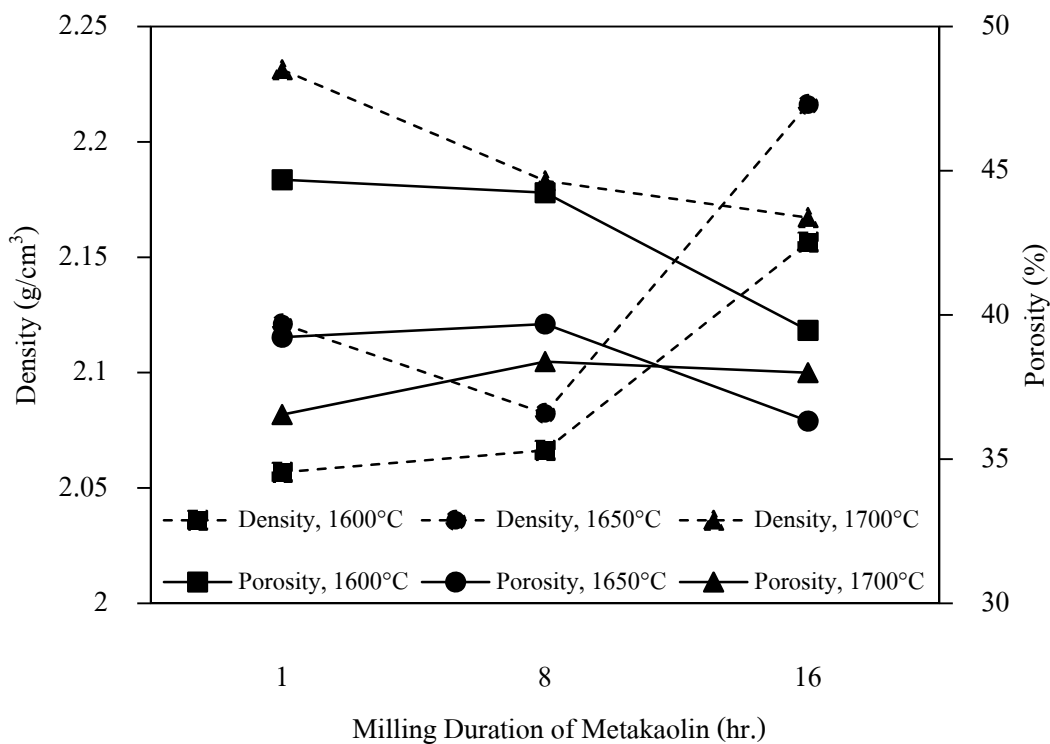
3.7.1 ผลการทดสอบความหนาแน่นและปริมาณของรูพรุน

จากรูปที่ 3.17 ค่าความหนาแน่นลดลงและปริมาณของรูพรุนเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิการอบผนึก 1700°C และเวลาของการอบ Metakaolin ที่ 16 ชั่วโมงตามลำดับ สาเหตุอาจมาจากการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของออกไซด์ต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในดินขาวและมัลไลต์ที่เพิ่มขึ้น อาทิเช่น ซิลิกา (SiO₂) โพแทสเซียมออกไซด์ (K₂O) และ เหล็กออกไซด์ (Fe₂O₃) ในกรณีแรกคือ ซิลิกาสามารถระเหิดไปอยู่ในเฟสของแก้วซิลิกอนมอนออกไซด์ได้ที่อุณหภูมิเหนือ 1600°C ซึ่งในการสลายตัวนี้ จะมีการผลิตออกซิเจนออกมาในจำนวนหนึ่ง ออกซิเจนเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นตัวกำเนิดรูพรุน และที่เวลาการอบ 16 ชั่วโมง มีปริมาณของซิลิกาที่น้อย (โดยนัยแล้วคือมีมัลไลต์น้อย) ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซิลิกาจำนวนนี้จึงมีโอกาที่จะสลายตัวและหมดไปเร็วกว่า จึงส่งผลให้รูพรุนเพิ่มปริมาณขึ้นและทำให้ค่าความหนาแน่นลดลง

กรณีที่สองคือผลของ K₂O และ Fe₂O₃ โดยจากรายงานการวิจัยของ Chen และคณะ (2000) ได้อธิบายว่า ที่อุณหภูมิ 985°C K₂O มีการก่อรูปเป็นเฟสของเหลวและทำให้วัสดุเกิดการแน่นตัวในช่วงแรกด้วยกลไก Viscous Flow แต่เมื่ออุณหภูมิอบผนึกสูงขึ้นมากกว่า 1500°C ความหนาแน่นจะลดลงเนื่องจาก Fe₂O₃ จะเปลี่ยนเฟสไปเป็น Fe₃O₄ และผลิต O₂ ออกมา ซึ่งทำให้เกิดรูพรุน และทำให้ความหนาแน่นลดลง ดังแสดงในสมการที่ 3.11



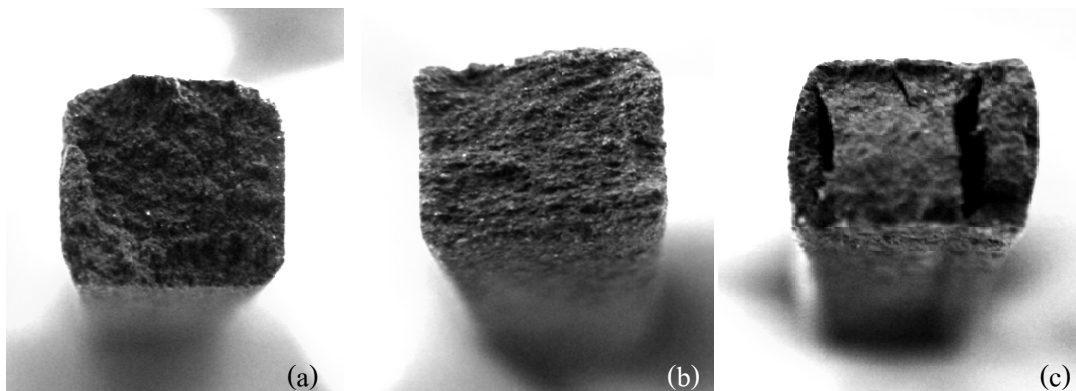
ส่วนที่อุณหภูมิ 1600°C และ 1650°C ลักษณะของแนวโน้มของความหนาแน่นและปริมาณของรูพรุน มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นและลดลงตามลำดับ เนื่องจากยังมีซิลิกาอยู่ในปริมาณที่เพียงพอสำหรับการละลายอะลูมินาที่ทำให้เกิดการแน่นตัว



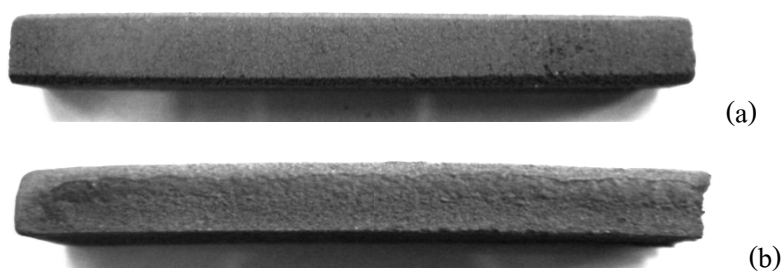
รูปที่ 3.17 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความหนาแน่น และปริมาณของรูพรุนของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนั้กต่างๆ

3.7.2 ผลการทดสอบความแข็งแรงต่อการตัดโค้ง

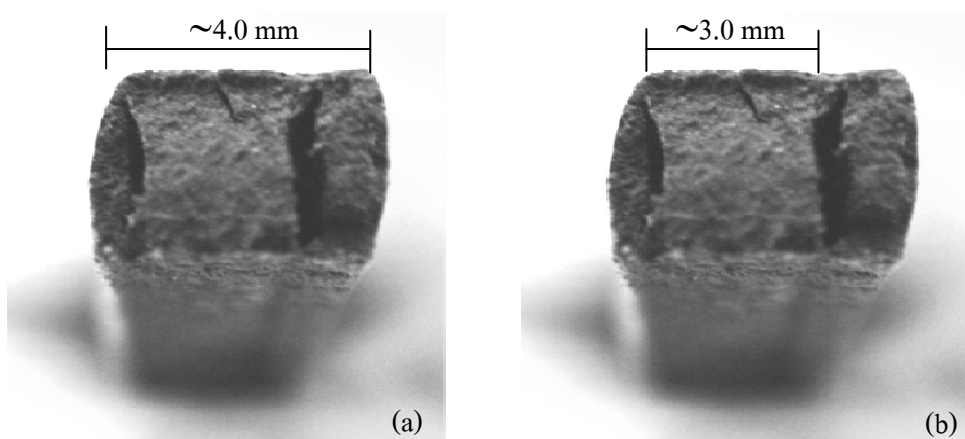
เนื่องจากลักษณะของชิ้นงานตัวอย่างหลังการอบผนั้กที่อุณหภูมิสูงสุด (1700°C) มีลักษณะโก่งงอ และเกิดโพรงอากาศขึ้นภายใน (รูปที่ 3.18 และ 3.19) จากสาเหตุการหดและการขยายตัวที่ไม่สมดุลกัน เมื่อนำไปทดสอบความแข็งแรงต่อการตัดโค้ง อาจก่อให้เกิดความแปรปรวนของค่าที่ได้ ดังนั้น จึงคำนวณค่าความแข็งแรงต่อการตัดโค้งโดยการคำนวณจากค่าความกว้างของชิ้นงานที่สามารถรับแรงได้จริง (ดูรูปที่ 3.20 ประกอบ)



รูปที่ 3.18 ภาพถ่ายลักษณะภาคตัดขวางของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C



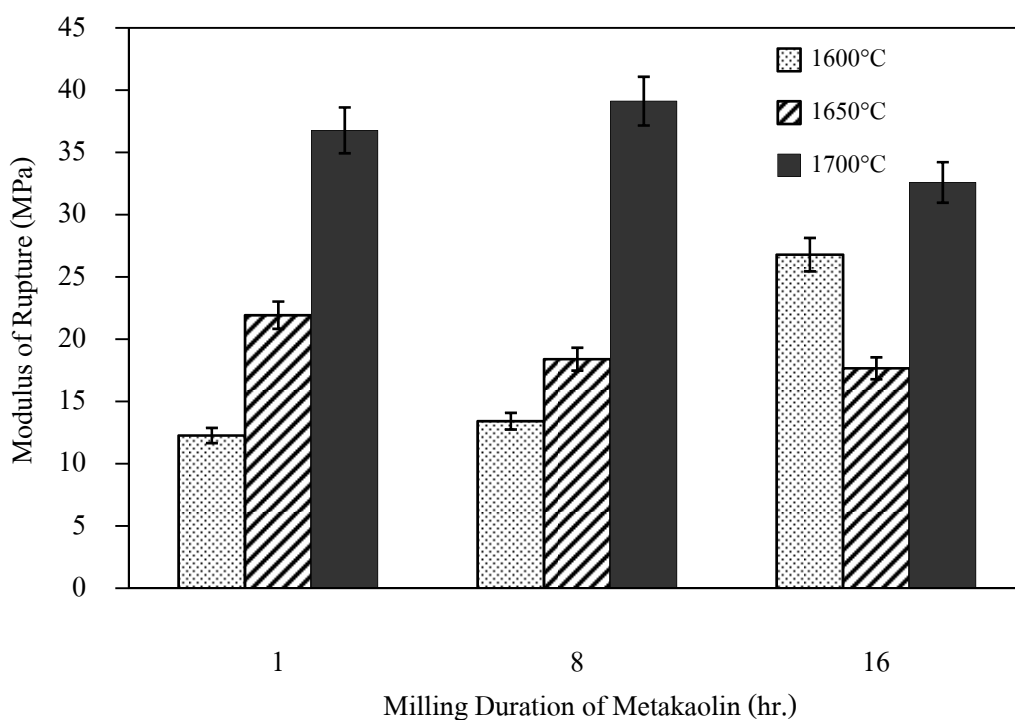
รูปที่ 3.19 ภาพถ่ายลักษณะการเปลี่ยนแปลงรูปทรง (Deformation) ของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C และ 1650°C และ (b) 1700°C



