



การสังเคราะห์และศึกษาคุณลักษณะของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม - ไทเทเนียมไดโบไรด์  
- อะลูมินา สำหรับเคลือบผิวท่อโลหะด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางโดยอาศัย  
ปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

**Synthesis and Characterization of Fe<sub>3</sub>Al - TiB<sub>2</sub> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite for Metal Pipe  
by Centrifugal Technique *via* Self Propagating High-Temperature Synthesis**

ปาจริย์ เกิดกุล

Pajaree Kerkool

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**

2556

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

**ชื่อวิทยานิพนธ์** การสังเคราะห์และศึกษาคุณลักษณะของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม - ไทเทเนียมไดออกไซด์ - อะลูมินา สำหรับเคลือบผิวท่อโลหะด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางโดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

**ผู้เขียน** นางสาวปจรรย์ เกิดกุล

**สาขาวิชา** วิศวกรรมวัสดุ

---

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	คณะกรรมการสอบ
..... (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)	.....ประธานกรรมการ (ดร.วิษณุ ราชเพ็ชร)
	.....กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)
	.....กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีรวรรณ เหล่าศิริพจน์)
	.....กรรมการ (ดร.เรืองเดช ชงศรี)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธีระพล ศรีชนะ)  
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้เป็นผลมาจากการศึกษาวิจัยของนักศึกษาเอง และขอแสดงความขอบคุณบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้อง

ลงชื่อ.....

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นิยมวาส)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ลงชื่อ.....

(นางสาวปาริย์ เกิดกุล)

นักศึกษา

(4)

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใดมาก่อน และ  
ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

ลงชื่อ.....

(นางสาวปจรรย์ เกิดกุล)

นักศึกษา

**ชื่อวิทยานิพนธ์** การสังเคราะห์และศึกษาคุณลักษณะของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินา สำหรับเคลือบผิวท่อโลหะด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง โดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

**ผู้เขียน** นางสาวปาจริย์ เกิดกุล

**สาขาวิชา** วิศวกรรมวัสดุ

**ปีการศึกษา** 2555

### บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยนี้คือ การสังเคราะห์วัสดุผสมเพื่อเคลือบผิวภายในท่อโลหะจากสารตั้งต้นในระบบอิลเมไนด์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) อะลูมิเนียม (Al) โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง โดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ตัวแปรของกระบวนการสังเคราะห์ประกอบด้วย อัตราส่วนผสมของปฏิกิริยา ( $\text{FeTiO}_3:6\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeTiO}_3:7\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ  $\text{FeTiO}_3:8\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:2\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) เวลาในการบดของ  $\text{FeTiO}_3$  (1, 2 และ 3 ชั่วโมง) ปริมาณของ  $\text{CaF}_2$  (1, 3 และ 5 % น้ำหนัก) และความเร็วรอบ (1500, 1750, 2000 และ 2250 rpm) ซึ่งผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ได้จะศึกษาลักษณะของสมบัติเชิงกล (ความแข็ง)

ผลการศึกษาพบว่าเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับที่เป็นผลให้การแยกชั้นผิวเคลือบของเหล็กอะลูมิเนียม ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ ) เสริมแรงด้วยไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) และอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) คือ  $\text{CaF}_2$  5% ระดับความเร็วหมุน 2250 rpm ความต้องการปริมาณองค์ประกอบของชั้นผิวเคลือบมีการผันแปรตามอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นและเวลาบดของ  $\text{FeTiO}_3$  ซึ่งค่าความแข็งของ  $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{TiB}_2$

<b>Thesis Title</b>	Synthesis and Characterization of $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ Composite for Metal Pipe by Centrifugal Technique Via Self Propagating High-Temperature Synthesis
<b>Author</b>	Miss.Pajaree Kerdkool
<b>Major Program</b>	Materials Engineering
<b>Academic Year</b>	2012

### Abstract

The purpose of this investigation was to synthesized the composite coating materials for metal pipe from the natural ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), aluminium (Al), boron oxide ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ), iron oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) reactant system by self-propagating high temperature synthesis assist centrifugal technique (SHS-Centrifugal).

The synthesis and process parameter a stoicheometric of the reactants ( $\text{FeTiO}_3:6\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeTiO}_3:7\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{FeTiO}_3:8\text{Al}:\text{B}_2\text{O}_3:2\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), milling time of  $\text{FeTiO}_3$  (1, 2 and 3 hr.) amount of  $\text{CaF}_2$  (1, 3 and 5%wt.) and a rotation speed (1500, 1750, 2000 and 2250 rpm) on the composite coating product characteristic as well as the mechanical properties (micro-hardness) were investigated.

The experiment results shown that the best condition to form separated phases between  $\text{Fe}_3\text{Al}+\text{TiB}_2$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  was 5%wt of  $\text{CaF}_2$  and 2250 rpm of a rotation speed. In addition, the amount of composite coating product were also varied by a stoicheometric mixture of the reactants and milling time of  $\text{FeTiO}_3$ . The micro-hardness of  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  was increase from 459 HV to 688.8 HV while, a rotation speed and milling time of  $\text{FeTiO}_3$  was 2250 rpm and 3 hr. respectively.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าต้องขอขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่ออกนามและมีได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นิยมวาส ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่คอยให้คำปรึกษาและแนะนำดูแลตลอดช่วงการทำวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีรวรรณ เหล่าศิริพจน์ ดร.วิษณุ ราชเพ็ชร ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และ ดร.เรืองเดช ชงศรี ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่กรุณารับเป็นกรรมการสอบและแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ และบุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้คำแนะนำและเป็นທີ່ปรึกษาเกี่ยวกับการทำปฏิบัติการและงานด้านเอกสารต่าง ๆ และขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และกลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม สถานวิจัยวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากรศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่เอื้อเฟื้อและสนับสนุนเกี่ยวกับการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือ

ขอขอบพระคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ กลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม รวมถึงเพื่อน ๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดี

ท้ายที่สุดขอขอบพระคุณ บิดา มารดา พี่ชาย และเพื่อน ๆ ที่อยู่เบื้องหลังคอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีที่สุดให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ปาจริย์ เกิดกุล

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(5)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(11)
รายการรูป	(12)
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	3
1.2.1 พื้นฐานของวัสดุผสม	3
1.2.2 ปฏิกริยาระหว่างสารประกอบของแข็ง	6
1.2.3 การสังเคราะห์โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง	9
1.2.4 กระบวนการ SHS-centrifugal	12
1.2.5 การวิเคราะห์อุณหภูมิพลศาสตร์	15
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	16
1.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง	33
1.5 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	38
1.6 ขอบเขตของการวิจัย	38
1.7 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	38
1.8 สถานที่ทำการวิจัย	39
2. วิธีการวิจัย	40
2.1 วัสดุและอุปกรณ์การทดลอง	40
2.2 สารเคมี	44
2.3 การดำเนินการทดลอง	47
2.3.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	47



## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.2 การศึกษาระดับความเร็วหมุนของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	48
2.3.3 การศึกษาเวลาบดอิลเมไนต์	49
2.3.4 การศึกษาผลของการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์	50
2.3.5 การศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นการสังเคราะห์	52
2.3.6 การทดสอบความแข็งของผิวเคลือบวัสดุผสม	53
2.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป	55
3. ผลและการวิเคราะห์ผล	60
3.1 ผลจากการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์	60
3.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์เคลือบผิวด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	62
3.3 การศึกษาระดับความเร็วหมุนของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	64
3.3.1 ผลวิเคราะห์ของ โครงสร้างจุลภาค	64
3.3.2 ผลต่อการก่อรูปของเฟส	67
3.4 ศึกษาเวลาบดอิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ )	69
3.4.1 ผลของเวลาบดอิลเมไนต์ที่มีผลต่อชั้นผิวเคลือบต่อโลหะ	70
3.5 การศึกษาการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ )	72
3.5.1 ผลวิเคราะห์ของ โครงสร้างจุลภาค	73
3.5.1.1 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ก่อรูปในบริเวณที่ 1 ( $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก)	76
3.5.1.2 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ก่อรูปในบริเวณที่ 2 ( $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก)	76
3.5.1.1 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ก่อรูปในบริเวณที่ 3 ( $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก)	76
3.5.2 ผลของระบบสารตั้งต้นต่อการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์	80
3.6 ผลของอัตราส่วนผสมสารตั้งต้น	82
3.7 ผลทดสอบความแข็ง	86
4. บทสรุปและข้อเสนอแนะ	91
4.1 สรุปผล	91

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2 ข้อเสนอแนะ	92
บรรณานุกรม	93
ภาคผนวก	96
ประวัติผู้เขียน	116

### รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	สมบัติเชิงฟิสิกส์และเชิงกลของไทเทเนียมไดโบไรด์	5
1.2	ตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS	12
1.3	สมบัติเชิงกลของชิ้นผิวโลหะ stainless ก่อนและหลัง กระบวนการ Solution treatment ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 20 นาที	23
1.4	สมบัติเชิงกลของท่อวัสดุผสม	28
1.5	น้ำหนักของสารตั้งต้น	35
1.6	ค่าความหนาแน่น ค่าความแข็งที่เป็นมาจากระดับความเร็วหมุน	35
1.7	สรุปตัวแปรที่มีผลต่อระบบของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ของงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	37
2.1	วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	40
2.2	สารเคมีที่ใช้ในกระบวนการทดลอง	44
2.3	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.1)	47
2.4	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.1) และเติม CaF <sub>2</sub>	50
2.5	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.2) – (2.3)	52
3.1	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ	68
3.2	ผลของเวลาในการบดลดขนาด ต่ออนุภาคของอิลเมไนท์	69
3.3	ปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้นจากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ	80
3.4	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ	81

## รายการรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างของโลหะเชิงประกอบเหล็กอะลูมิเนียม (Fe <sub>3</sub> Al)	4
1.2 ลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์ (a) ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีลักษณะแผ่นเรียบ (Flat) หรือผลึกคล้ายแผ่นรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal platelets)	4
1.3 ปฏิกิริยาระหว่างสองผลึก (A และ B) ที่มีผิวสัมผัสหนึ่งด้าน ภายหลังจากเริ่มต้นก่อรูปของผลิตภัณฑ์ C อีอนจาก A และ B จะต้องมีการแพร่ในทิศทางกันข้ามผ่านชั้นของผลิตภัณฑ์ เพื่อก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์ใหม่ ที่มีหน้ารอยต่อระหว่าง A/C และ B/C	6
1.4 ผลึกลูกบาศก์ (a) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 6 cm <sup>2</sup> และ (b) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ 60 cm <sup>2</sup>	7
1.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาสำหรับกระบวนการ SHS	9
1.6 ความสัมพันธ์ระหว่าง T <sub>ad</sub> และ ΔH <sub>298</sub> <sup>o</sup> /C <sub>p</sub> ของสารประกอบบางชนิดที่ผลิตโดย SHS	10
1.7 แสดงลักษณะการเผาไหม้ตามเวลา (t) ที่เปลี่ยนไปของสารในกระบวนการ SHS	11
1.8 ลักษณะแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	13
1.9 ลักษณะวิธีการหล่อโลหะแบบเหวี่ยง	14
1.10 ลักษณะวิธี SHS-centrifugal	14
1.11 แบบจำลองทิศทางการเกิดปฏิกิริยา SHS-centrifugal	15
1.12 พลังงานกิบส์ (G) สำหรับปฏิกิริยา (1.5) – (1.10) ตามฟังก์ชันของอุณหภูมิ (T)	16
1.13 กระบวนการ SHS centrifugal densification แบบ Single และ Multiphase	17
1.14 โครงสร้างการก่อรูปของชั้นผิวเคลือบ NiAl โดยวิธี SHS centrifugal densification	18
1.15 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD (X-ray diffraction) ของชั้นผิวเคลือบ NiAl โดยวิธี SHS centrifugal	18
1.16 ภาพถ่ายจากกล้องอิเล็กทรอนิกส์แบบส่องกวาดของการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ความเร่งของแรงเหวี่ยง (a) 58 g และ (b) 233 g	19
1.17 โครงสร้างของชั้นผิวอะลูมินาที่ก่อรูปในกระบวนการ SHS densification (a) ผิวในสุดและ (b) ส่วนตรงกลางของชั้นเซรามิก	19
1.18 ลักษณะวิธี SHS-centrifugal	20

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
1.19 ลักษณะชั้นผิวเซรามิกของท่อ Composite	21
1.20 ผลการวิเคราะห์ XRD ของชั้นผิวเคลือบ	21
1.21 ภาพถ่าย TEM แสดงชั้นผิวโลหะ Stainless หลังผ่านกระบวนการ Solution treatment ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 20 นาที	22
1.22 กระบวนการ Centrifugal SHS : (1) เครื่องหมุนเหวี่ยง (2) ท่อทองแดง (3) สารผสมตั้งต้น (4) ผิวเคลือบทองแดง (5) ผิวเคลือบเซรามิก	23
1.23 (a) แสดงอิทธิพลของตัวเติมต่อความพรุน และ (b) แสดงอิทธิพลของตัวเติมต่อความแข็ง	24
1.24 แสดงตัดขวางชั้นผิวท่อวัสดุผสม (a) แนวตัดตรง และ (b) แนวตัดขวาง : (1) Base metal (2) Intermetallic layer (3) Multiphase ceramic layer	25
1.25 โครงสร้างจุลภาคของชั้นผิว Intermetallic	25
1.26 โครงสร้างจุลภาคของอินเตอร์เฟสระหว่างชั้นผิว Intermetallic และ ceramic : อธิบายส่วนของอินเตอร์เฟส : บริเวณ A คือ ชั้นผิว Intermetallic บริเวณ B คือ อินเตอร์เฟส, บริเวณ C คือ ชั้นผิว Multiphase ceramic	26
1.27 ความหนาแน่นปรากฏที่อัตราส่วนการเติม SiO <sub>2</sub> ที่แตกต่างกัน (a) ไม่เติม และ (b) เติมร้อยละ 4	27
1.28 ความแข็งของชั้นผิวเคลือบ	27
1.29 โครงสร้างของชั้นผิวเซรามิกที่เติม SiO <sub>2</sub> (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5	28
1.30 แผนภาพแสดงขณะการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อ (a) แผนภาพการหล่อเหวี่ยง และ (b) ส่วนประกอบของวงแหวน	29
1.31 ผลวิเคราะห์ XRD ของผิวเคลือบวัสดุผสม	30
1.32 ภาพตัดขวางของชั้นเคลือบวัสดุผสม (a) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายต่ำ (b) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายสูงของอนุภาค WC และ (c) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายสูงของอนุภาค WC	30

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
1.33	(a) แผนภาพแสดงคำอธิบายเครื่องมือการทดลอง และ (b) แผนภาพแม่พิมพ์ของท่อเหล็กกล้ากับผง Ni	32
1.34	ภาพแนวตัดขวางของท่อโลหะเคลือบผิว	32
1.35	ลักษณะภาพตัดขวางของการเคลือบชั้นผิวท่อโลหะ	33
1.36	การหล่อเหวี่ยงภายในท่อโลหะพร้อมทั้งตัวเสริมแรงและโลหะผสมที่หลอมละลายไว้ก่อนแล้ว	36
1.37	การหล่อเหวี่ยงภายในท่อโลหะพร้อมกับการใส่ตัวเสริมแรงและโลหะผสม	36
2.1	วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมส่วนผสมตั้งต้น (a) Electronic Balance (b) Two roll ball mill machine และ (c) Planetary ball mill	41
2.2	วัสดุ และเครื่องมือที่ใช้เตรียมชิ้นงานสังเคราะห์ (a) เครื่องเจาะมอเตอร์ไฟฟ้าขนาดเล็ก (b) ค้อน ตะไบ คริม กรรไกร เทปขาว และ (c) ท่อโลหะ จุกไม้	42
2.3	เครื่องมือและอุปกรณ์ช่วยในขณะการสังเคราะห์ (a) เครื่อง SHS-centrifugal และ (b) หน้าจอเครื่องปรับความเร็วรอบ	42
2.4	ชุดพ่นเปลวไฟ Oxy-acetylene gas	43
2.5	อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณสมบัติ (a) X-ray diffraction (XRD) (b) Vicker hardness Tester (c) Scanning electron microscope (SEM) with Energy dispersive x-ray spectrometer และ (d) Laser particle size analyzer (LPSA)	43
2.6	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง (a) $Fe_2O_3$ (b) Al (c) $FeTiO_3$ (d) $B_2O_3$ และ (e) $CaF_2$	45
2.7	การติดตั้งระบบการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะ โดยวิธี SHS-centrifugal	46
2.8	แบบจำลองการติดตั้งระบบการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะ โดยวิธี SHS-Centrifugal ประกอบด้วย (1) ทิศทางการหมุน (2) จุกไม้ (3) ตัวช่วยประคองท่อ (4) ท่อโลหะ (5) ปากจับสามหัว และ (6) มอเตอร์ปรับระดับความเร็ว	46

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.9	55
ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองอุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	
2.10	56
ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ที่ความเร็วรอบต่างกัน	
2.11	57
ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ที่เวลาบดละเอียด $FeTiO_3$ ต่างกัน	
2.12	58
ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ในระบบเติมปริมาณ $CaF_2$ ต่างกัน	
2.13	59
ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ในระบบอัตราส่วนผสมต่างกัน	
3.1	62
ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาเคมีในสมการที่ (3.2) – (3.4) ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง $0 - 3000\text{ }^{\circ}C$ (พื้นฐานจากการคำนวณจากโปรแกรม HSC Chemistry <sup>®</sup> )	
3.2	63
แผนภาพจำลองการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์ในขณะที่เกิดการหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง	
3.3	63
แบบจำลองภาพตัดขวาง สังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมเหล็กและอะลูมินาภายในท่อโลหะประกอบด้วย (a) ท่อโลหะ (b) ชั้นผิวเคลือบโลหะเชิงประกอบ และ (c) ชั้นผิวเคลือบเซรามิก	
3.4	65
ผิวเคลือบท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน (a) 1500 rpm (b) 1750 rpm (c) 2000 rpm และ (d) 2250 rpm	
3.5	66
ภาพโครงสร้างจุลภาคด้านตัดแนวขวางของชั้นผิวเคลือบที่ระดับความเร็วรอบ 1500 rpm บริเวณที่ 1 : ผิวท่อ และบริเวณที่ 2 : ชั้นผิวเคลือบ	

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.6	ภาพโครงสร้างจุลภาคด้านตัดแนวขวางของชั้นผิวเคลือบที่ระดับความเร็วรอบ 2000 rpm บริเวณที่ 1 : ผิวท่อ และบริเวณที่ 2 : ชั้นผิวเคลือบ	66
3.7	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่เป็นองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบ	67
3.8	ผลวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$	68
3.9	ความสัมพันธ์ระหว่างขนาด และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค กับเวลาในการอบของ $FeTiO_3$	69
3.10	ผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบท่อโลหะผสมในระบบสาร $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$ (ที่เวลาอบ $FeTiO_3$ ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง	70
3.11	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบท่อโลหะผสมในระบบสารตั้งต้น $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$ (ที่เวลาอบ $FeTiO_3$ ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง	71
3.12	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบบริเวณโลหะผสมในระบบสารตั้งต้น $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$ (ที่เวลาอบ $FeTiO_3$ ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง	71
3.13	ภาพตัดขวางของท่อโลหะแสดงให้เห็นลักษณะของผิวเคลือบที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm ที่การเติมปริมาณ $CaF_2$ ต่างกัน (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5	73
3.14	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผิวเคลือบในภาคตัดขวางที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm เมื่อเติม $CaF_2$ ต่างกัน (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5	74
3.15	แผนภาพจำลองแสดงบริเวณจุดที่ทำการวิเคราะห์กระจายค่าพลังงานที่ก่อรูป (a) ชิ้นงานเติม $CaF_2$ ร้อยละ 3 บริเวณ 2 จุด และ (b) ชิ้นงานเติม $CaF_2$ ร้อยละ 5 บริเวณ 1 จุด	75



## รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.16 ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อเดิมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก บริเวณรอยเชื่อมต่อระหว่างผิวท่อและเฟส $Fe_3Al+TiB_2$ (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)	77
3.17 ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อเดิมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก บริเวณรอยเชื่อมต่อเฟส $Fe_3Al+TiB_2$ และเฟส $Al_2O_3$ (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)	78
3.18 ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อเดิมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก บริเวณรอยเชื่อมต่อระหว่างผิวท่อและเฟส $Fe_3Al+TiB_2$ (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีเข้มคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)	79
3.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารตั้งต้นในระบบ $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3-CaF_2$	80
3.20 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชั้นผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบวัสดุผสมของ $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$ ในระบบสารตั้งต้น $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$	81
3.21 ลักษณะท่อโลหะหลังการสังเคราะห์เสีรูปร่าง	83
3.22 แสดงบริเวณชั้นผิวเคลือบผลิตภัณฑ์บริเวณที่ต่อเสีรูปร่าง	83
3.23 ผิวเคลือบท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ระบบสารตั้งต้นต่างกัน (a) $FeTiO_3+7Al+B_2O_3+1.5Fe_2O_3$ และ (b) $FeTiO_3+8Al+B_2O_3+2Fe_2O_3$	84
3.24 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบตั้งต้นสารตั้งต้นที่ต่างกัน (a) $FeTiO_3+7Al+B_2O_3+1.5Fe_2O_3$ และ (b) $FeTiO_3+8Al+B_2O_3+2Fe_2O_3$	84

### รายการรูป (ต่อ)

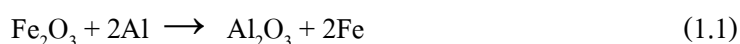
รูปที่	หน้า
3.25	85
<p>ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดแสดงของขนาดเกรนของ <math>\text{TiB}_2</math> ในระบบสัดส่วนสารตั้งต้นที่ต่างกัน (a) <math>\text{FeTiO}_3 + 7\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 1.5\text{Fe}_2\text{O}_3</math> และ (b) <math>\text{FeTiO}_3 + 8\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}_2\text{O}_3</math></p>	
3.26	86
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ <math>\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2</math> ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน</p>	
3.27	87
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ <math>\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2</math> ที่เวลาบดของ <math>\text{FeTiO}_3</math> ต่างกัน</p>	
3.28	87
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ <math>\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2</math> ที่การเติมปริมาณร้อยละของ <math>\text{CaF}_2</math> ต่างกัน</p>	
3.29	88
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ <math>\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2</math> ที่อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน</p>	
3.30	88
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน</p>	
3.31	89
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> ที่เวลาบดของ <math>\text{FeTiO}_3</math> ต่างกัน</p>	
3.32	89
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> ที่การเติมปริมาณร้อยละของ <math>\text{CaF}_2</math> ต่างกัน</p>	
3.33	90
<p>กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> ที่อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน</p>	

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย

กระบวนการสังเคราะห์สารประกอบเชิงโลหะโดยอาศัยปฏิกิริยาแก้วหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงนั้นเกิดขึ้นมานานแล้ว ด้วยเทคนิควิธีการหลาย ๆ อย่างและวิธีการใหม่ ๆ ที่ได้นำมาประยุกต์ใช้กับการสังเคราะห์ดังกล่าวนี้เกิดขึ้นมาอย่างต่อเนื่อง ในปัจจุบันอุตสาหกรรมมีการพัฒนาทางด้านเทคโนโลยีเพิ่มมากขึ้น เพื่อหาวิธีการที่ดีที่สุดที่สามารถช่วยลดค่าใช้จ่ายต้นทุนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมให้น้อยลง ตัวอย่างเช่นท่อที่ใช้ในการลำเลียงแก๊ส น้ำมัน สารละลายเคมี หรือซีเมนต์ เมื่อมีการใช้งานมากขึ้นประกอบกับความร้อนของตัวกลางที่ลำเลียงส่งผลให้ภายในท่อเกิดการกัดกร่อน สึกหรือ สึกกร่อน แตกร้าว และมีอายุของท่อสั้นลง ทั้งนี้และทั้งนี้การใช้งานของท่อจึงขึ้นอยู่กับสภาพสิ่งแวดล้อม วิธีการใช้งาน และวิธีการรักษาด้วย จึงได้มีผู้คิดค้นหาวิธีการเพื่อยืดอายุการใช้งานของท่อให้นานขึ้นและลดต้นทุนในการบำรุงรักษา ในปัจจุบันงานด้านอุตสาหกรรมได้เลือกใช้วิธีการเคลือบผิวภายในของท่อลำเลียงด้วยวัสดุเซรามิก ซึ่งวิธีการดั้งเดิมจะเป็นการขึ้นรูปลอกเซรามิกแล้วสวมอัดไว้เป็นผิวท่อกภายใน โดยการให้ความร้อนแก่ท่อโลหะแก่การขยายตัว และวิธีการแบบใหม่นี้ คือ การนำเอาวิธีสังเคราะห์โดยอาศัยปฏิกิริยาแก้วหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis : SHS) และเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (Centrifugal) รวมเข้าด้วยกัน จึงมีชื่อเรียกว่า “SHS-centrifugation” เพื่อให้ได้วิธีการสังเคราะห์สารใหม่และสามารถนำสารที่สังเคราะห์ได้มาเคลือบผิวภายในท่อที่อุณหภูมิสูงได้ทันที จึงเป็นการเคลือบชั้นผิวร่วมกันระหว่างเซรามิกและโลหะลงบนท่อโลหะเพื่อช่วยยืดอายุการใช้งานของท่อโลหะได้นานขึ้น ซึ่งการสังเคราะห์โดยวิธี SHS-centrifugation แรกเริ่มจะนิยมใช้สารตั้งต้นที่สามารถสังเคราะห์ได้ง่าย ไม่ยุ่งยาก และจะต้องเป็นสารตั้งต้นรวมกัน 2 ชนิดขึ้นไป ทั้งนี้ชั้นผิวเคลือบภายในท่อจะขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาสารตั้งต้นและระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางที่เลือกสังเคราะห์ด้วย พื้นฐานของปฏิกิริยาสารตั้งต้นของวิธี SHS-centrifugation แสดงดังสมการที่ 1.1 (Hua et al., 1999)



ตั้งแต่นั้นมาวิธีการดังกล่าวได้ถูกนำมาประยุกต์และพัฒนาอย่างต่อเนื่อง ด้วยการเพิ่มสารตั้งต้นชนิดอื่นเข้าไป เช่น  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CrO}_3$ ,  $\text{NiO}$  (Xi et al. 2003)  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  และ  $\text{ZrO}_2$  (Du et al. 2005) เพื่อให้ได้ที่มีสมบัติที่แข็งแรงและความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงทำให้เกิดการยึดเกาะกันของเนื้อพื้นระหว่างเซรามิกและโลหะ นอกจากนี้ท่อที่ใช้ศึกษาอาจจะเป็นท่อสแตนเลส (Xi et al. 2003) หรือท่อทองแดง (Du et al. 2005) ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมด้วย เมื่อนำเอาผงของสารตั้งต้นผสมบรรจุลงในท่อแล้วติดตั้งลงบนเครื่องให้แรงเหวี่ยงและเริ่มค่อย ๆ ปรับระดับความเร็วรอบที่ต้องการสังเคราะห์เป็นเวลา 2 - 3 นาที ระดับความเร็วรอบส่วนใหญ่จะอยู่ในช่วง 800 ถึง 2500 rpm (Du et al. 2005) เพื่อให้สารตั้งต้นกระจายในระดับที่สม่ำเสมอและยึดเกาะอยู่ภายในท่ออย่างหลวม ๆ จากนั้นจึงทำการจุดระเบิดเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ด้วยลวดทั้งสแตนเลส (Xi et al. 2003) หรือเปลวไฟ oxygen-acetylene (Du et al. 2005) เมื่อสารตั้งต้นผสมภายในท่อเกิดการหลอมเหลวและเย็นตัวลงเป็นผลิตภัณฑ์สารประกอบยึดเกาะอยู่ภายในท่อทั้งหมดแล้วจึงค่อย ๆ ปรับระดับความเร็วรอบของแรงหมุนเหวี่ยงลง ข้อดีของวิธีการนี้คือ ทนต่อการกัดกร่อนและการสึกหรอดีขึ้น ทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้นไม่ว่าจะเป็นทั้งการแตกร้าวที่ลดลง และความเหนียวเพิ่มขึ้น

อิลเมไนต์ (ilmenite :  $\text{FeTiO}_3$ ) เป็นหนึ่งในสามของแร่เศรษฐกิจที่สำคัญของโลหะไทเทเนียม ซึ่งอิลเมไนต์มีเหล็ก (Fe) ร้อยละ 36.8 ไทเทเนียม (Ti) ร้อยละ 31.6 ออกซิเจน (O) ร้อยละ 31.6 ปริมาณของไทเทเนียมกับเหล็กอาจแปรเปลี่ยนได้ เนื่องจากมลทินของโลหะอื่นแร่อิลเมไนต์มีรูปผลึกระบบเฮกซะโกนอล ผลึกมักจะเป็นแบบแผ่นหนาหรือเป็นชั้น ปกติจะมีเนื้อเสมานแน่นหรือเป็นเม็ดเท่าขนาดเม็ดทราย ความแข็ง 5.5 - 6.0 ความถ่วงจำเพาะ 4.7 ความวาวคล้ายโลหะหรือกึ่งโลหะ เป็นผงละเอียดสีดำหรือน้ำตาลแดง อาจมีคุณสมบัติแม่เหล็กได้โดยไม่ต้องเผาให้ร้อน เนื้อทึบแสง (Opaque) การกำเนิดอิลเมไนต์เกิดเป็นแร่รองในหินอัคนีและหินแปรหลายชนิด โดยเฉพาะหินแกรบโบร และหินไดออไรต์โดยการแตกตัวหรือตกผลึกในช่วงต้น ๆ ของหินหนืด มีส่วนสัมพันธ์กับแร่แมกนีไทต์ พบปนอยู่ในทรายร่วมกับแมกนีไทต์ รูไทล์ เซอร์คอน และโมนาไซต์ พบเสมอในแหล่งดีบุกในประเทศและในแหล่งพลอยบางแหล่ง แร่อิลเมไนต์ในแหล่งแร่ดีบุกจะมีขนาดเท่าเม็ดทราย พวกทำเหมือนแร่ดีบุกมักเรียกว่าซีแร่ (อามัง) ส่วนที่พบในแหล่งพลอยส่วนใหญ่เป็นชนิดที่เป็นก้อนหรือผลึกขนาดโต (Megacryst) ประโยชน์ของอิลเมไนต์เป็นแร่ที่ให้ธาตุไทเทเนียมที่สำคัญ ไทเทเนียมเป็นโลหะสีเทาเงิน น้ำหนักเบา ความหนาแน่น 4.5 เมกะกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ทนทานต่อการกัดกร่อน นำความร้อนและไฟฟ้าต่ำ ผิวขัดขึ้นเงา มีคุณสมบัติทางแม่เหล็กอ่อน การใช้ไทเทเนียมนั้นประมาณร้อยละ 95 ใช้ในรูปสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) ส่วนที่เหลืออีกร้อยละ 5 จะถูกนำไปใช้ในทางด้านโลหะกรรมสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์มีสีขาว ทึบแสงสะท้อนแสงดีและไม่เป็นพิษ นำมาใช้เป็นสาร

ในอุตสาหกรรมผลิตสี กระจก ยาง และวัสดุต่าง ๆ ด้วยคุณสมบัติที่เด่นในด้านต้านแรงสูง ทนความร้อน น้ำหนักเบาและต้านทานการกัดกร่อนที่ดีเยี่ยมของโลหะไทเทเนียม จึงถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมอากาศยาน นับตั้งแต่โครงสร้างเครื่องบินจนถึงส่วนประกอบต่าง ๆ ของเครื่องยนต์ ใช้ในอุตสาหกรรมประเภทอื่นสำหรับภาชนะที่เกี่ยวข้องกับสารเคมีที่มีความกัดกร่อนสูง ([http://www.dmr.go.th/ewt\\_nwes.php?nid=582&Filename=min1](http://www.dmr.go.th/ewt_nwes.php?nid=582&Filename=min1) สืบค้นวันที่ 24 ธันวาคม 2553)

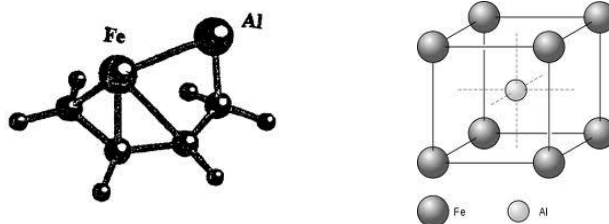
ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงนำเอาวิธี SHS-centrifugation มาประยุกต์ใช้เคลือบผิวภายในท่อโลหะ ซึ่งนำเอาสารตั้งต้นหลัก Al และ  $Fe_2O_3$  มาผสมรวมกับ  $FeTiO_3$  และ  $B_2O_3$  โดยให้แก๊ส Oxygen-acetylene เป็นตัวให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้และใช้แรงเหวี่ยงท่อด้วยระดับความเร็วรอบต่าง ๆ เพื่อให้ผลิตภัณฑ์มีการยึดติดกับผิวภายในท่อได้ดีและให้มีสมบัติเชิงกลที่เพิ่มขึ้น

## 1.2 ทฤษฎีและหลักการ

### 1.2.1 พื้นฐานของวัสดุผสม

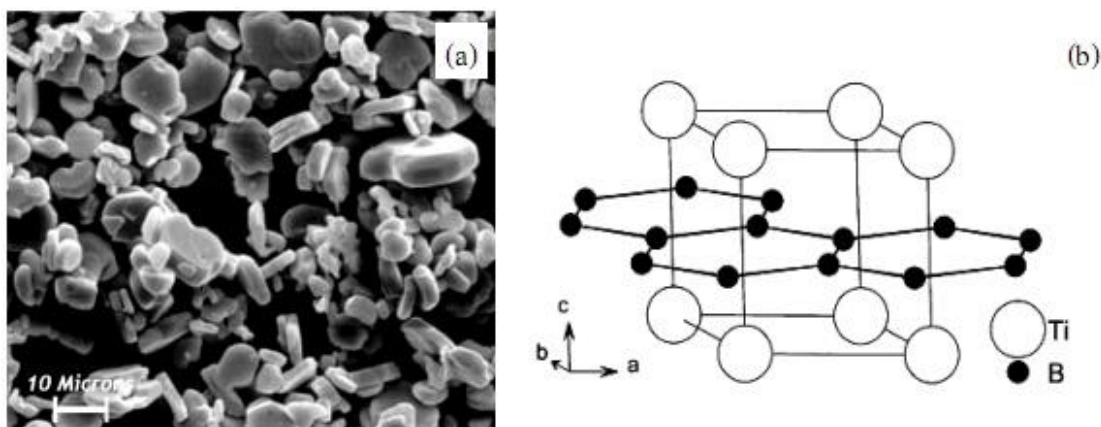
ในส่วนนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดและสมบัติของผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบวัสดุผสมโลหะและเซรามิกซึ่งเป็นองค์ประกอบในระบบของวัสดุเชิงประกอบเหล็กอะลูมิเนียม - ไทเทเนียม ไดบอไรด์ - อะลูมินา

**เหล็กอะลูมิเนียม (Iron Aluminide :  $Fe_3Al$ )** เป็นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างเหล็ก (Fe) กับอะลูมิเนียม (Al) แสดงดังรูปที่ 1.1 ซึ่งลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่มีความแข็งแรงสูง ทนต่อการออกซิเดชัน ต้านทานการเสื่อมสภาพถึง  $1200^{\circ}C$  ต้านทานการออกซิไดซ์ของเกลือหลอมเหลวได้ดีเยี่ยม ส่วนใหญ่จะนำมาทำเป็นเหล็กกล้าไร้สนิมซึ่งทนอุณหภูมิของสารกัมมันตภาพแวดล้อมของออกซิไดซ์ของความร้อน ความต้านทานขึ้นส่วนยานยนต์ ตัวกรองโลหะ คุณสมบัติทางเคมีของเหล็กอะลูมิเนียมประกอบด้วย Fe ร้อยละ 81.89 Al ร้อยละ 15.9 Cr ร้อยละ 2.20 และ B ร้อยละ 0.01



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของโลหะเชิงประกอบเหล็กอะลูมิเนียม (Fe<sub>3</sub>Al) (<http://www.reade.com/home> สืบค้นวันที่ 15 กันยายน 2555)

ไทเทเนียมไดโบไรด์ (Titanium Diboride : TiB<sub>2</sub>) เป็นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างไทเทเนียม (Ti) กับโบรอน (B) ซึ่งลักษณะทางสัณฐานวิทยาและโครงสร้างผลึกแสดงไว้ในรูปที่ 1.2 และสมบัติทางกายภาพและทางกลแสดงไว้ในตารางที่ 1.1 ไทเทเนียมไดโบไรด์มีจุดหลอมเหลวและความแข็งสูง มีความหนาแน่นต่ำ มีความสามารถในการนำความร้อน และไฟฟ้าได้ดีรวมถึงความต้านทานต่อสารเคมี ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์เป็นวัสดุทนไฟ (Refractory materials) หัวพ่น (Nozzle) เกราะที่มีน้ำหนักเบา (Light Armor) วัสดุคมตัด (Cutting tool) เป็นตัวเติมเพื่อผลิตวัสดุเชิงเซรามิกเชิงประกอบชนิดพิเศษ หรือเติมลงในโลหะเพื่อใช้เป็นเฟสเสริมแรง เช่น วัสดุประกอบเนื้อพื้นแมกนีเซียมหรืออะลูมิเนียม และอาจใช้เป็นวัสดุเคลือบ (Coating materials) เป็นต้น (Shahbahrami et al. 2007; Niyomwas et al. 2008)



รูปที่ 1.2 ลักษณะของไทเทเนียมไดโบไรด์ (a) ผงไทเทเนียมไดโบไรด์ ที่มีลักษณะแผ่นเรียบ (Flat) หรือผลึกคล้ายแผ่นรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal platelets) (Momentive performance materials Inc 2008) และ (b) โครงสร้างทางเคมีของผลึกไทเทเนียมไดโบไรด์ (Will 2004)

ตารางที่ 1.1 สมบัติทางกายภาพและทางกลของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Momentive Performance Materials Inc. 2008)

สมบัติเชิงฟิสิกส์และเชิงกล	ค่า
ความหนาแน่น (ทฤษฎี) (Theoretical density)	4.52 g/cm <sup>3</sup>
จุดหลอมเหลว (Melting point)	2850 – 2900°C
การขยายตัวเนื่องจากความร้อน	8.1x10 <sup>-6</sup> /°C
การนำความร้อน	
ที่ 25°C	60 – 120 W/m <sup>-k</sup>
ที่ 2300°C	55 – 125 W/m <sup>-k</sup>
ความต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistivity)	10 – 30 micro-ohm-cm
ความต้านทานต่อการแตกหัก (Fracture strength)	350 – 500 MPa
มอดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus elasticity)	550 GPa
ความแข็งแบบนूप (Knoop hardness)	3000 kg/mm <sup>2</sup>

\* สมบัติมีการเปลี่ยนแปลงขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์

อะลูมินา (Alumina : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) มีชื่อทางเคมีคือ Aluminium oxide จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์ตั้งแต่ยุคก่อนประวัติศาสตร์จนถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนามาใช้งานมากขึ้น อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุที่พบในรูปของ Corundum (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Diaspore (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O) Gibbsite (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O) และ Bauxite (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O) โดยแร่ Corundum ที่พบจะเป็นแร่รัตนชาติ เช่น ทับทิม (Ruby) ไพลิน (Sapphire) บุษราคัม (Yellow sapphire) เป็นรูปแบบของ Corundum ที่มีมลทิน

อะลูมินาจะพบในรูปแอลฟา (α) แกมมา (γ) และเบต้า (β) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของแอลฟาอะลูมินา และแกมมาอะลูมินาในอุณหภูมิที่ไม่เกิน 500°C อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมา หากนำไปเผาอุณหภูมิสูงถึง 1150 – 1200°C จะเปลี่ยนอยู่ในรูปแอลฟา แต่เบต้าอะลูมินาจะอยู่ในรูปของสารประกอบโซเดียมคือ Sodium aluminate (Na<sub>2</sub>O·11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

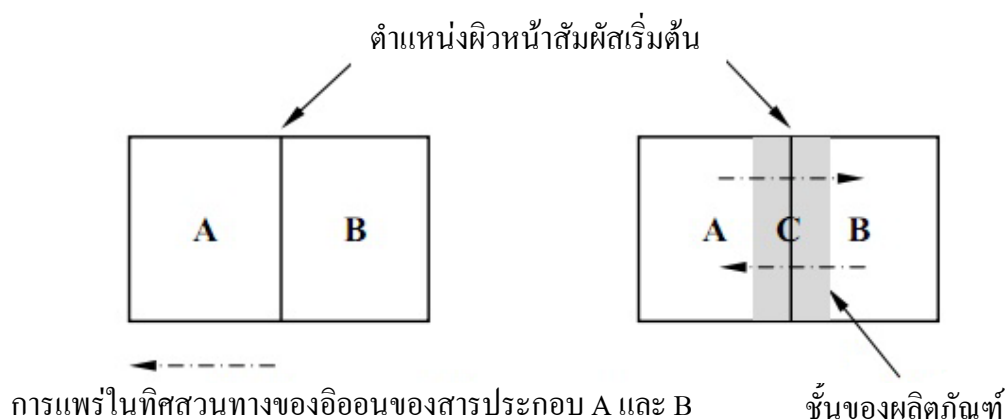
เนื่องจากสมบัติของอะลูมินามีค่าความแข็งสูง มีความหนาแน่นสูง มีความต้านทานต่อการขีดสีและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดีและมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้อุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเครื่องจักร ซึ่งอะลูมินาบริสุทธิ์มีความถ่วงจำเพาะ 3.4 – 4.0 จุดหลอมเหลว 2030°C

## 1.2.2 ปฏิกริยาระหว่างสารประกอบของแข็ง

เมื่อสารประกอบของแข็งทำปฏิกริยาระหว่างกันที่อุณหภูมิสูง ไม่ได้หมายความว่าสารประกอบทุกตัว ยังคงรักษาสถานะของแข็งไว้ที่อุณหภูมิที่มีปฏิกริยาเกิดขึ้น เฟสของเหลว (หลอมละลายจากของแข็ง) หรือแม้แต่เฟสแก๊ส อาจมีส่วนร่วมทำให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวลขึ้น

### ลักษณะทั่วไปของปฏิกริยาของแข็ง

ในการที่จะทำความเข้าใจความแตกต่างระหว่างปฏิกริยาในสารละลายและในสถานะของแข็ง รวมทั้งปัญหาที่เกี่ยวข้องกับปฏิกริยาของแข็ง จะใช้การพิจารณาปฏิกริยาทางความร้อนของผลึกสารประกอบ A และ B ที่สัมผัสกันอย่างแนบสนิทตลอดผิวหน้าด้านหนึ่ง ดังรูปที่ 1.3 ในกรณีที่ไม่มีกรหลอมเหลวเกิดขึ้นในระหว่างปฏิกริยา ดังนั้นปฏิกริยาจะต้องเกิดขึ้นที่จุดสัมผัสระหว่างสารประกอบทั้งสองเป็นจุดเริ่มต้น แล้วต่อมาปฏิกริยาจะดำเนินไป โดยการแพร่เข้าสู่เนื้อผลิตภัณฑ์ (รูปที่ 1.3)



**รูปที่ 1.3** ปฏิกริยาระหว่างสองผลึก (A และ B) ที่มีผิวสัมผัสหนึ่งด้าน ภายหลังจากการเริ่มต้นก่อรูปของผลิตภัณฑ์ C ไอออนจาก A และ B จะต้องมีการแพร่ในทิศตรงกันข้ามผ่านชั้นของผลิตภัณฑ์ เพื่อก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์ใหม่ ที่ผิวหน้ารอยต่อระหว่าง A/C และ B/C (สูตรรวม 2552)

ในขั้นตอนแรกของปฏิกริยา คือ การก่อเกิดนิวเคลียส (Nuclei) ของผลิตภัณฑ์ C ที่พื้นที่ผิวหน้าสัมผัสระหว่าง A และ B ซึ่งอาจพบอุปสรรคถ้าหากการก่อเกิดสารใหม่นี้ ต้องการการจัดระเบียบโครงสร้างใหม่อย่างสูง ซึ่งภายหลังกระบวนการนิวเคลียสเอชัน (Nucleation) ของผลิตภัณฑ์ C ชั้นของผลิตภัณฑ์ได้ถูกก่อตัวขึ้น ในขั้นตอนผิวหน้าสัมผัสเพิ่มเป็น 2 ตำแหน่ง นั่นคือผิวหน้าสัมผัสระหว่างสาร A กับสาร C และสาร B กับสาร C ในการที่จะทำให้เกิดปฏิกริยา



ดำเนินต่อไปได้ การแพร่ในทิศทางของอออนจากสาร A กับสาร B จะต้องเคลื่อนที่ผ่านชั้นของสาร C เพื่อไปสู่ผิวหน้าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นใหม่

เมื่อปฏิกิริยาดำเนินต่อไป ชั้นของผลิตภัณฑ์หนาขึ้น ส่งผลให้การแพร่ของอออนจากสาร A กับสาร B เพื่อไปทำปฏิกิริยาอีกชั้น และทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาช้าลง เนื่องจากชั้นของผลิตภัณฑ์ทำหน้าที่คล้ายเป็นแนวป้องกัน ในกรณีอย่างง่ายที่ปฏิกิริยาถูกควบคุมโดยการแพร่แบบแลตทิซ ผ่านชั้นระนาบ (Planar layer) กฎอัตรา (Rate law) จะอยู่ในรูปของสารการพาราโบลา ดังนี้

$$\frac{dx}{dt} = k \cdot x^{-1} \quad (1.2)$$

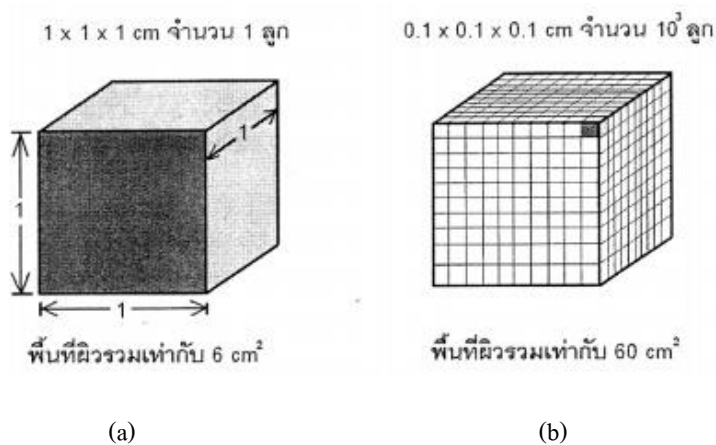
โดยที่  $x$  คือ ปริมาณของปฏิกิริยา (ในที่นี้คือ ชั้นความหนาของผลิตภัณฑ์)

$t$  คือ เวลา

$k$  คือ ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา (Rate constant)

โดยปกติอออนจะถูกดักอยู่ในแลตทิซที่เหมาะสมและยากที่จะเคลื่อนย้ายไปสู่ตำแหน่งอื่น ๆ มีเพียงแต่กรณีที่อุณหภูมิสูงเพียงพอที่อออนจะมีพลังงานเพียงพอในการแพร่ผ่านแลตทิซของผลึก โดยปกติสำหรับสารหนึ่ง ๆ อุณหภูมิ 2 ใน 3 ของจุดหลอมเหลว ก็เพียงพอที่จะกระตุ้นให้เกิดการแพร่ดังกล่าวและส่งผลให้สามารถปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้ (สุธรรม 2552)

พื้นที่ผิวของแข็ง



รูปที่ 1.4 ผลึกลูกบาศก์ (a) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ  $6 \text{ cm}^2$  และ (b) พื้นที่ผิวรวมเท่ากับ  $60 \text{ cm}^2$  (สุธรรม 2552)

พื้นที่ผิวของของแข็งจำนวนหนึ่ง ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคของแข็งนั้น ๆ การคำนวณอย่างง่ายแสดงได้ดังนี้ เช่น พิจารณาผลึกลูกบาศก์ที่ปริมาตร  $1 \text{ cm}^3$  ซึ่งประกอบไปด้วย 6 ด้าน ที่มีพื้นที่ในแต่ละด้านเท่ากับ  $1 \text{ cm}^2$  นั่นคือมีพื้นที่ผิวรวมเท่ากับ  $6 \text{ cm}^2$  เมื่อตัดผลึกก้อนนี้ตามแนวขนานแต่ละด้านจะเป็น 10 ส่วนเท่า ๆ กัน (ดังรูปที่ 1.4) ผลที่ได้ก็คือผลึกลูกบาศก์จำนวน  $10^3$  ลูก มีขนาด  $0.1 \times 0.1 \times 0.1 \text{ cm}^3$  ในแต่ละลูกทั้งนี้ ผลึกลูกบาศก์จำนวน  $10^3$  ลูก มีมวลและปริมาตรรวมเท่ากับกับผลึกลูกใหญ่ แต่พื้นที่ผิวโดยรวมใหม่จะมีค่ามากกว่าลูกบาศก์เดิมถึง 10 เท่า ( $10^3 \times 6 \times 0.01 \text{ cm}^2$ ) (รูปที่ 1.4 (b))

ในการบดลดขนาดของอนุภาคในช่วงเวลาหนึ่ง สามารถลดขนาดผลึกจาก  $1 \text{ cm}^3$  ไปสู่อนุภาคในช่วงขนาด  $10 \mu\text{m}$  ดังนั้นถ้าหากทุก ๆ อนุภาคเป็นผลึกลูกบาศก์ พื้นที่ผิวรวมจะกลายเป็น  $6 \times 10^3 \text{ cm}^2$  ( $0.6 \text{ m}^2$ ) (ข้อสังเกต : ขนาดอนุภาค  $10 \mu\text{m}$  เป็นตัวแทนของระยะทางการแพร่โดยประมาณเท่ากับ  $10^4$  เท่าของหน่วยเซลล์ (Unit cell))

แม้ว่าพื้นที่ผิวของของแข็ง จะเป็นตัวควบคุมส่วนใหญ่ของพื้นที่สัมผัสของเกรนของตัวทำปฏิกิริยาของสารผสม แต่ก็ไม่ได้ปรากฏอย่างชัดเจนโดยตรงในสมการความสัมพันธ์ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 1.2 แต่อย่างไรก็ตามพื้นที่ผิวได้ถูกใส่ไว้โดยอ้อม จากการศึกษาที่ผลผกผันของความสัมพันธ์ของความหนาของชั้นผลิตภัณฑ์ (x) และพื้นที่ของการสัมผัส ดังตัวอย่างเช่น เมื่ออนุภาคลูกบาศก์ ขนาด  $10 \mu\text{m}$  2 ลูก ทำปฏิกิริยาระหว่างกัน ชั้นของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการเปลี่ยนรูปร้อยละ 50 คือความหนา  $10 \mu\text{m}$  เมื่อขนาดของผลึกถูกลดลงเป็น  $1 \mu\text{m}$  พื้นที่ผิวของผลึกที่มีน้ำหนักเท่ากัน จะเพิ่มขึ้นถึง 10 เท่าตัว แต่ความหนาของชั้นผลิตภัณฑ์ที่การเปลี่ยนรูปร้อยละ 50 มีค่าเพียง  $1 \mu\text{m}$  ซึ่งตามความสัมพันธ์ในสมการที่ 1.2 ผลที่ได้จะทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น

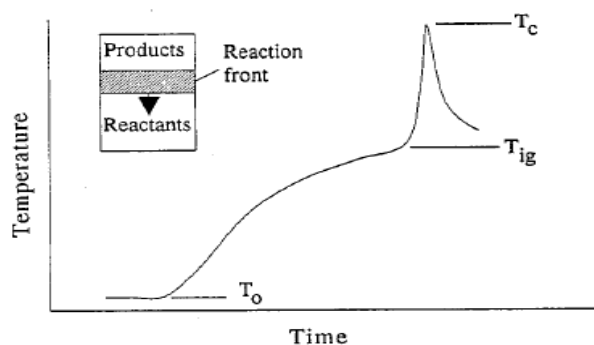
ในทางปฏิบัติที่จะทำให้ผิวสัมผัสของสารตั้งต้นของแข็งสัมผัสกันอย่างดีทุกส่วนเป็นไปได้ยาก โดยปกติพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างสารตั้งต้น จะมีค่าน้อยกว่าพื้นที่ผิวทั้งหมด พื้นที่ผิวสัมผัสอาจเพิ่มขึ้นได้อีกโดยการใช้แรงอัดผงผสมสารตั้งต้นให้เป็นเม็ด (Pellet) อย่างไรก็ตามแม้จะใช้ความดันสูงในการอัด แต่ก็ไม่สามารถทำให้ได้ผิวสัมผัสสูงสุดได้ ผิวสัมผัสระหว่างสารสามารถเพิ่มได้อีกโดยการใช้แรงอัดและและความร้อนในเวลาเดียวกัน แต่ก็ยังเป็นกระบวนการที่ช้า และอาจต้องใช้เวลาหลายชั่วโมงต่อกระบวนการ (สุธรรม 2552)

### 1.2.3 การสังเคราะห์โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis : SHS)

กระบวนการ SHS จะเกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาของผงวัสดุอัดแน่นที่ประกอบไปด้วยสารตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป โดยที่มีการจุดระเบิดผงวัสดุอัดที่ปลายด้านหนึ่ง แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนที่เพียงพอต่อการเผาไหม้ขยายและลุกลามต่อไปทั้งชิ้นงาน ซึ่งความร้อนของปฏิกิริยามีผลมาจากค่าความแตกต่างปริมาณมากของเอนทัลปี (Enthalpy) ของตัวทำปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องได้เองที่อุณหภูมิ (Self-propagating high temperature synthesis (SHS) reaction) คล้ายกับการแตกตัวของพลู เพราะว่ามันเกิดอย่างต่อเนื่องเหมือนคลื่น ซึ่งเคลื่อนจากจุดเริ่มต้นไปด้วยความเร็วแบบเดียวกันตลอด (Uniform speed) ปฏิกิริยาเคมีส่วนใหญ่เกิดขึ้นในช่วงสั้น ๆ ในบริเวณหลอมตัว (Molten zone) มีลักษณะเป็นคลื่นและมีผลให้อุณหภูมิสูงขึ้นถึง 2000°C ความร้อนที่สูงส่งผ่านไปยังวัสดุใช้เวลาเพียงเสี้ยววินาทีและไม่จำเป็นต้องใช้ความร้อนจากภายนอกเพื่อขับเคลื่อนกระบวนการนี้ สุดท้ายจะได้ผลิตภัณฑ์สารสังเคราะห์ดังรูปที่ 1.7 และตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS ดังตารางที่ 1.2

กระบวนการ SHS เริ่มต้นที่อุณหภูมิของสารตั้งต้น  $T_0$  ถูกให้ความร้อนอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิการจุดระเบิด  $T_{ig}$  ซึ่งก็คือจุดที่กระบวนการไม่ต้องการพลังงานเพิ่มเติมในการทำปฏิกิริยาแต่ไคนेटิกของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก โดยอุณหภูมิทางทฤษฎีสูงสุดของปฏิกิริยาหรือเรียกว่า อุณหภูมิแอดิแบติก  $T_{ad}$  เกิดขึ้นภายใต้สมมติฐานการไม่สูญเสียความร้อนของปฏิกิริยาสู่สิ่งแวดล้อม ทำให้ในความเป็นจริงค่าอุณหภูมิสูงสุดของปฏิกิริยา  $T_c$  จะมีค่าต่ำกว่า  $T_{ad}$  เสมอ โดยปกติการเตรียมผงอัดของสารตั้งต้นจะกระทำภายใต้อุณหภูมิที่ต่ำกว่า  $T_0$  ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิต่างๆนี้กับเวลาได้แสดงไว้ในรูปที่ 1.5

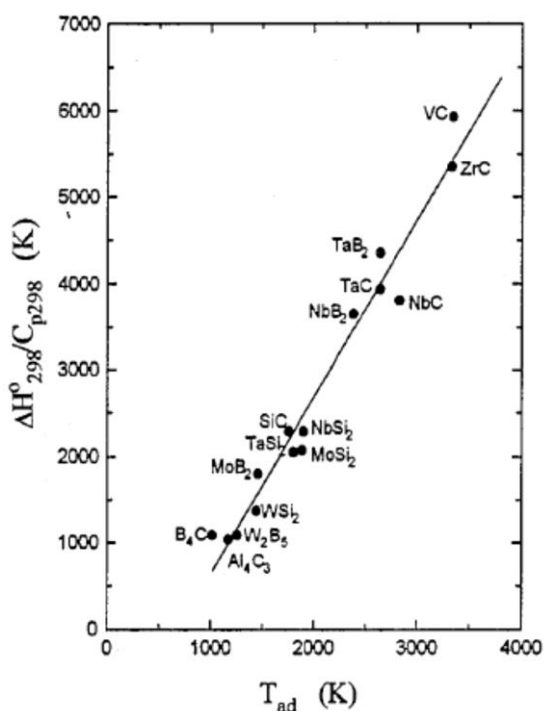


รูปที่ 1.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาสำหรับกระบวนการ SHS (Moore and Feng 1995)

การคำนวณค่า  $T_{ad}$  ภายใต้สภาวะแอดีเยแบติก สามารถคำนวณได้จากสมการความสัมพันธ์ของเอนทัลปีของการก่อรูป (Enthalpy of formation :  $\Delta H_T^\circ$ ) ของสารประกอบ ดังแสดงในสมการที่ (1.3) และลักษณะการเผาไหม้ของระบบ SHS แสดงดังรูปที่ 1.6

$$-\Delta H_T^\circ = H_{T_{ad}} - H_T = \int_T^{T_{ad}} nC_p dT \quad (1.3)$$

โดยปกติค่าอุณหภูมิแอดีเยแบติก ( $T_{ad}$ ) จากปฏิกิริยาของระบบสารต่าง ๆ จะมีค่าอยู่ระหว่าง 1000 – 6000 K โดยปกติ และได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $T_{ad}$  และ  $\Delta H_{298}^\circ/C_p$  ดังรูปที่ 1.6



รูปที่ 1.6 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $T_{ad}$  และ  $\Delta H_{298}^\circ/C_p$  ของสารประกอบบางชนิดที่ผลิตโดย SHS (Moore and Feng 1995)

ในกรณีที่มีการเปลี่ยนเฟสในผลิตภัณฑ์ก่อนที่ชิ้นงานจะมีอุณหภูมิถึงอุณหภูมิแอดีเยแบติก สมการที่ 1.4 จะมีการเพิ่มเทอมของความร้อนแฝงของการเปลี่ยนเฟส ดังแสดงในสมการที่ 1.4 (Moore and Feng 1995)

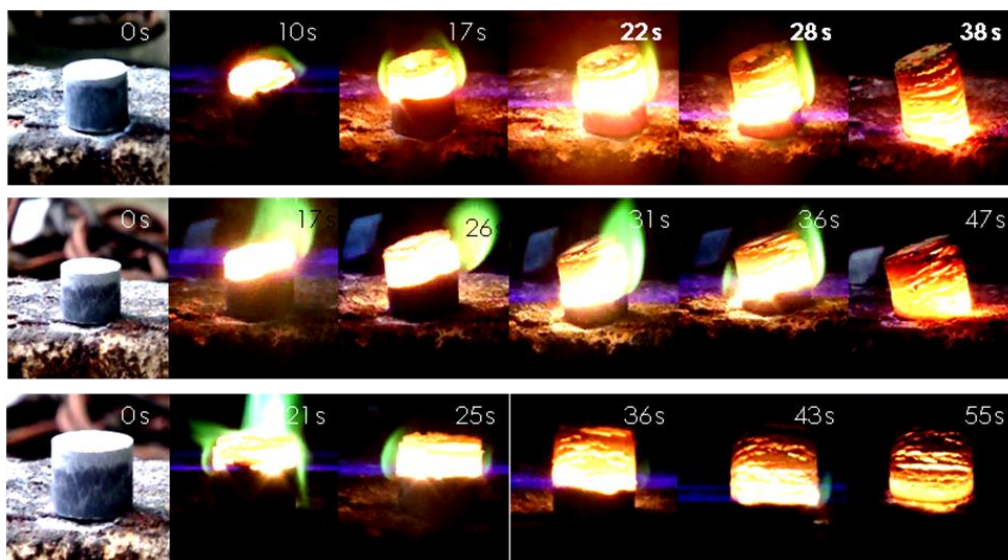
$$\Delta H_T^o + \int_T^{T_{ad}} \Sigma n C_p dt + \Sigma n L = 0 \quad (1.4)$$

โดยที่  $n$  คือ จำนวน โมลของผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้

$C_p$  คือ ค่าความจุความร้อน

$L$  คือ ค่าเอนทาลปีของการเปลี่ยนเฟส

ส่วนค่าความร้อนของการก่อรูป ( $\Delta H_T^o$ ) ที่อุณหภูมิใด ๆ ซึ่งปกติมักจะใช้  $T = 298$  K แต่ก็สามารถคำนวณที่อุณหภูมิอื่น ๆ ได้ตามต้องการ ดังนั้นการคำนวณ สมการที่ 1.4 จะสามารถบอกค่า  $T_{ad}$  ที่อุณหภูมิ  $T$  ตามต้องการ ซึ่งถึงแม้  $T_{ad}$  ที่คำนวณได้จะมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิของปฏิกิริยาจริง แต่ผลการคำนวณสามารถ เป็นครรชนบอกค่าอุณหภูมิของระบบที่มีค่า  $T_{ad} > 1800^\circ\text{C}$  จะสามารถเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองจนตลอดชิ้นงานภายหลังการจุดระเบิด (Moore and Feng 1995) แต่ถ้า  $T_{ad} < 1800^\circ\text{C}$  ชิ้นงานจะต้องได้รับการอุ่นจนถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมก่อนที่จะจุดระเบิดให้ชิ้นงาน



รูปที่ 1.7 แสดงลักษณะการเผาไหม้ตามเวลา (t) ที่เปลี่ยนไปของสารในกระบวนการ SHS (ธวัช 2553)

ตารางที่ 1.2 ตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS (<http://www.ism.ac.ru/handbook/shsf.htm> สืบค้นวันที่ 19 ตุลาคม 2553)

Burning velocity	0.1–20 cm/s
Combustion temperature	2300–3800 K
Heating rate	$10^3$ – $10^6$ K/s
Igniting fluence	10–200 cal/(cm <sup>2</sup> s)
Induction time for ignition	0.2–1.2 s
Ignition temperature	800–1200 K

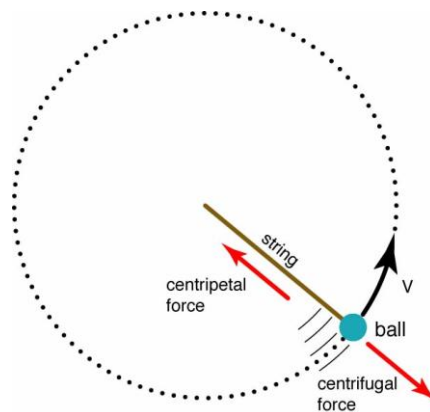
ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเผาไหม้ในกระบวนการ SHS มีหลายประการ ดังนี้ (Yi and Moore 1990)

- 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 reactant e.g. solid, liquid, gas)
- สิ่งเจือปน (Impurities)

#### 1.2.4 กระบวนการ SHS-centrifugal

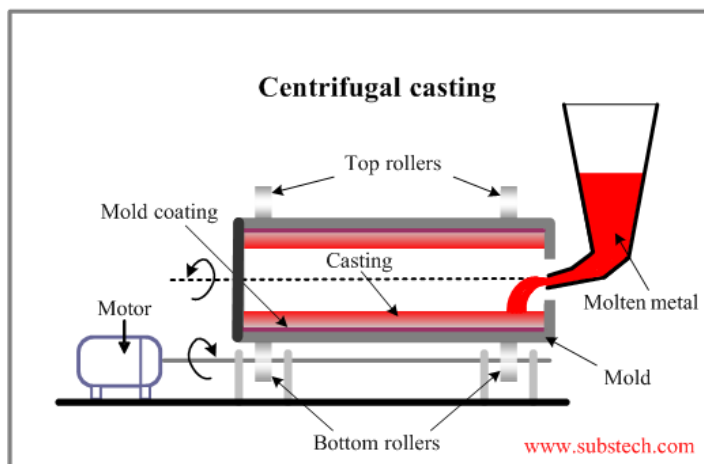
**แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง** (มาจาก ภาษาลาติน “Centrum” ศูนย์ และ “Fugere” หนี) หมายถึง ผลของแรงเฉื่อยที่เกิดขึ้นในการเชื่อมต่อการหมุนที่ออกไปด้านนอกห่างจากศูนย์กลางของการหมุน ในกลศาสตร์นิวโตเนียน ระยะแรงเหวี่ยงจะใช้ในการอ้างถึงหนึ่งในสองแนวความคิด

ที่แตกต่าง “แรงเหวี่ยง” ของกรอบอ้างอิง และการทำปฏิกิริยากำลังที่สอดคล้องกับ “แรงสู่ศูนย์กลาง” แสดงดังรูปที่ 1.8 โดยพื้นฐานของการเคลื่อนที่ของแรงเหวี่ยงขึ้นอยู่กัเวลา ความเร็ว ความเร่ง โมเมนตัม โมเมนความเหวี่ยง พลังงานศักย์ และพลังงานจล เป็นต้น



รูปที่ 1.8 ลักษณะแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (<http://www.enioangelo.com/SolarSystem/CentrifugalForcesLagrangian.htm> สืบค้นวันที่ 10 กรกฎาคม 2553)

ดังนั้นลักษณะวิธีการหล่อโลหะแบบเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง แสดงดังรูปที่ 1.9 จึงเป็นต้นแบบที่นำหลักการมาประยุกต์ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์สารปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis : SHS) ร่วมกับ แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (Centrifugal force) มีชื่อเรียกว่า “Self-propagating high temperature synthesis centrifugal force (SHS-centrifugal)” เป็นการนำเอาสารตั้งต้นมาผสมกันก่อนบรรจุลงที่กระทะที่ตั้งตั้งลงบนเครื่องให้แรงเหวี่ยง จากนั้นจึงให้ค่อย ๆ ปรับระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงโดยใช้มอเตอร์เป็นตัวขับเคลื่อนให้เกิดการหมุนด้วยความเร็วในระดับต่าง ๆ หลังจากนั้นจะให้ลวดทังสเตนหรือแก๊สเป็นตัวจุดระเบิดให้เกิดความร้อนจนกระทั่งเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ของสารตั้งต้นทั้งหมดเปลี่ยนรูปอยู่ในสภาวะหลอมเหลวและเย็นตัวลงเป็นผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมยึดติดกับผิวภายในท่อด้วยความหนาแน่น แสดงดังรูปที่ 1.10 และทิศทางขณะเกิดการเผาไหม้ของปฏิกิริยาจะอยู่ในแนวแกนของแรงเหวี่ยงที่เป็น ไปในทิศทางเดียวกันจนสารตั้งต้นมีการเผาไหม้หมดทั้งท่อ ดังแสดงในรูปที่ 1.11

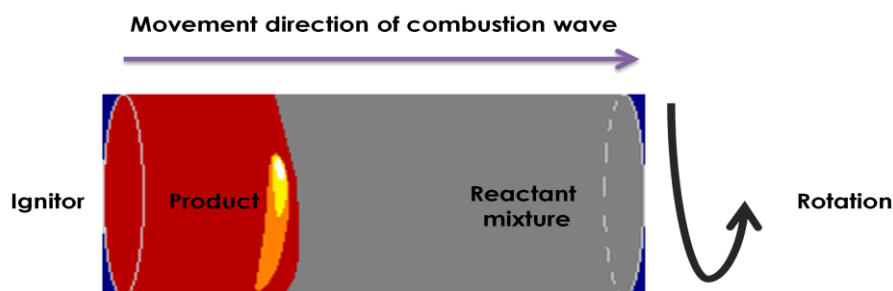


รูปที่ 1.9 ลักษณะวิธีการหล่อโลหะแบบเหวี่ยง ([http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=centrifugal\\_casting](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=centrifugal_casting) สืบค้นวันที่ 9 มิถุนายน 2553)



รูปที่ 1.10 ลักษณะวิธี SHS-centrifugal ([http://www.ism.ac.ru/handbook/61tt4\\_2.htm](http://www.ism.ac.ru/handbook/61tt4_2.htm) สืบค้นวันที่ 10 มิถุนายน 2553)

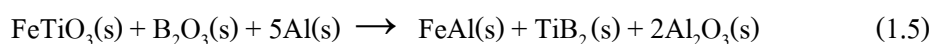




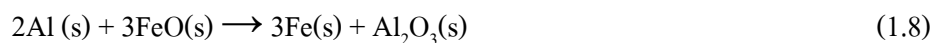
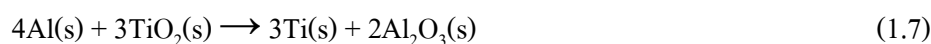
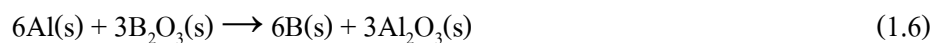
รูปที่ 1.11 แบบจำลองทิศทางการเกิดปฏิกิริยา SHS-Centrifugal (สืบค้นวันที่ 22กรกฎาคม 2553)

### 1.2.5 การวิเคราะห์อุณหพลศาสตร์

ในการศึกษา  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Al}$  ซึ่งในสำหรับปฏิกิริยา Aluminothermic SHS ปฏิกิริยาทั้งหมดแสดงดังสมการที่ 1.5

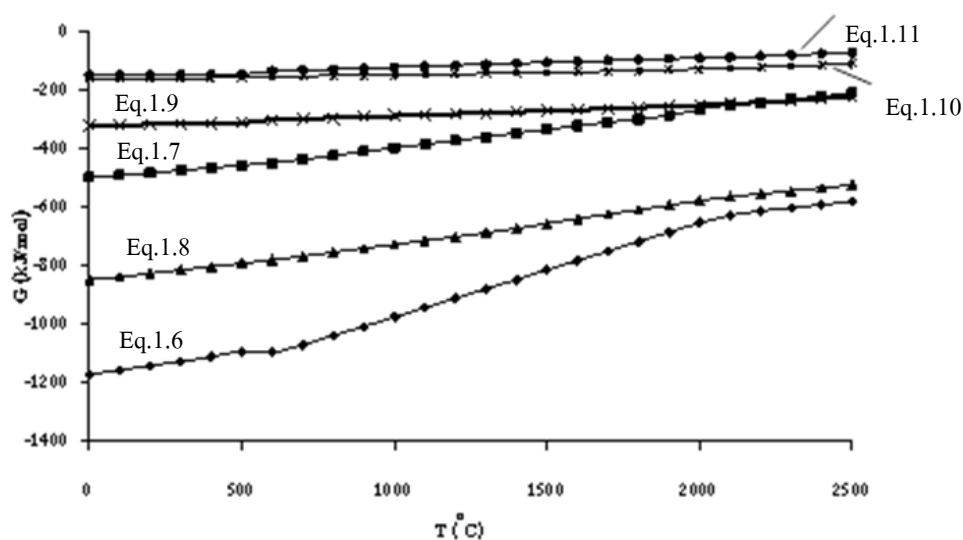


ในระหว่างกระบวนการ SHS ระหว่างสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Al}$  จะเกิดอันตรกิริยาดังสมการที่ (1.5) – (1.11)



พื้นฐานการคำนวณทางเทอร์โมไดนามิกส์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Al}$  โดยการใช้โปรแกรมทางคอมพิวเตอร์วิเคราะห์พลังงานกิบส์ให้มีค่าต่ำที่สุดจนได้ถึงองค์ประกอบของวัสดุที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ดังแสดงผลในรูปที่ 1.12