รูปที่ 3.20 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของชิ้นงานหลังจากการอบผนึกที่อุณหภูมิ 1700°C (a) ขนาดของความกว้างเดิม และ (b) ขนาดของความกว้างที่นำมาคำนวณใหม่

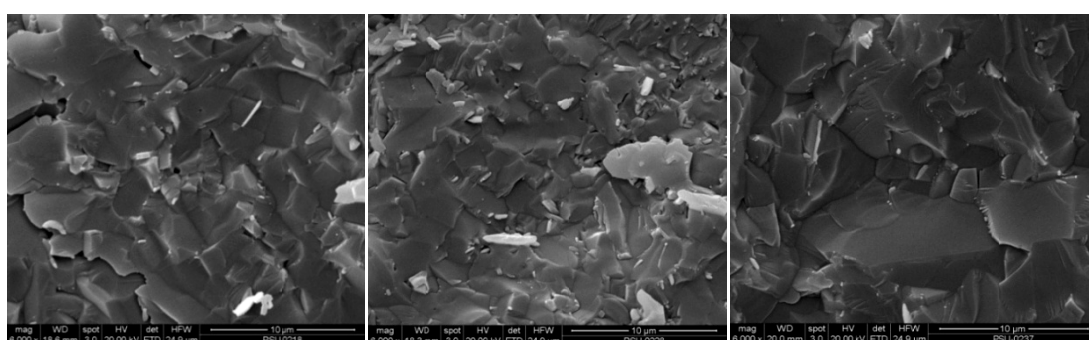
จากรูปที่ 3.21 พบว่าค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิของการอบผนึกเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากความหนาแน่นที่สูงขึ้น

ชิ้นงานที่เวลาของการบด Metakaolin 16 ชั่วโมง และอุณหภูมิการอบผนึก 1650°C มีค่าความแข็งแรงลดลงเมื่อเทียบกับการอบผนึกที่อุณหภูมิ 1600°C เนื่องจากองค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบมีการเปลี่ยนแปลงไป (ดูตารางที่ 3.5) โดยอิทธิพลหลักที่ส่งผลต่อความแข็งแรงคือ เฟสที่มีความแข็งแรงคือ อะลูมินา จากตารางเห็นได้ว่า ที่อุณหภูมิ 1650°C ปริมาณของอะลูมินาลดลง จึงส่งผลให้ความแข็งแรงลดลง แต่เมื่ออุณหภูมิการอบผนึกเพิ่มเป็น 1700°C ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นอีกครั้งเนื่องจากเฟสของอะลูมินาเพิ่มขึ้น แต่ที่อุณหภูมิการอบผนึกเดียวกันนี้ จะให้ค่าความแข็งแรงที่ต่ำกว่าที่เวลาของการบด Metakaolin 1 และ 8 ชั่วโมง เนื่องจากรูพรุนที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความหนาแน่นลดลง ดังนั้นค่าความแข็งแรงจึงต่ำกว่า



รูปที่ 3.21 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความแข็งแรงต่อการดัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ

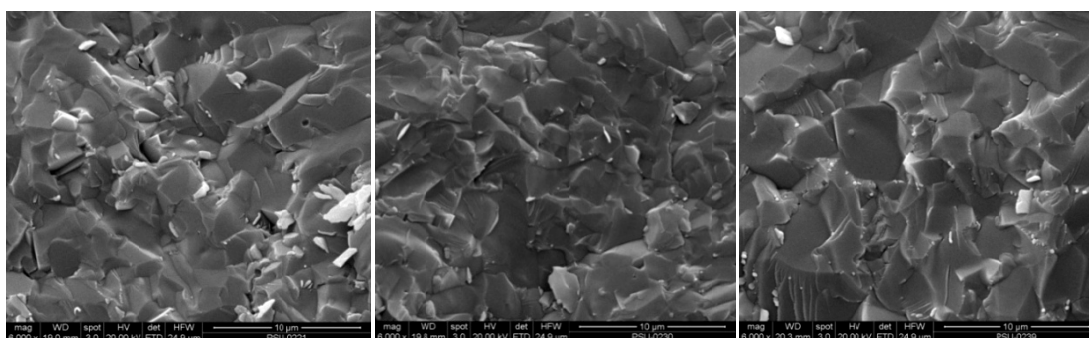
โครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบในรูปที่ 3.22 พบว่าเมื่ออุณหภูมิของการอบผืนึกเพิ่มขึ้น ส่งผลทำให้เกรนมีขนาดโตขึ้น โครงสร้างจุลภาคโดยทั่วไปยังมีรูพรุนอยู่ค่อนข้างมาก อาจเนื่องมาจากสาเหตุของการที่เฟสระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์ มัลไลต์และอะลูมินา มีความสามารถในการเปียกผิว (Wetting) ที่ยังค่อนข้างต่ำ และในทุกๆ อุณหภูมิของการอบผืนึก เกรนจะมีขนาดเล็กลงตามสัดส่วนของอะลูมินาที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากอะลูมินาจะไปละลายได้ในของเหลว (Glassy) ที่บริเวณของขอบเกรนได้มากขึ้น อะลูมินาจึงทำหน้าที่กีดขวางหรือรั้ง (Drag) การเคลื่อนที่ของขอบเกรน ทำให้ความเร็วในการโตของเกรนช้าลง เกรนจึงมีขนาดเล็กลง



(a) 1600°C

1650°C

1700°C

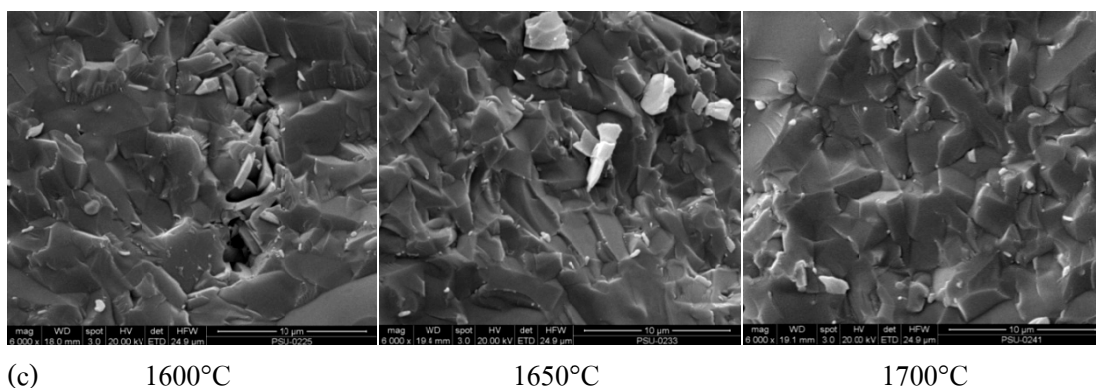


(b) 1600°C

1650°C

1700°C

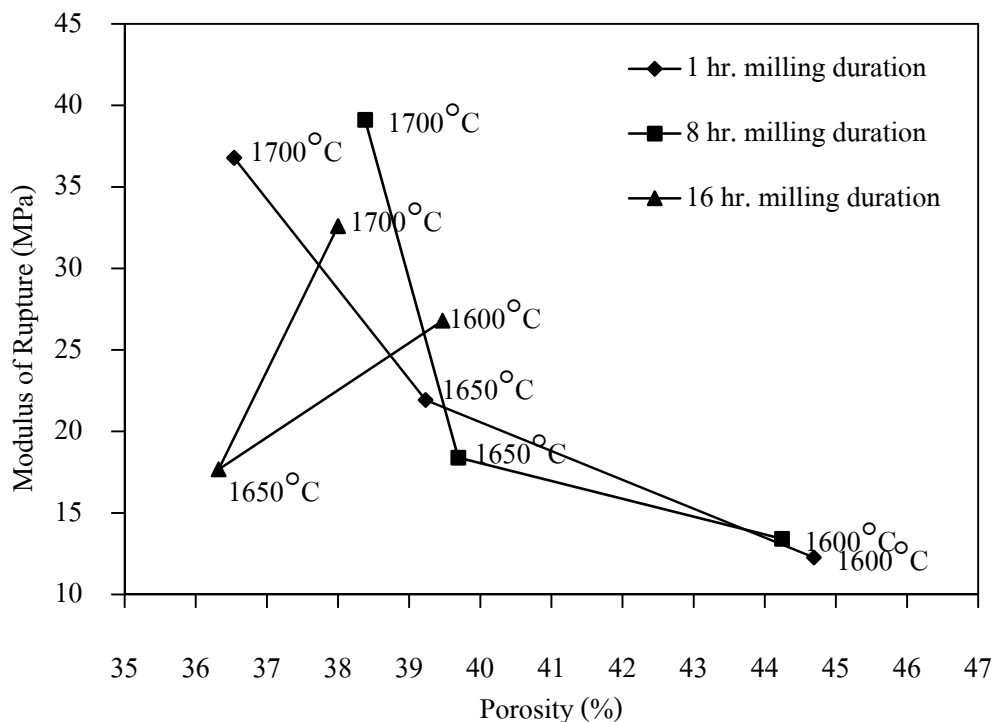
รูปที่ 3.22 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของลักษณะรอยแตกจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผืนึกต่างๆ (a) เวลาการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง (b) เวลาการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง และ (c) เวลาการอบ Metakaolin 16 ชั่วโมง (ขนาดสเกล 10 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 6000 เท่า)



รูปที่ 3.22 (ต่อ)

นอกจากการเปรียบเทียบค่าความแข็งแรงกับเวลาในการบด Metakaolin แล้วนั้น ยังมีการเปรียบเทียบระหว่างความแข็งแรงกับปริมาณรูพรุนเพื่อประกอบการอธิบายให้เกิดความเข้าใจที่ชัดเจนยิ่งขึ้น ซึ่งได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.23

จากรูปที่ 3.23 พบว่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบที่เงื่อนไขเวลาการบด Metakaolin 1 และ 8 ชั่วโมง มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณรูพรุนที่ลดลง แต่เมื่อเวลาในการบด Metakaolin เพิ่มเป็น 16 ชั่วโมง พบว่าเมื่ออบหนักที่อุณหภูมิ 1650°C มีปริมาณของรูพรุนลดลง แต่ค่าความแข็งแรงก็ลดลงด้วย ส่วนที่อุณหภูมิ 1700°C มีปริมาณของรูพรุนที่เพิ่มขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงกลับเพิ่มขึ้น ดังนั้นอิทธิพลของรูพรุนจึงน่าจะไม่มีผลต่อปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในเงื่อนไขดังกล่าว เพราะฉะนั้น อิทธิพลต่อค่าความแข็งแรงจึงน่าจะมาจากปริมาณเฟสของอะลูมินาซึ่งเป็นองค์ประกอบอยู่ในวัสดุเชิงประกอบ ดังที่ได้อธิบายไว้ในความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแรงกับเวลาในการบด Metakaolin

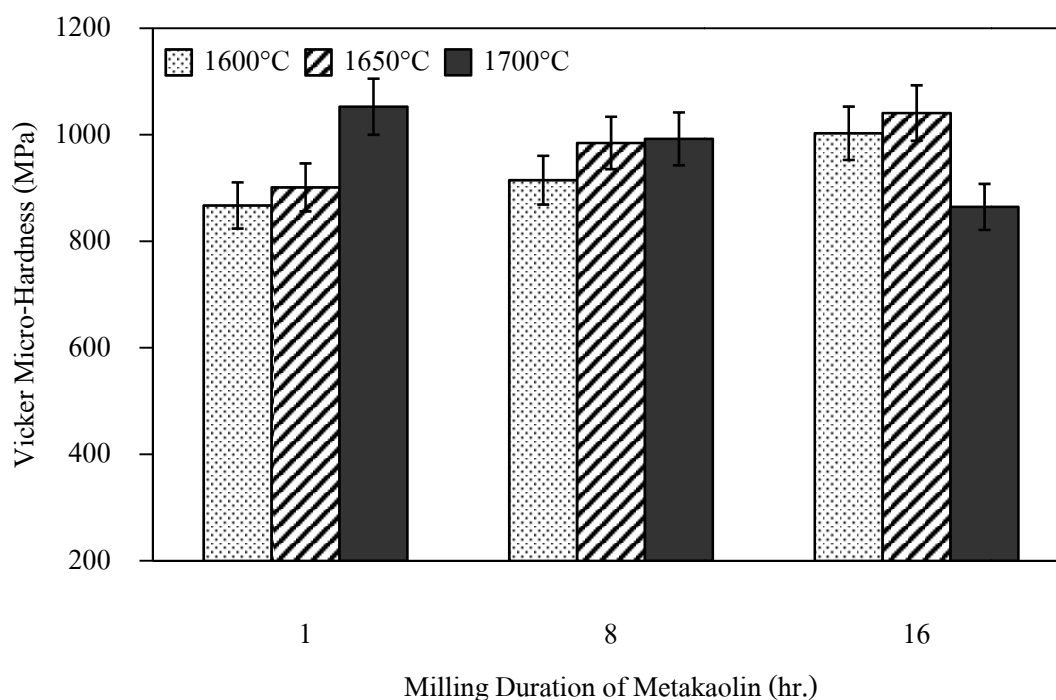


รูปที่ 3.23 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของรูพรุน กับความแข็งแรงต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบแห้งต่างๆ

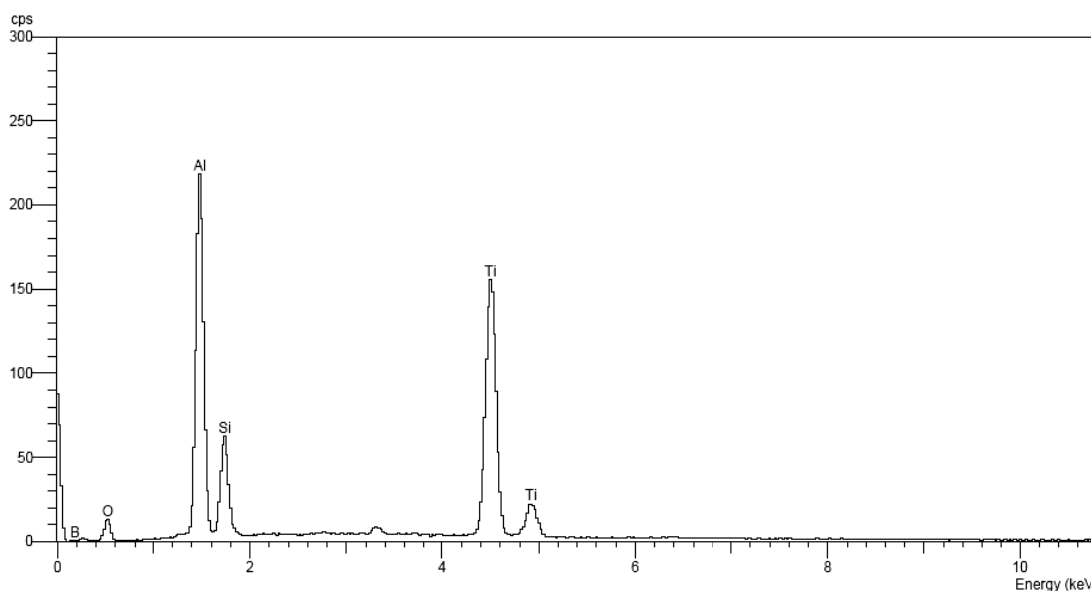
3.7.3 ผลการทดสอบความแข็งจุดสภาพ

จากรูปที่ 3.24 ความแข็งจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการอบแห้ง จากรายงานการวิจัยของ Will และคณะ (2004) ที่ระบุว่าอัตราการนิวคลีเอชันและการโตของไทเทเนียมไดบอไรด์จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น การนิวคลีเอชันของไทเทเนียมไดบอไรด์ทำให้เกิดการเชื่อมโยงเป็นเครือข่าย ทำให้ความสามารถต่อการต้านทานต่อการกดเพิ่มขึ้น ดังนั้นความแข็งของวัสดุจึงมากขึ้น และจากการสังเกตและวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด พบว่าเมื่ออุณหภูมิการอบแห้งเพิ่มขึ้น ทำให้เฟสที่มีสีขาวโตเพิ่มขึ้น และเมื่อนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิคการกระจายค่าพลังงาน (EDX) ทำให้ทราบว่าเป็นเฟสของไทเทเนียมไดบอไรด์ (ดูรูปที่ 3.25 และ 3.26 ประกอบ) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยข้างต้น

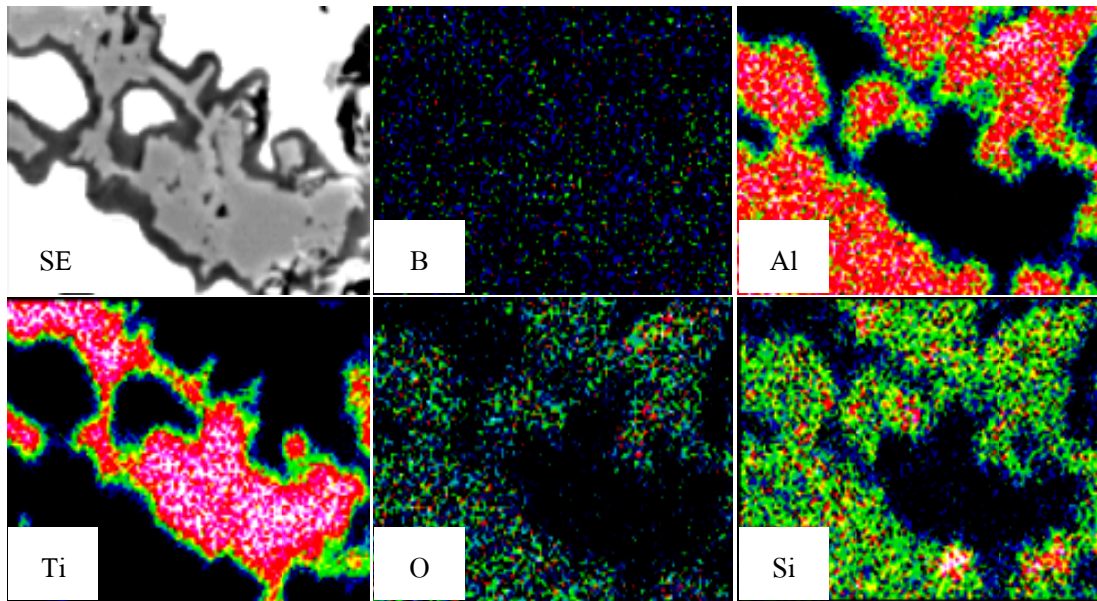
ชิ้นงานตัวอย่างที่เวลาการบดของ Metakaolin 8 และ 16 ชั่วโมง และอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 1700°C พบว่าค่าความแข็งลดลง อาจมีสาเหตุมาจากรูพรุนและความบกพร่องในเนื้อวัสดุ



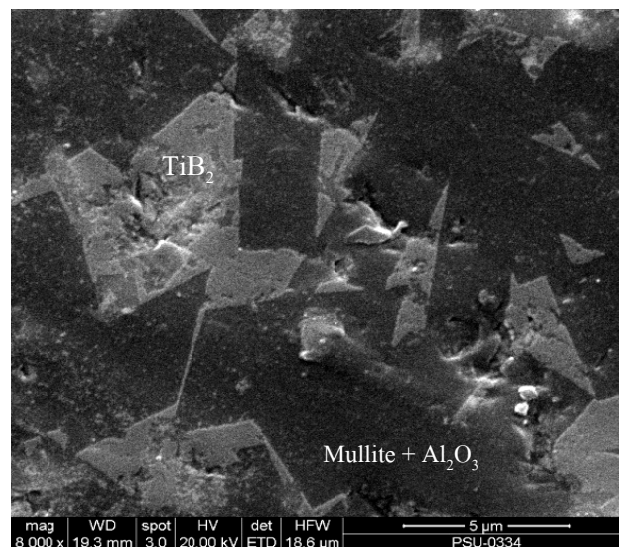
รูปที่ 3.24 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความแข็งจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ



รูปที่ 3.25 การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการอบผนึก (บน) แสดงปริมาณของธาตุและ (ล่าง) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสี่เหลี่ยมคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)



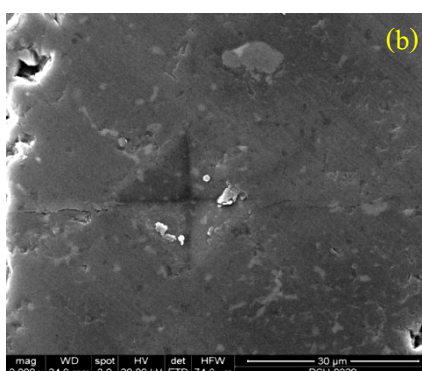
รูปที่ 3.25 (ต่อ)



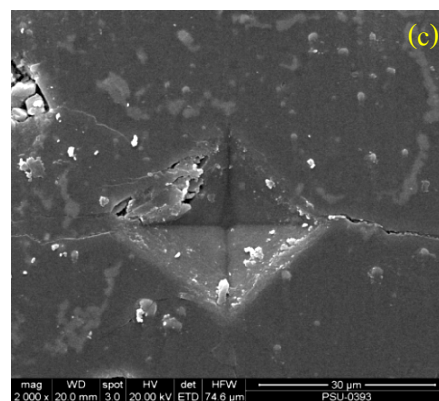
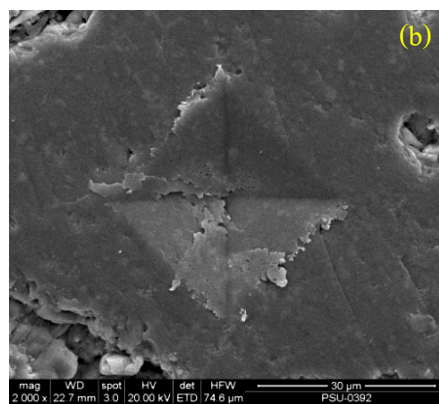
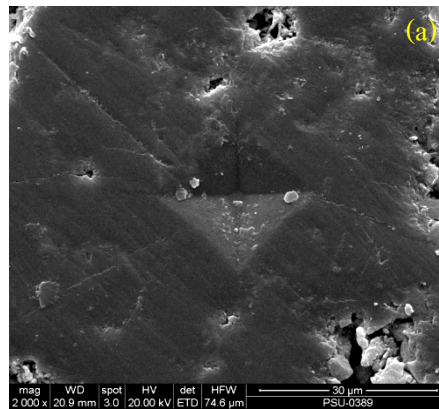
รูปที่ 3.26 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะการกระจายขององค์ประกอบของวัสดุเชิงประกอบหลังจากการอบพูนึก (ขนาดสเกล 5 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 8000 เท่า)