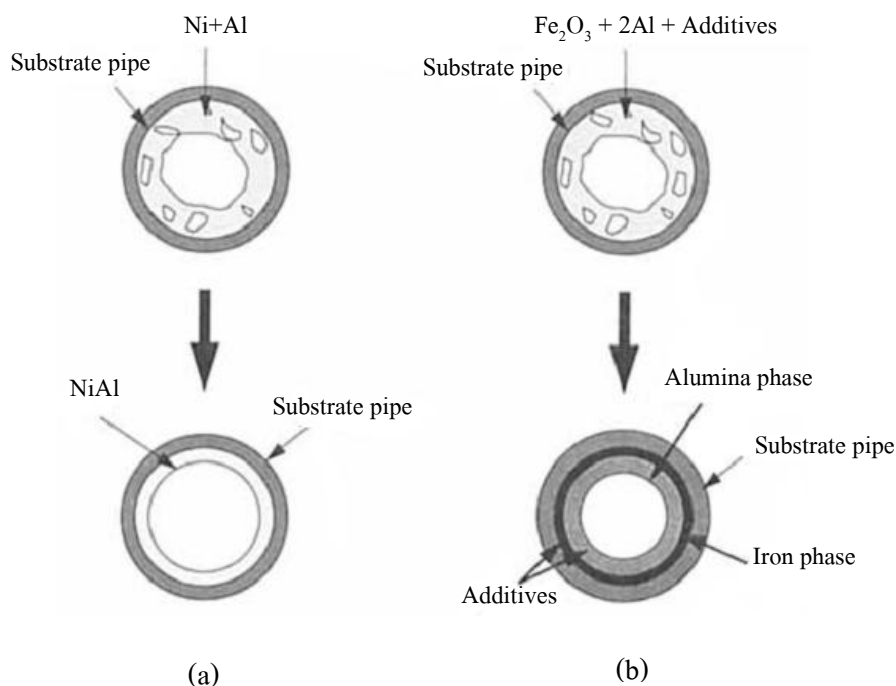
ปฏิกิริยา SHS เกิดขึ้นด้วยตัวเองเมื่ออุณหภูมิแอเดียแบติก ( $T_{ad}$ ) สูงกว่า  $1800^{\circ}\text{C}$  สำหรับปฏิกิริยาที่ (1.5) มีอุณหภูมิแอเดียแบติก  $2133.8^{\circ}\text{C}$  สูงกว่า  $1800^{\circ}\text{C}$  เริ่มต้น Al จะแสดงปฏิกิริยากับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  และต่อด้วยการทำปฏิกิริยากับ  $\text{FeO}$  และ  $\text{TiO}_2$  จะทำให้ได้ธาตุ B Fe Ti ได้เป็น  $\text{FeAl} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3$  พลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาที่ (1.9) (การก่อรูปของ  $\text{TiB}_2$ ) จะมีค่าต่ำกว่าของปฏิกิริยาที่ (1.10) (การก่อรูปของ  $\text{TiB}$ ) ซึ่งหมายความว่า  $\text{TiB}_2$  มีความเสถียรมากกว่า  $\text{TiB}$  ในทุก ๆ ช่วงอุณหภูมิ ค่าพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยา (1.11) สูงกว่าปฏิกิริยา (1.6) – (1.8) ซึ่งหมายความว่า  $\text{AlB}_2$  ไม่สามารถก่อรูปในระบบได้ (Niyomwas 2010)



รูปที่ 1.12 พลังงานกิบส์ (G) สำหรับปฏิกิริยา (1.6) – (1.11) ตามฟังก์ชันของอุณหภูมิ (T) (Niyomwas 2010)

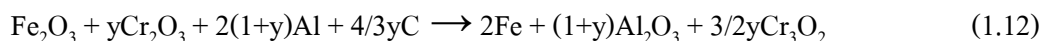
### 1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Puszynski และคณะ (1997) ได้ทำการศึกษาความหนาแน่นระหว่างชั้นผิวเคลือบโลหะและเซรามิก (อะลูมินา) ซึ่งเกิดจากการก่อตัวของแหล่งกำเนิดการเผาไหม้ระหว่างการสังเคราะห์พร้อมกันการกับบีบอัดด้วยแรงเหวี่ยง ซึ่งทั้งโครงสร้างจุลภาคและผิวเคลือบอะลูมินาจะก่อรูปในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาการลดรูปอะลูมิเนียม ความร้อนของออกไซด์สามารถเปลี่ยนแปลงได้โดยการเติมสารอื่นลงไป เช่น  $\text{ZrSiO}_4$   $\text{SiO}_2$   $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  และคาร์บอน



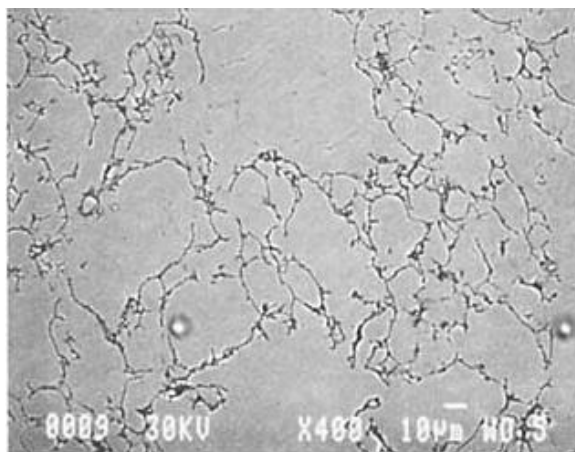
**รูปที่ 1.13** กระบวนการ SHS centrifugal densification แบบ Single และ Multiphase : (a) Ni-Al และ (b) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al (Puszynzki et al. 1997)

การศึกษาการเคลื่อนภายในผิวท่อโลหะแบบ Single และ multiphase แสดงดังรูปที่ 1.13 โดยกระบวนการให้ความแน่นตัวของผิวเคลือบระหว่างปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่มีผลมาจากแรงหมุนเหวี่ยง จะใช้อนุภาคผงของสารตั้งต้น Al ขนาดประมาณ 5  $\mu\text{m}$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ขนาดประมาณ 1  $\mu\text{m}$  Ni ขนาดประมาณ 5  $\mu\text{m}$  Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ขนาดประมาณ 1  $\mu\text{m}$  ZrSiO<sub>4</sub> ขนาดประมาณ 10  $\mu\text{m}$  SiO<sub>2</sub> ขนาดประมาณ 25  $\mu\text{m}$  Na<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 18  $\mu\text{m}$  และ C ขนาดประมาณ 0.25  $\mu\text{m}$  ลักษณะของโครงสร้าง NiAl ยืนยันผลวิเคราะห์ด้วย SEM และ XRD ของการสังเคราะห์แบบ Single phase แสดงดังรูปที่ 1.14 และ 1.15 ตามลำดับ และปฏิกิริยาของ Multiphase แสดงดังนี้

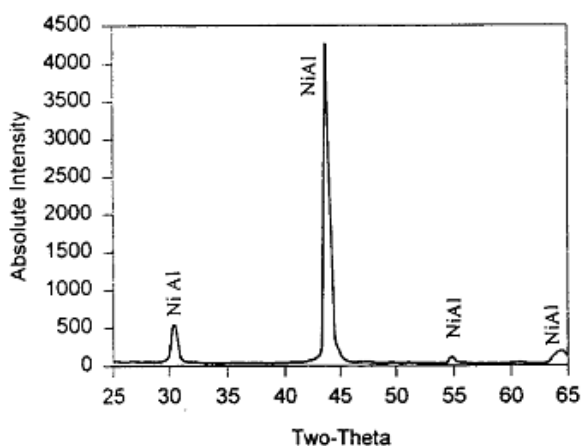


ทั้งนี้การเติมสารอื่น ๆ และมีปฏิกิริยาต่อกันกับสารตั้งต้นหลักของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจริง เป็นกลไกที่มีความซับซ้อนมากขึ้น ปริมาณของโครเมียมออกไซด์ที่ใช้ศึกษานี้แตกต่างกันระหว่าง 10 และ 30 % โดยน้ำหนัก และสารอื่น ๆ ที่เติมเข้าไปในปริมาณ 15 - 30% โดยน้ำหนัก (10-18 ZrSiO<sub>4</sub> %wt, 3-7 SiO<sub>2</sub> %wt, 1-3 Na<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> %wt) ซึ่งสารเหล่านี้ทำหน้าที่แตกต่างกัน ZrSiO<sub>4</sub> เติมเพื่อปรับปรุงอุณหภูมิสูงที่ทนต่อการกัดกร่อนของผิวเคลือบ SiO<sub>2</sub> และ Na<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> เติม

เพื่อปรับปรุงพื้นผิวภายในให้มีความเรียบและนำไปสู่การแยกของชั้นผิวเหล็กและอะลูมินาได้ดีขึ้น ส่วน  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  และ C เติมเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติเฟสโลหะและเซรามิก



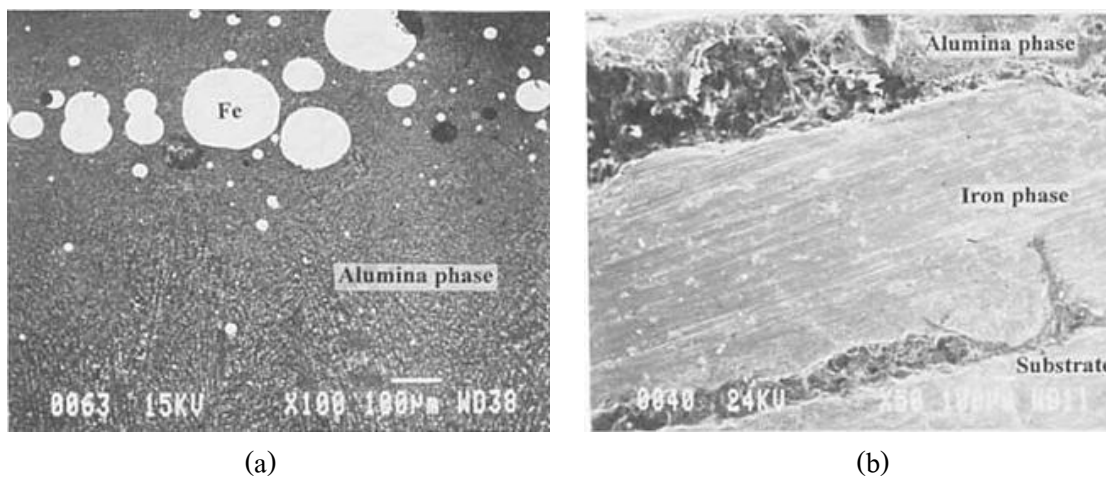
**รูปที่ 1.14** โครงสร้างการก่อรูปของชั้นผิวเคลือบ NiAl โดยวิธี SHS centrifugal densification (Puszynski et al. 1997)



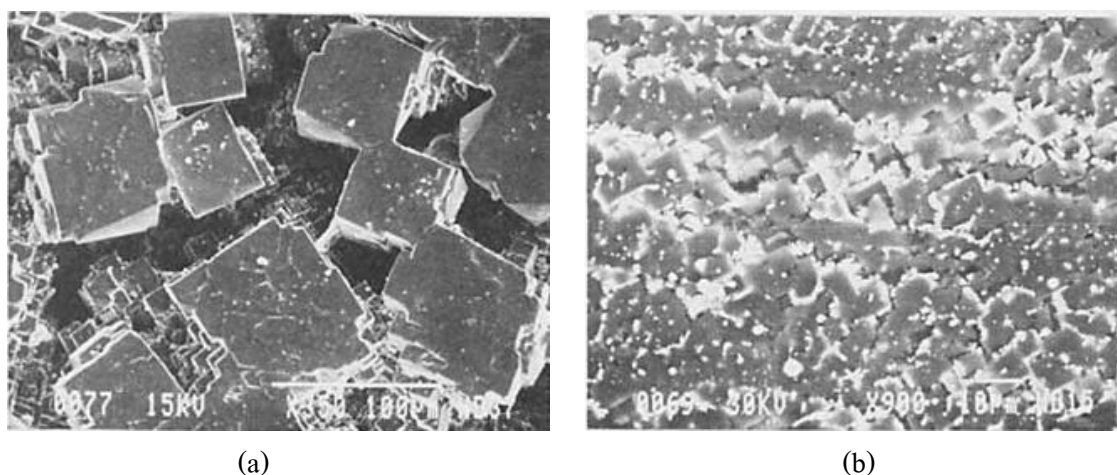
**รูปที่ 1.15** ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD (X-ray diffraction) ของชั้นผิวเคลือบ NiAl โดยวิธี SHS centrifugal (Puszynski et al. 1997)

ระดับความเร็วรอบในการหมุนเหวี่ยงที่ใช้ในการสังเคราะห์อยู่ระหว่าง 1000 - 2000 rpm โดยกระบวนการเผาไหม้จะแพร่จากด้านหน้าไปในทิศทางตามแนวแกนและแนวรัศมี เมื่อความเร็วในการหมุนเหวี่ยงไม่สูงพอหรือผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบเย็นตัวเร็วเกินไปเฟสของเซรามิกและโลหะจะไม่สามารถแยกออกกันได้ แสดงดังรูปที่ 1.16 (a) เห็นได้ว่าเฟสเหล็กจะถูกกักอยู่ใน

ชั้นของเซรามิก แต่ถ้าเพิ่มความเร็วยิ่งสูงขึ้นการแยกเฟสจะเกิดได้อย่างสมบูรณ์ แสดงดังรูปที่ 1.16 (b) ดังนั้นการเคลือบชั้นผิวต่อโลหะที่อุณหภูมิสูงอย่างรวดเร็วทำให้เกิดการแยกบริเวณระหว่างเซรามิกและโลหะจะช่วยลดผลกระทบของการขยายตัวทางความร้อนที่ไม่เท่ากัน และผลจากการก่อรูปของชั้นผิวเคลือบอะลูมินาแสดงดังรูปที่ 1.17

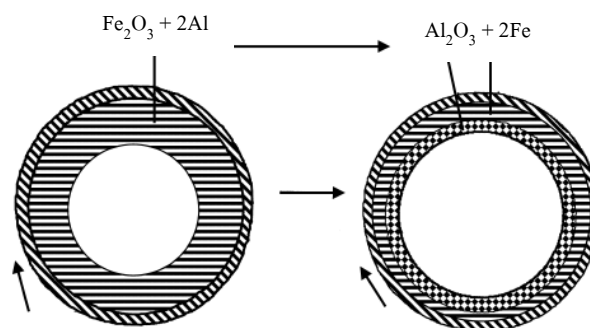


รูปที่ 1.16 ภาพถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกวดของการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ความถี่ของแรงเหวี่ยง (a) 58G และ (b) 233G (Puszynski et al. 1997)



รูปที่ 1.17 โครงสร้างของชั้นผิวอะลูมินาที่ก่อรูปในกระบวนการ SHS densification (a) ผิวในสุด และ (b) ส่วนตรงกลางของชั้นเซรามิก (Puszynski et al. 1997)

Hua และคณะ (1999) ได้ทำการศึกษากระบวนการสังเคราะห์โดยวิธีการ SHS และเทคนิคการเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง มารวมกันมีชื่อเรียกว่า SHS-centrifugation เพื่อนำเอาวิธีดังกล่าวมาประยุกต์ใช้ผลิตผิวท่อวัสดุผสมโดยวิธีการเคลือบท่อเหล็กกล้าคาร์บอนกับชั้นผิวเซรามิกพร้อมกันดังแสดงในรูปที่ 1.18 ทำให้เกิดคุณสมบัติที่ดีของท่อเหล็กกล้าคาร์บอนที่ได้จะมีความทนต่อการสึกหรอ การกัดกร่อน ความร้อนได้ดีและยืดอายุการใช้งานของท่อได้นานมากขึ้น โดยการรวมตัวเข้าด้วยกันระหว่างผิวท่อเหล็กกล้าคาร์บอนกับชั้นผิวเซรามิกขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาของสารตั้งต้นและแรงเหวี่ยง สมการของปฏิกิริยาที่ใช้สังเคราะห์แสดงดังสมการที่ 1.1



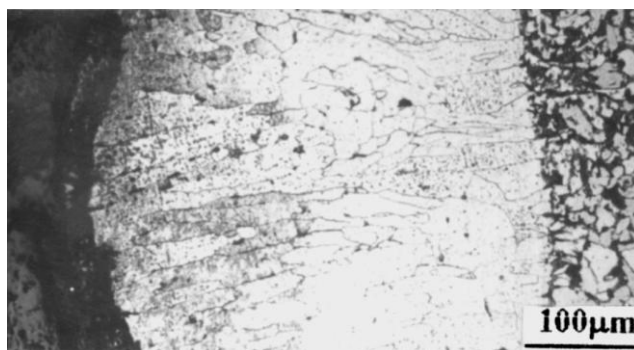
รูปที่ 1.18 ลักษณะวิธี SHS-centrifugal (Hua et al. 1999)

ขนาดของท่อเหล็กกล้าที่ใช้ศึกษามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 89 mm หนา 5 mm และยาว 155 mm ใช้ขนาดอนุภาคผง  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 5 \mu\text{m}$  และ Al ขนาดอนุภาคผง Al 100 – 200  $\mu\text{m}$  การคำนวณสูตรแรงหมุนเหวี่ยงดังสมการที่ 1.13 พบว่าค่าแรงหมุนเหวี่ยงที่เหมาะสมที่ทำให้การยึดติดของท่อเหล็กกล้าคาร์บอนกับชั้นผิวเซรามิกอัดตัวกันแน่นและมีผิวเรียบอยู่ในช่วง G เท่ากับ 150 - 250

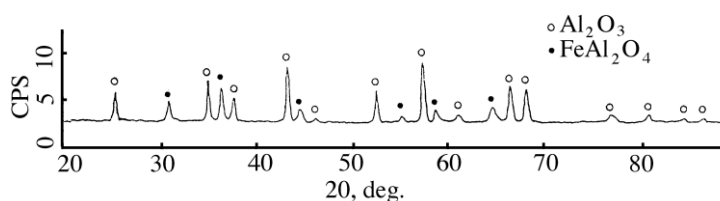
$$G = r_o \times (2\pi n)^2 / g \quad (1.13)$$

หมายเหตุ : G = แรงเหวี่ยง (Centrifugal force)  
n = ความเร็วการหมุน (Rotation speed)  
 $r_o$  = รัศมีภายในของท่อโลหะ  
g = ความเร่งแรงโน้มถ่วง

ความแตกต่างระหว่างชั้นผิวภายในท่อเหล็กกล้าหลังการทดลอง ตามแนวตัดขวาง แสดงดังรูปที่ 1.19 ชั้นผิววัสดุผสมมีความหนาประมาณ 1 mm ด้านขวามือดังรูปที่ 1.19 เป็นท่อเหล็กกล้าซึ่งบางส่วนจะหลอมโดยปฏิกิริยาคายความร้อนทำให้โครงสร้างยึดติดกับเหล็ก (บริเวณตรงกลางรูปที่ 1.19) และทางด้านซ้ายมือเป็นอะลูมินา การก่อรูปของชั้นผิวเหล็กและอะลูมินาเกิดภายใต้แรงหมุนเหวี่ยง และผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของชั้นผิววัสดุผสมแสดงดังรูปที่ 1.20

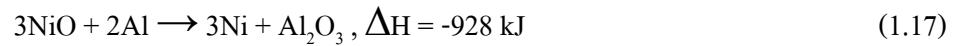
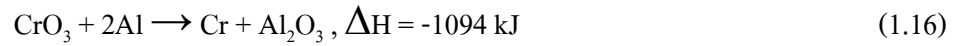
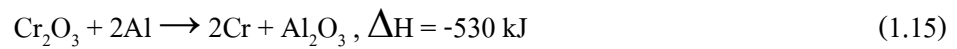
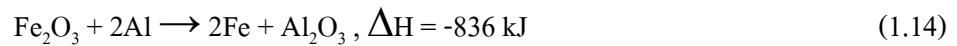


รูปที่ 1.19 ลักษณะชั้นผิวเซรามิกของท่อวัสดุผสม (Hua et al. 1999)

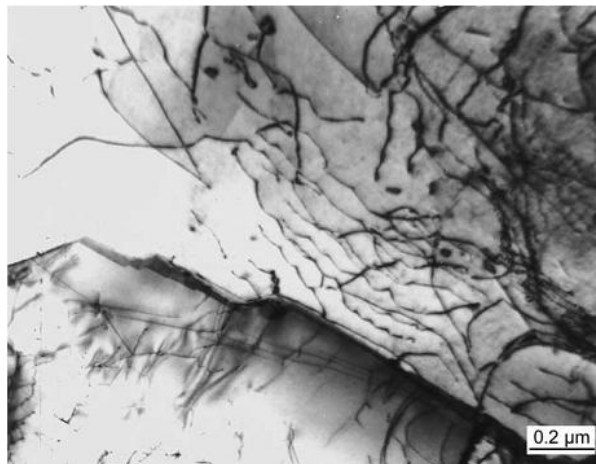


รูปที่ 1.20 ผลการวิเคราะห์ XRD ของชั้นผิวเคลือบ (Hua et al. 1999)

Xi และคณะ (2003) ได้ทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชั้นผิวท่อเหล็กสเตนเลสและชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมที่ผลิตด้วยกระบวนการ Centrifugal-SHS ซึ่งสิ่งที่ได้คือ รอยแตกร้าวลดลงและความเหนียวเพิ่มขึ้น โดยใช้ผงโลหะผสมระหว่าง Al Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> CrO<sub>3</sub> และ NiO อีกทั้งยังเติม CaF<sub>2</sub> เข้าไปในระบบเพื่อช่วยให้ผลิตภัณฑ์สถานะที่หลอมเหลวเกิดการไหลตัวได้ดีขึ้น แสดงดังสมการที่ 1.14 – 1.17



ขนาดของท่อเหล็กสแตนเลสที่ใช้มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 76 mm ความหนาผนังท่อ 4 mm และความยาว 100 mm โดยนำเอาผงโลหะผสมบรรจุเข้าไปภายในท่อ และทำการจุดระเบิดด้วยลวดทั้งสแตนเลส ซึ่งให้ความเร็วรอบของการเหวี่ยงในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาเผาไหม้ดังสมการที่ 1.14–1.17 ออกไซด์ทั้งหมดจะถูกลดรูป Al หลอมเหลว พร้อมกับการก่อรูปของโลหะ Fe Cr Ni และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  บนชั้นผิวท่อเหล็กสแตนเลสโดยตรงซึ่งยังมีความหนาแน่นต่ำ จึงต้องนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ  $1000^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 20 นาที เพื่อเพิ่มความแข็งแรงต่อการดึง ดังตารางที่ 1.3 และรูปที่ 1.21 ภาพจากการวิเคราะห์ TEM แสดงชั้นผิวท่อเหล็กสแตนเลสที่ประกอบด้วยเฟสออสเทนไนท์และเฟอร์ไรท์ โดยบริเวณของเฟสออสเทนไนท์จะมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันสูง จึงส่งผลให้ความแข็งแรงต่อการดึง เพิ่มขึ้นหลังจากทำ Solution treatment



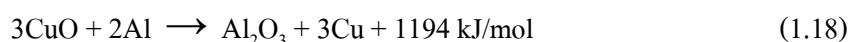
รูปที่ 1.21 ภาพถ่าย TEM แสดงชั้นผิวโลหะ stainless หลังผ่านกระบวนการ solution treatment ที่อุณหภูมิ  $1000^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 20 นาที (Xi et al. 2003)



ตารางที่ 1.3 สมบัติเชิงกลของชิ้นผิวโลหะ stainless ก่อนและหลัง กระบวนการ Solution treatment ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 20 นาที (Xi et al. 2003)

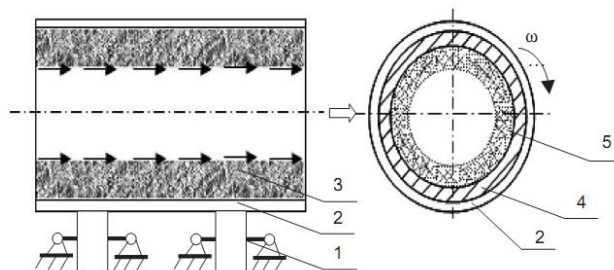
Materials	Tensile strength (MPa)	Proof stress, 0.2% (MPa)	Elongation (%)
Before solution treatment	316	265	8
After solution treatment	473	259	21

Du และคณะ (2005) ได้ทำการศึกษาชิ้นผิวสารประกอบเซรามิกบนท่อทองแดง (CLCCP) ซึ่งผลิตด้วยกระบวนการ SHS-centrifugal การเติม  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CrO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  และ  $\text{ZrO}_2$  ทำให้ระดับความหนาแน่น ความแข็ง ความเหนียวเพิ่มขึ้น รุพรุนแรงลง สมบัติดังกล่าวนำไปใช้ป้องกันการเกิดการ Crack และ Flakes โดยพื้นฐานของปฏิกิริยาบนชิ้นผิวท่อทองแดงเป็นดังสมการที่ (1.18)

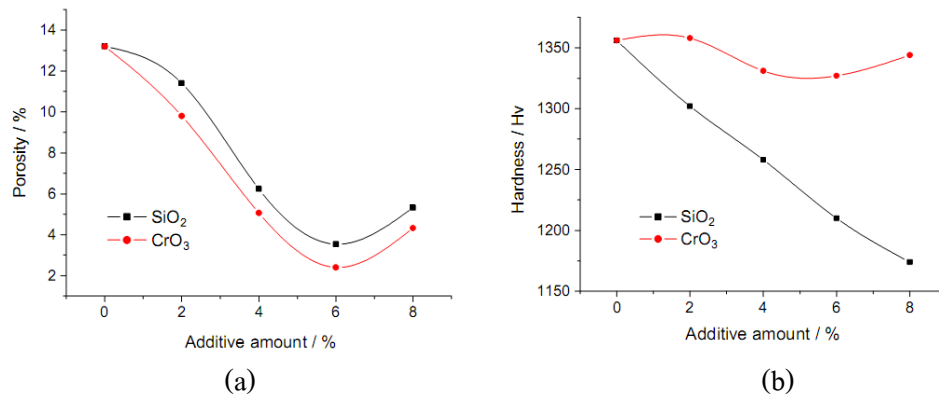


ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของภายนอกและภายในท่อที่ใช้ คือ 110 mm และ 90 mm ตามลำดับ ผง CuO ขนาด 100 – 200 mesh และ ขนาดผง Al ขนาด 100 – 200 mesh CuO และ Al จะถูกผสมคลุกเคล้ากันแล้วบรรจุเข้าไปภายในท่อทองแดง จากนั้นหมุนท่อด้วยความเร็ว จนกระทั่งคงที่ แล้วใช้เปลวไฟ Oxygen-acetylene จุดระเบิดเพื่อให้การเผาไหม้เป็นเวลามากกว่า 10 วินาที ช่วงระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยง คือ 800 – 2500 rpm แสดงดังรูปที่ 1.22

อิทธิพลจากการเติม  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{CrO}_3$  แสดงให้เห็นว่า  $\text{CrO}_3$  มีผลทำให้ค่ารูลรุนแรงลง และค่าความแข็งเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 1325 – 1350 HV แสดงดังรูปที่ 1.23



รูปที่ 1.22 กระบวนการ Centrifugal-SHS : (1) เครื่องหมุนเหวี่ยง (2) ท่อทองแดง (3) สารผสมตั้งต้น (4) ผิวเคลือบทองแดง และ (5) ผิวเคลือบเซรามิก (Du et al. 2005)



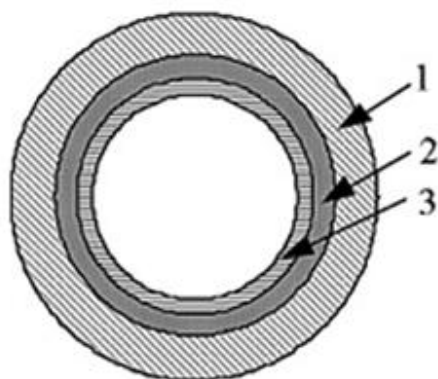
รูปที่ 1.23 กราฟแสดงผลของการเติม SiO<sub>2</sub> และ CrO<sub>3</sub> (a) แสดงอิทธิพลของตัวเติมต่อความพรุน และ (b) แสดงอิทธิพลของตัวเติมต่อความแข็ง (Du et al. 2005)

Menga และคณะ (2007) ได้ทำการศึกษากระบวนการสังเคราะห์สารประกอบโดยวิธีการเกิดปฏิกิริยาค้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (SHS C-T process) ชั้นผิวเซรามิกและชั้นผิวโลหะหลักถูกเชื่อมต่อกับชั้นผิว Intermetallic ที่อยู่ระหว่างกลาง โดยพื้นฐานของปฏิกิริยาสารประกอบเป็นไปดังสมการ 1.1 ซึ่งได้ชั้นผิวเคลือบ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ยึดติดกับชั้นผิวเคลือบโลหะ ท่อที่ใช้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 82 mm ผนังท่อหนา 5 mm และยาว 200 mm ทรายน้ำมันที่อยู่บนผิวท่อจะถูกทำความสะอาดด้วยสารละลายกรดและเกลืออัลคาไลน์ โดยอนุภาคผงสารผสมประกอบด้วย Al Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> CrO<sub>3</sub> Ni Ti และ B<sub>4</sub>C ดังสมการที่ 1.19 – 1.23

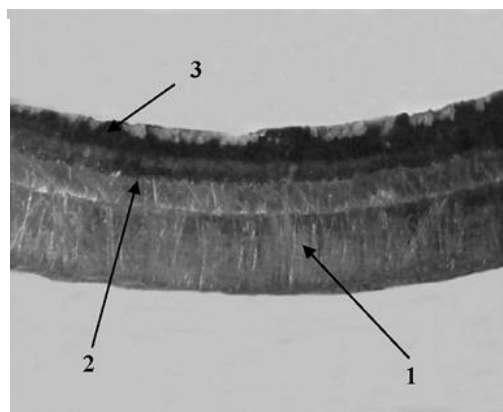


ผลการทดลองทำให้ทราบว่าเมื่อเติม Ti Ni และ B<sub>4</sub>C จะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลของท่อให้ดีขึ้น เครื่องมือที่ใช้สำหรับกระบวนการ SHS-centrifugal ในการทดลองนี้ใช้ความเร็วหมุนรอบแนวแกน 1960 rpm โครงสร้างของชั้นผิวเคลือบที่ได้แสดงดังรูปที่ 1.24 และโครงสร้างจุลภาคของชั้นผิว Intermetallic แสดงดังรูปที่ 1.25 ประกอบด้วยเฟสเคนไครท์สีขาว คือ FeC และ FeB ส่วนเนื้อพื้นหลัก คือ Fe AlFe AlCrFe และ NiFe ส่วนโครงสร้างจุลภาคของอินเตอร์เฟส

ระหว่างชั้นผิว Intermetallic และ Ceramic แสดงดังรูปที่ 1.26 บริเวณ 1 คือ ชั้นผิว Intermetallic, บริเวณ 2 คือ อินเตอร์เฟส บริเวณ 3 คือ ชั้นผิว Multiphase ceramic

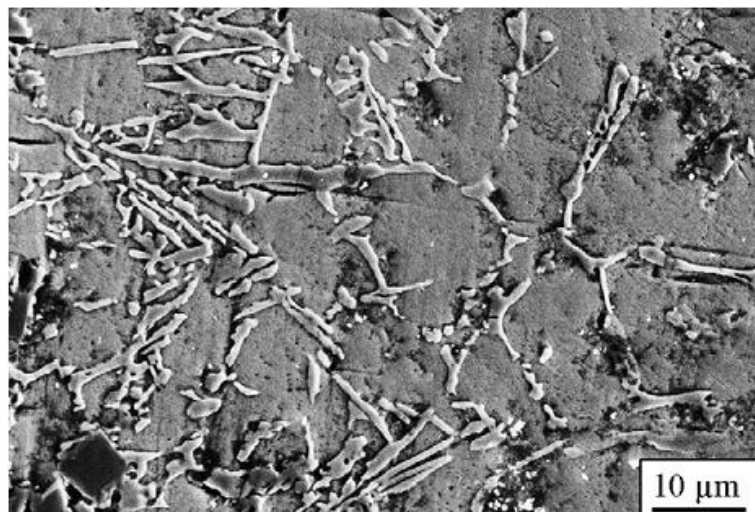


(a)

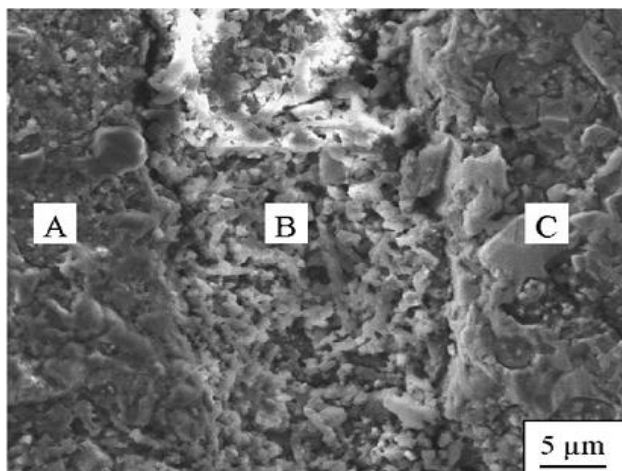


(b)

รูปที่ 1.24 แสดงตัดขวางชั้นผิวที่อวัสดุผสม (a) แนวตัดตรง และ (b) แนวตัดขวาง : (1) base metal (2) intermetallic layer และ (3) multiphase ceramic layer (Menga et al. 2007)



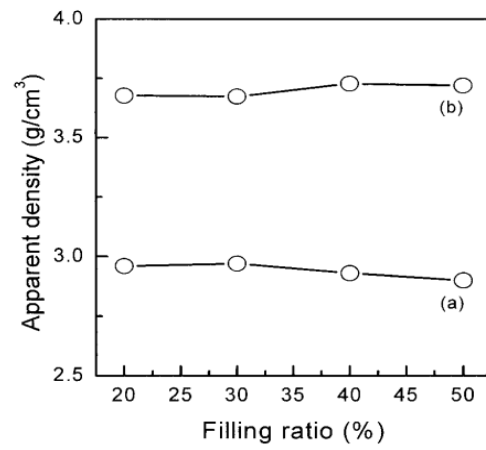
รูปที่ 1.25 โครงสร้างจุลภาคของชั้นผิว Intermetallic (Menga et al. 2007)



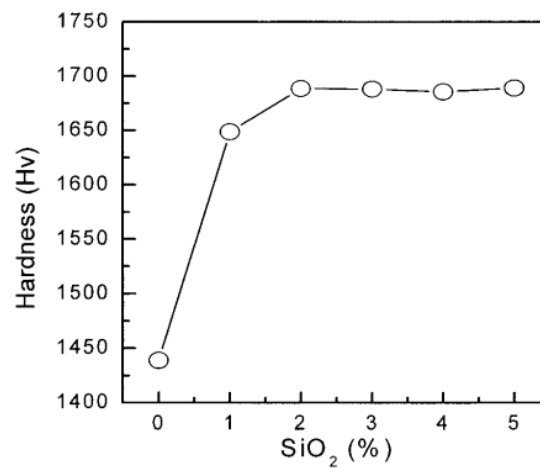
**รูปที่ 1.26** โครงสร้างจุลภาคของอินเทอร์เฟซระหว่างชั้นผิว Intermetallic และ Ceramic : อธิบาย ส่วนของอินเทอร์เฟซ : บริเวณ A คือ ชั้นผิว Intermetallic บริเวณ B คือ อินเทอร์เฟซ และบริเวณ C คือ ชั้นผิว Multiphase ceramic (Menga et al. 2007)

Lee และคณะ (2007) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ผิวเคลือบภายในท่อโลหะ เช่นเดียวกับสมการที่ 1.1 แต่ได้เติม  $\text{SiO}_2$  ลงในสารผสมตั้งต้นตั้งแต่วัตถุดิบ 5 โดยน้ำหนักขึ้นไป โดยใช้ท่อเหล็กกล้าคาร์บอนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 54 mm หนา 3 mm ยาว 300 mm ความเร็วหมุนจะถูกปรับระดับที่ 110G (G : ความเร่งโน้มถ่วง) และจุดระเบิดปฏิกิริยาด้วยลวด ทั้งสแตนเลส และนำชิ้นงานไปทดสอบ XRD SEM และ Vickers hardness จากรูปที่ 1.27 แสดงให้เห็นว่าการที่ไม่เติม  $\text{SiO}_2$  ชั้นผิวเคลือบเซรามิกจะมีความหนาแน่น 2.8 - 3.0  $\text{g/cm}^3$  และเมื่อเทียบกับการเติม  $\text{SiO}_2$  ร้อยละ 4 มีชั้นผิวเคลือบเซรามิกจะมีความหนาแน่น 3.6 - 3.75  $\text{g/cm}^3$  ทั้งนี้ความเร็วหมุน 2000 rpm จะทำให้ได้ชั้นผิวที่มีความแน่นตัวมากที่สุด