3.7.4 ผลการทดสอบความเหนียว

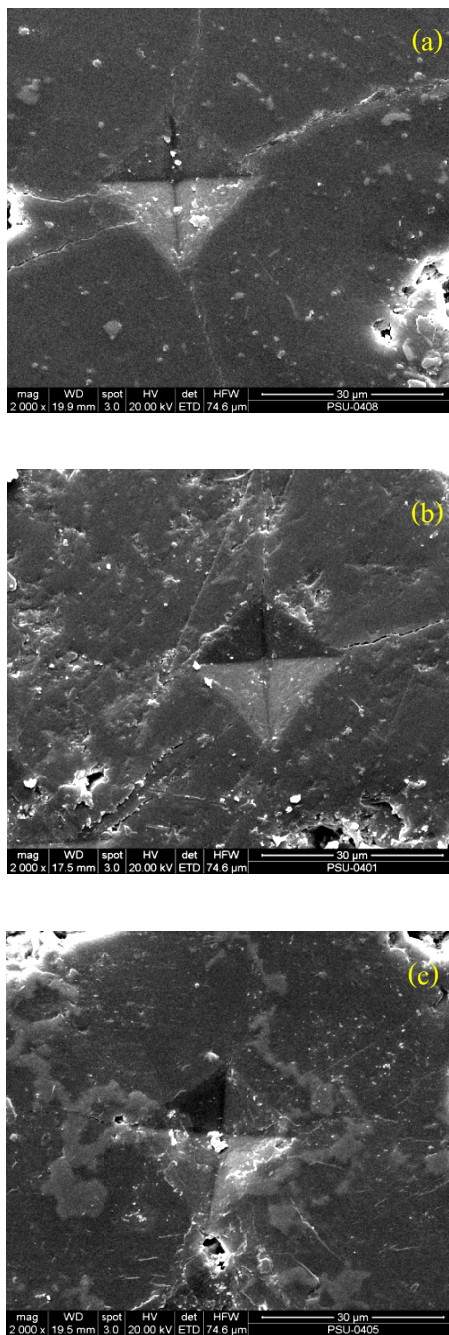
แสดงลักษณะของขนาดของรอยกด และความยาวของการทวิของรอยร้าวเนื่องจากการกดไว้ในรูปที่ 3.27 ถึง รูปที่ 3.29



รูปที่ 3.27 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C (ขนาดสเกล 30 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 2000 เท่า)

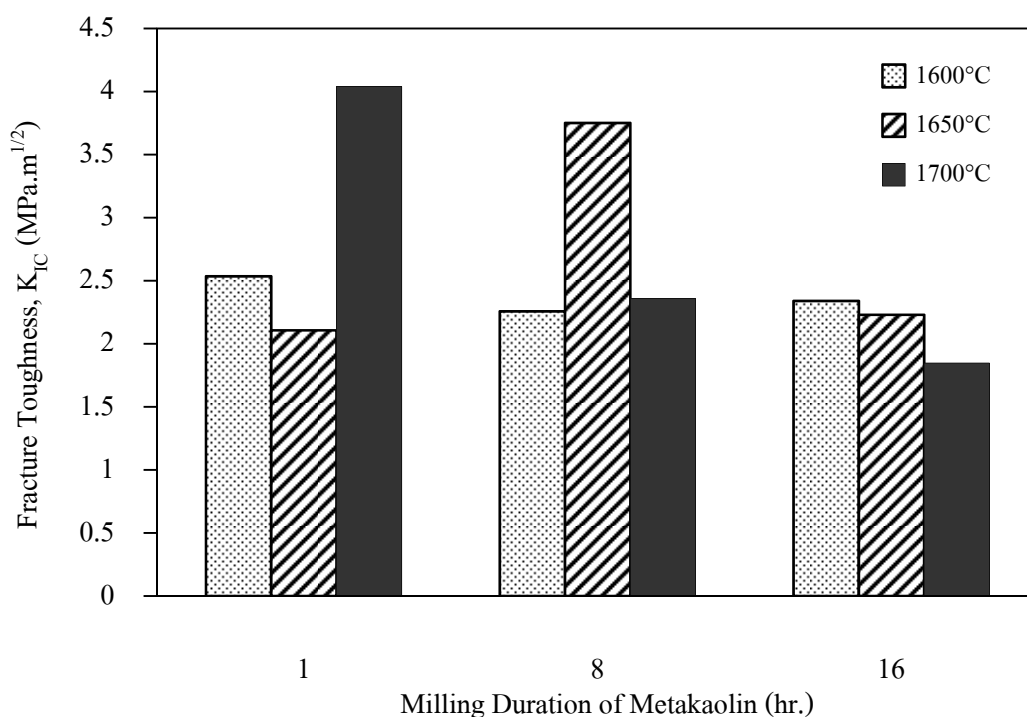


รูปที่ 3.28 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกัดและความขรุขระแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 8 ชั่วโมง หลังจากอบพ่นที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C (ขนาดสเกล 30 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 2000 เท่า)

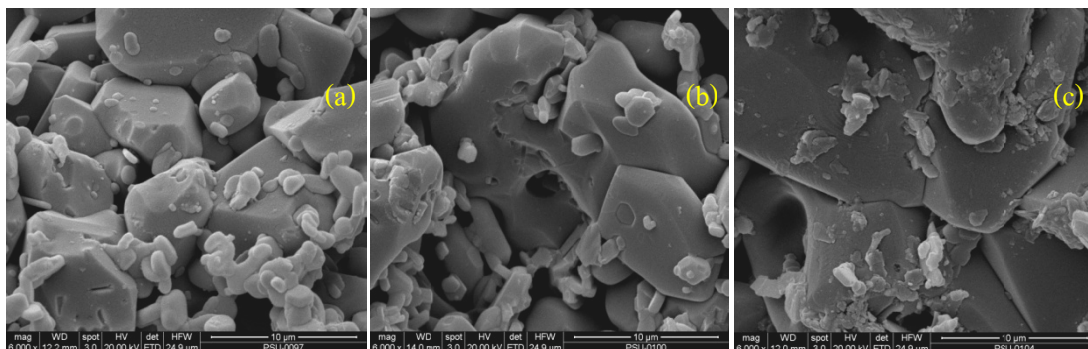


รูปที่ 3.29 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะรอยกดและความขรุขระแตกของชิ้นงานที่เงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 16 ชั่วโมง หลังจากอบผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C (ขนาดสเกล 30 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 2000 เท่า)

พิจารณาจากรูปที่ 3.30 ที่เวลาการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิการอบผนึก 1700°C วัสดุมีค่าความเหนียวสูงสุด รองลงมาคือที่อุณหภูมิ 1600°C และ 1650°C ตามลำดับ สาเหตุที่เกิดขึ้นสามารถอธิบายได้ด้วยรูปที่ 3.22 และ 3.31 ตามลำดับ (เวลาการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง) สังเกตได้ว่าขนาดเกรนของวัสดุมีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่ออบผนึกที่อุณหภูมิ 1700°C รองลงมาคือที่อุณหภูมิ 1600°C และ 1650°C ตามลำดับ ขนาดของเกรนที่โตขึ้น ส่งผลให้ความเหนียวเพิ่มขึ้น เนื่องจากเกรนที่มีขนาดใหญ่กว่า จะทำให้รอยร้าวมีการหักเหได้มากกว่าในเกรนที่มีขนาดเล็ก และวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่จะสามารถยับยั้งการทวีของรอยร้าว (Crack Propagation) ได้ดีกว่าเกรนที่มีขนาดเล็ก (อนุรัตน์ 2548)



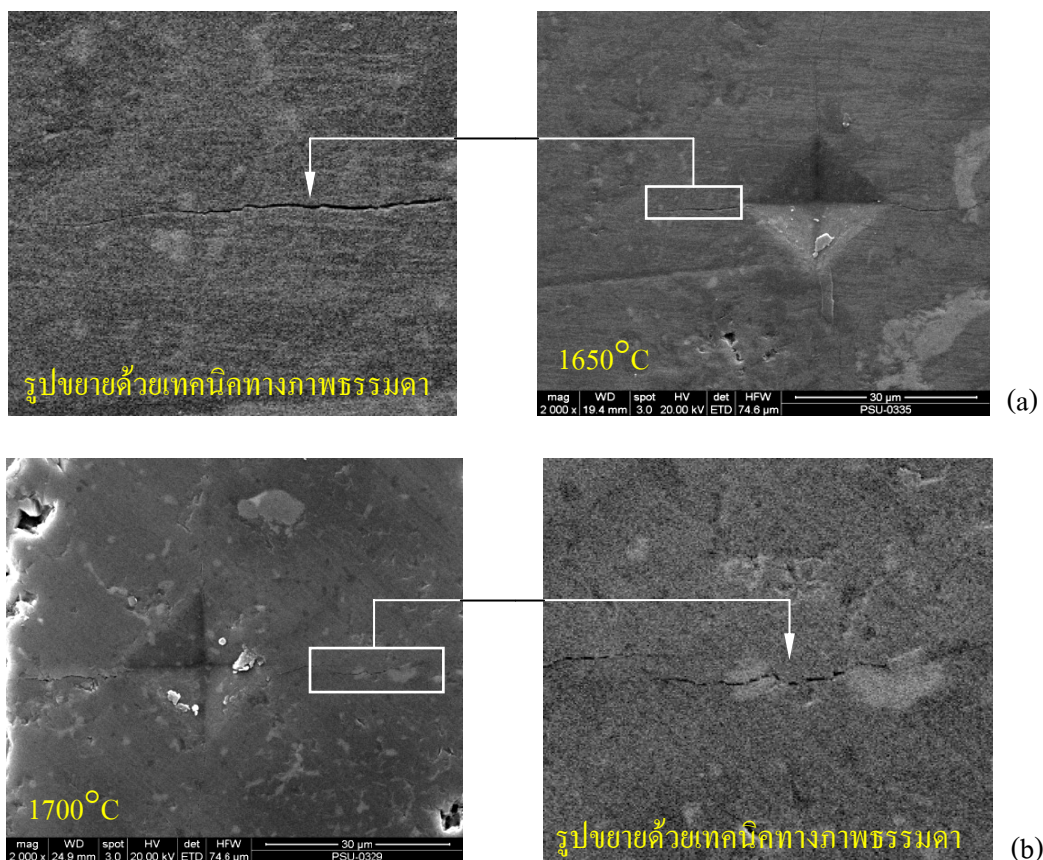
รูปที่ 3.30 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการบด Metakaolin กับ ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ที่อุณหภูมิการอบผนึกต่างๆ



รูปที่ 3.31 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะลักษณะการโตของเกรนที่เงื่อนไขเวลาการอบ Metakaolin 1 ชั่วโมง หลังจากอบที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 1600°C (b) 1650°C และ (c) 1700°C (ขนาดสเกล 10 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 6000 เท่า)

ในกรณีของเวลาการอบ Metakaolin 8 ชั่วโมง ค่าความเหนียวที่อบพริกด้วยอุณหภูมิ 1650°C มีค่ามากที่สุด เนื่องจากรูพรุนในเนื้อวัสดุมีปริมาณเพิ่มขึ้น (ดูรูปที่ 3.17 ประกอบ) รูพรุนที่เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับพลังงานจากรอยแตกเพิ่มขึ้น เพราะฉะนั้นความเหนียวจึงเพิ่มขึ้น (อนุรัตน์ 2548) ซึ่งเหตุผลดังกล่าวสามารถใช้อธิบายแนวโน้มของค่าความเหนียวในส่วนของที่เวลาการอบ Metakaolin 16 ชั่วโมง (ค่าความพรุนที่ 1700°C อาจมีความคลาดเคลื่อนมาจากการที่ชิ้นงานเกิดโพรง)

ในเกรนที่มีขนาดเล็กการทวีของรอยร้าวจะมีลักษณะเกือบเป็นเส้นตรง และความกว้างของรอยร้าวมาก ในขณะที่การทวีของรอยร้าวในเกรนที่มีขนาดใหญ่กว่าจะมีลักษณะไม่เป็นเส้นตรงและมีความกว้างน้อยกว่าอย่างเห็นได้ชัด ดังแสดงในรูปที่ 3.32 เนื่องจากเมื่อมีการทวีของรอยร้าวมาบรรจบกับเกรนที่มีขนาดใหญ่ เกรนเหล่านั้นจะทำหน้าที่ดูดซับพลังงานของจากรอยร้าวทำให้รอยร้าวหยุดลงและเกิดความไม่ต่อเนื่อง หรือทำให้รอยร้าวมีการหักเหไปในทิศทางที่ต้องการพลังงานน้อยกว่าในการทวี

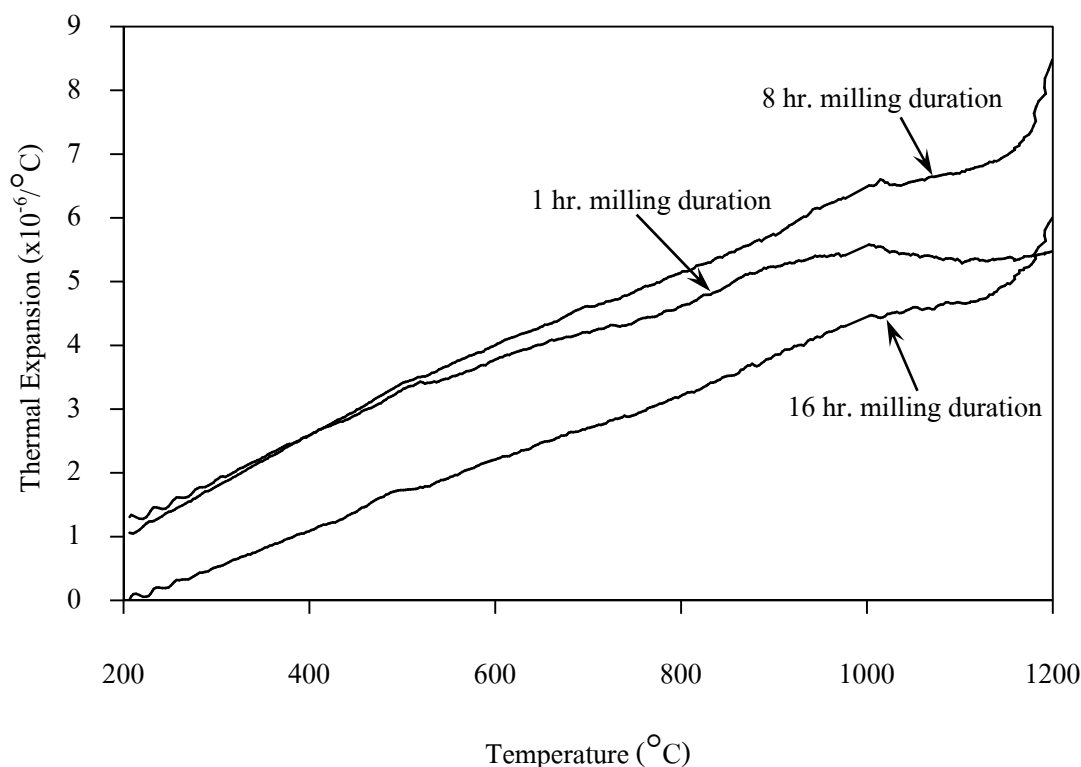


รูปที่ 3.32 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะการทวีและการหักเหของรอยร้าวในวัสดุที่มีขนาดเกรนที่ต่างกัน (a) เกรนขนาดใหญ่ และ (b) เกรนขนาดเล็ก (ขนาดสเกล 30 ไมโครเมตร และกำลังขยายเท่ากับ 2000 เท่า)

3.7.5 ผลการทดสอบอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อน

จากแผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ในรูปที่ 3.33 ว่าวัสดุเชิงประกอบเริ่มมีการขยายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 200°C เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น การขยายตัวจะมีอัตราเพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดที่ประมาณ $8.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (ที่ 1200°C) และที่เวลาของการบด Metakaolin 8 ชั่วโมง วัสดุเชิงประกอบมีอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อนสูงกว่าที่เวลาการบด 1 และ 16 ชั่วโมง เนื่องจากโดยนัยแล้ว ที่เวลาการบด 8 ชั่วโมง มีปริมาณเฟสของอะลูมินาที่สูงกว่าที่เวลาของการบด 1 และ 16 ชั่วโมง (ดูสัดส่วนของเฟสจากตารางที่ 1.1) ซึ่งอะลูมินามีอัตราการขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่สูงกว่ามวลไลต์ (เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีส่วนค่อนข้างคงที่จึงไม่ส่งผลกระทบต่อเชิงเปรียบเทียบ) อะลูมินาจึงมีอิทธิพลหลักต่ออัตราการขยายตัว

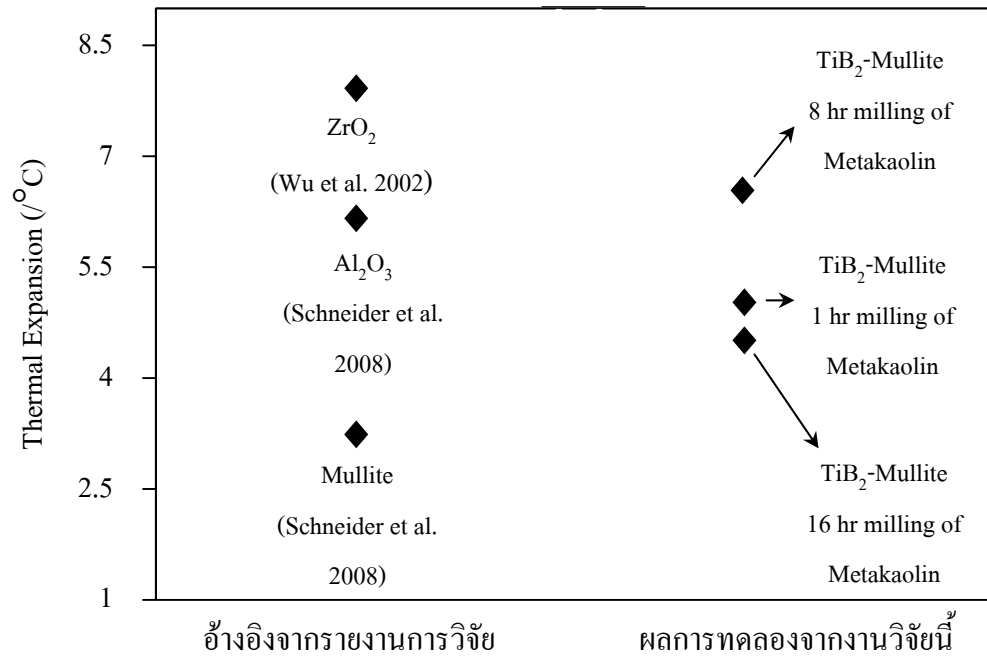
ที่เวลาของการบด Metakaolin 16 ชั่วโมง วัสดุเชิงประกอบนี้มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำที่สุด เนื่องจากมีปริมาณเฟสของมัลไลต์สูงสุด ซึ่งมัลไลต์มีอัตราการขยายตัวเชิงความร้อนที่ต่ำสุด ดังนั้นอัตราการขยายตัวโดยรวมจึงมีอิทธิพลมาจากมัลไลต์



รูปที่ 3.33 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ กับ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเชิงประกอบ หลังอบผินที่อุณหภูมิ 1650°C ที่เวลาของการบด Metakaolin ต่างๆ

Schneider และคณะ (2005) เชื่อว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่เปลี่ยนแปลงไปถูกควบคุมโดยองค์ประกอบในวัสดุ กล่าวคือ การกระจายของอ็อกซิเจนของอะลูมิเนียม และช่องว่างของออกซิเจน เมื่อวัสดุมีปริมาณของอะลูมินาเพิ่มขึ้นในทิศทางใดทิศทางหนึ่งในวัสดุ อ็อกซิเจนของอะลูมิเนียมจะไปแทรกอยู่ระหว่างพันธะออกตะฮีดรอล (Octahedral) ของออกซิเจน ส่งผลให้แลตทิซ (Lattice) มีช่วงกว้างมากขึ้น การขยายตัวของวัสดุจึงเพิ่มขึ้น

จากค่าที่ได้จากการทดลอง สามารถนำไปเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนกับวัสดุเซรามิกในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิสูงที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.34



รูปที่ 3.34 แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุเซรามิกชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิการใช้งาน 1000°C

บทที่ 4

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผล

4.1.1 จากการทดลองในงานวิจัยนี้ สามารถสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์-มัลไลต์ ซึ่งมีอะลูมินาเป็นเฟสเสริมแรง (TiB_2 -Mullite + Al_2O_3) ด้วยวิธีการ การก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง โดยการใช้สารประกอบจากธรรมชาติเป็นองค์ประกอบชนิดหนึ่งในสารตั้งต้น ในสองระบบ คือ

ระบบที่ 1: ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) + โบรอนออกไซด์ (B_2O_3) + อะลูมิเนียม (Al) + Metakaolin ($x\text{Al}_2\text{O}_3+y\text{SiO}_2$)

ระบบที่ 2: ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) + โบรอนออกไซด์ (B_2O_3) + อะลูมิเนียม (Al) + ซีเมนต์ (90% SiO_2)

4.1.2 ขนาดอนุภาคของ Metakaolin ที่ลดลง (15.84 13.46 และ 7.43 μm ตามลำดับ) ตามเวลาในการบดที่เพิ่มขึ้น (1 8 และ 16 ชั่วโมง ตามลำดับ) รวมถึงความหนาแน่นในการอัดและความดันบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการเร็วของการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงเพิ่มขึ้น และเฟสที่ได้ก็จะมีคุณสมบัติมากขึ้น