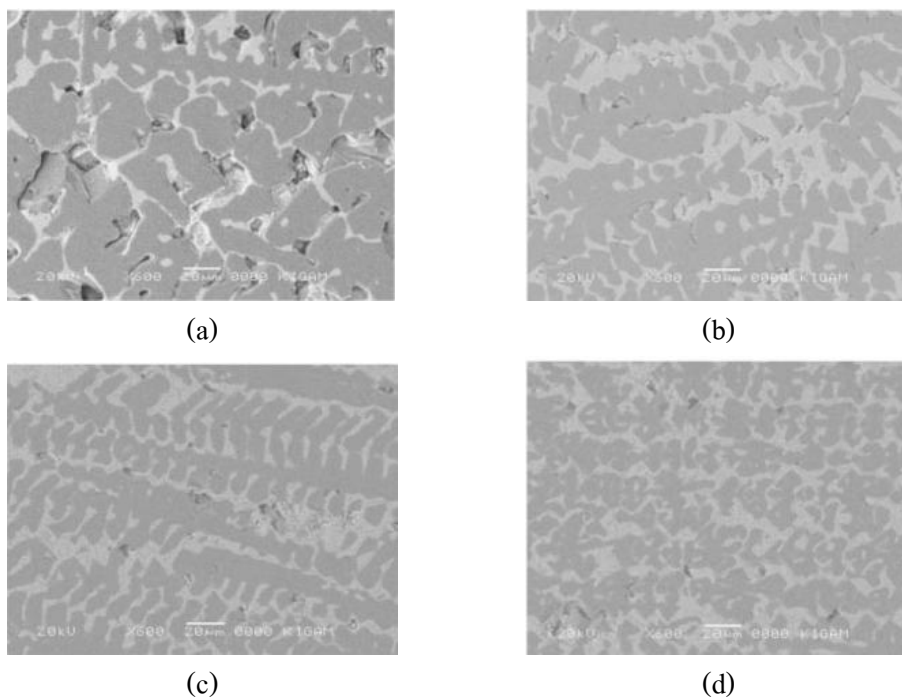
การเติม  $\text{SiO}_2$  นอกจากจะช่วยเพิ่มความหนาแน่นของชั้นผิวเคลือบแล้ว ยังส่งผลให้ชั้นผิวเคลือบมีความแข็งและความเรียบผิวที่เพิ่มขึ้น อีกทั้งการเติม  $\text{SiO}_2$  ที่เพิ่มขึ้นร้อยละ 0 1 3 และ 5 จะช่วยลดความพรุนของชั้นผิวได้มากขึ้นและได้เกรนที่มีขนาดเล็กลงด้วย แสดงดังรูปที่ 1.29 ค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบมีค่าสูงขึ้นตามลำดับ ซึ่งจะแปรผันตามการเติมปริมาณของ  $\text{SiO}_2$  แสดงดังรูปที่ 1.28



รูปที่ 1.27 ความหนาแน่นปรากฏที่อัตราส่วนการเติม  $\text{SiO}_2$  ที่แตกต่างกัน (a) ไม่เติม และ (b) เติม ร้อยละ 4 (Lee et al. 2007)



รูปที่ 1.28 ความแข็งชั้นของผิวเคลือบ (Lee et al. 2007)



รูปที่ 1.29 โครงสร้างของชั้นผิวเซรามิกที่เติม SiO<sub>2</sub> (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5 (Lee et al. 2007)

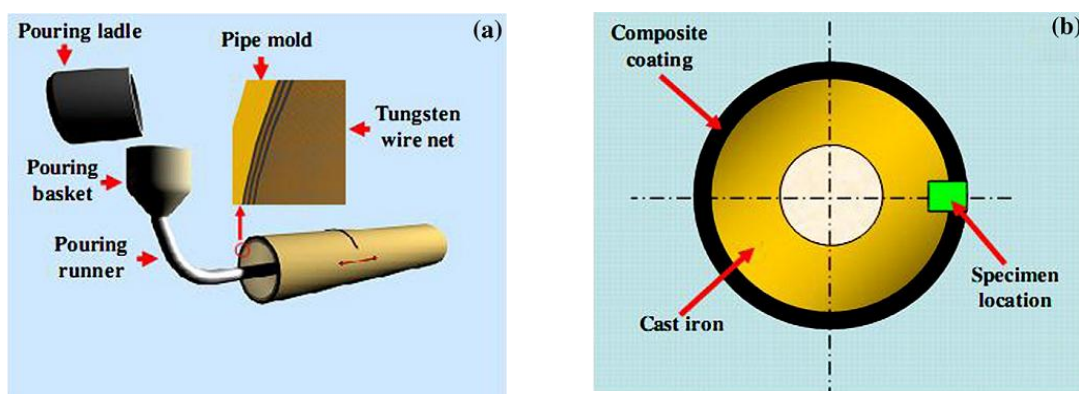
ผลการทดสอบ Vickers hardness ของชั้นผิวเคลือบเซรามิก และ Intermetallic Compressive strength และ Shear strength ของชั้นท่อคอมโพสิตแสดงดังตารางที่ 1.4 สรุปได้ว่าชั้น Multilayer ของท่อคอมโพสิตมีค่า Vickers hardness Compressive strength และ Shear strength สูงกว่าท่อวัสดุผสมชนิดอื่น สมบัติเชิงกลดังกล่าวนี้มีผลทำให้ชั้นผิวเคลือบภายในท่อมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 1.4 สมบัติเชิงกลของท่อวัสดุผสม (Lee et al. 2007)

Specimen	Vickers hardness of ceramic layer (HV <sub>100</sub> )	Vickers hardness of intermetallic layer (HV <sub>100</sub> )	Compressive strength (MPa)	Shear strength of the metal/ceramic interface (MPa)
Multilayer-lined composite pipes	1300–1800	390–540	340–380	14–24
Fe–Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite pipes	1100–1400	200–280	220–300	10–15
G-S composite pipes	950–1100	–	160–240	8–14
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite pipes [3]	–	–	320	21

Niu และคณะ (2010) ได้ทำการศึกษาการเคลือบวัสดุผสมระหว่าง WC และ Fe บนเหล็กหล่อเทา ที่มีความหนา 3 mm โดยเทคนิคการหล่อเหวี่ยงร่วมกับการสังเคราะห์ไปพร้อมกัน โดยใช้ลวดทังสเตนเป็นแหล่งจุดกำเนิดปฏิกิริยา ซึ่งเนื้อพื้นที่ต้องการสังเคราะห์คือเหล็ก และ

อนุภาคทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) เป็นตัวเสริมแรง เมื่อวิเคราะห์สมบัติความร้อนด้วย DTA อุณหภูมิที่เหมาะสมของการเทเหล็กหล่อเทาหลอมเหลว คือ  $1300^{\circ}\text{C}$  ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเนื้อพื้นของวัสดุผสมที่มีความหนาแน่นส่วนใหญ่จะประกอบเนื้อพื้นที่เป็นเหล็กเฟอร์ไรต์ไลท์กับเกล็ดของกราไฟต์เล็กน้อย และทังสเตนคาร์ไบด์เป็นเฟสที่เสริมแรง ทั้งนี้ทดสอบความต้านทานการสึกของผิวเคลือบวัสดุผสมด้วยวิธี Pin-on-disc-were

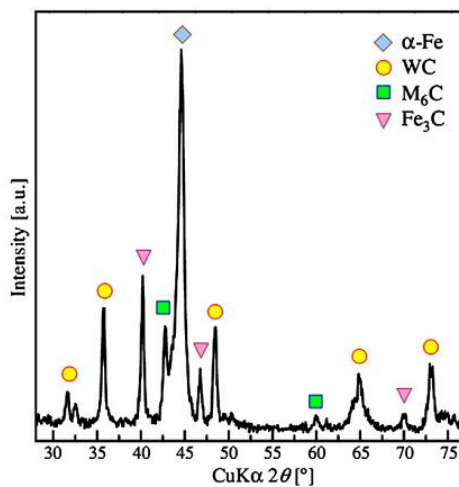


รูปที่ 1.30 แผนภาพแสดงขณะการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อ (a) แผนภาพการหล่อเหวี่ยง และ (b) ส่วนประกอบของวงแหวน (Niu et al. 2010)

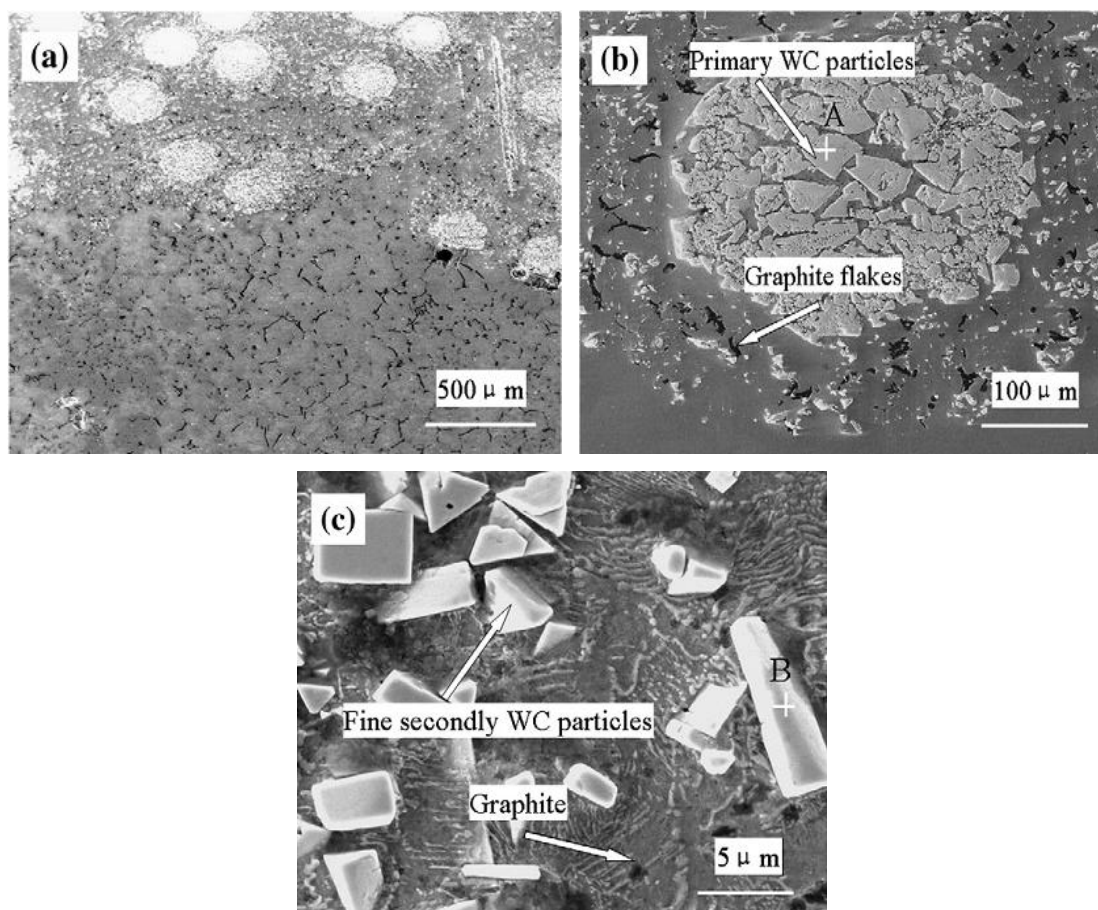
จากรูปที่ 1.30 (a) แสดงกระบวนการสังเคราะห์ผิวเคลือบท่อ ทิศทางการเคลื่อนที่ของการหมุนและมีลักษณะทิศทางการเคลื่อนที่ในลักษณะตั้งฉากกับภายในท่อ ซึ่งภายหลังจากผิวเคลือบภายในท่อเกิดการเย็นตัวแล้วทำการตัดชิ้นส่วนบริเวณที่สังเคราะห์ได้มาทำการวิเคราะห์ให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 mm ยาว 25 mm ดังรูปที่ 1.30 (b)

และการวิเคราะห์ผล XRD (รูปที่ 1.31) ของชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมจะประกอบด้วย WC,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{Fe}\alpha$  และ  $\text{M}_6\text{C}$  ซึ่งจะไม่มีเฟสของทังสเตนที่อยู่ในผิวเคลือบเลย สันนิษฐานว่าการเกิดเฟสเสริมแรง WC จะสามารถเกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธี Centrifugal casting การฟอร์มตัวของ  $\text{Fe}_3\text{C}$  ขณะเกิดปฏิกิริยาหลอมเหลวระหว่าง C และ Fe ที่อุณหภูมิ  $1160.12^{\circ}\text{C}$  ชั้นผิวเคลือบที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูปที่ 1.32





รูปที่ 1.31 ผลวิเคราะห์ XRD ของผิวเคลือบวัสดุผสม (Niu et al. 2010)



รูปที่ 1.32 ภาพตัดขวางของชั้นเคลือบวัสดุผสม (a) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายต่ำ (b) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายสูงของอนุภาค WC และ (c) โครงสร้างจุลภาคกำลังขยายสูงของอนุภาค WC (Niu et al. 2010)



Watanabe และคณะ (2004) ได้นำเสนอวิธีผลิตของท่อด้วยเหล็กอะลูมิเนียมไนต์ โดยวิธีพื้นฐาน คือ การนำเอาวิธีกระบวนการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (SHS) และการหล่อเหวี่ยง โดยใช้ผง Ni และ Al หลอมเหลว ที่ทำปฏิกิริยาคัดเกาะเป็นชั้นผิวเคลือบผสมภายในท่อเหล็ก ซึ่งผิวเคลือบวัสดุผสมจะประกอบด้วย นิกเกิลอะลูมิเนียมไนต์ (Nickel aluminides) ความร้อนที่เกิดขึ้นโดยปฏิกิริยาการเผาไหม้ในสภาวะหลอมเหลวภายในผิวท่อเหล็กและการเพิ่มระดับความเร็วของการหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเกิดจากการหมุนของท่อเหล็กจะถูกระบายออกของอะลูมิเนียมและเป็นที่น่าสังเกตว่าอุณหภูมิการ preheat ของ Ni และท่อเหล็กจะถูกกระตุ้นโดยปฏิกิริยาระหว่าง Ni และ Al ในการเติมปริมาณของ Al และ Ni สามารถทราบได้จากการควบคุมโครงสร้างของชั้นผิวเคลือบวัสดุผสม ด้วยเหตุนี้ท่อเหล็ก aluminid/steel สามารถสร้างได้โดยกระบวนการหล่อเหวี่ยง แสดงดังรูปที่ 1.33 สารตั้งต้นสังเคราะห์ประกอบด้วย aluminium ingot ร้อยละ 99.99 ผง Ni ร้อยละ 99.9 ขนาดอนุภาค 10 - 20  $\mu\text{m}$  และส่วนประกอบอื่น ๆ ได้แก่ C ร้อยละ 0.25 Si ร้อยละ 0.35 Mn ร้อยละ 0.5 P ร้อยละ 0.04 S ร้อยละ 0.04 โดยน้ำหนัก ท่อที่ใช้จะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในและภายนอก 90 และ 70 mm ตามลำดับ

ในรูปที่ 1.34 ภาพแสดงแนวตัดขวางของท่อที่สังเคราะห์ได้จะประกอบด้วยผิวท่อและผิวเคลือบวัสดุผสม Ni - Al และความเร็วรอบที่ใช้ในการสังเคราะห์ผิวเคลือบคำนวณจากสมการ 1.24 ซึ่งความเร็วรอบที่ใช้ในการสังเคราะห์ ค่า G เท่ากับ 30 50 และ 80

$$G = 2\pi^2 D_i N^2 / g \quad (1.24)$$

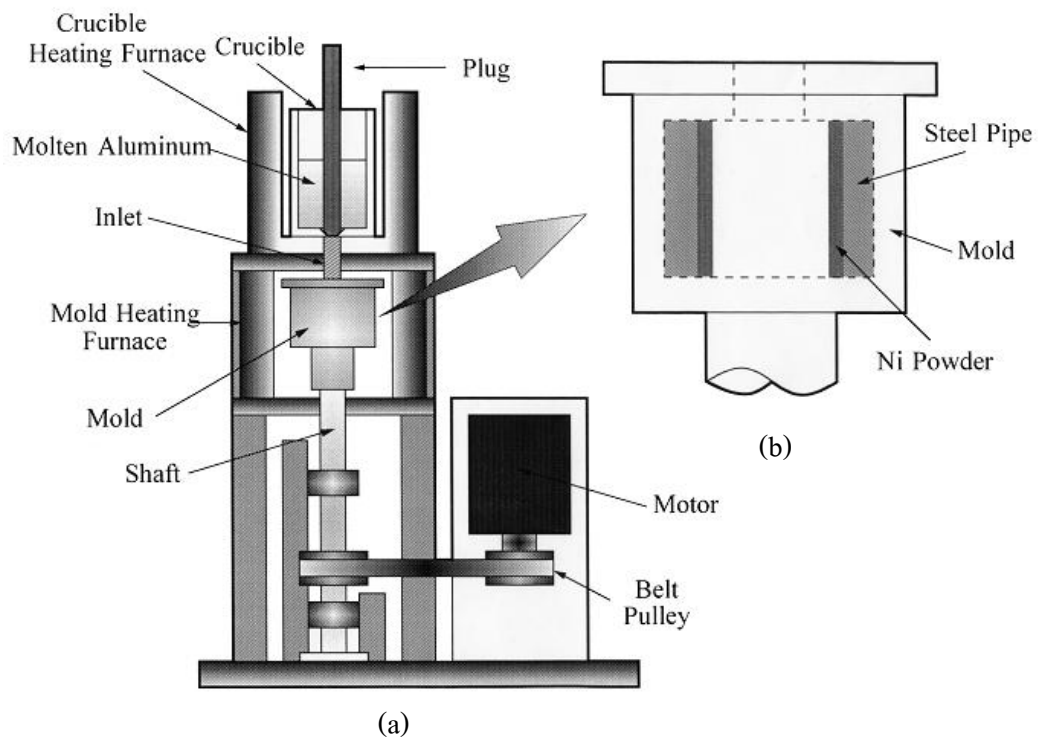
หมายเหตุ :

G = ระดับความเร็วของแรงเหวี่ยง

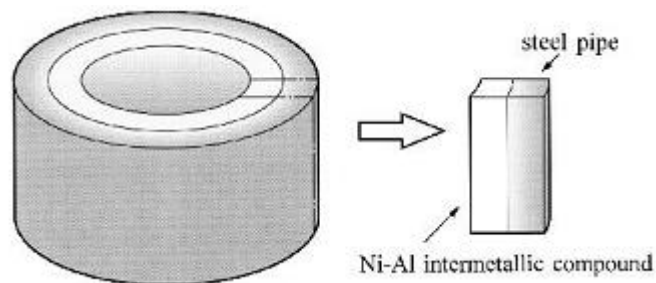
$D_i$  = ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน (m)

N = จำนวนรอบการหมุนของแม่พิมพ์ ( $\text{s}^{-1}$ )

g = แรงโน้มถ่วง ( $\text{ms}^{-2}$ )



รูปที่ 1.33 (a) แผนภาพแสดงคำอธิบายเครื่องมือการทดลอง และ (b) แผนภาพแม่พิมพ์ของท่อเหล็กกล้ากับผง Ni (Watanabe Y. et al. 2004)



รูปที่ 1.34 ชิ้นงานตัวอย่างในแนวตัดขวางสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค (Watanabe et al. 2004)

Antsiferov และคณะ (1997) ได้ศึกษาอิทธิพลของ  $\text{CaF}_2$  ที่มีผลต่อการอบผนึกของเหล็ก Cr-Mo พบว่า  $\text{CaF}_2$  ทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับของแข็ง และยังเป็นปัจจัยที่ทำให้ธาตุเคมีและความร้อนมีความเสถียรสูงขึ้น รวมถึงความสามารถของการยึดเกาะอย่างแข็งแรงบนพื้นผิวโลหะ อีกทั้ง  $\text{CaF}_2$  สามารถทำหน้าที่ควบคุมการไหลตัวในสภาวะการหลอมเหลวได้ดี ซึ่งพฤติกรรมทางความร้อนของ  $\text{CaF}_2$  จะเริ่มต้นที่อุณหภูมิ 50 - 1200°C และจะเกิดเป็นแก๊ส fluorine

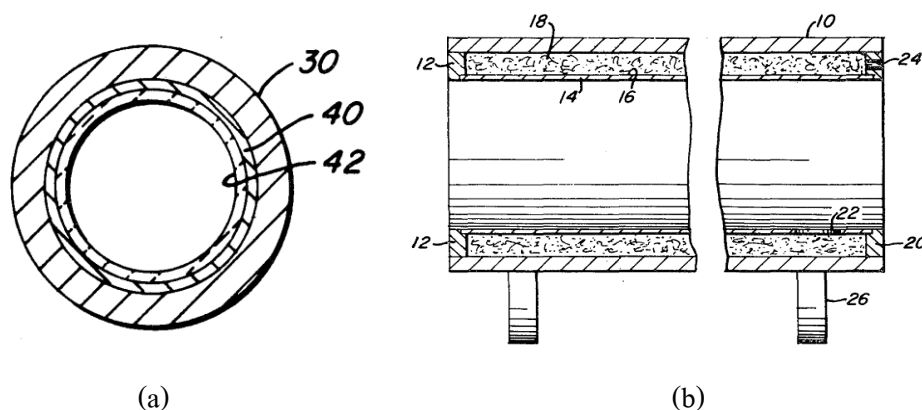
ภายใต้อุณหภูมิ 200 - 300°C ในระหว่างเดียวกันนี้แก๊ส fluorine จะอยู่ในรูปอิสระระหว่างการก่อรูปของแก๊สและเปลี่ยนรูปของ  $\text{CaF}_2$  สันนิษฐานว่าทั้งแก๊ส fluorine และ  $\text{CaF}_2$  มีผลต่อกระบวนการแน่นตัวและการฟอร์มตัวขณะการอบผนึกด้วย

Fathi และคณะ (2005) ได้ศึกษาอิทธิพลของ  $\text{CaF}_2$  ที่มีผลต่อความแข็งแรงของกระเบื้องแก้ว พบว่าปริมาณ  $\text{CaF}_2$  สูง จะทำให้ความแข็งแรงที่ได้สูงขึ้นด้วยเช่นกัน

Fedorchenko และคณะ (1976) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลที่อุณหภูมิสูงสุดของการอบผนึกวัสดุโลหะที่มีการเติม  $\text{CaF}_2$  พบว่าวัสดุโลหะที่มีการเติม  $\text{CaF}_2$  จะช่วยการต้านทานความร้อนและการไหลตัวได้ง่ายขึ้น รวมถึงทำให้มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง

#### 1.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง

Pignocco และคณะ (1978) (U.S. Pat. No. 4117868) ได้ทำการจดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบท่อในกรณีการทำให้เกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ของ Aluminothermic reduction (ATR) เพื่อต้องการให้มีการเคลือบของชั้นผิวท่อด้วยการฟอร์มตัวของโลหะและซีโลหะเป็นชั้นที่ 2 และ 3 ถัดจากชั้นผิวท่อโลหะแสดงดังรูปที่ 1.35 ซึ่งชั้นผิวเคลือบจะต้องทนต่อสารเคมี ด้านทานการกัดกร่อนและด้านทานการสึกหรอ ผลิตภัณฑ์ท่อเหล็กจะนิยมนำไปใช้งานด้านอุตสาหกรรมน้ำมัน ซีเมนต์ เป็นต้น อีกทั้งยังต้องทนต่อสภาพแวดล้อม และการสิ้นเปลืองของท่อเหล็ก



รูปที่ 1.35 ลักษณะภาพตัดขวางของการเคลือบชั้นผิวท่อโลหะ (Pignocco et al. 1978)

ซึ่งจะใช้อนุภาคผงโลหะออกไซด์ที่มีขนาดตั้งแต่ -35 mesh แต่ไม่เกิน +325 mesh และผงเชื้อเพลิงมีขนาดอนุภาคตั้งแต่ -100 mesh แต่ไม่เกิน +325 mesh ขนาดของท่อโลหะที่ใช้ศึกษามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.75 mm ยาว 101.6 mm ก่อนทำการทดลองต้องทำความสะอาดผิวท่อโลหะเพื่อกำจัดและลดสิ่งแปลกปลอมมาเจือปน จากข้างต้นปฏิกิริยาสังเคราะห์ดังเป็นไปตามสมการที่ 1.1 และความเร็วรอบเท่ากับ 1500 rpm ส่วนการทดลองอื่น ๆ จะมีการเปลี่ยนผงโลหะออกไซด์อื่น ๆ ดังเช่น

- ส่วนผสม (1) คือมี NiO 21.3 g Al 21.3 g และ  $Al_2O_3$  ปริมาณ 5.5 g รวม 88.9 g ความเร็วรอบเท่ากับ 2250 rpm

- ส่วนผสม (2) คือมี  $Co_3O_4$  71.0 g Al 21.4 g และ  $Al_2O_3$  ปริมาณ 9.3 g รวม 101.7 g ความเร็วรอบเท่ากับ 2250 rpm

นอกจากนี้วิธีการเคลือบผิวท่อสามารถเติมโลหะอื่นได้ไม่มีขอบเขต เช่น Ni Cr Fe Cu Co Mo Pb bronze brass และ Al

จากรูปที่ 1.35 (b) ท่อที่ใช้เป็นท่อโลหะ (หมายเลข 10) เริ่มแรกปิดปลายท่อด้านใดด้านหนึ่ง (หมายเลข 12) ซึ่งภายในจะมีกระบอกสวมไว้เข้ากับท่อโลหะลักษณะเป็นรูวงแหวน (หมายเลข 16) ซึ่งจะบรรจุสารผสมตั้งต้นโดยพื้นที่ทั้งหมด (หมายเลข 18) หลังจากนั้นทำการปิดปลายท่ออีกด้าน (หมายเลข 20) และจะเปิดโพรงเล็ก ๆ ไว้ (หมายเลข 22 และ 24) เพื่อสำหรับเป็นทางเข้าของตัวจุดระเบิดของปฏิกิริยาการเผาไหม้ จากนั้นนำท่อที่ต้องการสังเคราะห์ติดตั้งบนเครื่องให้แรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (หมายเลข 26) และภายหลังจากการทำปฏิกิริยาแล้วท่อโลหะที่สังเคราะห์เคลือบชั้นผิว แสดงภาพตัดขวางดังรูปที่ 1.35 (a) ภายในท่อโลหะจะมีการฟอร์มตัวของชั้นผิวเคลือบโลหะผสม (หมายเลข 40) ถัดเข้ามาเป็นชั้นผิวเคลือบเซรามิก (หมายเลข 42) โดยชั้นผิวเคลือบทั้งหมดจะยึดเกาะแนบติดกับภายในท่อโลหะ (หมายเลข 30)

Odawara (1982) (U.S. Pat. No. 4363832) ได้ทำการจดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาการก่อรูปของชั้นผิวเซรามิกภายในท่อโลหะด้วยการผสมผง Al และเหล็กออกไซด์ หมุนด้วยแรงเหวี่ยงที่ต่างกัน โดยใช้เปลวไฟ Acetylene ทำให้เกิดการเผาไหม้ ซึ่งในการศึกษานี้จะให้ Al Mg และ Si เป็นตัวเติมหลักแสดงดังตารางที่ 1.5 ซึ่ง Al มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ  $660^{\circ}C$  ทั้งนี้กำหนดให้ Al เป็นตัวควบคุมในการเผาไหม้ของปฏิกิริยาด้วย

หากเลือกใช้ Si เป็นตัวควบคุมการเผาไหม้ของปฏิกิริยาอาจต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่าของตัวเติมบางสาร อาจให้โครงสร้างของชั้นผิวเคลือบเซรามิกของ AlO มีค่าความหนาแน่นต่ำลง ซึ่งการศึกษานี้ได้ใช้ขนาดท่อโลหะที่มีความยาว 100 mm เส้นผ่านศูนย์กลาง 70 mm ความหนาผิว

ท่อ 3 mm สารตั้งต้นที่ใช้มีน้ำหนัก 98 g แบ่งเป็นผง Al 78 g Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (200 mesh และ 50 mesh) 20 g อบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนทำปฏิกิริยาการเผาไหม้ ต่อจากนั้นให้ความร้อนและหมุนด้วยความเร็ว 2000 rpm แรงหมุนเหวี่ยง 150G ใช้เวลา 10 นาที จนกระทั่งท่อโลหะเย็นตัวลง และได้พบว่าความเร็วในการหมุนรอบ 1000 rpm หรือ 100 rpm จะมีแรงหมุนเหวี่ยง 40G หรือ 0.4G ซึ่งอาจทำให้ค่าความหนาแน่นและค่าความแข็งแรงลดลง แสดงค่าที่ได้ดังตารางที่ 1.6

ตารางที่ 1.5 น้ำหนักของสารตั้งต้น (Odawara 1982)

Reducible metal oxide	(kilojoules)		
	Strongly reductive element		
	Al	Mg	Si
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	418	323	311
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	408	316	298
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	265	221	—
NiO	464	353	373
MnO <sub>2</sub>	439	337	339

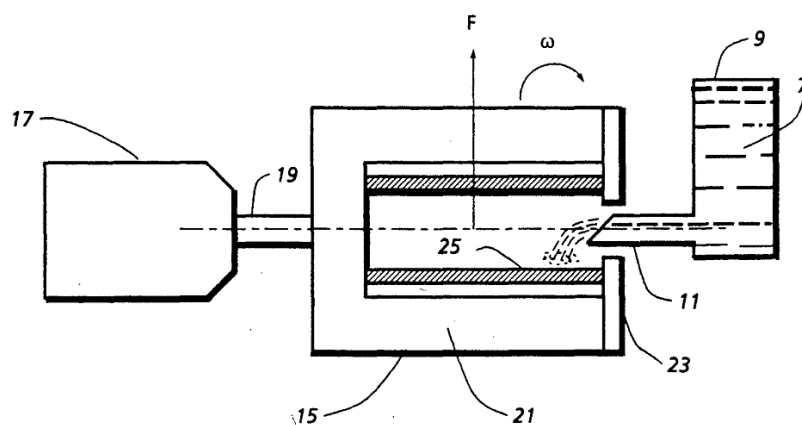
ตารางที่ 1.6 ค่าความหนาแน่น ค่าความแข็งที่เป็นมาจากระดับความเร็วหมุน (Odawara 1982)

Rotation r.p.m.	Centrifugal force, G	Apparent density, g/cm <sup>3</sup>	Hardness, H <sub>v</sub>
100	0.4	3.2	1000
1000	40	4.0	1400-1700
2000	150	4.3	1400-1700

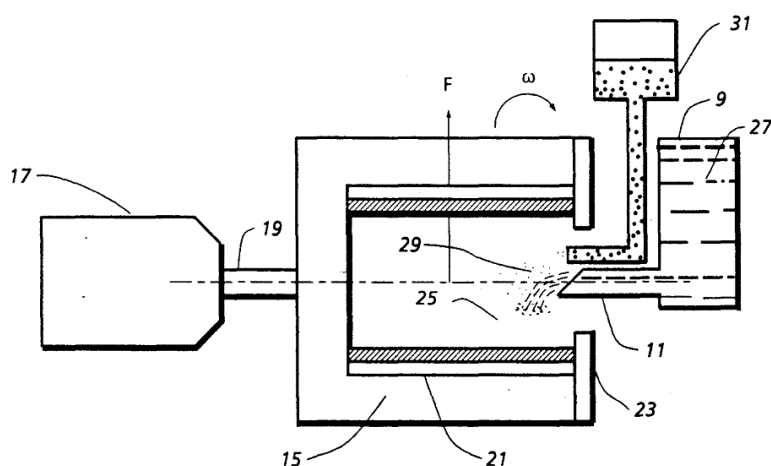
Karmarkar และคณะ (1991) (U.S. Pat. No. 5025849) ได้ทำการจดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์การฟอร์มตัวของชั้นผิวเคลือบของท่อโลหะด้วยวัสดุผสม เช่น ซิลิคอนคาร์ไบด์ (Silicon carbide) และอะลูมิเนียม (Aluminium) โดยวิธีการหล่อเหวี่ยง วัสดุเสริมแรงสามารถเตรียมหลอมไว้ก่อนบรรจุเข้าไปพร้อมกับโลหะผสม และรอเตรียมหลอมละลายพร้อมกับการบรรจุเข้าไปในท่อ ซึ่งผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบท่อจะมีปริมาณของตัวเสริมแรงแตกต่างกัน ระดับความเร็วรอบที่ใช้ 900 - 1000 rpm

วิธีแรก คือ การหลอมละลายของตัวเสริมแรงและโลหะผสมเข้าด้วยกันก่อนที่บรรจุเข้าไปภายในท่อก่อนที่จะให้แรงหมุนเหวี่ยง แสดงดังในรูปที่ 1.36 นำตัวเสริมแรงและโลหะผสมที่หลอมละลาย (หมายเลข 7) ไว้ก่อนแล้วเทลงในกรวย (หมายเลข 9) และผ่านราง (หมายเลข 11) และเตรียมให้ร้อนระดับหนึ่งก่อนที่โลหะผสมจะแข็งตัว จากนั้น โลหะผสมถูกกล้าเลี้ยงเข้าสู่ท่อ

ในขณะที่หมุนเหวี่ยงด้วยตัวขับเคลื่อนของมอเตอร์ (หมายเลข 15) ซึ่งสามารถปรับระดับความเร็วด้วยมอเตอร์ (หมายเลข 17) ควบคุมคู่ไปกับเฟลา (หมายเลข 19) และประกอบเข้ากับ โมลทรงกระบอก (หมายเลข 21) ซึ่งจะปิดบริเวณหนึ่งไว้ที่ปลายท่อเพื่อป้องกันการไหลออกของโลหะผสม (หมายเลข 23) หลังจากนั้นปล่อยให้ส่วนผสมดังกล่าวฟุ้งตัวและยึดเกาะกับผิวภายในท่อ (หมายเลข 25) จนเย็นตัวลง ส่วนวิธีที่สอง คือ การหล่อเหวี่ยงภายในท่อโลหะพร้อมกับการใส่ตัวเสริมแรงและโลหะผสมพร้อมกัน แสดงดังในรูปที่ 1.37 ซึ่งแตกต่างจากวิธีแรกในช่วงการเตรียมส่วนผสมตั้งต้น โลหะหลอมละลาย (หมายเลข 27) พร้อมกับปล่อยอนุภาคเสริมแรง (หมายเลข 29) ไหลผ่านกรวย (หมายเลข 31) เข้าไปผสมและหลอมละลายภายในท่อโลหะ



รูปที่ 1.36 การหล่อเหวี่ยงภายในท่อโลหะพร้อมทั้งกับตัวเสริมแรงและโลหะผสมที่หลอมละลายไว้ก่อนแล้ว (Karmarkar et al. 1991)



รูปที่ 1.37 การหล่อเหวี่ยงภายในท่อโลหะพร้อมกับการใส่ตัวเสริมแรงและโลหะผสม (Karmarkar et al. 1991)

ตารางที่ 1.7 สรุปตัวแปรที่มีผลต่อระบบของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ของงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ลำดับ	ระบบ		ตัวแปร								
	สารตั้งต้น	ผลิตภัณฑ์	G	n (rpm)	P	ขนาดท่อ(mm)			ประเภทท่อ		
						Ø	t	l	Fe	Cu	SS
1	NiO, Al, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	2250	(-35)-(+325)	31.75	-	101.6	✓		
2	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , Al, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	2250	(-35)-(+325)	31.75	-	101.6	✓		
3	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Fe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	1500	(-35)-(+325)	31.75	-	101.6	✓		
4	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , metallic Al	Fe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	150	2000	50-200mesh	70	3	100	✓		
5	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Fe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	150-250	-	5-200 µm	89	5	155	✓		
6	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Fe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	76	4	100			✓
7	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Cr, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	76	4	100			✓
8	CrO <sub>3</sub> , Al	Cr, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	76	4	100			✓
9	NiO, Al	Ni, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	76	4	100			✓
10	CuO, Al	Cu, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	800-2500	100-200	110	20			✓	
11	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Fe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	82	5	200	✓		
12	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al	Cr, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	82	5	200	✓		
13	Ti, B <sub>4</sub> C	TiC, TiB <sub>2</sub>	-	-	-	82	5	200	✓		
14	Ni, Fe	NiFe	-	-	-	82	5	200	✓		
15	Al, Fe	AlFe	-	-	-	82	5	200	✓		

หมายเหตุ : G = Centrifugal force  
n = Rotation speed (rpm)  
P = Powder size (mesh)  
Ø = รัศมีของท่อ  
t = ความหนาของผนังท่อ  
l = ความยาวของท่อ

จากงานวิจัยข้างต้นดังกล่าวทำให้ทราบว่าโดยส่วนใหญ่แล้วจะใช้กระบวนการ SHS centrifugal เคลือบผิวภายในท่อโลหะ การใช้งานท่อก็ต่างแตกไปตามการใช้งาน โดยทั่วไปท่อที่นำมาใช้ก็จะมีทั้งท่อเหล็กคาร์บอน ท่อสแตนเลส และท่อโลหะทองแดง เจือปนไนที่ใช้สำหรับการเคลือบผิวภายในท่อตัวอย่างเช่น ท่อเหล็กคาร์บอนส่วนใหญ่จะใช้ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ Al เป็นสารเคลือบ