4.1.3 ภายหลังจากการอบผนึก พบว่าเฟสของไทเทเนียมไดโบไรด์มีส่วนก่อนข้างคงที่ ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงของเฟสในวัสดุจึงเกิดจากเฟสของมัลไลต์และอะลูมินา โดยเมื่อใช้เงื่อนไขการบด Metakaolin 16 ชั่วโมงและอบผนึกด้วยอุณหภูมิ 1650°C จะมีการก่อรูปของมัลไลต์มากที่สุด และอะลูมินาน้อยที่สุดตามลำดับ

4.1.4 ค่าของความแข็ง ความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง และความเหนียว จะมีค่าสูงสุดที่เงื่อนไขเวลาในการบด Metakaolin 1 ชั่วโมง และอุณหภูมิการอบผนึก 1700°C

4.1.5 เกรนขนาดใหญ่ และรูพรุน ส่งผลให้ค่าความเหนียวของวัสดุเพิ่มขึ้น เนื่องจากการหักเหของรอยร้าวที่เพิ่มขึ้นจะไปลดพลังงานในการทวีของรอยร้าวลง

4.1.6 ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนมีค่าน้อยที่สุดที่เงื่อนไขเวลาในการบด Metakaolin 16 ชั่วโมง และอุณหภูมิการอบผนึก 1650°C เนื่องจากที่เงื่อนไขดังกล่าวมีปริมาณของมวลโลสต์สูงสุด

สำหรับการเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

4.2 ข้อเสนอแนะ

4.2.1 ปริมาณของเฟสต่างๆ ที่ก่อรูปขึ้นในวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้จาก สารประกอบจากธรรมชาติ อาจมีความคลาดเคลื่อนไปได้เมื่อเปรียบเทียบกับการใช้สารทางการค้า ดังนั้นเพื่อทำให้เกิดความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ให้ได้สัดส่วนที่ถูกต้องและมีความใกล้เคียงกัน ดังกล่าว การคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์ รวมไปถึงธรรมชาติเชิงอุณหพลศาสตร์ของสารตั้งต้นแต่ละชนิด จึงเป็นปัจจัยที่ต้องมีความละเอียดรอบคอบ

4.2.2 เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีเสถียรภาพทางความร้อนสูง ทำให้ความสามารถในการเป็ยผิวเพื่อเชื่อมติดกับเซรามิกชนิดอื่นค่อนข้างต่ำ ส่งผลต่อความหนาแน่นซึ่งมีอิทธิพลต่อการทดสอบสมบัติเชิงกล และสมบัติเชิงความร้อน ดังนั้นวิธีการอัดร้อน (Hot Pressing) หรือวิธีการอัดร้อนเสมือนทุกทิศทาง (Hot Isostatic Pressing) จึงน่าจะเป็นวิธีการที่เหมาะสมกว่าที่จะทำได้ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีและสมบัติที่เด่นในแต่ละเงื่อนไขของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์และผลิตได้

เวลาในการบด Metakaolin (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการ อบพูน (°C)	ปริมาณเฟส (ร้อยละโดยน้ำหนัก)			สมบัติของวัสดุ			
		มัลไลต์	ไทเทเนียมไดบอไรด์	อะลูมินา	ความแข็ง (MPa)	ความ เหนียว (MPa.m ^{1/2})	ความแข็งแรง ต่อการตัดโค้ง (MPa)	สัมประสิทธิ์การขยายตัว เนื่องจากความร้อน (°C)
1	1600	15.50	38.21	46.29	867.398	2.5353524	12.27321	-
	1650	24.61	43.06	32.33	901.2498	2.1072984	13.42275	5.0
	1700	26.71	45.11	28.18	1052.898	4.0392468	26.79440	-
8	1600	28.76	38.61	32.63	914.8877	2.2578681	21.93228	-
	1650	27.57	39.52	32.91	984.7367	3.7514452	18.40436	6.5
	1700	20.26	36.96	42.78	992.4829	2.3573109	17.66934	-
16	1600	16.94	36.29	46.77	1002.954	2.3403103	36.77866	-
	1650	35.57	36.37	28.06	1040.939	2.2306486	39.12174	4.0
	1700	19.23	35.62	45.15	864.7515	1.8475683	32.59393	-

หมายเหตุ : ตัวหนาหมายถึงสมบัติของวัสดุที่ดีที่สุดในแต่ละเงื่อนไขการบด

บรรณานุกรม

- เล็ก สีคง. (2543). *วัสดุวิศวกรรมและอุตสาหกรรม*, หน่วยโสตทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์., สงขลา.
- สุธรรม นิชมาศ. (2552). *การสังเคราะห์วัสดุอินทรีย์*, หน่วยโสตทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์., สงขลา.
- Gokcen, N.A., and Reddy, R.G. (1996). *Thermodynamics*, Plenum Press., New York.
- Smith, William F. (1996). *Principles of Materials Science and Engineering*, McGraw - Hill., New York.
- Callister, William D, Jr. (2005). *Materials Science and Engineering: An Introduction*, John Wiley & Sons., New York.
- Sheider, H., and Komameni, S. (2005). *Mullite*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Germany.
- Poowancum, A. (2005). "Development of Al₂O₃-Mullite-ZrO₂ Composite for Engineering Applications." Master of Engineering Thesis in Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, 84-100.
- Lee, C.S., De Jonghe, L.C., and Tomas, G. (2001). "Mechanical Properties of Polytypoidally Joined Si₃N₄-Al₂O₃." *Acta Mater.*, 49, 3767-3773.
- Descamps, P., Poorteman, M., O' Sullivan, D., Descamps, J.C., Leriche, A., and Cambier, F. (1999) "Creep Behaviour of Al₂O₃-SiC Nanocomposites." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 19, 2475-2485.
- Yeh, C.L., and Li, R.F. (2009) "Formation of TiB₂-Al₂O₃ and NbB₂-Al₂O₃ Composites by Combustion Synthesis Involving Thermite Reactions." *Chem. Eng. J.*, 147, 405-411.
- Tuan, W.H., Chen, R.Z., Wang, T.C., and Cheng, P.S. (2002). "Mechanical Properties of Al₂O₃/ZrO₂ Composites." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 22, 2827-2833.
- Basu, B., Vleugels, J., and Biest, O. (2004). "Transformation Behaviour of Tetragonal Zirconia : Role of Dopant Content and Distribution." *Mater. Sci. Eng., A.*, 366, 338-347.
- Shahbahrami, B., Maamoori, R., and Ehsani, N. (2007). "Self-Spreading High-Temperature Synthesis of TiB₂ Powder." *Mater. Sci. Poland.*, 25(3), 719-731.

- Varma, A., and Mukasyan, A.S. (2004). "Combustion Synthesis of Advanced Materials: Fundamentals and Applications." *Korean J. Chem. Eng.*, 21(2), 527-536.
- Will, G. (2004). "Electron Deformation Density in Titanium Diboride Chemical Bonding in TiB_2 ." *J. Solid State Chem.*, 177, 628-631.
- Niyomwas, S., Chaichana, N., Memongkol, N., and Wannasin, J. (2008). "The Effects of Milling Time on The Synthesis of Titanium Diboride Powder by Self-Propagating High Temperature Synthesis." *Songklanakarinn J. Sci. Technol.*, 30(2), 233-238.
- Anggono, J. (2005). "Mullite Ceramics: Its Properties, Structure, and Synthesis." *Mesin. Jl. T.*, 7(2), 1-10.
- Schneider, H., Schreure, J., and Hildmann, B. (2008). "Structure and Properties of Mullite-A Review." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 28, 329-334.
- Kim, B.M., Cho, Y.K., Yoon, S.Y., Stevens, S., and Park, H.C. (2009). "Mullite Whiskers Derived from Kaolin" *Ceram. Int.*, 35, 579-583.
- Chen, Y.F., Wang, M.C. and Hon, M.H. (2004). "Phase Transformation and Growth of Mullite in Kaolin Ceramics." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 24, 2389-2397.
- Mitra, G.B., and Bhattacharjee, S. (1969). "X-ray Diffraction Studies on the Transformation of Kaolinite into Metakaolin: I. Variability of Interlayer Spacings." *Am. Mineral.*, 54, 1409-1418.
- Baras, F. (2008). "Determination of Transport and Kinetic Properties in Self-Propagating High-Temperature Synthesis." *J. Alloys Compd.*, 455, 113-120.
- Yeh, C.L., and Liu, E.W. (2006). "Preparation of Tantalum Carbonitride by Self - Propagating High - Temperature Synthesis of Ta-C System in Nitrogen." *Ceram. Int.*, 32, 653-658.
- Moore, J.J., and Feng, H.J. (1995). "Combustion Synthesis of Advanced Materials: Part I. Reaction Parameters." *Prog. Mater Sci.*, 39, 243-273.
- Yi, H.C., and Moore, J.J. (1990). "Review Self-propagating High-Temperature (Combustion) Synthesis (SHS) of Powder-Compacted Materials." *J. Mater. Sci.*, 25, 1159-1168.
- Vadchenko, S.G., and Sytshev, A.E. (2006). "SHS in Microgravity: The Ti-Si-Al-C System." *Int. J. Self Propag. High Temp. Synth.*, 17(2), 149-153.

- Yang, Y.F., Wang, H.Y., Zhao, R.Y., Liang, Y.H., Zhan, L., and Jiang, Q.C. (2008). "Effects of C Particle Size on the Ignition and Combustion Characteristics of the SHS Reaction in the 20 wt.% Ni-Ti-C System." *J. Alloys Compd.*, 460, 276-282.
- Lee, J.H., Seo, D.H., Won, W.C., Borovinskaya, I.P., and Vershinnikov, V.I. (2001). "Combustion Characteristics of WO_3/Zn Reaction System in SHS Process." *J. Mater. Sci.*, 36, 5311-5314.
- Wu, C.C., and Chen, C.C. (1999). "Direct Combustion Synthesis of SiC Powders." *J. Mater. Sci.*, 34, 4357-4363.
- Pacheco, M.M., Bouma, R.H.B., and Katgerman, L. (2008). "Combustion Synthesis of TiB_2 -Based Cermets: Modeling and Experimental Results." *Appl. Phys. A.*, 90, 159-163.
- Mishra, S.K., Das, S.K., and Sherbacov, V. (2007). "Fabrication of $Al_2O_3-ZrB_2$ in situ Composite by SHS Dynamic Compaction: A Novel Approach." *Compos. Sci. Technol.*, 67, 2447-2453.
- Jianxin, D., and Xing, A. (1997). "Wear Resistance of Al_2O_3/TiB_2 Ceramic Cutting Tools in Sliding Wear Tests and in Machining Processes." *J. Mater. Process. Technol.*, 72, 249-255.
- Jianxin, D., Tongkun, C., and Lili, L. (2005). "Self-Lubricating Behaviors of Al_2O_3/TiB_2 Ceramic Tools in Dry High-Speed Machining of Hardened Steel." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25, 1073-1079.
- Tjong, S.C., Wu, S.Q., and Zhu, H.G. (1999). "Wear Behavior of in situ $TiB_2, Al_2O_3/Al$ and $TiB_2, Al_2O_3/Al-Cu$ Composites." *Compos. Sci. Technol.*, 59, 1341-1347.
- Meyers, M.A., Olevsky, E.A., Ma, J., and Jamet, M. (2001). "Combustion Synthesis/ Densification of an $Al_2O_3-TiB_2$ Composite." *Mater. Sci. Eng., A.*, 311, 89-99.
- Plovnick, R.H., and Richards, E.A. (2001). "New Combustion Synthesis Route to $TiB_2-Al_2O_3$." *Mater. Res. Bull.*, 36, 1487-1493.
- Tackacs, L. (2002). "Self-Sustaining Reactions Induced by Ball Milling." *Prog. Mater Sci.*, 47, 355-414.