และใช้ความเร็วรอบในการหมุนเหวี่ยง 2000 rpm ขึ้นไป ท่อสแตนเลสจะใช้  $\text{Al}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CrO}_3$  และ  $\text{NiO}$  เป็นสารเคลือบ ท่อโลหะท่อแดงจะใช้  $\text{CuO}$  และ  $\text{Al}$  เป็นสารเคลือบผิว ความเร็วหมุนเหวี่ยงประมาณ 800 – 2500 rpm ผู้เขียนจึงมีความสนใจที่จะศึกษางานวิจัยนี้ด้วยวิธีการดังกล่าวเช่นกัน โดยจะใช้ท่อเหล็กคาร์บอน โดยมี  $\text{Al}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  เป็นสารเคลือบผิวภายในท่อ หมุนด้วยความเร็ว 1500 rpm ขึ้นไป เพื่อให้ได้สารเคลือบภายในผิวท่อเป็นวัสดุผสม  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  ซึ่งให้ผิวเคลือบที่มีความแข็งสูง เนื้อพื้นระหว่างชั้นผิวท่อโลหะและสารประกอบสามารถยึดเกาะกันได้แน่นยิ่งขึ้น และให้สมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น และมีราคาต้นทุนการผลิตที่ต่ำอีกด้วย

## 1.5 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1.5.1 เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุผสมเคลือบภายในผิวท่อโลหะด้วยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง
- 1.5.2 เพื่อศึกษาโครงสร้างการยึดเกาะของผิวท่อโลหะและชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์
- 1.5.3 เพื่อศึกษาค่าแรงเหวี่ยงที่เหมาะสมกับการเผาไหม้ของปฏิกิริยาสารประกอบโลหะหลังคายความร้อนที่อุณหภูมิสูง

## 1.6 ขอบเขตของการวิจัย

- 1.6.1 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ ผง  $\text{Al}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeTiO}_3$  และ  $\text{B}_2\text{O}_3$
- 1.6.2 ให้ค่าระดับความเร็วรอบของการหมุนเหวี่ยงอยู่ในช่วง 1500 – 2250 rpm
- 1.6.3 วิเคราะห์ผลที่ได้และเสนอแนวทางที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ผิวเคลือบวัสดุผสมด้วยวิธี Centrifugal-SHS

## 1.7 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.7.1 ทำให้ทราบถึงกระบวนการสังเคราะห์ผิวเคลือบด้วยกระบวนการ SHS-centrifugal
- 1.7.2 สามารถนำเอาเทคนิคกระบวนการเกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (SHS-centrifugation) ไปประยุกต์ใช้จริงกับท่อในโรงงานอุตสาหกรรม



1.7.3 นำเอาสินแร่ประกอบโลหะมาใช้ให้เกิดประโยชน์และมีมูลค่าเพิ่มขึ้น

1.7.4 สามารถนำความรู้นี้ไปพัฒนา และต่อยอดเพื่อสังเคราะห์วัสดุชนิดอื่น  
ให้มีความแพร่หลายมากขึ้น

## 1.8 สถานที่ทำการวิจัย

1.8.1 ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.8.2 ห้องปฏิบัติการวิจัยเซรามิกและวัสดุผสม (S408) สถานีวิจัยวิศวกรรมวัสดุ  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.8.3 ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## บทที่ 2

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

เนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงการดำเนินการวิจัย ซึ่งประกอบไปด้วยวัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ รวมถึงขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

#### 2.1 วัสดุและอุปกรณ์การทดลอง

วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ วิเคราะห์และทดสอบ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 และรูปที่ 2.1 ถึง 2.5

ตารางที่ 2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	ยี่ห้อ	แบบ/รุ่น
Electronic balance	Pioneer	P4214
Two roll ball mill machine	Constructed by Dr.Wiriya Thongruang	-
Silicon carbide grinding paper	BUEHLER	p80, p180, p320, p600, p800 and p1200
Steel pipe	-	Thickness 2 mm
Oxy-acetylene gas set	Constructed by Thaisafe Ltd.	-
X-Ray diffractometer (XRD)	Philips	X'Pert MPD
Scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive	JEOL, FEI	JSM-5800LV, Quanta 400
X-ray spectrometer (EDX)	Oxford	ISIS 300
laser particle size analyzer (LPSA)	Beckman Coulter	LS230

ตารางที่ 2.1 (ต่อ) วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	ยี่ห้อ	แบบ/รุ่น
Viker micro hardness tester	High Wood	HWDM-3
Planetary ball mill	Beckman Coulter	PM 100/200
Drill machine	Kanto	KT-4106
Inverter (AC Drive)	Toptek	TOPVERT E1-432P2
Three phase induction motor	Guiseley	GL-71-2A



(a)



(b)

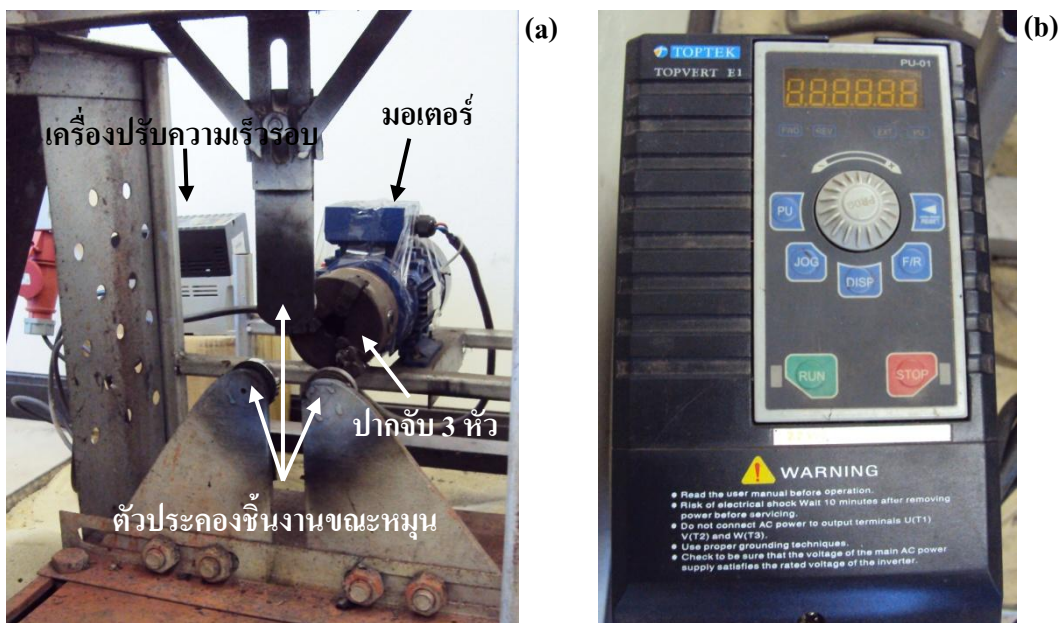


(c)

รูปที่ 2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมส่วนผสมตั้งต้น (a) Electronic balance  
(b) Two roll ball mill machine และ (c) Planetary ball mill



รูปที่ 2.2 วัสดุ และเครื่องมือที่ใช้เตรียมชิ้นงานสังเคราะห์ (a) เครื่องเจาะมอเตอร์ไฟฟ้าขนาดเล็ก (b) ค้อน ตะไบ คริม กรรไกร เทปกาว และ (c) ท่อโลหะ จุกไม้



รูปที่ 2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ช่วยในขณะการสังเคราะห์ (a) เครื่อง SHS-Centrifugal และ (b) หน้าจอแสดงผลของเครื่องปรับความเร็วรอบ



รูปที่ 2.4 ชุดพ่นเปลวไฟ Oxy-acetylene gas



(a)



(b)



(c)



(d)

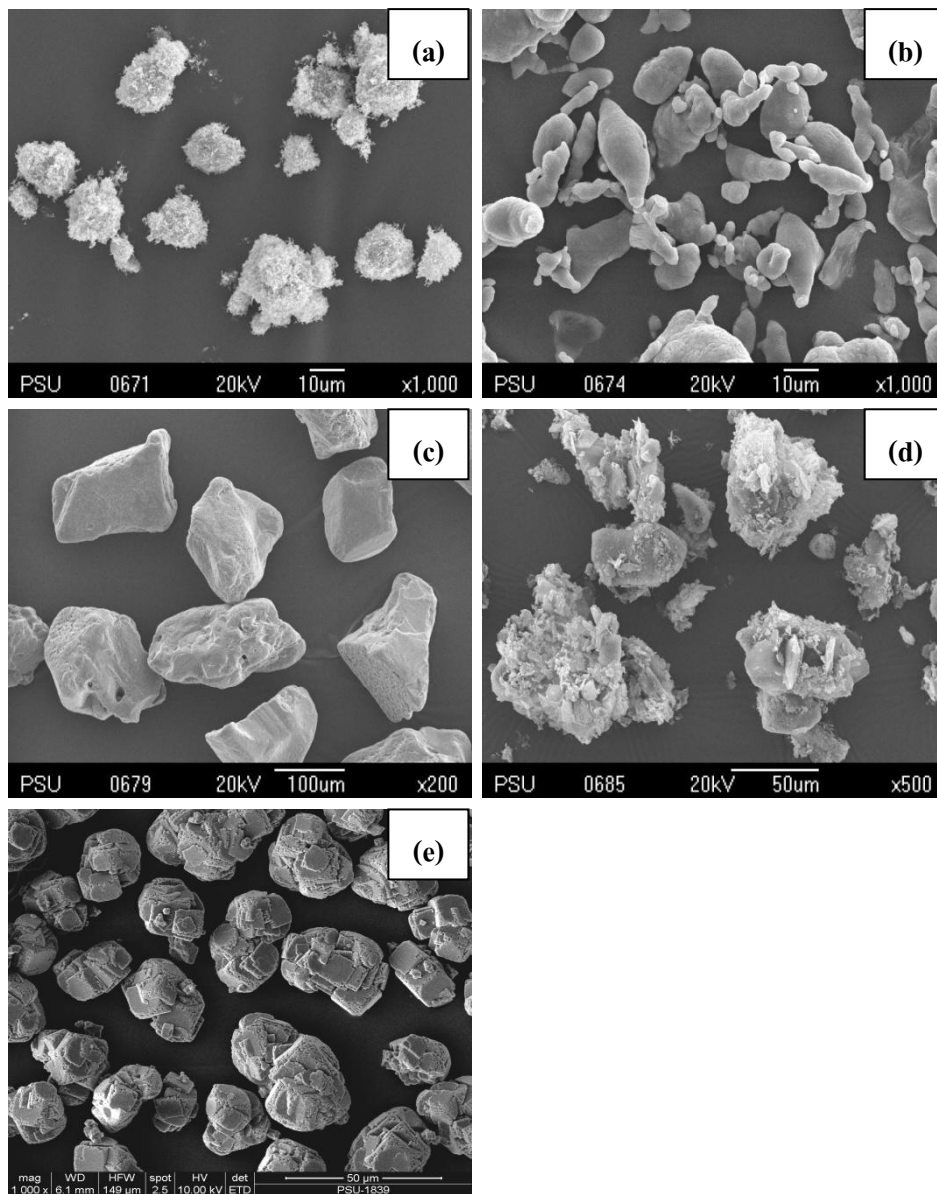
รูปที่ 2.5 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณลักษณะ (a) X-ray diffraction (XRD) (b) vicker hardness tester (c) Scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive X-ray spectrometer และ (d) Laser particle size analyzer (LPSA)

## 2.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในกระบวนการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 2.2 และแสดงลักษณะทางกายภาพในรูปที่ 2.6

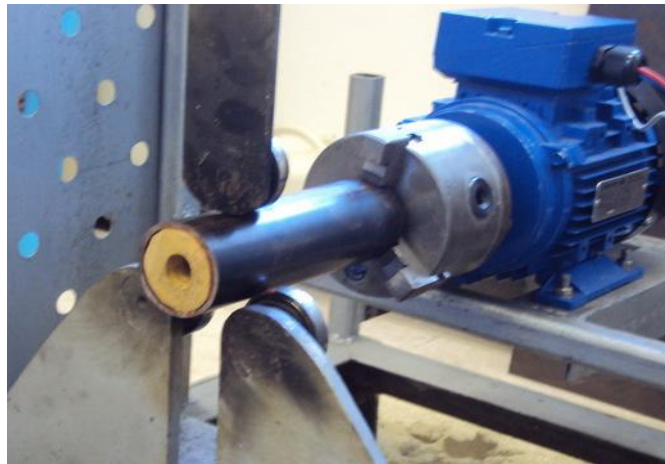
ตารางที่ 2.2 สารเคมีที่ใช้ในกระบวนการทดลอง

ชื่อทางการค้า	ขนาดอนุภาค ( $\mu\text{m}$ )	ความบริสุทธิ์ (%)	ผู้ผลิต
Aluminum powder (Al)	45	93	Himedia Laboratories
Iron (III) oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	-	97	Riedel-de Haën
Aluminum dioxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	-	98	Riedel-de Haën
Boron oxide ( $\text{B}_2\text{O}_3$ )	1017	99	Sigma-Aldrich Chemical Company
Calcium fluoride ( $\text{CaF}_2$ )	-	98	Carlo Erba Reagents Company

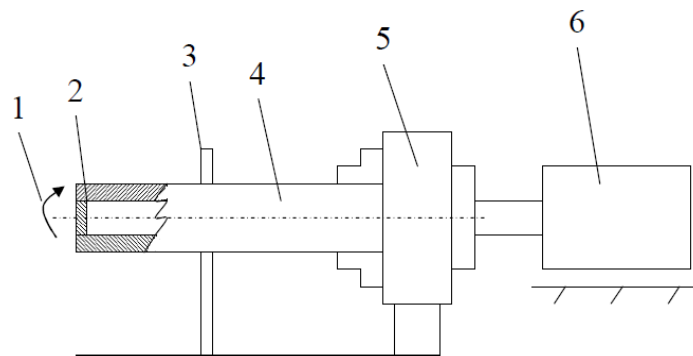


รูปที่ 2.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง (a)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , (b) Al (c)  $\text{FeTiO}_3$ , (d)  $\text{B}_2\text{O}_3$ , และ (e)  $\text{CaF}_2$

ในการทดลองศึกษาวิจัยครั้งนี้เป็นการจำลองทำการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบภายในท่อโลหะซึ่งจะใช้มอเตอร์ที่มีขีดจำกัดการปรับระดับความเร็วได้สูงสุด 2500 rpm ซึ่งจะติดตั้งอยู่กับปากจับสามหัวที่ใช้จับท่อโลหะและมีช่วยประกอบท่ออีกด้วย (ดังรูปที่ 2.7 และ 2.8)



รูปที่ 2.7 การติดตั้งระบบการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะ โดยวิธี SHS-Centrifugal



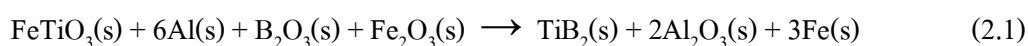
รูปที่ 2.8 แบบจำลองการติดตั้งระบบการสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะโดยวิธี SHS-Centrifugal ประกอบด้วย (1) ทิศทางการหมุน (2) จุกไม้ (3) ตัวช่วยประกอบท่อ (4) ท่อโลหะ (5) ปากจับสามหัว และ (6) มอเตอร์ปรับระดับความเร็ว



## 2.3 การดำเนินการทดลอง

### 2.3.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง

เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ความหนาชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมด้วยปฏิกิริยาค้ำหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง โดยใช้อัตราส่วนผสมตามสมการที่ (2.1)



ตารางที่ 2.3 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.1)

ระบบ	สารตั้งต้น	FeTiO <sub>3</sub>	Al	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
FeTiO <sub>3</sub> -6Al-	อัตราส่วนโดยโมล	1.0000	6.0000	1.0000	1.0000
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938

#### 2.3.1.1 กิจกรรมที่ 1 : การเตรียมท่อสำหรับเคลือบ

2.3.1.1.1 นำท่อโลหะตัดให้ได้ขนาดความยาว 6 นิ้ว ทำความสะอาดคราบน้ำมัน และฝุ่นด้วย Acetone

2.3.1.1.2 ตัดไม้ที่มีลักษณะเป็นวงกลม 2 ชิ้น สำหรับใช้ปิดหัวท้ายของท่อ ชิ้นแรกตัดให้ได้ความหนา 1 นิ้ว เจาะรูตรงกลางไม้ด้วยสว่านให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ส่วนอีกด้านหนึ่งเหลาบริเวณรูเหลาให้เป็นเทเปอร์ เพื่อให้ปลวไฟจ่อเข้าถึงผงสารตั้งต้นขณะทำการสังเคราะห์

#### 2.3.1.2 กิจกรรมที่ 2 : การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การเตรียมสารผสมของสารตั้งต้น มีขั้นตอนดังนี้

2.3.1.2.1 ชั่งสารตั้งต้นในตามสัดส่วนดังสมการที่ 2.1 น้ำหนัก 120 g

2.3.1.2.2 บดผสมผงสารตั้งต้นเข้าด้วยกันด้วยเครื่องบดลูกบอลเป็นเวลา 1 ชม.

### 2.3.1.3 กิจกรรมที่ 3 : การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเบื้องต้น

2.3.1.3.1 นำส่วนผสมทั้งหมดที่ได้กรอกใส่ท่อโลหะที่ปิดหัวท้ายด้วยจุกไม้ไว้แล้ว และปิดด้วยเทปกาวจุกไม้ด้านที่เจาะรู

2.3.1.3.2 ติดตั้งท่อโลหะที่เครื่องหมุนเหวี่ยง และขันเกลียวปากจับ 3 หัวให้แน่น

2.3.1.3.3 ค่อย ๆ ปรับความเร็วหมุนจนถึงระดับ 1500 rpm

2.3.1.3.4 ปรับแก๊สอะซิทีลีนให้ได้เปลวความร้อนตามต้องการ นำเปลวไฟจ่อยังบริเวณปากท่อโลหะ

2.3.1.3.5 เมื่อส่วนผสมเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้ว นำหัวพันแก๊สอะซิทีลีนออกทันทีและปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองไปทั้งท่อโลหะ ขณะเกิดปฏิกิริยาท่อโลหะจะมีลักษณะร้อนแดง โดยปล่อยให้หมุนเหวี่ยงต่อไปอีก 5 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ ลดระดับความเร็วรอบลง ปล่อยให้ท่อโลหะเย็นตัวลง จนได้ผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ยึดเกาะกับผิวภายในท่อของโลหะ

2.3.1.3.6 นำผิวท่อโลหะที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

### 2.3.2 การศึกษาระดับความเร็วหมุนของแรงเหวี่ยงศูนย์กลาง

#### 2.3.2.1 กิจกรรมที่ 1 : การเตรียมชิ้นงาน

2.3.2.1.1 นำท่อโลหะตัดให้ได้ขนาดความยาว 6 นิ้ว ทำความสะอาดคราบน้ำมัน และฝุ่นด้วย Acetone

2.3.2.1.2 ตัดไม้ที่มีลักษณะเป็นวงกลม 2 ชั้น สำหรับใช้ปิดหัวท้ายของท่อ ชั้นแรกตัดให้ได้ความหนา 1 นิ้ว เจาะรูตรงกลางไม้ด้วยสว่านให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ส่วนอีกด้านหนึ่งเหลาบริเวณรูเหลาให้เป็นเทเปอร์ เพื่อให้เปลวไฟจ่อเข้าถึงผงสารตั้งต้นขณะทำการสังเคราะห์

#### 2.3.2.2 กิจกรรมที่ 2 : การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การเตรียมสารผสมของสารตั้งต้น มีขั้นตอนดังนี้

2.3.2.2.1 ชั่งสารตั้งต้นในตามสัดส่วนดังสมการที่ 2.1 น้ำหนัก 140 g

2.3.2.2.2 บดผสมผงสารตั้งต้นเข้าด้วยกันด้วยเครื่องบดลูกบอลเป็นเวลา 1 ชม.

### 2.3.2.3 กิจกรรมที่ 3 : การสังเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงด้วยร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเบื้องต้น

2.3.2.3.1 นำส่วนผสมทั้งหมดที่ได้กรอกใส่ท่อโลหะที่ปิดหัวท้ายด้วยจุกไม้ไว้แล้ว และปิดด้วยเทปกาวจุกไม้ด้านที่เจาะรู

2.3.2.3.2 ติดตั้งท่อโลหะที่เครื่องหมุนเหวี่ยง และขันเกลียวปากจับ 3 หัวให้แน่น

2.3.2.3.3 ค่อย ๆ ปรับความเร็วรอบที่ระดับ 1500 1750 2000 และ 2250 rpm

2.3.2.3.4 ปรับแก๊สอะซิทีลีนให้ได้เปลวความร้อนตามต้องการ นำเปลวไฟจ่อยังบริเวณปากท่อโลหะ

2.3.2.3.5 เมื่อส่วนผสมเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้ว นำหัวพันแก๊สอะซิทีลีนออกทันทีและปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองไปทั้งท่อโลหะ ขณะเกิดปฏิกิริยาท่อโลหะจะมีลักษณะร้อนแดง โดยปล่อยให้หมุนเหวี่ยงต่อไปอีก 5 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ ลดระดับความเร็วรอบลง ปล่อยให้ท่อโลหะเย็นตัวลง จนได้ผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ยึดเกาะกับผิวภายในท่อของโลหะ

2.3.2.3.6 นำผิวท่อโลหะที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

### 2.3.3 การศึกษาเวลาบดละเอียดของ $\text{FeTiO}_3$

#### 2.3.3.1 กิจกรรมที่ 1 : การเตรียมชิ้นงาน

2.3.3.1.1 นำท่อโลหะตัดให้ได้ขนาดความยาว 6 นิ้ว ทำความสะอาดคราบน้ำมัน และฝุ่นด้วย Acetone

2.3.3.1.2 ตัดไม้ที่มีลักษณะเป็นวงกลม 2 ชิ้น สำหรับใช้ปิดหัวท้ายของท่อ ชิ้นแรกตัดให้ได้ความหนา 1 นิ้ว เจาะรูตรงกลางไม้ด้วยสว่านให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ส่วนอีกด้านหนึ่งเหลาบริเวณรูเหลาให้เป็นเทเปอร์ เพื่อให้เปลวไฟจ่อเข้าถึงผงสารตั้งต้นขณะทำการสังเคราะห์

#### 2.3.3.2 กิจกรรมที่ 2 : การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การเตรียมสารผสมของสารตั้งต้น มีขั้นตอนดังนี้

2.3.3.2.1 ชั่งสารตั้งต้นในตามสัดส่วนดังสมการที่ 2.1 น้ำหนัก 140 g

2.3.3.2.2 บดผสมผงสารตั้งต้นเข้าด้วยกันด้วยเครื่องบดลูกบอลเป็นเวลา 1 ชม.

### 2.3.3.3 กิจกรรมที่ 3 : การสังเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงด้วยร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเบื้องต้น

2.3.3.3.1 นำส่วนผสมทั้งหมดที่ได้กรอกใส่ท่อโลหะที่ปิดหัวท้ายด้วยจุกไม้ไว้แล้ว และปิดด้วยเทปกาวจุกไม้ด้านที่เจาะรู

2.3.3.3.2 ติดตั้งท่อโลหะที่เครื่องหมุนเหวี่ยง และขันเกลียวปากจับ 3 หัวให้แน่น

2.3.3.3.3 ค่อย ๆ ปรับความเร็วรอบทั้ง 2250 rpm

2.3.3.3.4 ปรับแก๊สอะซิทีลีนให้ได้เปลวความร้อนตามต้องการ นำเปลวไฟจ่อยังบริเวณปากท่อโลหะ

2.3.3.3.5 เมื่อส่วนผสมเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้ว นำหัวพันแก๊สอะซิทีลีนออกทันทีและปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองไปทั้งท่อโลหะ ขณะเกิดปฏิกิริยาท่อโลหะจะมีลักษณะร้อนแดง โดยปล่อยให้หมุนเหวี่ยงต่อไปอีก 5 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ ลดระดับความเร็วรอบลง ปล่อยให้ท่อโลหะเย็นตัวลง จนได้ผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ยึดเกาะกับผิวภายในท่อของโลหะ

2.3.3.3.6 นำผิวท่อโลหะที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

### 2.3.4 การศึกษาผลของการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์

การสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมด้วยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง โดยการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) เพื่อช่วยให้ขบวนการเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเกิดการไหลตัวได้ดีขึ้น ซึ่งจะเติม  $\text{CaF}_2$  ปริมาณร้อยละ 1 3 5 โดยน้ำหนักของสารตั้งต้นทั้งหมด และใช้อัตราส่วนผสมตามสมการที่ (2.1)

ตารางที่ 2.4 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.1) และเติม  $\text{CaF}_2$

ระบบ	สารตั้งต้น	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaF}_2$
$\text{FeTiO}_3$ -6Al-	อัตราส่วนโดยโมล	1.0000	6.0000	1.0000	1.0000	ร้อยละ
$\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938	1 3 5

### 2.3.4.1 กิจกรรมที่ 1 : การเตรียมชิ้นงาน

2.3.4.1.1 นำท่อโลหะตัดให้ได้ขนาดความยาว 6 นิ้ว ทำความสะอาดคราบน้ำมัน และฝุ่นด้วย Acetone

2.3.4.1.2 ตัดไม้ที่มีลักษณะเป็นวงกลม 2 ชั้น สำหรับใช้ปิดหัวท้ายของท่อ ชั้นแรกตัดให้ได้ความหนา 1 นิ้ว เจาะรูตรงกลางไม้ด้วยสว่านให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ส่วนอีกด้านหนึ่งเหลาบริเวณรูเหลาให้เป็นเทเปอร์ เพื่อให้เปลวไฟจ่อเข้าถึงผงสารตั้งต้นขณะทำการสังเคราะห์

### 2.3.4.2 กิจกรรมที่ 2 : การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การเตรียมสารผสมของสารตั้งต้น มีขั้นตอนดังนี้

2.3.4.2.1 ชั่งสารตั้งต้นในตามสัดส่วนดังสมการที่ 2.1 น้ำหนัก 140 g

2.3.4.2.2 บดผสมผงสารตั้งต้นเข้าด้วยกันด้วยเครื่องบดลูกบอลเป็นเวลา 1 ชม.

### 2.3.4.3 กิจกรรมที่ 3 : การสังเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงด้วยร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเบื้องต้น

2.3.4.3.1 นำส่วนผสมทั้งหมดที่ได้กรอกใส่ท่อโลหะที่ปิดหัวท้ายด้วยจุกไม้ไว้แล้ว และปิดด้วยเทปกาวจุกไม้ด้านที่เจาะรู

2.3.4.3.2 ติดตั้งท่อโลหะที่เครื่องหมุนเหวี่ยง และขันเกลียวปากจับ 3 หัวให้แน่น

2.3.4.3.3 ค่อย ๆ ปรับความเร็วรอบ 2250 rpm

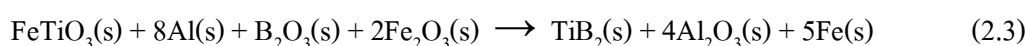
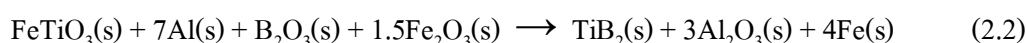
2.3.4.3.4 ปรับแก๊สอะซิทีลินให้ได้เปลวความร้อนตามต้องการ นำเปลวไฟจ่อยังบริเวณปากท่อโลหะ

2.3.4.3.5 เมื่อส่วนผสมเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้ว นำหัวพันแก๊สอะซิทีลินออกทันทีและปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองไปทั้งท่อโลหะ ขณะเกิดปฏิกิริยาท่อโลหะจะมีลักษณะร้อนแดง โดยปล่อยให้หมุนเหวี่ยงต่อไปอีก 5 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ ลดระดับความเร็วรอบลง ปล่อยให้ท่อโลหะเย็นตัวลง จนได้ผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ยึดเกาะกับผิวภายในท่อของโลหะ

2.3.4.3.6 นำผิวท่อโลหะที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

### 2.3.5 การศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นการสังเคราะห์

เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ความหนาชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมด้วยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง โดยใช้อัตราส่วนผสมตามสมการที่ (2.2) และ (2.3)



ตารางที่ 2.5 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ (2.2) – (2.3)

ระบบ	สารตั้งต้น	FeTiO <sub>3</sub>	Al	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
FeTiO <sub>3</sub> -7Al-	อัตราส่วนโดยโมล	1.0000	7.0000	1.0000	1.5000
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -1.5Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	2.1797	2.7130	1.0000	3.44075
ระบบ	สารตั้งต้น	FeTiO <sub>3</sub>	Al	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
FeTiO <sub>3</sub> -8Al-	อัตราส่วนโดยโมล	1.0000	8.0000	1.0000	2.0000
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -2Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	2.1797	3.1006	1.0000	4.58766

#### 2.3.5.1 กิจกรรมที่ 1 : การเตรียมชิ้นงาน

2.3.5.1.1 นำท่อโลหะตัดให้ได้ขนาดความยาว 6 นิ้ว ทำความสะอาดคราบน้ำมัน และฝุ่นด้วย Acetone

2.3.5.1.2 ตัดไม้ที่มีลักษณะเป็นวงกลม 2 ชั้น สำหรับใช้ปิดหัวท้ายของท่อ ชั้นแรกตัดให้ได้ความหนา 1 นิ้ว เจาะรูตรงกลางไม้ด้วยสว่านให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ส่วนอีกด้านหนึ่งเหลาบริเวณรูเหลาให้เป็นเทเปอร์ เพื่อให้ปลวไฟจ่อเข้าถึงผงสารตั้งต้นขณะทำการสังเคราะห์

#### 2.3.5.2 กิจกรรมที่ 2 : การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การเตรียมสารผสมของสารตั้งต้น มีขั้นตอนดังนี้

2.3.5.2.1 ชั่งสารตั้งต้นในตามสัดส่วนดังสมการที่ 2.1 น้ำหนัก 140 g

2.3.5.2.2 บดผสมผงสารตั้งต้นเข้าด้วยกันด้วยเครื่องบดลูกบอลเป็นเวลา 1 ชม.

### 2.3.5.3 กิจกรรมที่ 3 : การสังเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงด้วยร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางเบื้องต้น

2.3.5.3.1 นำส่วนผสมทั้งหมดที่ได้กรอกใส่ท่อโลหะที่ปิดหัวท้ายด้วยจุกไม้ไว้แล้ว และปิดด้วยเทปกาวจุกไม้ด้านที่เจาะรู

2.3.5.3.2 ติดตั้งท่อโลหะที่เครื่องหมุนเหวี่ยง และขันเกลียวปากจับ 3 หัวให้แน่น

2.3.5.3.3 ค่อย ๆ ปรับความเร็วรอบ 2250 rpm

2.3.5.3.4 ปรับแก๊สอะซิทีลีนให้ได้เปลวความร้อนตามต้องการ นำเปลวไฟจ่อยังบริเวณปากท่อโลหะ

2.3.5.3.5 เมื่อส่วนผสมเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้ว นำหัวพันแก๊สอะซิทีลีนออกทันทีและปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวเองไปทั้งท่อโลหะ ขณะเกิดปฏิกิริยาท่อโลหะจะมีลักษณะร้อนแดง โดยปล่อยให้หมุนเหวี่ยงต่อไปอีก 5 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ ลดระดับความเร็วรอบลง ปล่อยให้ท่อโลหะเย็นตัวลง จนได้ผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบที่ยึดเกาะกับผิวภายในท่อของโลหะ

2.3.5.3.6 นำผิวท่อโลหะที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

### 2.3.6 การทดสอบความแข็งของผิวเคลือบวัสดุผสม

การทดสอบความแข็งโดยวิธี Vicker hardness test มีขั้นตอนดังนี้

2.3.6.1 ตัดท่อชิ้นงานให้มีความหนา 1 cm เพื่อให้เห็นภาคตัดขวางของชั้นผิวเคลือบท่อโลหะของชิ้นงานตัวอย่าง และเตรียมชิ้นงานตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยใบขัดซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) โดยขัดเรียงลำดับจากเบอร์หยาบ ไปจนถึงเบอร์ละเอียดตามลำดับ ด้วยเครื่องขัดแบบจานหมุน

2.3.6.2 ทำความสะอาดด้วยน้ำเปล่าและเป่าลมให้ชิ้นงานแห้งสนิท เพื่อป้องกันการเกิดสนิมเหล็ก

2.3.6.3 นำไปทดสอบความแข็ง โดยมีสภาวะที่ใช้ทดสอบดังนี้

น้ำหนักกด = 100 kgf

เวลากดแช่ = 10 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด 100 เท่า

จำนวนจุดกด 10 จุด

ชนิดหัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

2.3.6.44 การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) คำนวณตามสมการที่ 2.4

$$HV = \frac{0.1891 F}{d^2} MPa \quad (2.4)$$

เมื่อ  $d$  = เส้นทแยงมุมของรอยกด =  $(d_1 + d_2)/2$  (mm)

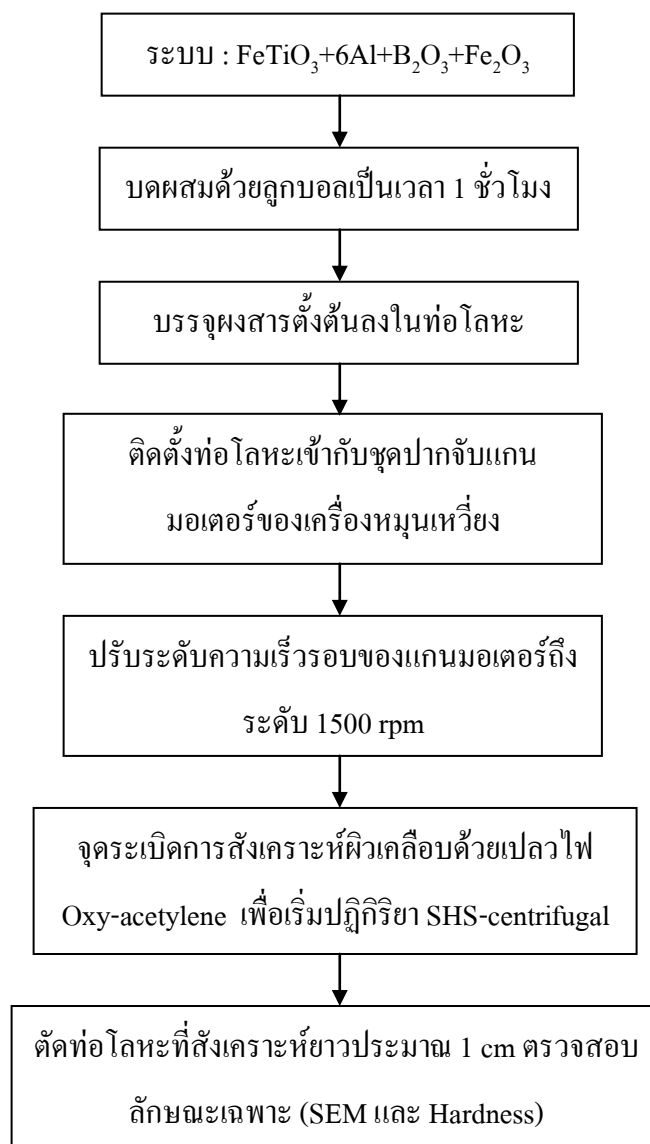
$F$  = แรงที่ใช้กด (N)



## 2.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป

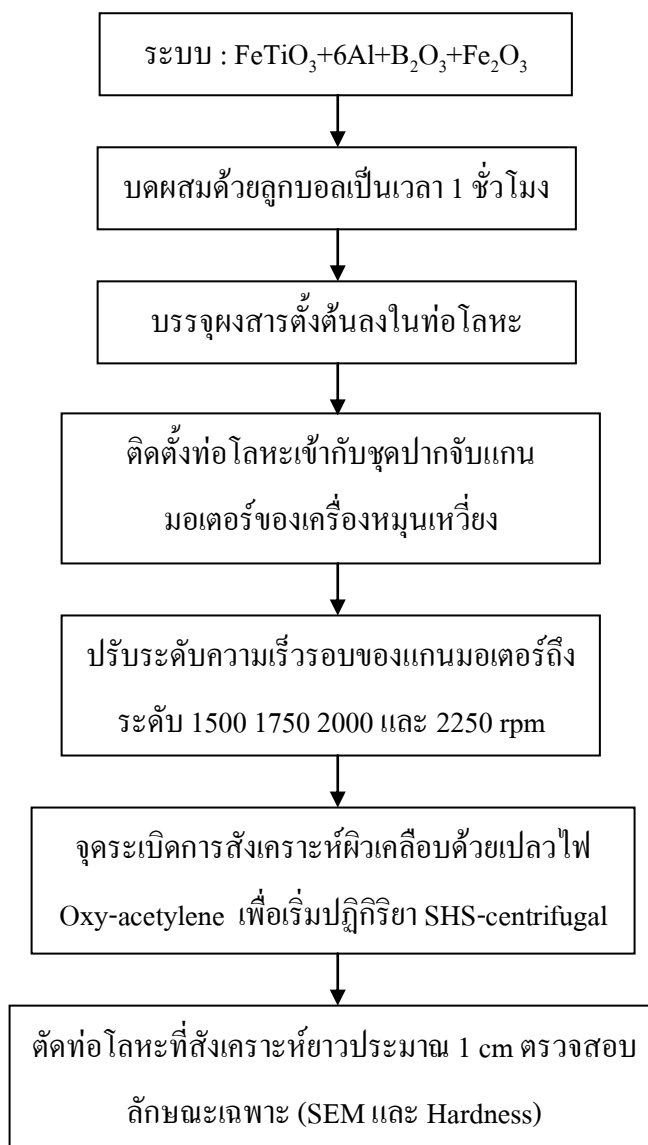
สำหรับวิธีการวิจัยและขั้นตอนต่าง ๆ แสดงไว้ในรูปที่ 2.7 ถึงรูปที่ 2.11

### การทดลองที่ 1



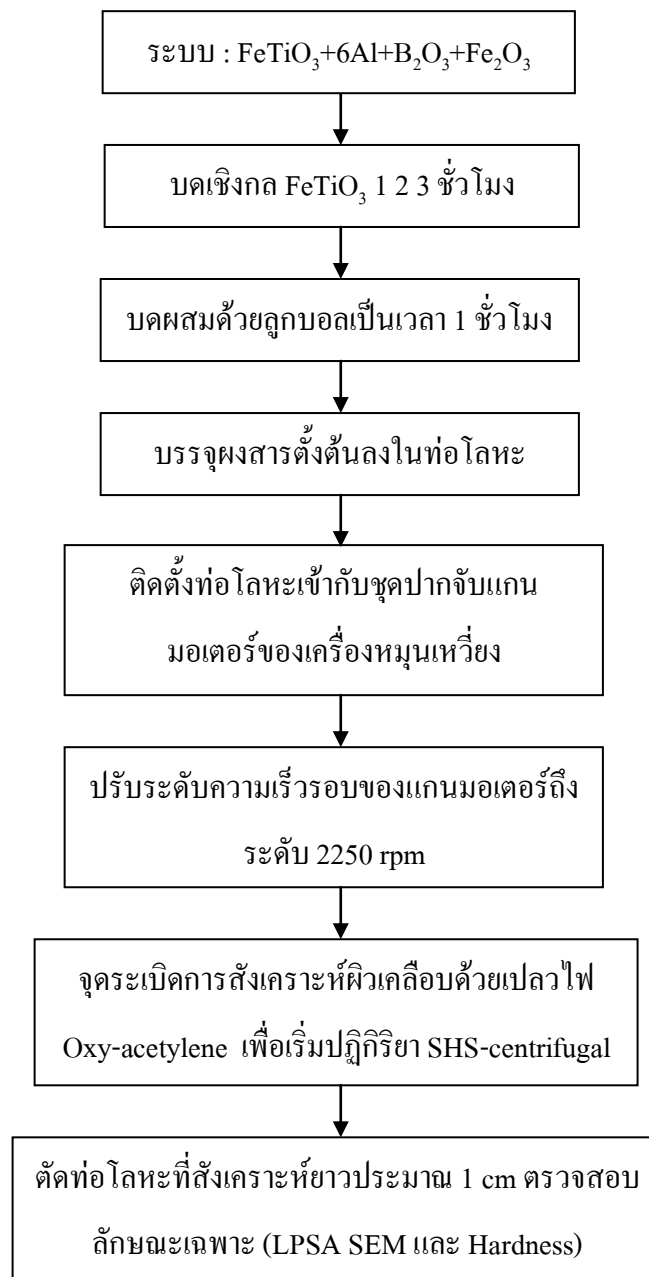
**รูปที่ 2.9** ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองอุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง

## การทดลองที่ 2



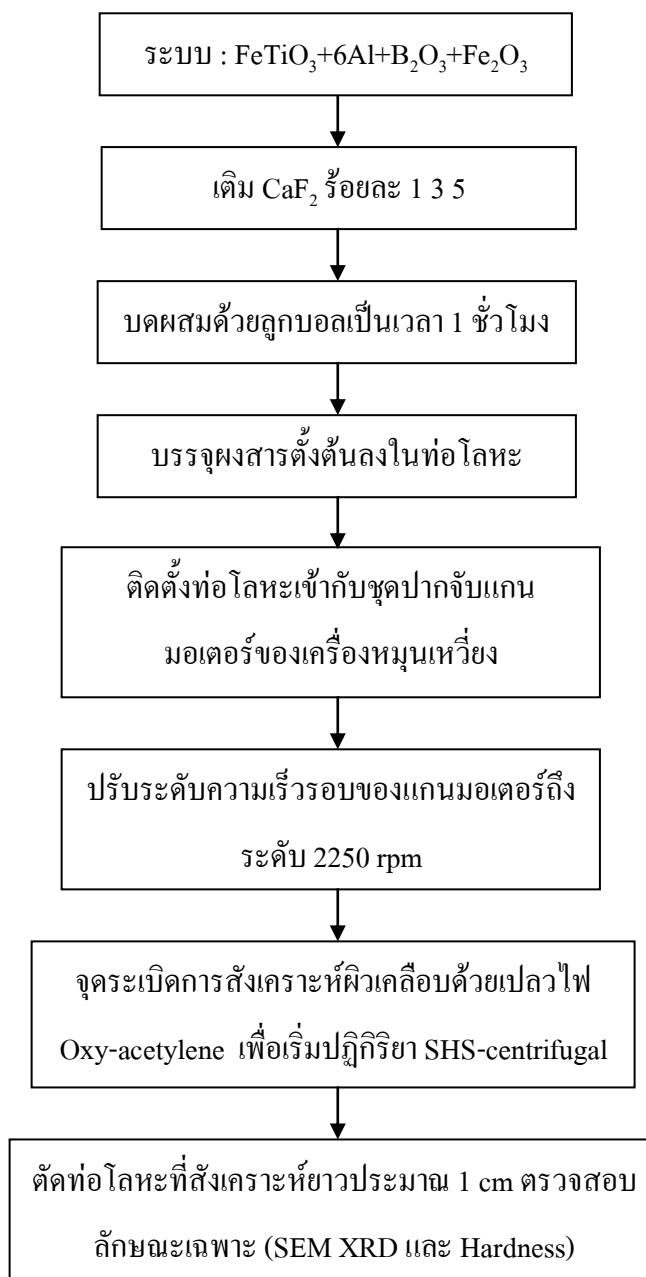
รูปที่ 2.10 ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ที่ความเร็วรอบต่างกัน

**การทดลองที่ 3**



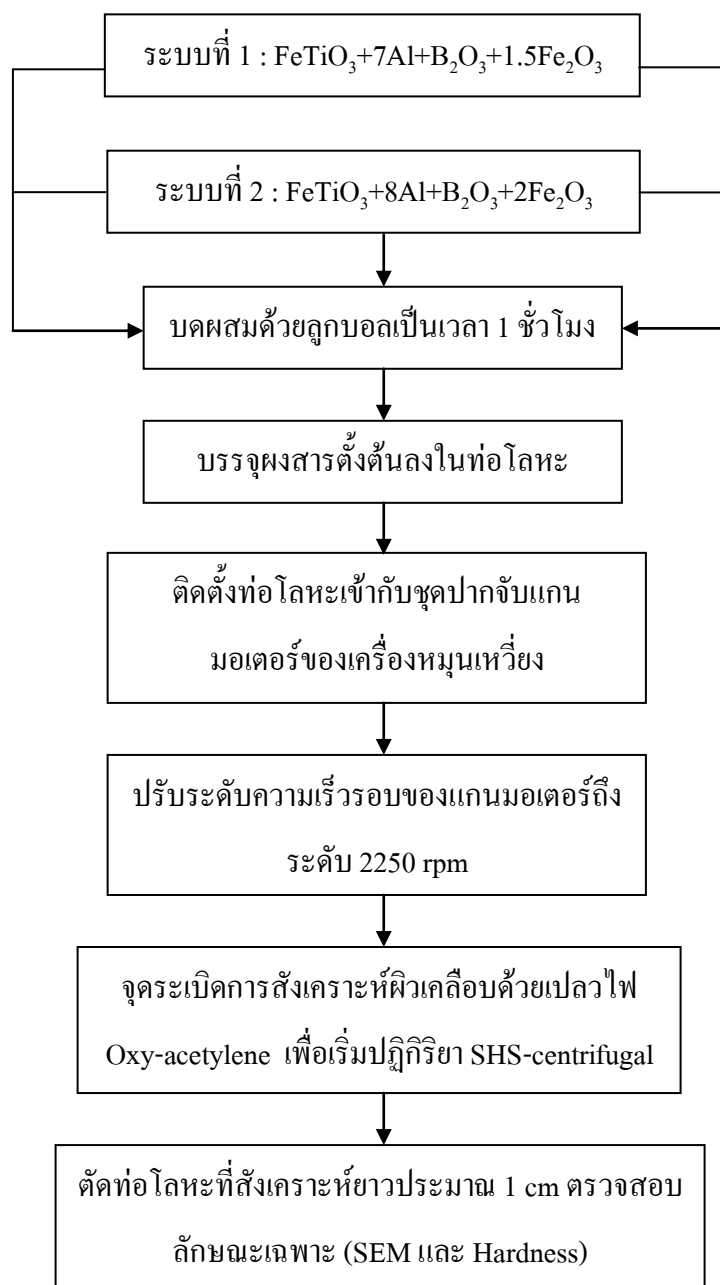
**รูปที่ 2.11** ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยา ก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ที่เวลาบดละเอียด  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน

## การทดลองที่ 4



รูปที่ 2.12 ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยา ก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ในระบบเติมปริมาณ  $\text{CaF}_2$  ต่างกัน

**การทดลองที่ 5**



**รูปที่ 2.13** ขั้นตอนการสังเคราะห์เคลือบผิวภายในท่อโลหะโดยวิธีใช้เปลวไฟที่อาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงร่วมกับเทคนิคหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ในระบบอัตราส่วนผสมต่างกัน

## บทที่ 3

### ผลและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิจัยในครั้งนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นผลการคำนวณและวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ส่วนที่สองเป็นการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ผิวเคลือบวัสดุผสมภายในท่อโลหะ โดยศึกษาผลกระทบระดับความเร็วหมุน เวลาการบดของ  $\text{FeTiO}_3$  การเติม  $\text{CaF}_2$  และอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น และส่วนสุดท้ายเป็นการศึกษาสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบวัสดุผสม คือ ความแข็ง

#### 3.1 ผลจากการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์

ในการวิเคราะห์หาค่าหลักการพลังงานกิบส์ต่ำที่สุด (Gibbs energy minimization) ในการคำนวณความเข้มข้นสมดุล (Equilibrium concentration) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการของปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Gokcen et al. 1996)

พัฒนาการของการก่อรูปของสาร คำนวณจากการลดลงของบรรยากาศซึ่งเป็นฟังก์ชันในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 ถึง 3000 °C และในการคำนวณสมมติให้เป็นสภาวะแก๊สอุดมคติ (ideal gas) และการผสมของแก๊สอุดมคติ และเฟสควบแน่น (Condense phase) เป็นเฟสบริสุทธิ์ พลังงานกิบส์รวมของระบบ สามารถแสดงได้ดังสมการที่ 3.1

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

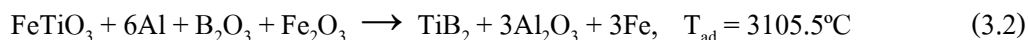
เมื่อ  $G$  คือ พลังงานกิบส์รวมของระบบ

$g_i^o$  คือ โมลาร์มาตรฐานของพลังงานกิบส์ของสาร  $i$  ที่ค่าความดันและอุณหภูมิ

$n_i$  คือ จำนวนโมลของสาร  $i$

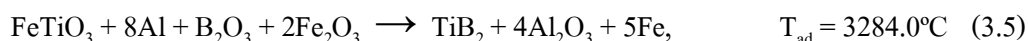
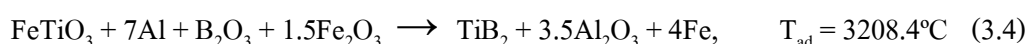
$\gamma_i$  คือ สัมประสิทธิ์แอกทิวิตีของสาร  $i$

ปฏิกิริยาเคมีโดยรวมของการวิจัยหลัก แสดงไว้ดังสมการ (3.2)

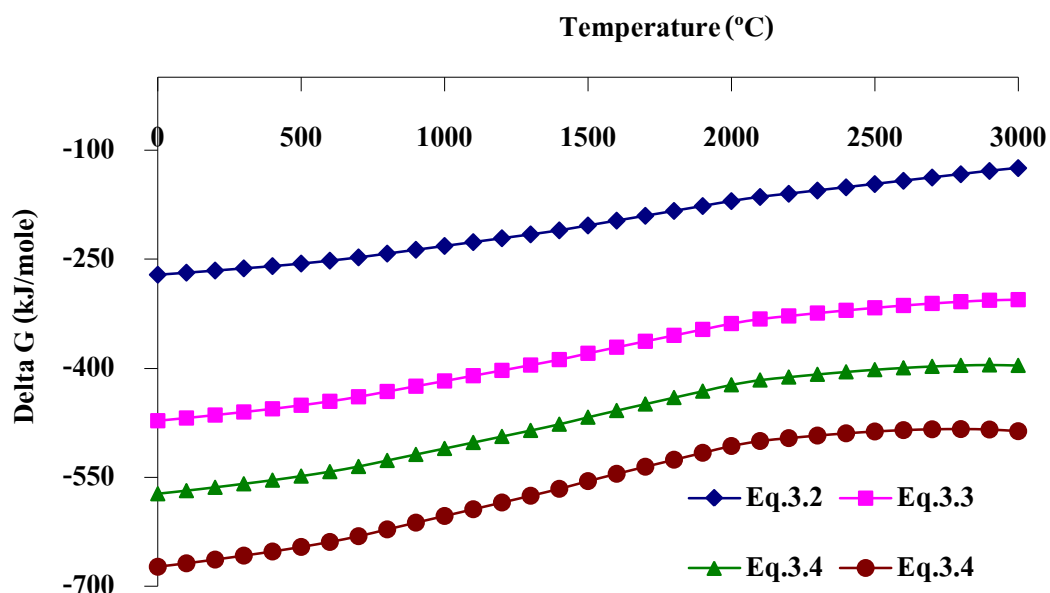


จากสมการปฏิกิริยา (3.2) นั้นสามารถคำนวณหาอุณหภูมิแอเดียเบติกได้ด้วยโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup> ซึ่งมีค่าเท่ากับ  $3105.5^\circ\text{C}$  (Outokumpu HSC chemistry<sup>®</sup> for windows, HSC 4.0) และจากหลักการ สุธรรม 2552 ที่กล่าวว่าปฏิกิริยาของระบบการสังเคราะห์สามารถเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าขึ้นได้ด้วยตัวเอง เมื่อเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนที่อุณหภูมิแอเดียเบติกสูงกว่า  $1800^\circ\text{C}$  ซึ่งจากการคำนวณพบว่า ระบบการสังเคราะห์นี้มีความเป็นไปได้ของการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงของ  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{Al}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  มีอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างกันเพื่อให้มีการก่อรูปของสารประกอบที่มีความเป็นไปได้โดยปฏิกิริยาในขั้นตอนระหว่างกลาง (Intermediate) นั้นสามารถคำนวณได้ด้วยการอาศัยพื้นฐานการคำนวณและคาดความคะเนความเป็นไปได้ของปฏิกิริยาจากโปรแกรม HSC chemistry<sup>®</sup> ซึ่งสามารถแสดงได้ดังสมการ (3.3) - (3.5)



จากรูปที่ 3.1 แสดงให้เห็นว่ามีความเป็นไปได้ในทางอุณหพลศาสตร์ที่จะสังเคราะห์วัสดุผสมในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  โดยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงจะเริ่มก่อรูปที่อุณหภูมิหลอมเหลวของ Al ซึ่ง Al จะไปลดรูป  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ก่อเป็นรูป  $\text{Al}_2\text{O}_3$  แต่ถ้าหากในระบบมี B อิสระอยู่จะไปจับตัวกับ Ti ก่อรูปเป็น  $\text{TiB}_2$  ส่วน Fe อิสระจะจับตัวกับ Al อิสระก่อรูปเป็น  $\text{FeAl}$  จึงทำให้ปฏิกิริยาโดยรวมมีพลังงานกิบส์ที่ต่ำลง



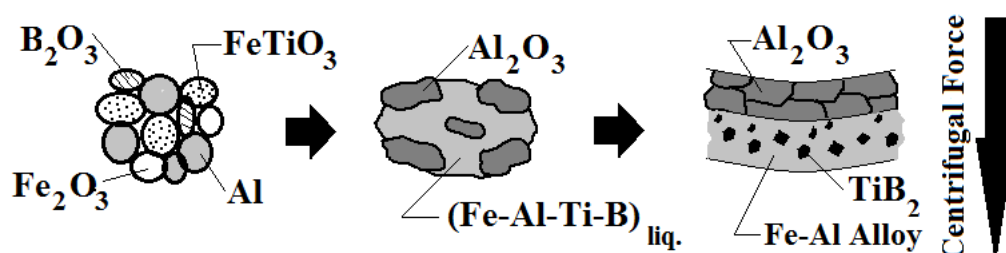
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาเคมีในสมการที่ (3.2) - (3.4) ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 - 3000°C (พื้นฐานจากการคำนวณจากโปรแกรม HSC Chemistry®)

### 3.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ผิวเคลือบด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง

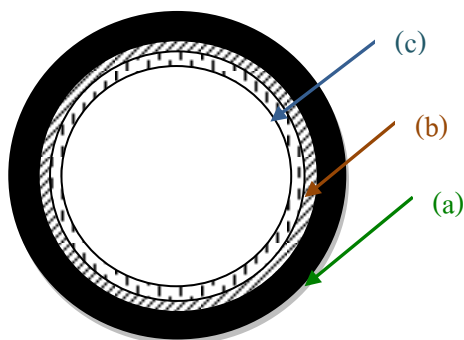
เมื่อทำทดลองสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม - ไทเทเนียมไดออกไซด์ - อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) สำหรับใช้ในการเคลือบผิวท่อโลหะโดยการอาศัยการเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้นในสภาวะหลอมเหลวขณะการก่อรูปของผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิสูงในขณะที่ยังคงได้รับความเร็วหมุนของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยระดับความเร็วอย่างสม่ำเสมอ ดังนั้นแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจึงส่งผลให้เฟสที่ก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์เกิดการแยกตัวออกจากกันเป็นชั้นโลหะผสมและชั้นเซรามิก ซึ่งทั้งนี้การแยกตัวของชั้นผลิตภัณฑ์จะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของเฟสด้วย เฟสที่มีความหนาแน่นมากที่สุดจะถูกเหวี่ยงออกไปไกลที่สุดจนติดแนบกับผิวท่อโลหะ ส่วนเฟสที่มีความหนาแน่นต่ำกว่าจะอยู่ในชั้นวงถัดเข้าไปตามลำดับ (แสดงดังรูปที่ 3.2 และ 3.3) ผลจากการทดลองวิจัยทำให้ทราบว่า การสังเคราะห์ชั้นเคลือบผิวที่ต้องอาศัยความแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางนั้นให้ได้คุณสมบัติตามต้องการ อาทิเช่น ความเรียบผิวของชั้นเคลือบ ความแน่นตัวของชั้นผิวเคลือบ ความหนาของชั้นผิวเคลือบและปริมาณรูพรุน เป็นต้น ดังนั้นปัจจัยของตัวแปรจึงมีผลต่อชั้นผิวเคลือบด้วย เช่น ปริมาณสารตั้งต้น ระดับความเร็วหมุน สารตัวเติมและเวลาบดละเอียดลดขนาดอนุภาค เป็นต้น ปริมาณสารตั้งต้นมีผลต่อความหนาของชั้นผิวเคลือบท่อโลหะที่ต่างกัน



ถ้าหากต้องการความหนาชั้นผิวเคลือบมากจะต้องใช้ปริมาณสารตั้งต้นที่เพิ่มมากขึ้นด้วย อัตราส่วนโมลมีผลต่อปริมาณความหนาของชั้นผิวเคลือบวัสดุผสม ซึ่งทั้งนี้ทั้งนั้นขึ้นอยู่กับความต้องการของชั้นผิวเคลือบต้องคำนึงถึงถึงความต้องการให้ชั้นเคลือบผิววัสดุที่ได้จากการสังเคราะห์นั้นมีปริมาณของเฟสสารประกอบเชิงโลหะหรือเซรามิกมากกว่ากัน



รูปที่ 3.2 แผนภาพจำลองการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบ  $Fe_3Al - TiB_2 - Al_2O_3$  ในขณะที่เกิดปฏิกิริยาการถ่วงน้ำหนักด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง



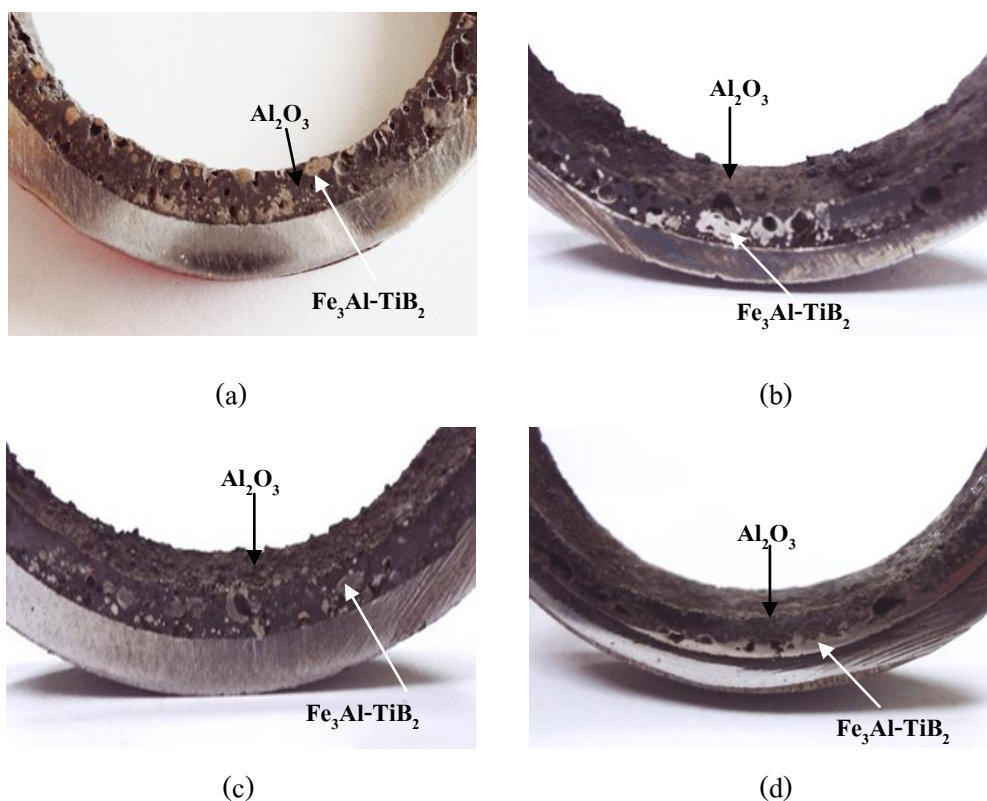
รูปที่ 3.3 แบบจำลองภาพตัดขวางชิ้นงานสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมเหล็กและอะลูมินาภายในท่อโลหะประกอบด้วย (a) ท่อโลหะ (b) ชั้นผิวเคลือบสารโลหะเชิงประกอบ  $Fe_3Al-TiB_2$  และ (c) ชั้นผิวเคลือบเซรามิก  $Al_2O_3$

### 3.3 การศึกษาระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง

จากการศึกษาผลของการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบภายในท่อโลหะในระบบการสังเคราะห์ของสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  ที่ระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางต่างกัน 4 ระดับ คือ 1500 1750 2000 และ 2250 rpm ชั้นผิวเคลือบที่ได้จะมีความหนาประมาณ 2 - 3 mm ทั้งนี้ความหนาของชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์จะขึ้นอยู่กับปริมาณสารตั้งต้น ความยาวของท่อโลหะที่ทำการสังเคราะห์ และความเร็วรอบ ซึ่งลักษณะชั้นผิวเคลือบของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  และเฟสเซรามิก  $\text{Al}_2\text{O}_3$  จะเกิดการแยกตัวของระหว่างชั้นของเฟสผิวเคลือบแปรผันตามความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางและความหนาแน่นของเฟสดังกล่าว

#### 3.3.1 ผลวิเคราะห์ของโครงสร้างจุลภาค

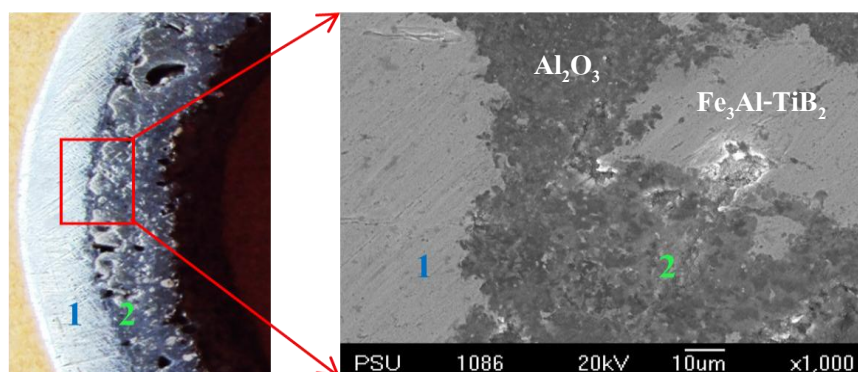
ดังนั้นระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางมีส่วนสำคัญต่อการกระจายตัวและการแยกตัวของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  และเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เมื่อความเร็วรอบของการหมุนเพิ่มขึ้นจะทำให้เฟสหนักที่มีความหนาแน่นมากถูกเหวี่ยงตัวออกไปไกลจากศูนย์กลางมากขึ้น ดังรูปที่ 3.4 (a) ระดับความเร็วรอบต่ำสุด 1500 rpm เฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  และเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ยังไม่สามารถแยกชั้นเฟสออกจากกันมากนัก แต่ยังคงมีการเกาะกลุ่มจับตัวอยู่รวมกันในเนื้อพื้นชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์เดียวกัน ยังฝังตัวอยู่ในบริเวณเนื้อพื้นของเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ส่วนที่ระดับความเร็วรอบ 1750 และ 2000 rpm แสดงดังรูปที่ 3.4 (a) - (c) ยังคงมีรูพรุนถูกกักไว้ภายในชั้นผิวเคลือบด้วย และระดับความเร็วรอบสูงสุด 2250 rpm ดังรูปที่ 3.4 (d) จะมีการแยกตัวของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะและเซรามิกได้เพิ่มขึ้นและเห็นการแยกชั้นอย่างชัดเจนกว่าชั้นผิวเคลือบที่ระดับความเร็วรอบต่ำ แต่ก็ยังคงมีรูพรุนแทรกตัวอยู่ในชั้นผิวเคลือบ



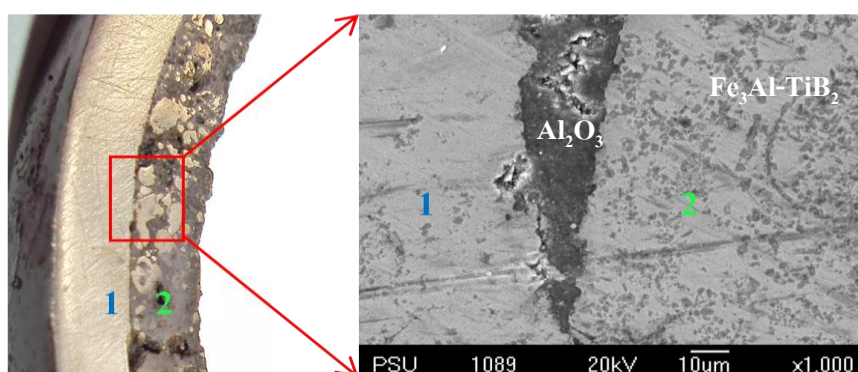
**รูปที่ 3.4** ภาพแนวตัดขวางของชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ภายในท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางต่างกัน (a) 1500 rpm (b) 1750 rpm (c) 2000 rpm และ (d) 2250 rpm

ลักษณะของชั้นผิวเคลือบที่สังเคราะห์ได้ยังคงมีความพรุนอยู่จึงเป็นข้อด้อยของการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบโดยวิธีการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ทั้งนี้ระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจึงเป็นตัวแปรหนึ่งที่มีผลต่อความเรียบของผิวเคลือบ ความพรุน การแยกเฟสของสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  และเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่ระดับความเร็วรอบต่ำสุด 1500 rpm ดังแสดงในรูปที่ 3.5 พบว่าการเกาะกลุ่มจับตัวกันของเฟสสารประกอบเชิงโลหะและเซรามิกอยู่รวมกันในเนื้อพื้นชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์เดียวกัน ซึ่งต่างกับชั้นผิวเคลือบที่ความเร็วรอบ 2000 rpm ดังแสดงในรูปที่ 3.6 เฟสของสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  พยายามเคลื่อนตัวเข้าไปใกล้กับผิวท่อได้มากขึ้นแต่ก็ยังคงมีเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  แทรกอยู่ระหว่างกลางเช่นกัน เนื่องจากไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ทันก่อนที่ชั้นผิวเคลือบจะเย็นตัวลง

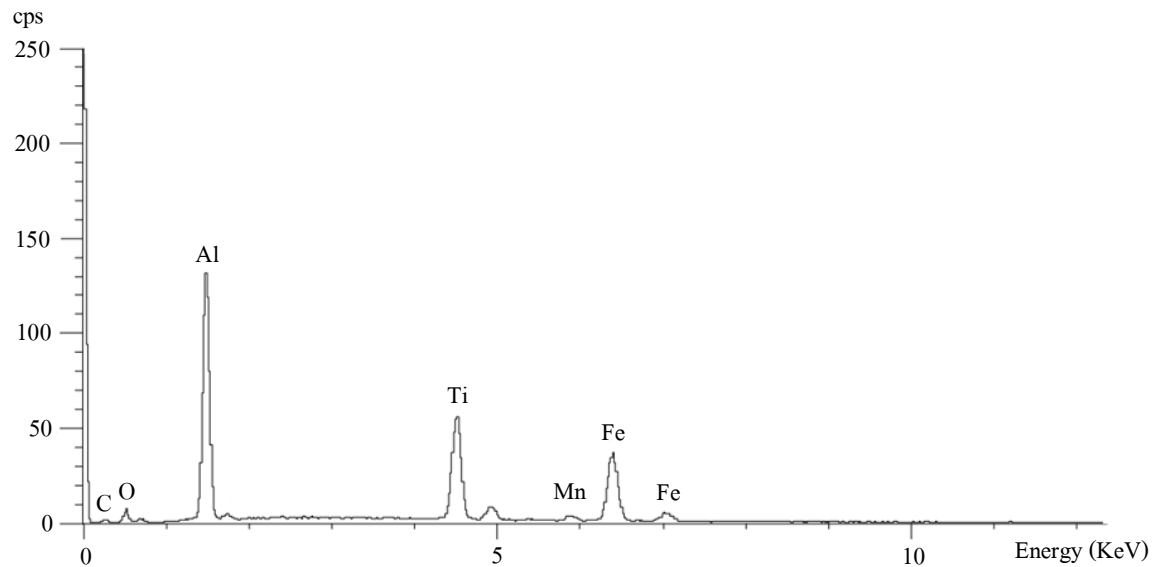
จากรูปที่ 3.5 และ 3.6 จะเห็นว่าชั้นผิวเคลือบที่สังเคราะห์ได้นั้นจะประกอบด้วย เฟสของสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al - TiB_2$  และเฟส  $Al_2O_3$  ปะปนกันอยู่ บางบริเวณเฟส สารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al - TiB_2$  ก็ถูกกักอยู่ในบริเวณเนื้อพื้น  $Al_2O_3$  และบางบริเวณเฟส  $Al_2O_3$  แทรกกลางอยู่ระหว่างผิวท่อโลหะและเฟส  $Fe_3Al - TiB_2$  ทั้งนี้เพื่อเป็นผลการยืนยันของชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์โดยการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบด้วยเทคนิค EDX แสดงดังรูปที่ 3.7 พบว่าผิวเคลือบจะประกอบด้วยอะลูมิเนียม (Al) มากที่สุด รองลงมาคือ ไทเทเนียม (Ti) และเหล็ก (Fe) ส่วนแมงกานีส (Mn) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) ที่เจือปนมากับสินแร่  $FeTiO_3$  ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.5 ภาพโครงสร้างจุลภาคด้านตัดแนวขวางของชั้นผิวเคลือบ  $Fe_3Al - TiB_2 - Al_2O_3$  ที่ระดับความเร็วรอบ 1500 rpm บริเวณที่ 1 : ผิวท่อ และบริเวณที่ 2 : ชั้นผิวเคลือบ



รูปที่ 3.6 ภาพโครงสร้างจุลภาคด้านตัดแนวขวางของชั้นผิวเคลือบ  $Fe_3Al - TiB_2 - Al_2O_3$  ที่ระดับความเร็วรอบ 2000 rpm บริเวณที่ 1 : ผิวท่อ และบริเวณที่ 2 : ชั้นผิวเคลือบ



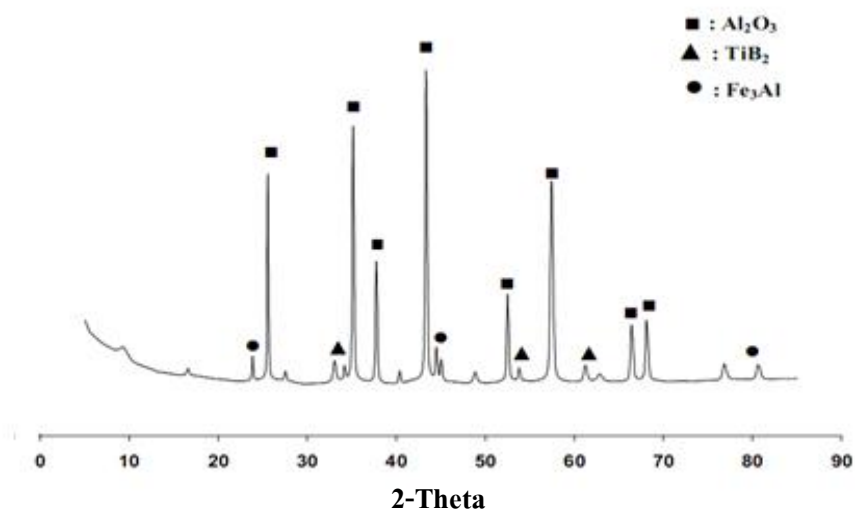
**รูปที่ 3.7** ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี Centrifugal-SHS ของชั้นผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$

### 3.3.2 ผลต่อการก่อรูปของเฟส

สำหรับผลการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน จากข้อมูล XRD แสดงดังรูปที่ 3.8 แสดงให้เห็นการก่อรูปสารผลิตภัณฑ์ประกอบด้วยเฟสของเหล็กอะลูมิเนียม (Fe<sub>3</sub>Al) ไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB<sub>2</sub>) และอะลูมินา (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์สามารถคำนวณเชิงปริมาณแสดงดังตารางที่ 3.1 พบว่าเฟสอะลูมินามีปริมาณการก่อรูปมากที่สุดและลอยตัวอยู่ในวงในสุดของท่อโลหะ และเฟสของไทเทเนียมไดโบไรด์เป็นสารประกอบที่ค่อนข้างมีความเสถียรภาพทางอุณหพลศาสตร์ที่ก่อรูปฝังตัวอยู่ในเฟสเหล็กอะลูมิเนียม อีกทั้งยังช่วยทำหน้าที่เป็นตัวเสริมแรงให้กับเฟสเหล็กอะลูมิเนียมอีกด้วย