- Ferranti, L., and Thadhani, N.N. (2003). "Quantitative Characterization of the Microstructure of Two-Phase $TiB_2 + Al_2O_3$ Ceramics Using Mean Integral Curvature." *Metall. Mater. Trans. A.*, 34, 2671-2678.
- Zhiqiang, Y., and Zhenguo, Y. (2007). "Self-Propagating High-Temperature Reductive Synthesis of $TiB_2-Al_2O_3$ Composite Powders." *J. Wuhan Univ. Technol.*, 22(1), 48-51.
- Deqing, W. (2009). "Effects of Additives on Combustion Synthesis of $Al_2O_3-TiB_2$ Ceramic Composite." *J. Eur. Ceram. Soc.*, 29, 1485-1492.
- Li, J., Cai, Z., Guo, H., Xu, B., and Li, L. (2009). "Characteristics of Porous $Al_2O_3-TiB_2$ Ceramics Fabricated by the Combustion Synthesis." *J. Alloys Compd.*, 479, 803-806.
- Zaki, Z.I., Ewais, E.M.M., and Rashad, M.M. (2008). "Novel Route for Combustion Synthesis of Zirconia-Mullite/ TiB_2 Composites." *J. Alloys Compd.*, 467 (12), 288-292.
- Zaki, Z.I. (2009). "Combustion Synthesis of Mullite-Titanium Boride Composite." *Ceram. Int.*, 35, 673-678.
- Omatola, K.M., and Onojah, A.D. (2009). "Elemental Analysis of Rice Husk Ash Using X-Ray Fluorescence Technique." *Int. J. Phys. Sci.*, 4(4), 189-193.
- Ivleva, T.P., and Merzhanov, A.G. (2000). "Three-Dimensional Spinning Waves in the Case of Gas-Free Combustion." *Dokl. Phys.*, 45(4), 136-141.
- Anstis, T.P., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). "A Critical Evolution of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements." *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 533-538.
- Medda, E., Delogu, F., and Cao, G. (2003). "Combination of Mechanochemical Activation and Self-Propagating Behaviour for the Synthesis of Ti Aluminides." *Mater. Sci. Eng., A.*, 361, 23-28.
- Liu, Z., Raynova, S., Zhang, D., and Gabbitas, B. (2007). "Study on the Self Sustained Reactions in an $Al-TiO_2$ Composite Powder Produced by High-Energy Mechanical Milling." *Mater. Sci. Eng., A.*, 449-451, 1107-1110.
- Kong, L.B., Zhang, T.S., Ma, J., and Boey, F.Y.C. (2009). "Mullitization Behavior and Microstructural Development of $B_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$ Mixtures Activated by High-Energy Ball Milling." *Solid State Sci.*, 1333-1342.

- Chen, C.Y., Lan, G.S., and Tuan, W.H. (2000). "Microstructural Evolution of Mullite during the Sintering of Kaolin Powder Compacts" *Ceram. Int.*, 26, 715-720.
- Avure Technologies Inc. (2008). "Isostatic Applications." *Advanced Ceramics*, <<http://www.avure.com/iso/applications/advanced-ceramics.asp>> (Jul. 8, 2009).
- Dambreville, A. (2009). "Maîtrise Orthopédique." *Zirconia Ceramics or "by night, all cats are grey"*, <http://www.maitrise-orthop.com/corpusmaitri/orthopaedic/mo78_zircone/index.shtml> (Nov. 4, 2009).
- Momentive Performance Materials Inc. (2006). "Ceramics." *Titanium Diboride Powder*, <<http://www.momentive.com/momentiveInternetDoc/Internet/Static%20Files/Documents/4%20Color%20Brochures/81510.pdf>> (Jul. 8, 2008).

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ASTM Standard Test Method C373-72



Designation: C 373 - 72 (Reapproved 1977)

Standard Test Method for WATER ABSORPTION, BULK DENSITY, APPARENT POROSITY, AND APPARENT SPECIFIC GRAVITY OF FIRED WHITEWARE PRODUCTS¹

This Standard is issued under the fixed designation C 373; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval.

1. Scope

1.1 This method covers procedures for determining water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired unglazed whiteware products.

2. Apparatus and Materials

2.1 *Balance*, of adequate capacity, suitable to weigh accurately to 0.01 g.

2.2 *Oven*, capable of maintaining a temperature of 150 ± 5 C (302 ± 9 F).

2.3 *Wire Loop, Halter, or Basket*, capable of supporting specimens under water for making suspended mass measurements.

2.4 *Container*—A glass beaker or similar container of such size and shape that the sample, when suspended from the balance by the wire loop, specified in 2.3, is completely immersed in water with the sample and the wire loop being completely free of contact with any part of the container.

2.5 *Pan*, in which the specimens may be boiled.

2.6 *Distilled Water*.

3. Test Specimens

3.1 At least 5 representative test specimens shall be selected. The specimens shall be unglazed and shall have as much of the surface freshly fractured as is practical. Sharp edges or corners shall be removed. The specimens shall contain no cracks. The individual test specimens shall weigh at least 50 g.

4. Procedure

4.1 Dry the test specimens to constant

mass (Note) by heating in an oven at 150 C (302 F), followed by cooling in a desiccator. Determine the dry mass, *D*, to the nearest 0.01 g.

NOTE—The drying of the specimens to constant mass and the determination of their masses may be done either before or after the specimens have been impregnated with water. Usually the dry mass is determined before impregnation. However, if the specimens are friable or evidence indicates that particles have broken loose during the impregnation, the specimens shall be dried and weighed after the suspended mass and the saturated mass have been determined, in accordance with 4.3 and 4.4. In this case, the second dry mass shall be used in all appropriate calculations.

4.2 Place the specimens in a pan of distilled water and boil for 5 h, taking care that the specimens are covered with water at all times. Use setter pins or some similar device to separate the specimens from the bottom and sides of the pan and from each other. After the 5-h boil, allow the specimens to soak for an additional 24 h.

4.3 After impregnation of the test specimens, determine to the nearest 0.01 g the mass, *S*, of each specimen while suspended in water. Perform the weighing by placing the specimen in a wire loop, halter, or basket that is suspended from one arm of the balance. Before actually weighing, counterbalance the scale with the loop, halter, or basket in place and immerse in water to the same depth as is used when the specimens are in place. If it is

¹This method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products. Current edition approved Aug. 29, 1972. Published October 1972. Originally published as C 373 - 55 T. Last previous edition C 373 - 56 (1970).

C 373

desired to determine only the percentage of water absorption, omit the suspended mass operation.

4.4 After the determination of the suspended mass or after impregnation, if the suspended mass is not determined, blot each specimen lightly with a moistened, lint-free linen or cotton cloth to remove all excess water from the surface, and determine the saturated mass, M , to the nearest 0.01 g. Perform the blotting operation by rolling the specimen lightly on the wet cloth, which shall previously have been saturated with water and then pressed only enough to remove such water as will drip from the cloth. Excessive blotting will introduce error by withdrawing water from the pores of the specimen. Make the weighing immediately after blotting, the whole operation being completed as quickly as possible to minimize errors due to evaporation of water from the specimen.

5. Calculations

5.1 In the following calculations, the assumption is made that 1 cm³ of water weighs 1 g. This is true within about 3 parts in 1000 for water at room temperature.

5.1.1 Calculate the exterior volume, V , in cubic centimetres, as follows:

$$V = M - S$$

5.1.2 Calculate the volumes of open pores and impervious portions in cubic centimetres as follows:

$$\text{Volume of open pores, cm}^3 = M - D$$

$$\text{Volume of impervious portions, cm}^3 = D - S$$

5.1.3 The apparent porosity, P , expresses, as a percentage, the relationship of the volume of the open pores of the specimen to

its exterior volume. Calculate the apparent porosity as follows:

$$P = [(M - D)/V] \times 100$$

5.1.4 The water absorption, A , expresses as a percentage, the relationship of the mass of water absorbed to the mass of the dry specimen. Calculate the water absorption as follows:

$$A = [(M - D)/D] \times 100$$

5.1.5 Calculate the apparent specific gravity, T , of that portion of the test specimen that is impervious to water, as follows:

$$T = D/(D - S)$$

5.1.6 The bulk density, B , in grams per cubic centimetre, of a specimen is the quotient of its dry mass divided by the exterior volume, including pores. Calculate the bulk density as follows:

$$B = D/V$$

6. Report

6.1 For each property, report the average of the values obtained with at least 5 specimens, and also the individual values. Where there are pronounced differences among the individual values, another lot of 5 specimens shall be tested and in addition to individual values the average of all 10 determinations shall be reported.

7. Precision and Accuracy

7.1 This method is accurate to ± 0.2 percent water absorption in interlaboratory testing when the average value recorded by all laboratories is assumed to be the true water absorption. The precision is approximately ± 0.1 percent water absorption on measurements made by a single experienced operator.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, is entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103, which will schedule a further hearing regarding your comments. Failing satisfaction there, you may appeal to the ASTM Board of Directors.

ภาคผนวก ข
ข้อมูลดิบจากการทดลอง

ตารางที่ ข1 ข้อมูลดิบในการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

อุณหภูมิเผาอบผนัง 1600°C			
เวลาการบด	นน. แห้ง, W_D (g)	นน. ในน้ำ, W_{SS} (g)	นน. อิ่มตัวด้วยน้ำ, W_S (g)
1	0.547	0.403	0.674
	0.592	0.431	0.717
	0.609	0.443	0.732
	0.447	0.353	0.585
	0.512	0.375	0.627
8	0.514	0.371	0.619
	0.605	0.435	0.722
	0.612	0.442	0.773
	0.516	0.407	0.682
	0.549	0.400	0.672
16	0.537	0.387	0.635
	0.575	0.415	0.675
	0.595	0.430	0.707
	0.512	0.374	0.619
	0.517	0.375	0.621
อุณหภูมิเผาอบผนัง 1650°C			
เวลาการบด	นน. แห้ง, W_D (g)	นน. ในน้ำ, W_{SS} (g)	นน. อิ่มตัวด้วยน้ำ, W_S (g)
1	0.632	0.451	0.758
	0.595	0.421	0.703
	0.598	0.427	0.710
	0.561	0.400	0.662
	0.581	0.413	0.687

ตารางที่ ข1 (ต่อ)

อุณหภูมิเผาอบพนัก 1650°C			
เวลาการอบ	นน. แห้ง, W_D (g)	นน. ในน้ำ, W_{SS} (g)	นน. อิ่มตัวด้วยน้ำ, W_S (g)
8	0.603	0.429	0.723
	0.583	0.417	0.688
	0.557	0.399	0.675
	0.635	0.446	0.753
	0.569	0.402	0.67
16	0.574	0.412	0.680
	0.551	0.390	0.636
	0.626	0.445	0.728
	0.560	0.451	0.758
	0.569	0.401	0.660
อุณหภูมิเผาอบพนัก 1700°C			
เวลาการอบ	นน. แห้ง, W_D (g)	นน. ในน้ำ, W_{SS} (g)	นน. อิ่มตัวด้วยน้ำ, W_S (g)
1	0.593	0.423	0.695
	0.546	0.395	0.641
	0.568	0.406	0.658
	0.602	0.428	0.693
	0.614	0.393	0.628
8	0.596	0.426	0.705
	0.672	0.478	0.781
	0.570	0.410	0.673
	0.565	0.409	0.672
	0.618	0.441	0.722

ตารางที่ ข1 (ต่อ)

อุณหภูมิเผาอบพนัก 1700°C			
เวลาการอบ	นน. แห้ง, W_D (g)	นน. ในน้ำ, W_{SS} (g)	นน. อิมตัวด้วยน้ำ, W_S (g)
	0.529	0.377	0.621
	0.636	0.459	0.759
16	0.604	0.430	0.703
	0.544	0.432	0.708
	0.644	0.457	0.754

ตารางที่ ข2 ข้อมูลดิบในการคำนวณหาค่าความแข็ง

อุณหภูมิเผาอบพูนึก (°C)	ความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกด, d (mm)					
	เวลาการบด (ชั่วโมง)					
	1		8		16	
	d ₁	d ₂	d ₁	d ₂	d ₁	d ₂
1600	0.0324	0.0324	0.0320	0.0320	0.0304	0.0304
	0.0327	0.0327	0.0305	0.0334	0.0298	0.0310
	0.0317	0.0339	0.0324	0.0313	0.0298	0.0310
	0.0349	0.0320	0.0318	0.0318	0.0303	0.0303
	0.0328	0.0315	0.0316	0.0316	0.0293	0.0318
1650	0.0321	0.0323	0.0308	0.0308	0.0292	0.0309
	0.0336	0.0336	0.0317	0.0301	0.0292	0.0301
	0.0318	0.0318	0.0295	0.0315	0.0297	0.0307
	0.0324	0.0305	0.0303	0.0312	0.0297	0.0309
	0.0321	0.0306	0.0303	0.0307	0.0294	0.0287
1700	0.0303	0.0303	0.0309	0.0309	0.031	0.0342
	0.0284	0.0302	0.0306	0.0306	0.0342	0.0320
	0.0288	0.0299	0.0300	0.0306	0.0309	0.0350
	0.0291	0.0305	0.0306	0.0306	0.0346	0.0301
	0.0294	0.0299	0.0342	0.0267	0.0310	0.0345

ตารางที่ ข3 ข้อมูลดิบในการคำนวณหาค่าความเหนียว

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการเผา อบผนึก (°C)	ความยาว รอยแตก (m)	ความแข็งแรง (MPa)	Modulus (MPa)
1	1600	0.00001623	867.3980	3870.193333
	1650	0.00001902	901.2498	4471.063333
	1700	0.00001311	1052.898	6545.310000
8	1600	0.00001824	914.8877	4595.380000
	1650	0.00001166	984.7367	3566.933333
	1700	0.00001967	992.4829	5687.978000
16	1600	0.00001821	1002.954	5385.670000
	1650	0.00001850	1040.939	5324.573333
	1700	0.00002323	864.7515	5860.355000

ตารางที่ ข4 ข้อมูลดิบในการคำนวณหาค่าความแข็งแรงต่อการตัดโค้ง

อุณหภูมิเผาอบพ่น 1600°C			
เวลาในการอบ (ชั่วโมง)	ขนาดของแรงกดที่ทำให้ ชิ้นงานแตกหัก, P (N)	ความกว้างของ ตัวอย่าง, b (mm)	ความสูงของ ตัวอย่าง, d (mm)
1	28.21	3.78	4.01
	18.88	3.77	4.05
	28.39	3.78	4.05
8	26.47	3.81	4.08
	32.53	3.87	4.10
	28.93	3.86	4.20
16	55.57	3.75	4.06
	58.70	3.78	4.17
	55.02	3.78	4.05
อุณหภูมิเผาอบพ่น 1650°C			
เวลาในการอบ (ชั่วโมง)	ขนาดของแรงกดที่ทำให้ ชิ้นงานแตกหัก, P (N)	ความกว้างของ ตัวอย่าง, b (mm)	ความสูงของ ตัวอย่าง, d (mm)
1	46.10	3.80	4.06
	46.75	3.80	4.07
	48.04	3.98	4.11
8	30.64	3.93	4.11
	38.19	3.93	4.17
	57.30	3.98	4.19
16	42.79	3.92	4.18
	38.21	3.91	4.20
	39.73	3.96	4.13

ตารางที่ ข4 (ต่อ)

อุณหภูมิเผาอบพ่น 1700°C			
เวลาในการบด (ชั่วโมง)	ขนาดของแรงกดที่ทำให้ ชิ้นงานแตกหัก, P (N)	ความกว้างของ ตัวอย่าง, b (mm)	ความสูงของ ตัวอย่าง, d (mm)
1	61.27	3.82	3.52
	57.56	3.85	3.47
	58.35	3.90	3.62
8	50.25	3.92	3.19
	48.69	3.92	3.35
	66.32	3.94	3.3
16	52.36	3.92	3.35
	52.17	3.88	3.42
	38.09	3.85	3.28

ภาคผนวก ค

การคำนวณความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี

ตารางที่ ค1 ข้อมูลในการคำนวณหาความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี

ธาตุ/สารประกอบ ที่ใช้ในการทดลอง	ความหนาแน่นทาง ทฤษฎี (g/cm ³)	น้ำหนักที่ตวงในแต่ละชิ้น, Wt _{th} (g)	ปริมาตร (cm ³)
TiO ₂	4.00	8.88	8.88/4.00 = 2.22
B ₂ O ₃	2.55	7.74	7.74/2.55 = 3.03
Al	2.70	10.00	10.00/2.70 = 3.70
Al ₂ O ₃ .2SiO ₂	2.40	26.98	26.98/2.40 = 11.24
รวม		53.60	20.19

$\rho_{th} = 2.65 \text{ g/cm}^3$

Press load (kN)	ความสูงของชิ้นงาน, L _{Exp} (cm)	น้ำหนักของชิ้นงาน, Wt _{Exp} (g)
30	3.64	13.92
40	2.91	13.90
50	2.66	13.89

จากความหนาแน่นทางทฤษฎี

$$\rho_{th} = \frac{Wt_{th}}{A.L_{th}} \quad (\text{ค 1})$$

และความหนาแน่นจากการทดลอง

$$\rho_{Exp} = \frac{Wt_{Exp}}{A.L_{Exp}} \quad (\text{ค 2})$$

โดยที่พื้นที่ของวงกลม เท่ากับ

$$A = \frac{\pi d^2}{4} ; d = 2.54 \text{ cm} \quad (\text{ค 3})$$

และความสูงทางทฤษฎีของชิ้นงาน เท่ากับ

$$L_{th} = \frac{W_{t_{Exp}}}{A \cdot \rho_{th}} \quad (ก 4)$$

เพราะฉะนั้น ความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี เท่ากับ

$$\frac{\rho_{th}}{\rho_{Exp}} = \frac{W_{t_{th}} / A \cdot L_{th}}{W_{t_{Exp}} / A \cdot L_{Exp}} = \frac{L_{Exp}}{L_{th}} \quad (ก 5)$$

$$\rho_{Exp} = \frac{L_{Exp}}{L_{th}} \rho_{th} \quad (ก 6)$$

ตารางที่ ก2 ความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี

Press load (kN)	L_{th} (cm)	L_{Exp} (cm)	L_{th}/L_{Exp}	$\% \rho_{th}$
30	1.034	3.64	0.284	28.4
40	1.033	2.91	0.355	35.5
50	1.032	2.66	0.388	38.8

ภาคผนวก ง

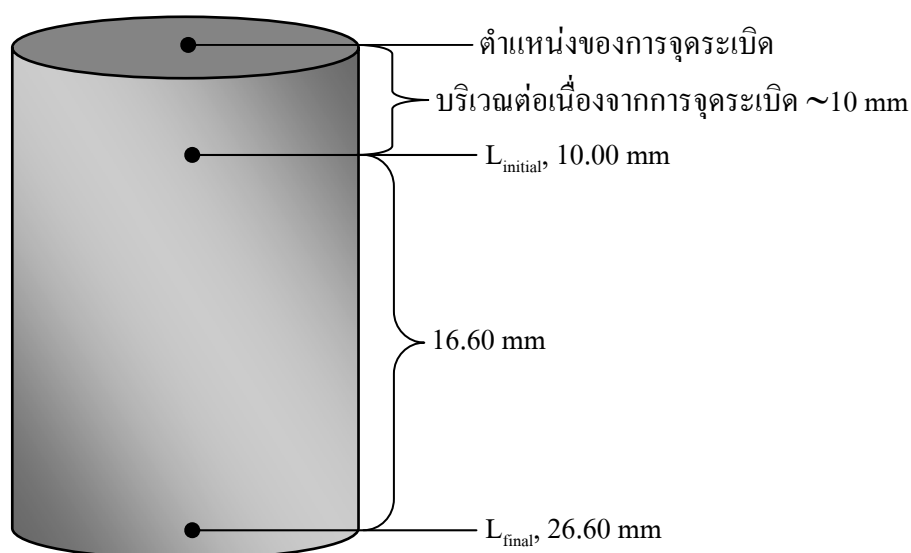
การคำนวณหาอัตราเร็วของการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ตารางที่ ๑1 ข้อมูลการคำนวณอัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

เวลาในการบด Metakaolin (hr.)	ระยะทางการเคลื่อนที่ ของแนวของการเผา ไหม้ ผ่านชิ้นงาน (mm)	เวลาที่แนวของ การเผาไหม้ เคลื่อนที่ผ่าน (s)	อัตราเร็วของการ เคลื่อนที่ของแนวการ เผาไหม้ (mm/s)	เวลาในการ จุดระเบิด (s)
1	$L_{final} - L_{initial}$ 26.60 - 10.00 = 16.60	$t_{final} - t_{initial}$ 55 - 23 = 32	16.60 / 32 = 0.52	20
8	$L_{final} - L_{initial}$ 26.60 - 10.00 = 16.60	$t_{final} - t_{initial}$ 48 - 20 = 28	16.60 / 28 = 0.59	15
16	$L_{final} - L_{initial}$ 26.60 - 10.00 = 16.60	$t_{final} - t_{initial}$ 38 - 17 = 21	16.60 / 21 = 0.79	7

*** $L_{initial}$, $t_{initial}$ คือ ตำแหน่งและเวลาเริ่มต้นที่แนวของการเผาไหม้เริ่มเคลื่อนที่ และ L_{final} , t_{final} คือ ตำแหน่งและเวลาสุดท้ายที่แนวของการเผาไหม้สิ้นสุด

สำหรับตำแหน่งที่สำคัญต่างๆ บนชิ้นงาน ได้แสดงไว้ในรูปที่ ๑.1



รูปที่ ๑.1 ตำแหน่งและระยะต่างๆ ที่นำมาคำนวณหาอัตราการก้าวหน้าด้วยตัวเอง

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล	นายวัช ณะดี	
รหัสประจำตัวนักศึกษา	5110120017	
วุฒิการศึกษา		
วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วัสดุศาสตร์)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2550

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

1. ทุนรายได้คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
2. ทุนอุดหนุนค่าธรรมเนียมการศึกษา มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

Chanadee, T., Niyomwas, S., and Memongkol, N. (2009) "Synthesis and Characterization of TiB₂ - Mullite Composite via Self-Propagating High-Temperature Synthesis Method." *Proc., the 4th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment and 2nd Asian Symposium on Materials and Processing (RAMM & ASMP 2009)*, Universiti Sains Malaysia, Penang, Malaysia., 1-6.