ตารางที่ 3.1 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ

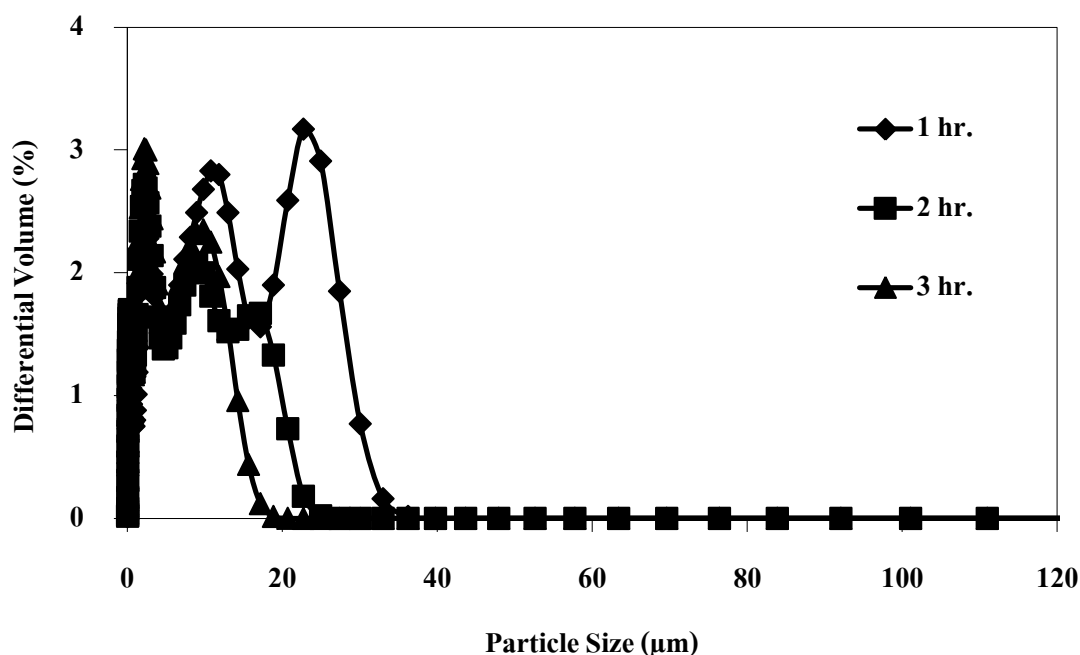
ระบบสารตั้งต้น	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>3</sub> Al	TiB <sub>2</sub>
FeTiO <sub>3</sub> +6Al+B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	84.17	2.79	13.04



รูปที่ 3.8 ผลวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ FeTiO<sub>3</sub> + 6Al + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 3.4 การศึกษาผลกระทบของเวลาบดละเอียดของอิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) ในระบบสารตั้งต้น

ผลขนาดอนุภาคของ  $\text{FeTiO}_3$  ที่เวลาบดละเอียดต่างกัน 1 2 และ 3 ชั่วโมง และลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคตามเวลาในการบดที่ต่างกันจะเห็นได้ว่าขนาดของอนุภาคจะเล็กลง จากเส้นผ่านศูนย์กลางกลาง ( $d_m$ ) 7.302 ไมโครเมตร ถึงเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.312 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 3.9 และตารางที่ 3.2 ตามลำดับ



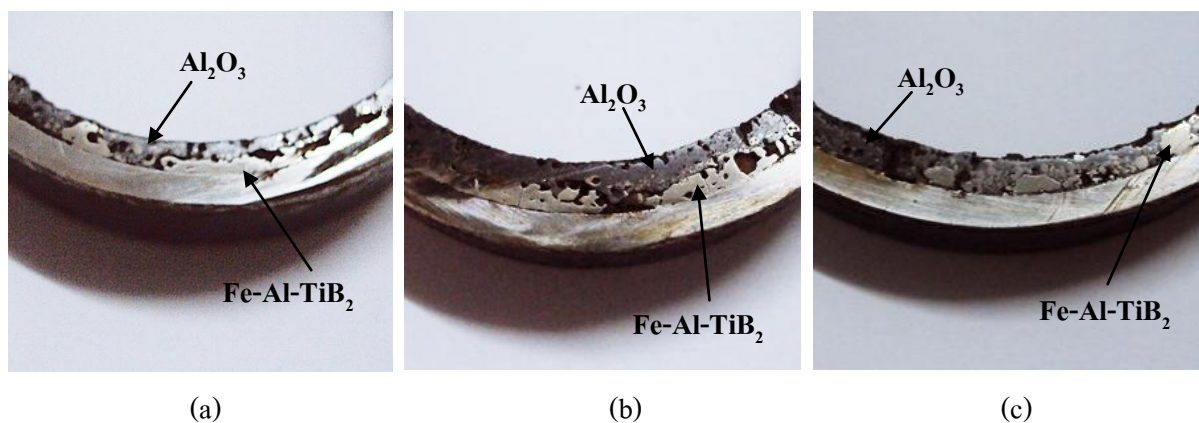
รูปที่ 3.9 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาด และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์ (LPSA) ที่เวลาการบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน

ตารางที่ 3.2 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคอิลเมไนต์ที่เวลาบดต่างกัน

เวลาของการบด (ชั่วโมง)	ปริมาตร (ร้อยละ)	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ( $\mu\text{m}$ )	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )
1	100	7.302	8.287
2	100	4.013	5.125
3	100	3.312	3.828

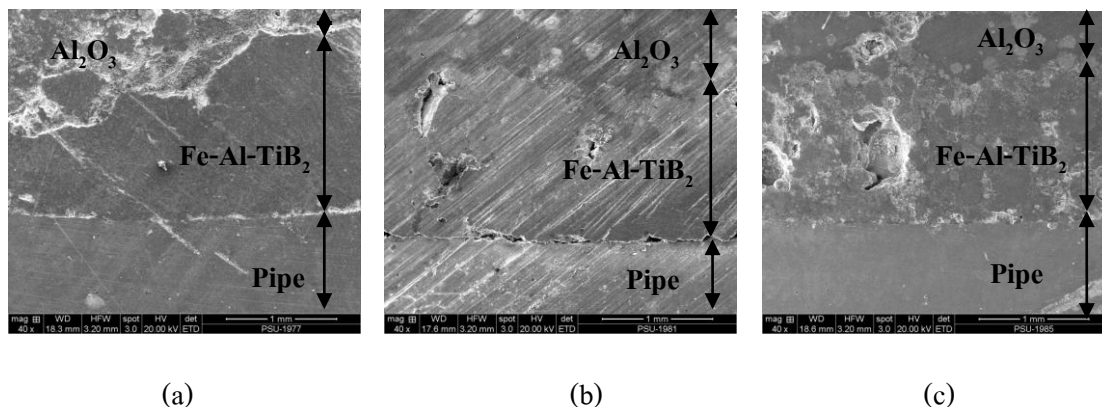
### 3.4.1 ผลของเวลาบดละเอียดของอิติเมไนต์ที่มีผลต่อชั้นผิวเคลือบท่อโลหะ

ผลจากการบดละเอียดลดขนาดของอนุภาคสินแร่อิติเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) ที่เวลาบดละเอียดต่างกัน เพื่อให้อนุภาคของสารผสมตั้งต้นมีขนาดเล็กกลง มีพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างกันของอนุภาคเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งยังทำให้มีพื้นที่ผิวสำหรับการทำปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคได้ดีและยังส่งผลให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาสูงขึ้นด้วย ดังนั้นลักษณะของการเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ของสารผสมตั้งต้นจะมีลักษณะที่ความรุนแรงผันแปรกับเวลาการบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  และขนาดที่ลดลงของอนุภาคยังทำให้เกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวกันของอนุภาคเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  อย่างหนาแน่น เป็นการลดช่องว่างระหว่างอนุภาคลงด้วย การเกิดลักษณะดังกล่าวทำให้เฟส  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  มีความหนาแน่นสูงขึ้น ทำให้ชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์จะมีการแยกเฟสของ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ได้เยอะขึ้น แต่กลับทำให้มีรูพรุนภายในชั้นผิวเคลือบมากขึ้นด้วย (ดังแสดงรูปที่ 3.10 และ 3.11) ซึ่งคาดว่าเป็นผลมาจากขณะการเตรียมการทดลองก่อนที่จะจุดระเบิดการเผาไหม้ของปฏิกิริยาสารผสมตั้งต้น ขณะที่ยังเกาะตัวแน่นเป็นตัวปลูกเคลือบอยู่ภายในผิวท่อโลหะ เนื่องจากอนุภาคมีขนาดเล็กจึงสามารถรวมตัวกันอย่างหนาแน่นแต่อากาศที่ไม่สามารถเคลื่อนที่ออกได้ทันจึงถึงกักไว้ภายในของชั้นของสารผสมตั้งต้นจึงอาจเป็นเหตุผลที่ทำให้มีปริมาณรูพรุนปรากฏอยู่ภายในชั้นผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบมาก

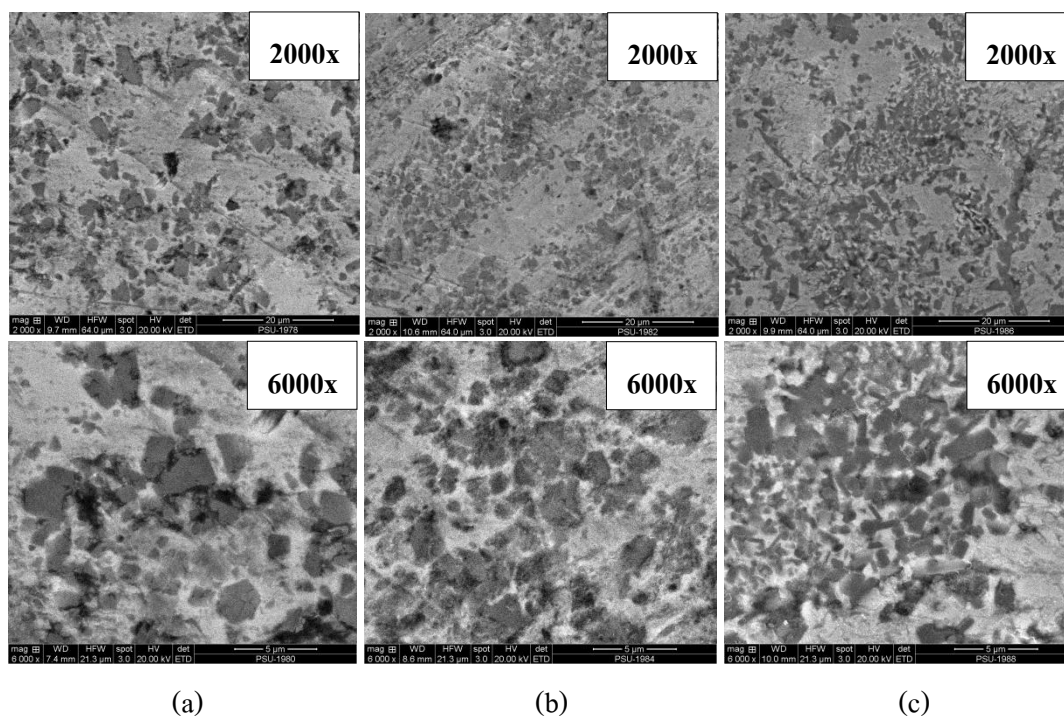


**รูปที่ 3.10** ภาพแนวตัดขวางของชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ภายในท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  (ที่เวลาการบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง





รูปที่ 3.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ขึ้นผิวเคลือบท่อโลหะในระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  (ที่เวลาการบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง

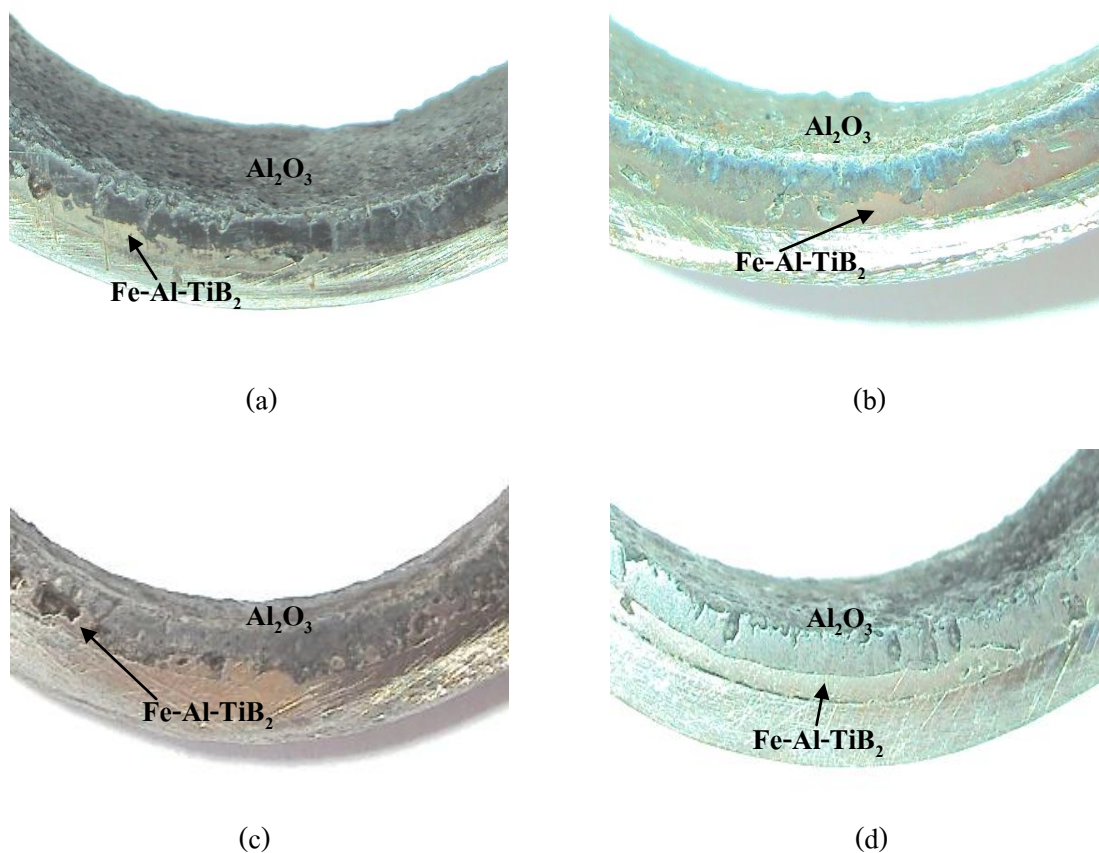


รูปที่ 3.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ขึ้นผิวเคลือบสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2$  ในระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  (ที่เวลาการบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน) (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง และ (c) 3 ชั่วโมง

จากรูปที่ 3.12 เป็นการเปรียบเทียบของขนาดเกรนไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) ฝังตัวอยู่ในบริเวณเนื้อพื้นของเหล็กอะลูมิเนียม ( $Fe_3Al$ ) ภายหลังจากการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบภายในท่อโลหะ ซึ่งเป็นการแสดงผลการเปรียบเทียบเวลาการบดละเอียดของสินแร่  $FeTiO_3$  ต่างกัน โดยชั่วโมงของเวลาการบดละเอียดเพิ่มขึ้นจะทำให้ขนาดของอนุภาค  $FeTiO_3$  มีขนาดเล็กลงเฉลี่ยประมาณ 3.828 - 8.287 ไมโครเมตร (ตารางที่ 3.2) ดังนั้นอนุภาคขนาดเล็กของ Ti ที่ได้จาก  $FeTiO_3$  จะสามารถกระจายตัวในบริเวณเนื้อพื้น  $Fe_3Al$  ได้มากขึ้น และยังทำให้มีผิวสัมผัสกันระหว่างอนุภาคเพิ่มมากขึ้นรวมถึงการทำปฏิกิริยากับโบรอน (B) เพิ่มมากขึ้นด้วย (ดังรูปที่ 3.12 (a)) และที่เวลาบด 2 และ 3 ชั่วโมง อนุภาค Ti จะกระจายตัวได้ดีในบริเวณกว้าง แต่จะกระจายตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่ (ดังรูปที่ 3.12 (b) และ (c)) ประกอบกับความเร็วรอบการหมุนของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางที่ส่งผลให้  $TiB_2$  เคลื่อนที่รวมตัวกันในลักษณะดังกล่าว

### 3.5 การศึกษาการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $CaF_2$ )

การสังเคราะห์ผิวเคลือบวัสดุผสมโลหะผสม  $Fe_3Al - TiB_2 - Al_2O_3$  ภายในท่อโลหะโดยเติม  $CaF_2$  โดยน้ำหนัก ซึ่งการเติม  $CaF_2$  เป็นผลทำให้สารผสมตั้งต้นขณะเกิดปฏิกิริยาอยู่ในสภาวะหลอมเหลวเกิดการไหลตัวได้ดีขึ้น อีกทั้งยังช่วยกำจัดสิ่งแปลกปลอมออกมาอยู่ในรูปของ Slag กล่าวโดย Xi และคณะ 2003 ซึ่งจากผลการทดลองการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบท่อโลหะวัสดุเหล็กอะลูมิเนียม - ไทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา ในระบบสารตั้งต้น  $FeTiO_3 + 6Al + B_2O_3 + Fe_2O_3$  ที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm โดยเติม  $CaF_2$  ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักสารตั้งต้น เมื่อเติม  $CaF_2$  มากขึ้นจะส่งผลให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาสูงขึ้น อีกทั้งผิวเคลือบที่ได้จะแสดงผลการแยกตัวของเฟส  $Fe_3Al - TiB_2$  และ  $Al_2O_3$  ได้อย่างชัดเจนขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.13

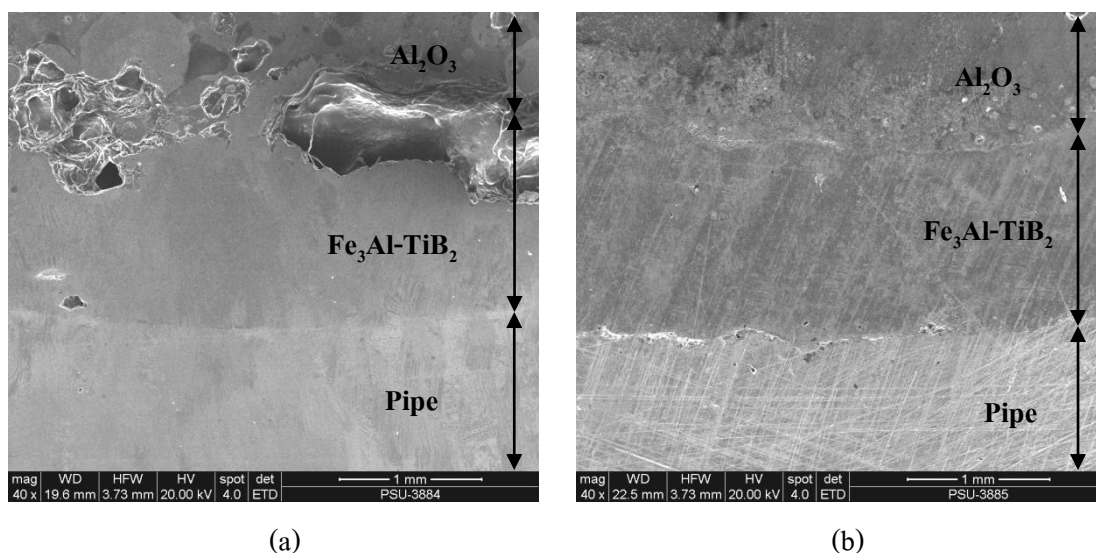


รูปที่ 3.13 ภาพแนวตัดขวางของชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ภายในท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  (ที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm และการเติมปริมาณ  $\text{CaF}_2$  โดยน้ำหนักต่างกัน) (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5

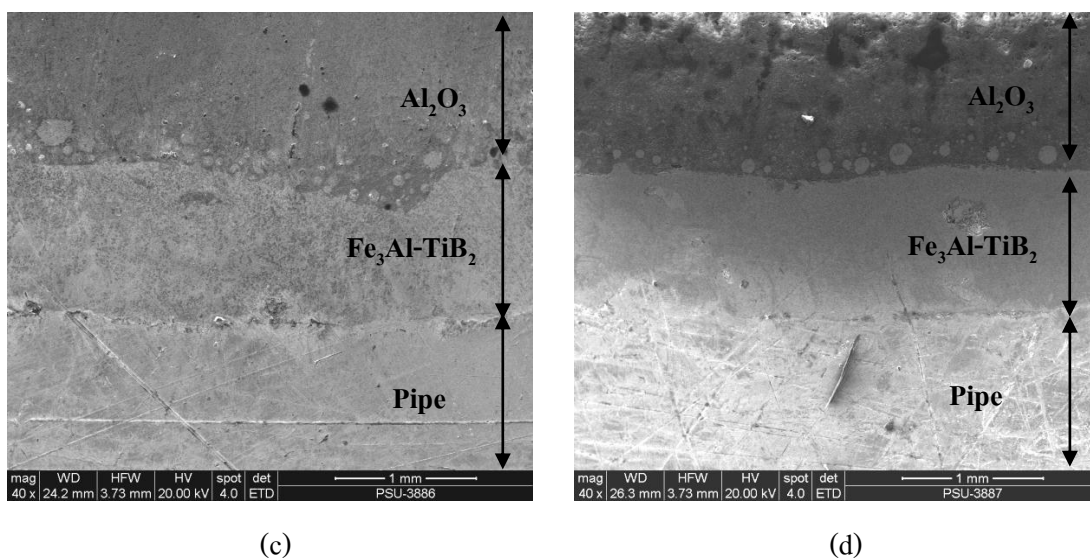
### 3.5.1 ผลวิเคราะห์ของโครงสร้างจุลภาค

ผลจากการศึกษาการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ภายในท่อโลหะ พบว่าแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่อุณหภูมิสูง เนื่องจาก  $\text{CaF}_2$  ช่วยให้การผสมตั้งต้นขณะการเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้สามารถอยู่ในสภาวะการหลอมเหลวได้นานมากขึ้น ซึ่งทำให้มีผลิตภัณฑ์ที่หลอมเหลวมีเวลาเพียงพอต่อการแยกชั้นผิวเคลือบระหว่างเฟสสารประกอบเชิงโลหะและเซรามิกได้มากขึ้น ประกอบกับที่มีการหมุนด้วยแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ระดับความเร็วรอบสูงสุด 2250 rpm จึงทำให้มีการกระจายตัวขณะที่เกิดการแยกชั้นของเฟสที่มีความหนาแน่นมากและน้อยได้ดีขึ้น ตามลำดับ ยังส่งผลให้  $\text{TiB}_2$  เกาะกลุ่มรวมตัวกันได้ดี ดังแสดงในรูปที่ 3.14 (b)-(d) ที่มีการเติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 1-5 แสดงให้เห็นผลของการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ที่มีผลต่อการแยกระหว่าง

เฟสชั้นผิวเคลือบได้มากขึ้น ปริมาณรูพรุนน้อยลง ผิวเคลือบมีความเรียบขึ้น และจะเห็นได้ว่าชั้นผิวเคลือบและผิวท่อโลหะเรียงตัวเป็นชั้นตามลำดับ จะแบ่งออกเป็น 3 ชั้นบริเวณชั้นบนสุด คือ เฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  บริเวณชั้นกลาง คือ เฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  และชั้นล่างสุด คือ ผิวท่อโลหะ เมื่อเปรียบเทียบกับชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์ที่ไม่เติม  $\text{CaF}_2$  ดังแสดงในรูปที่ 3.14 (a) ซึ่งยังคงมีรูพรุน ถูกกักไว้ภายในชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์และการแยกชั้นของเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  สามารถยกชั้น ได้น้อยกว่าชั้นผิวเคลือบที่มีการเติม  $\text{CaF}_2$

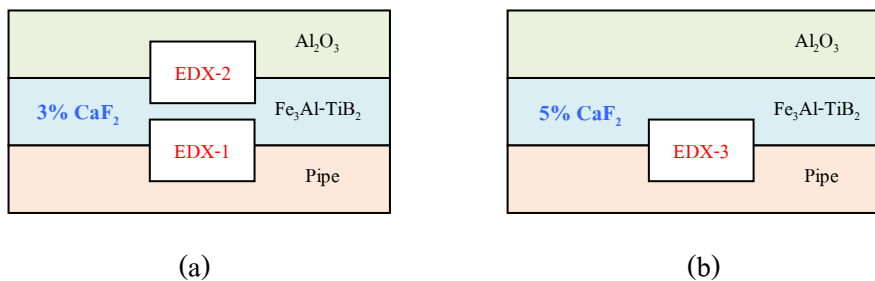


**รูปที่ 3.14** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางพื้นฐานวิทยาของผิวเคลือบในภาคตัดขวางที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm เมื่อเติม  $\text{CaF}_2$  ต่างกัน (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5



**รูปที่ 3.14 (ต่อ)** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผิวเคลือบในภาคตัดขวางที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm เมื่อเติม  $\text{CaF}_2$  ต่างกัน (a) ร้อยละ 0 (b) ร้อยละ 1 (c) ร้อยละ 3 และ (d) ร้อยละ 5

เมื่อทำการวิเคราะห์ชั้นผิวเคลือบ  $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  ด้วยเทคนิค EDX พบว่าการก่อรูปของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบบริเวณอินเทอร์เฟซระหว่างสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  กับผิวท่อโลหะ และบริเวณอินเทอร์เฟซระหว่างสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  กับ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ด้วยกัน 3 บริเวณ คือ ชั้นผิวเคลือบในระบบเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก วิเคราะห์บริเวณ 2 จุด ดังแสดงในรูปที่ 3.15 (a) และชั้นผิวเคลือบในระบบเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก วิเคราะห์บริเวณ 1 จุด ดังแสดงในรูปที่ 3.15 (b)



**รูปที่ 3.15** แผนภาพจำลองแสดงบริเวณจุดที่ทำการวิเคราะห์กระจายค่าพลังงานที่ก่อรูป (a) ชั้นงานเติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 3 วิเคราะห์บริเวณ 2 จุด และ (b) ชั้นงานเติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 5 วิเคราะห์บริเวณ 1 จุด

### 3.5.1.1 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบซึ่งเติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก บริเวณที่ 1 : $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$ และ Pipe

ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX บริเวณจุดที่ 1 คือ บริเวณอินเตอร์เฟซระหว่างสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  กับผิวท่อโลหะ พบว่าบริเวณชั้นผิวเคลือบนั้นมี Ti กระจายตัวอยู่ในเนื้อพื้นของ  $\text{Fe}_3\text{Al}$  และธาตุอะลูมิเนียมแทรกตัวอยู่บริเวณบางจุดของเนื้อพื้นด้วยเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.16

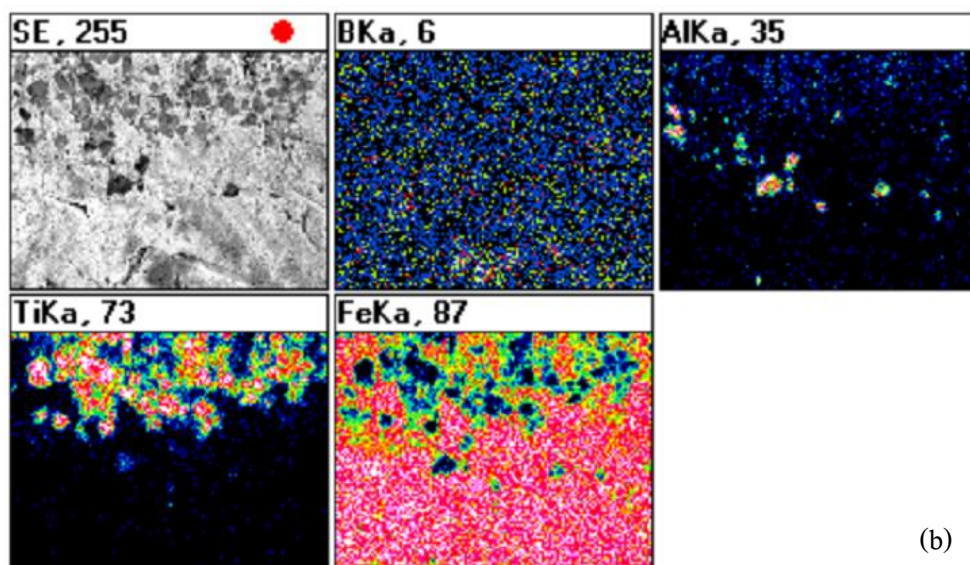
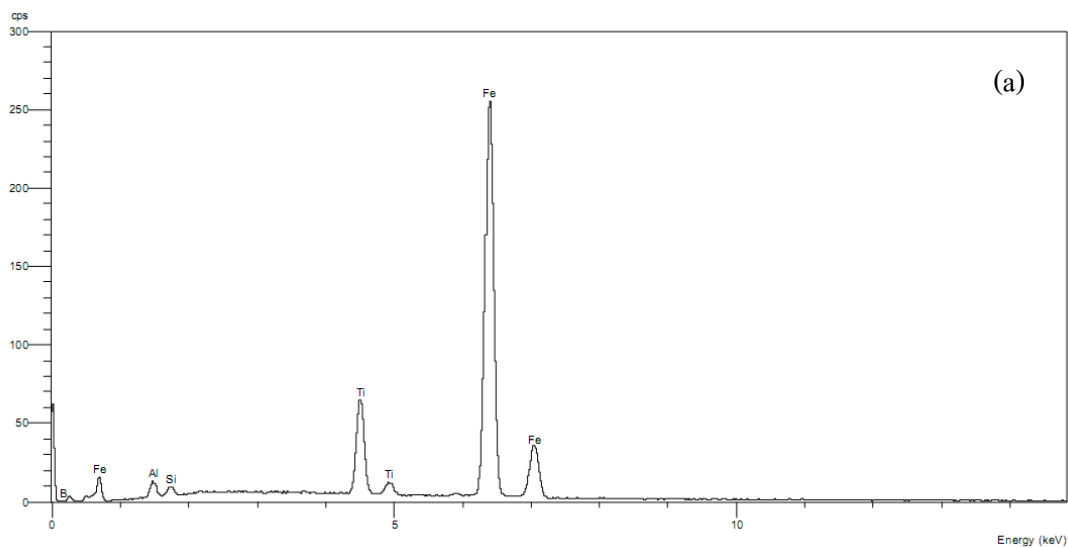
### 3.5.1.2 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบซึ่งเติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก บริเวณที่ 2 : $\text{Al}_2\text{O}_3$ และ $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$

ส่วนการวิเคราะห์กระจายตัวของธาตุบริเวณจุดที่ 2 ซึ่งอยู่ตรงแนวเชื่อมรอยต่อระหว่างเฟสผลิตภัณฑ์เหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$ ) และอะลูมินา ดังแสดงในรูปที่ 3.17 พบว่าเฟสผิวเคลือบทั้งสองยึดติดกันแนบได้สนิท เฟสเหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$ ) ประกอบด้วยเหล็ก (Fe) มากที่สุด รองลงมา คือ ไทเทเนียม (Ti) และ โบรอน (B) กระจายอยู่เป็นกลุ่ม โดยไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) มีลักษณะผลึกทรงรูปสี่เหลี่ยม ส่วนผิวเคลือบของเฟสอะลูมินาประกอบด้วย อะลูมิเนียม (Al) และ ออกซิเจน (O) ตามสูตรโครงสร้างของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$

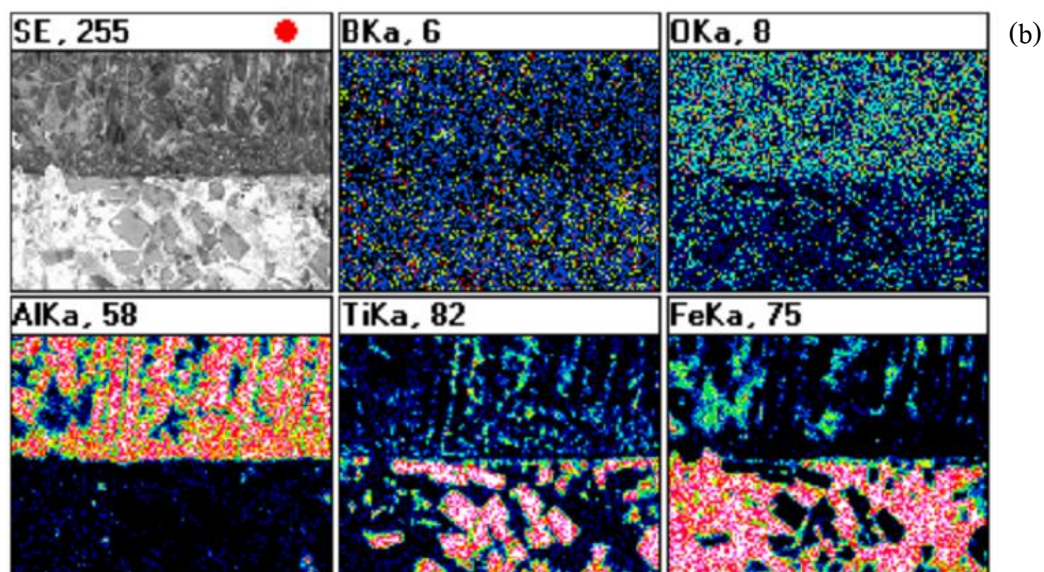
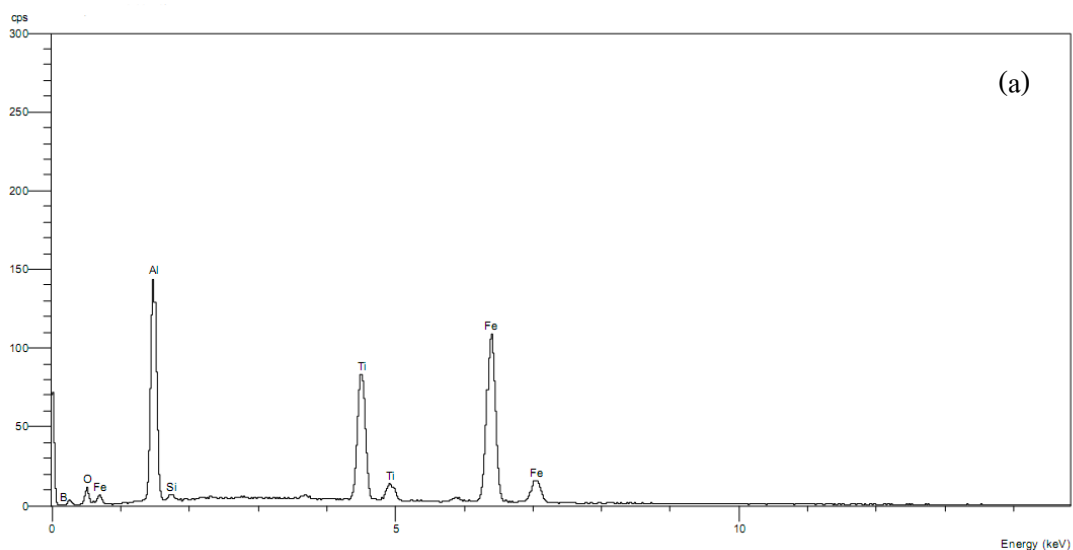
### 3.5.1.3 การวิเคราะห์กระจายค่าพลังงาน (EDX) ของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบซึ่งเติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก บริเวณที่ 3 : $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$ และ Pipe

การวิเคราะห์การกระจายของธาตุบริเวณจุดที่ 3 ของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบระบบ  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ซึ่งแนวเชื่อมต่อเช่นเดียวกันกับจุดที่ 1 ในรูปที่ 3.18 พบว่าบริเวณอินเตอร์เฟซระหว่างผิวท่อและชั้นผิวเคลือบจะมีอะลูมิเนียมแทรกอยู่ระหว่างกลางรอยต่อ ซึ่งสันนิษฐานว่าเมื่อเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ทำให้ปฏิกิริยาขณะก่อรูปผลิตภัณฑ์มีอุณหภูมิสูง เป็นผลให้ลักษณะปฏิกิริยามีความรุนแรง จึงทำให้ Al บางส่วนที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยากับเฟสผลิตภัณฑ์อื่น ถูกกักไว้บริเวณอินเตอร์เฟซระหว่างผิวท่อโลหะและเฟสสารประกอบเชิงโลหะ



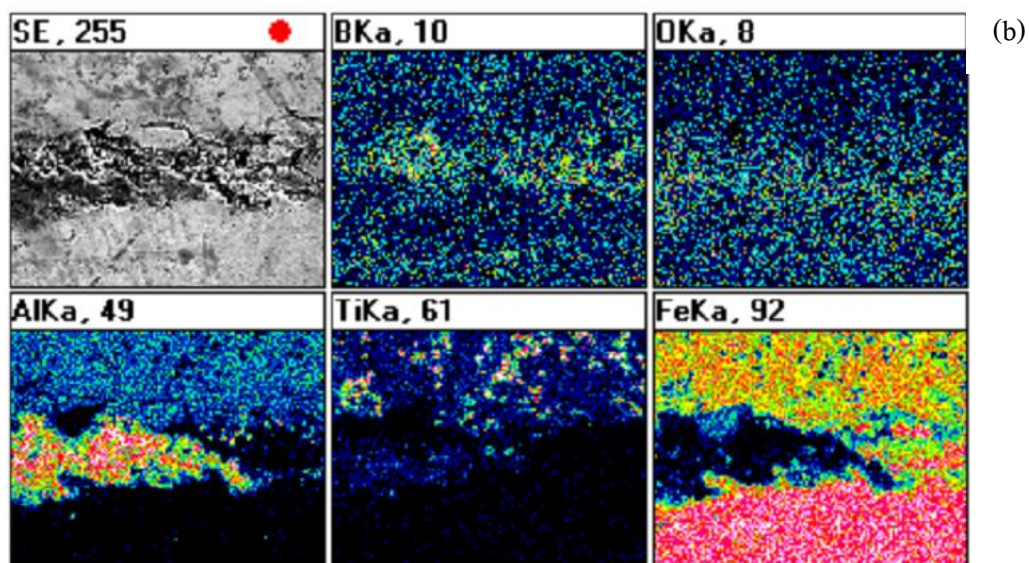
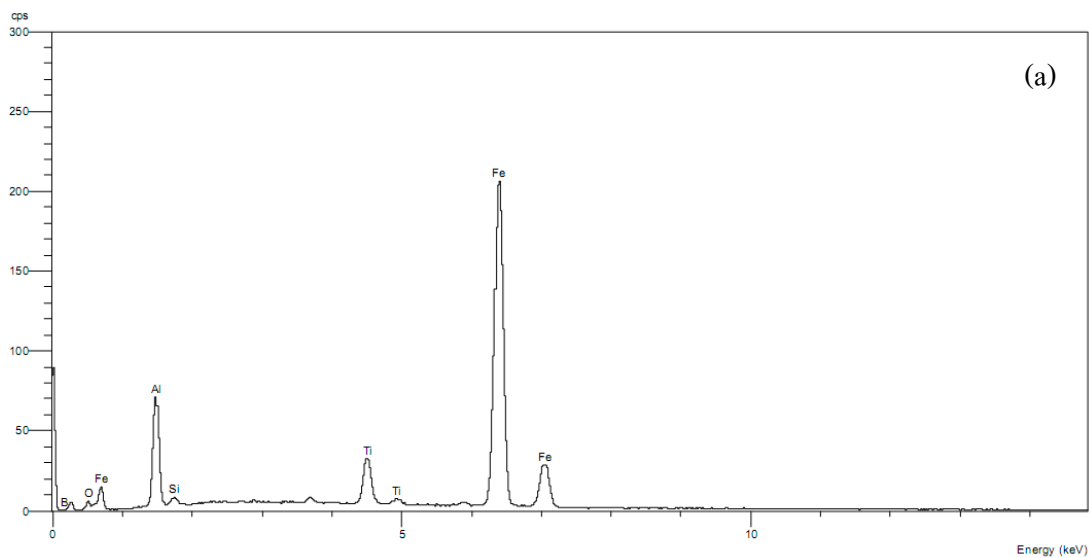


รูปที่ 3.16 ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อโลหะเมื่อเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในบริเวณรอยเชื่อมต่อระหว่างผิวท่อและเฟส  $Fe_3Al-TiB_2$  (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีสว่างคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)



รูปที่ 3.17 ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ (EDX) ที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อเมื่อเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในบริเวณรอยเชื่อมต่อเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  และเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีสว่างคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)

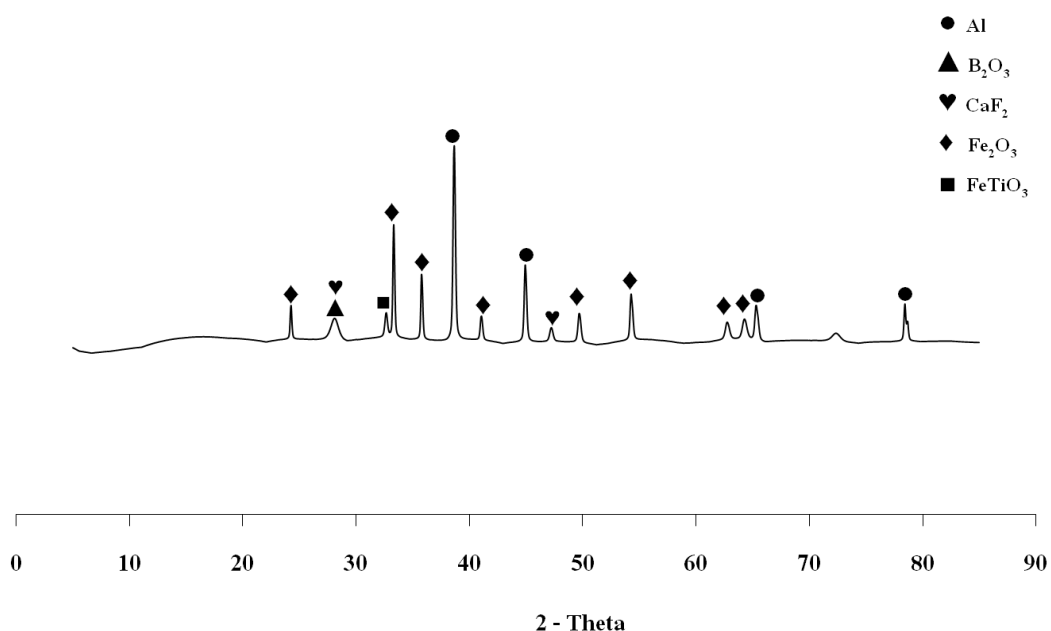




**รูปที่ 3.18** ผลวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ของชั้นผิวเคลือบท่อโลหะเมื่อเติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ในบริเวณรอยเชื่อมต่อระหว่างผิวท่อและเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  (a) แสดงปริมาณของธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุ (หมายเหตุ : บริเวณสีสว่างคือบริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้น ๆ กระจายตัวอยู่มาก)

### 3.5.2 ผลของระบบสารตั้งต้นต่อการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์

เพื่อเป็นการเปรียบเทียบการสังเคราะห์วัสดุผสมในระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  เมื่อมีการเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) ลงในระบบสารตั้งต้นเพื่อเป็นตัวช่วยให้สารตั้งต้นขณะเกิดปฏิกิริยาอยู่สภาวะของเหลวให้มีการไหลได้ดีและยังช่วยกำจัดสิ่งแปลกปลอมออกจากเนื้อผิวเคลือบ และไม่ทำปฏิกิริยาก่อรูปผลิตภัณฑ์อื่น จึงทำการวิเคราะห์สารประกอบของธาตุด้วยเทคนิค XRD ซึ่งประกอบด้วยสินแร่ทิตานไมต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) อะลูมิเนียม (Al) โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) และแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) และปริมาณของสารตั้งต้นที่ได้จากการคำนวณถึงปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.3

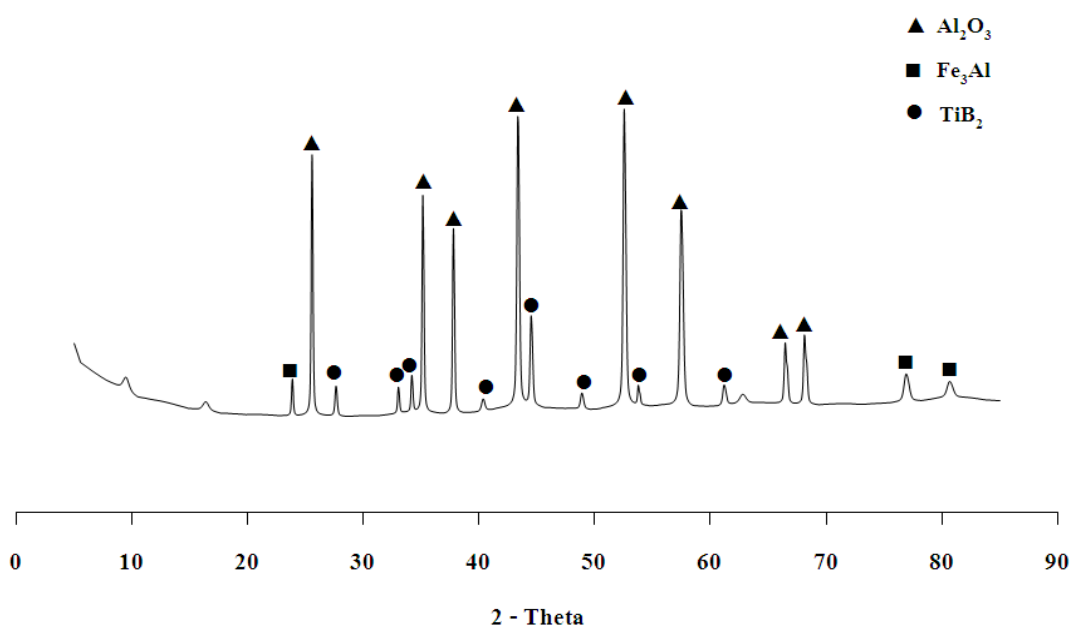


รูปที่ 3.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารตั้งต้นในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  เติม  $\text{CaF}_2$

ตารางที่ 3.3 ปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้นจากการคำนวณเชิงปริมาณ ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + 6\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  เติม  $\text{CaF}_2$

ระบบสารตั้งต้น	องค์ประกอบของสารตั้งต้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)				
	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaF}_2$
$\text{FeTiO}_3 + \text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CaF}_2$	28.49	27.37	3.90	29.94	12.30

ผลจากการศึกษาองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบภายในท่อโลหะ ในรูปที่ 3.20 แสดงให้เห็นการก่อรูปของสารผลิตภัณฑ์ซึ่งประกอบด้วยเฟสของเหล็กอะลูมิเนียม (Fe<sub>3</sub>Al) ไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB<sub>2</sub>) และอะลูมินา (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) และปริมาณของสารตั้งต้นที่ได้จากการคำนวณถึงปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.4 เห็นได้ผลิตภัณฑ์ของชั้นผิวเคลือบหลังการสังเคราะห์จะพบว่ามีเฟสอะลูมินามากที่สุด รองลงมาคือไทเทเนียมไดโบไรด์ และเหล็กอะลูมิเนียม



รูปที่ 3.20 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชั้นผลิตภัณฑ์ผิวเคลือบวัสดุผสมของ Fe<sub>3</sub>Al - TiB<sub>2</sub> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ในระบบสารตั้งต้น FeTiO<sub>3</sub> + 6Al + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เติม CaF<sub>2</sub>

ตารางที่ 3.4 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ

ระบบสารตั้งต้น	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>3</sub> Al	TiB <sub>2</sub>
FeTiO <sub>3</sub> +Al+B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +CaF <sub>2</sub>	88.63	1.46	9.90

### 3.6 ผลของอัตราส่วนผสมสารตั้งต้น

ผลการทดลองสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะที่อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นทั้งสองระบบ คือ ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + 7\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$  และระบบ  $\text{FeTiO}_3 + 8\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}_2\text{O}_3$  โดยเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเข้าไปในระบบ เพื่อช่วยให้ผลิตภัณฑ์ในสภาวะหลอมเหลวสามารถไหลตัวได้ดีขึ้น ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน โมลของสารตั้งต้นที่เป็นประเภทออกไซด์และอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นส่งผลให้อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้นด้วย อีกทั้งจุดหลอมเหลวของท่อโลหะที่ใช้ในการทดลองเป็นอีกข้อจำกัดหนึ่งของการทดลอง เนื่องจากจุดหลอมเหลวของท่อโลหะที่ใช้ทดลองนั้นมีอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้น ขณะที่ระหว่างเกิดปฏิกิริยาทำให้ท่อโลหะร้อนแดงเสียรูปทรงในลักษณะของการยุบตัวหรือบิดเบี้ยว ดังรูปที่ 3.21 และ 3.22

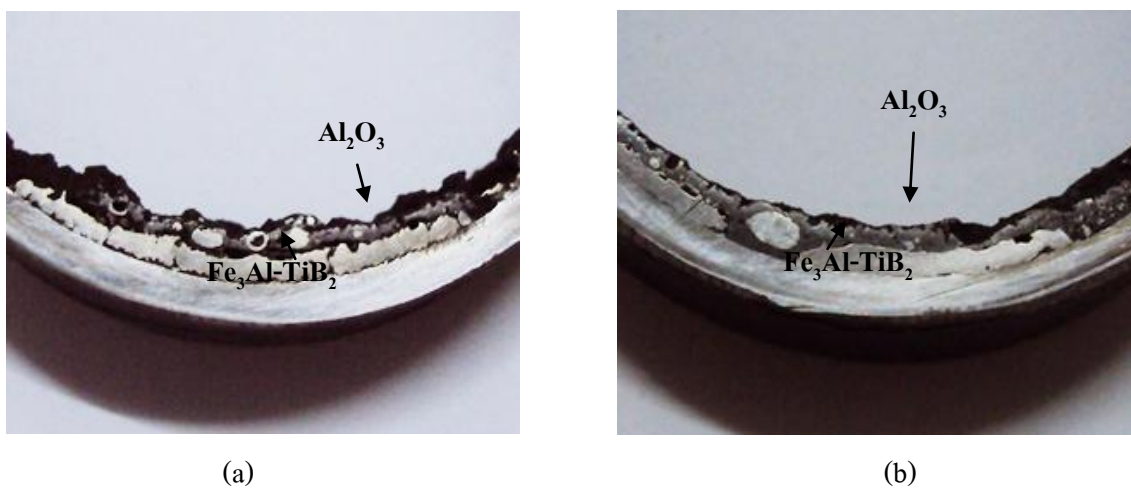
รูปที่ 3.23 แสดงชั้นเคลือบผิวท่อแนวตัดขวางบริเวณที่ยังไม่เสียรูปทรงมาทำการวิเคราะห์ จะเห็นได้ว่าระบบสารตั้งต้นที่มีปริมาณเหล็ก (Fe) และอะลูมิเนียม (Al) เพิ่มขึ้นจะมีปริมาณการก่อรูปเฟสผลิตภัณฑ์ของเหล็กอะลูมิเนียม (Fe<sub>3</sub>Al) - ไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB<sub>2</sub>) เพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่ยังคงเกิดรูพรุนขึ้นและมีเฟสอะลูมินา (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) แทรกตัวอยู่บริเวณรอยเชื่อมต่อระหว่างผิวท่อและเฟส Fe<sub>3</sub>Al อีกด้วย สันนิษฐานได้ว่าเฟสอะลูมินาและรูพรุนไม่สามารถลอยตัวและถูกกำจัดออกจากเฟสที่มีความหนาแน่นได้ก่อนที่ผลิตภัณฑ์จะเย็นตัวและเมื่อแข็งตัวลงจึงทำให้เกิดข้อบกพร่องของชั้นผิวเคลือบดังกล่าวแสดงในรูปที่ 3.24



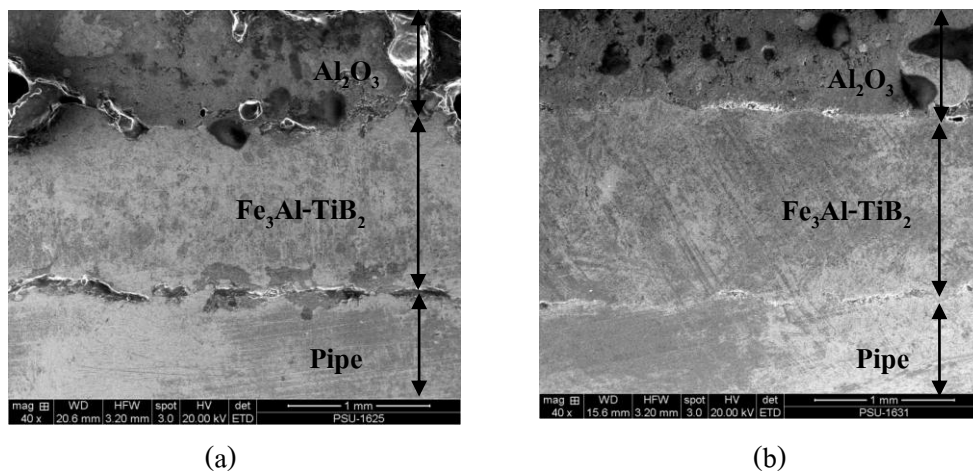
รูปที่ 3.21 ลักษณะท่อโลหะหลังการสังเคราะห์ที่เสียรูปทรง



รูปที่ 3.22 ภาพแสดงบริเวณชั้นผิวเคลือบผลิตภัณฑ์บริเวณที่ท่อเสียรูปทรง

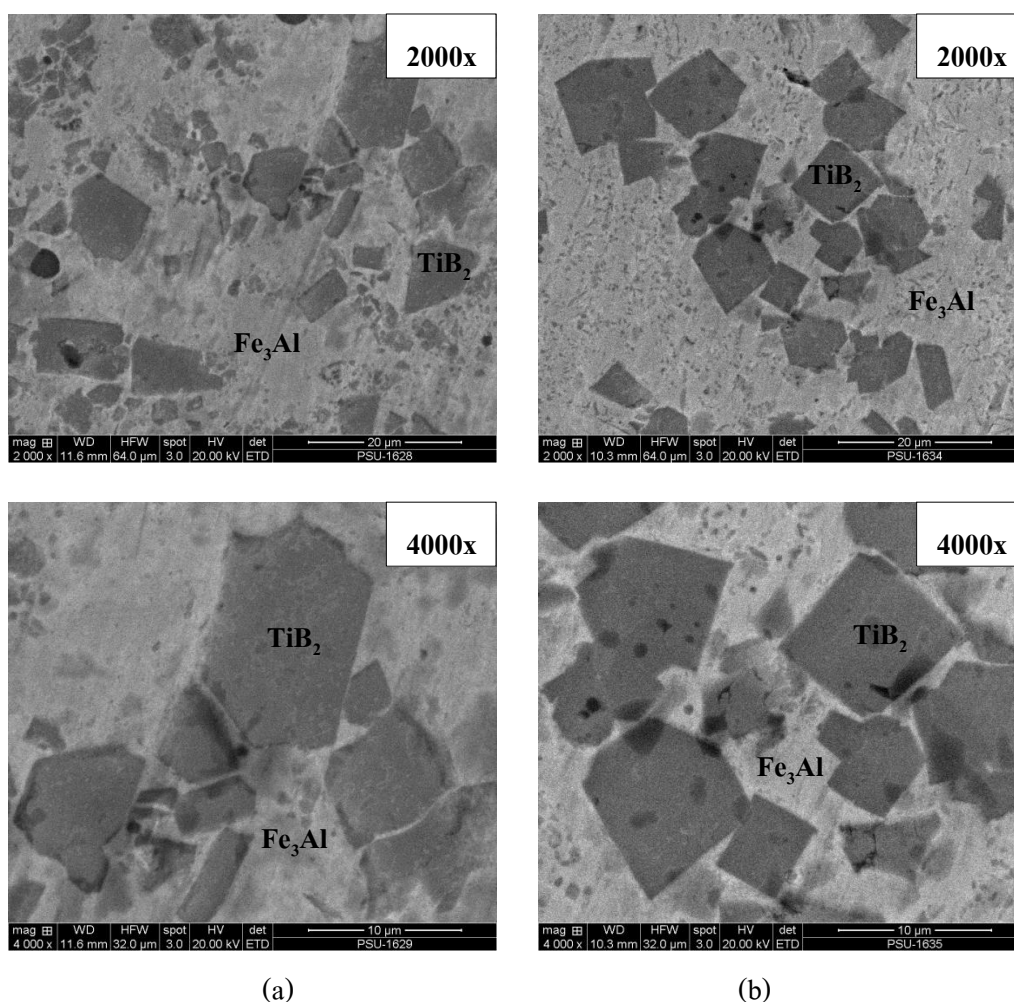


รูปที่ 3.23 ภาพแนวตัดขวางของชั้นผิวเคลือบท่อโลหะที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ระบบสารตั้งต้นต่างกัน (a)  $\text{FeTiO}_3 + 7\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ (b)  $\text{FeTiO}_3 + 8\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}_2\text{O}_3$  (ที่ระดับความเร็วรอบ 2250 rpm และเติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก)



รูปที่ 3.24 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในอัตราส่วนโมลของสารตั้งต้นที่ต่างกัน (a)  $\text{FeTiO}_3 + 7\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ (b)  $\text{FeTiO}_3 + 8\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}_2\text{O}_3$

จากรูปที่ 3.25 เป็นการเปรียบเทียบขนาดเกรนของเฟสไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) ที่กระจายตัวทำหน้าที่เสริมแรงให้กับเฟสเหล็กอะลูมิเนียม ( $Fe_3Al$ ) ในระบบสารตั้งต้น  $FeTiO_3 + 7Al + B_2O_3 + 1.5Fe_2O_3$  และ  $FeTiO_3 + 8Al + B_2O_3 + 2Fe_2O_3$  จะเห็นได้ว่าเกรนของไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) ของทั้งสองระบบมีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมที่มีขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน ซึ่งใน  $FeTiO_3 + 7Al + B_2O_3 + 1.5Fe_2O_3$  หากดูในภาพรวมของไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) จะกระจายอยู่ทั่วๆ ในเนื้อพื้นของเฟสเหล็กอะลูมิเนียม แต่ไทเทเนียมไดโบไรด์ ในระบบ  $FeTiO_3 + 8Al + B_2O_3 + 2Fe_2O_3$  จะมีลักษณะเกาะกลุ่มกันเป็นส่วนใหญ่ อาจเป็นเพราะอุณหภูมิและการหมุนด้วยความเร็วรอบที่สูงจึงเป็นผลให้ ไทเทเนียมไดโบไรด์เกาะกลุ่มรวมตัวกันได้ดี



รูปที่ 3.25 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดแสดงขนาดของเกรนของ  $TiB_2$  ในระบบสัดส่วนสารตั้งต้นที่ต่างกัน (a)  $FeTiO_3 + 7Al + B_2O_3 + 1.5Fe_2O_3$  และ (b)  $FeTiO_3 + 8Al + B_2O_3 + 2Fe_2O_3$

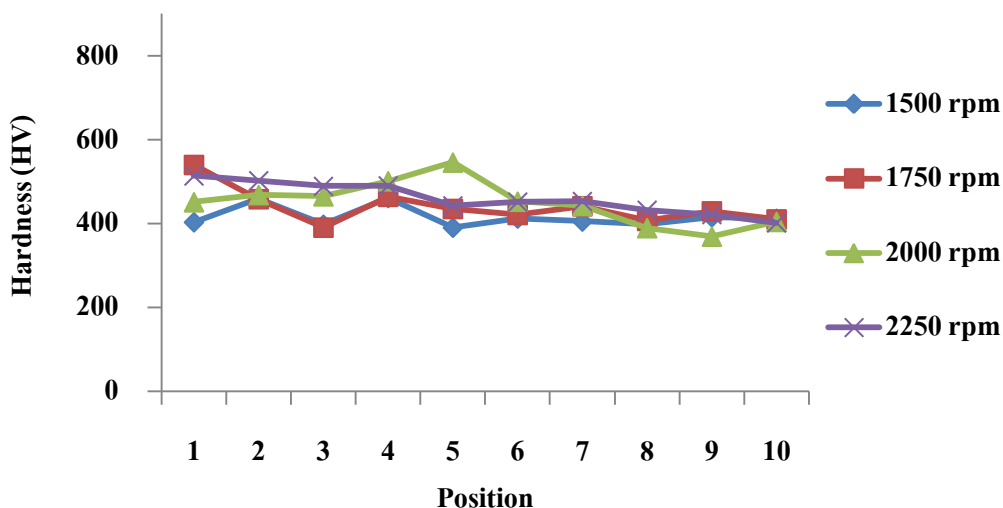


### 3.7 ผลการทดสอบความแข็งจุลภาค

ชั้นผิวเคลือบสังเคราะห์ภายในผิวท่อโลหะประกอบด้วย 2 เฟส คือ เฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al$  กับส่วนเสริมแรง  $TiB_2$  และเฟสเซรามิก  $Al_2O_3$  ทดสอบความแข็งจุลภาคแต่ละเงื่อนไขของการสังเคราะห์ผิวเคลือบ ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ กราฟความแข็งของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al-TiB_2$  และกราฟความแข็งเฟส  $Al_2O_3$

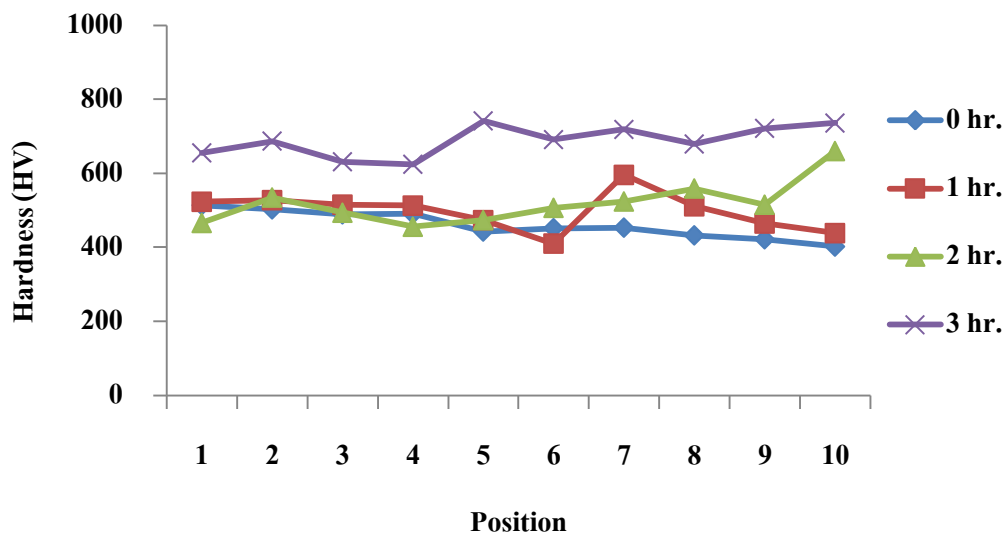
จากรูปที่ 3.26 - 3.29 แสดงกราฟค่าความแข็งของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al-TiB_2$  ของความเร็วรอบของการแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง การเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $CaF_2$ ) และอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน แต่เมื่อทำการบดละเอียดลดขนาดของสินแร่โอลิเมนไนต์ ( $FeTiO_3$ ) ทำให้ไทเทเนียมที่อยู่ในสินแร่  $FeTiO_3$  มีขนาดอนุภาคเล็กลงจึงสามารถกระจายตัวและทำปฏิกิริยากับโบรอนได้มากขึ้น จึงทำให้ค่าความแข็งที่จึงเพิ่มขึ้นตามลำดับของเวลาการบดละเอียดของโอลิเมนไนต์ ซึ่งที่เวลาการบดละเอียด 3 ชั่วโมง มีค่าความแข็งเฉลี่ยสูงสุด 688.6 HV

และจากรูปที่ 3.30 - 3.33 แสดงกราฟค่าความแข็งของเฟสเซรามิก  $Al_2O_3$  ของความเร็วรอบของการแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง การบดละเอียดของสินแร่โอลิเมนไนต์ ( $FeTiO_3$ ) การเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $CaF_2$ ) และอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน มีค่าความแข็งเฉลี่ย 797.2 - 1391.9 HV

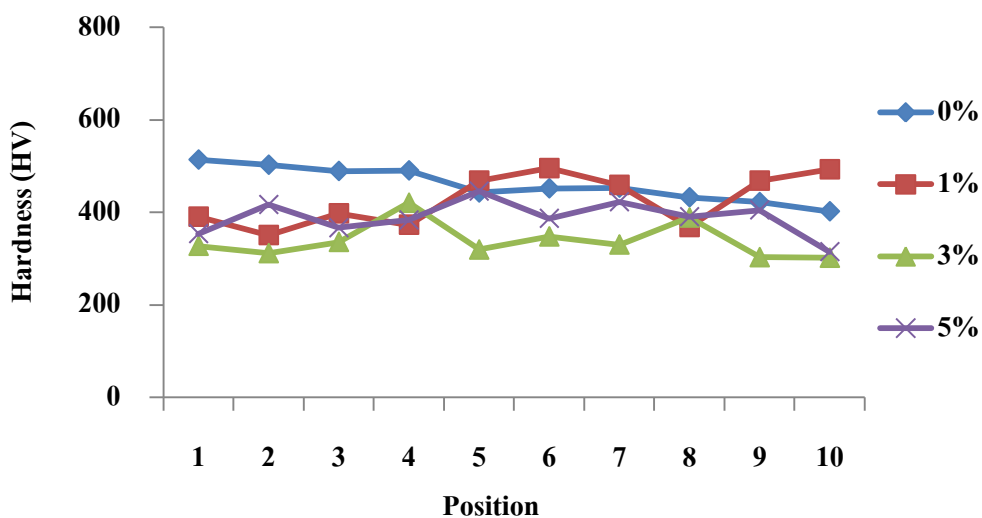


รูปที่ 3.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al-TiB_2$  ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน

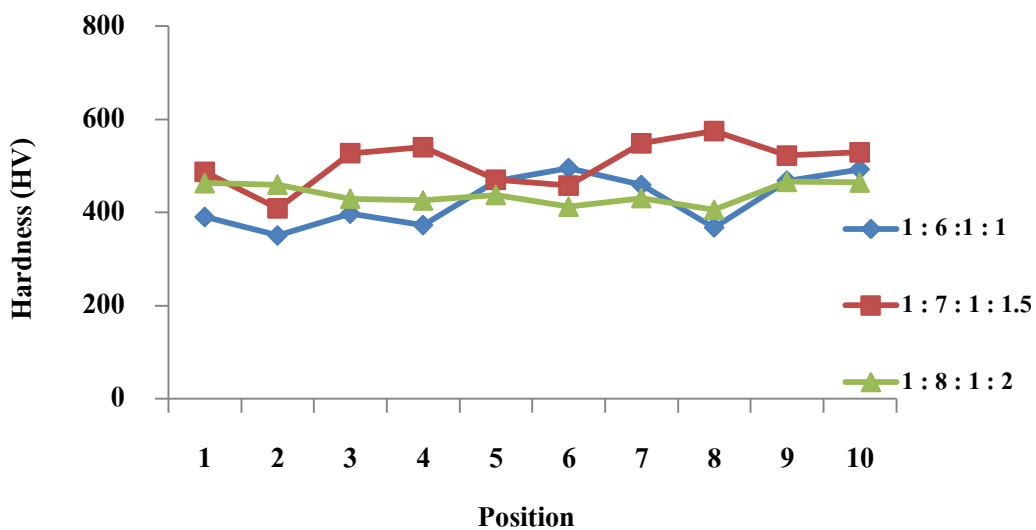




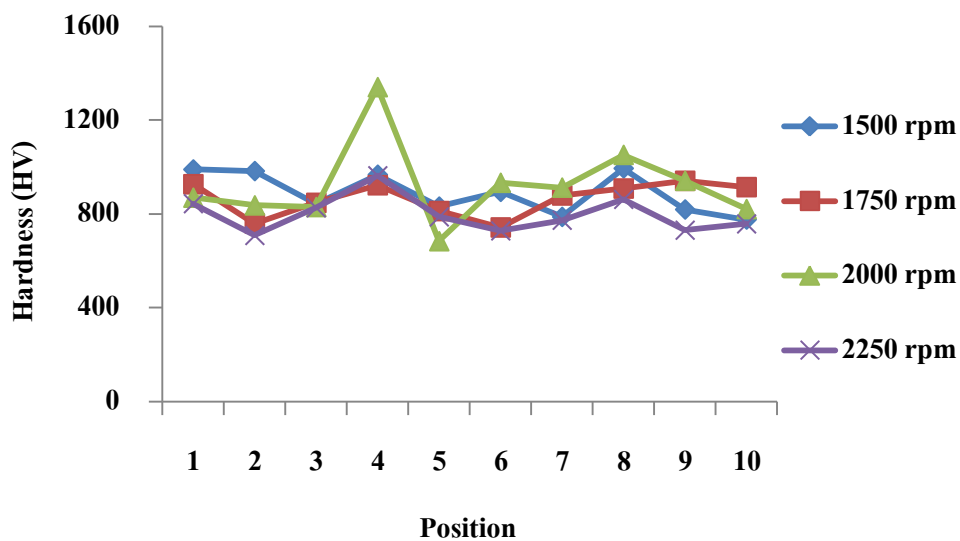
รูปที่ 3.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  ที่เวลาอบของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน



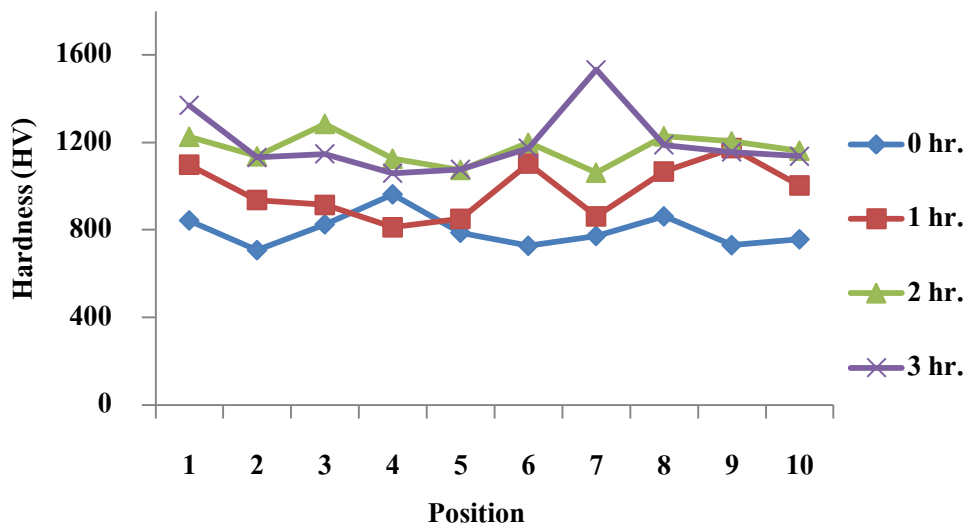
รูปที่ 3.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  ที่การเติมปริมาณร้อยละของ  $\text{CaF}_2$  ต่างกัน



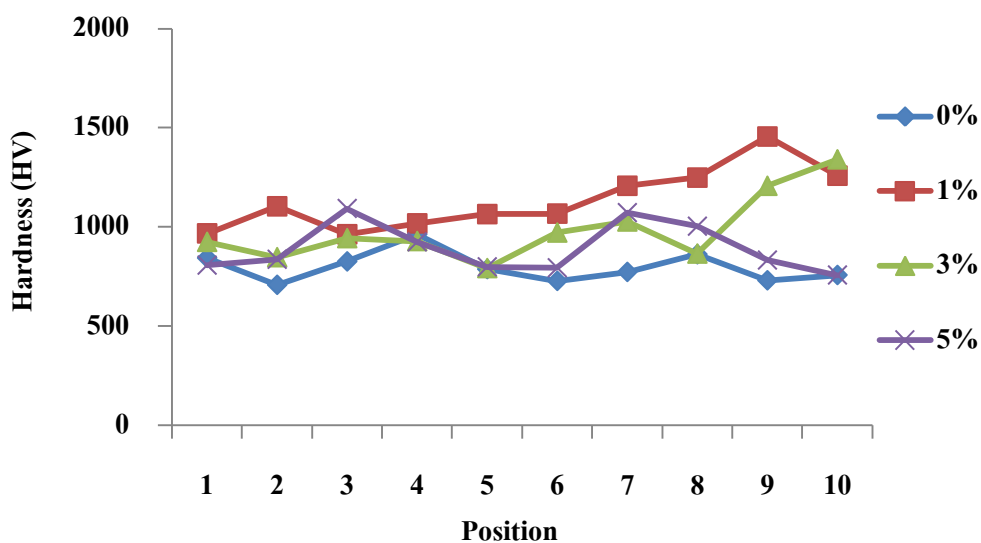
รูปที่ 3.29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $Fe_3Al-TiB_2$  ที่อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน



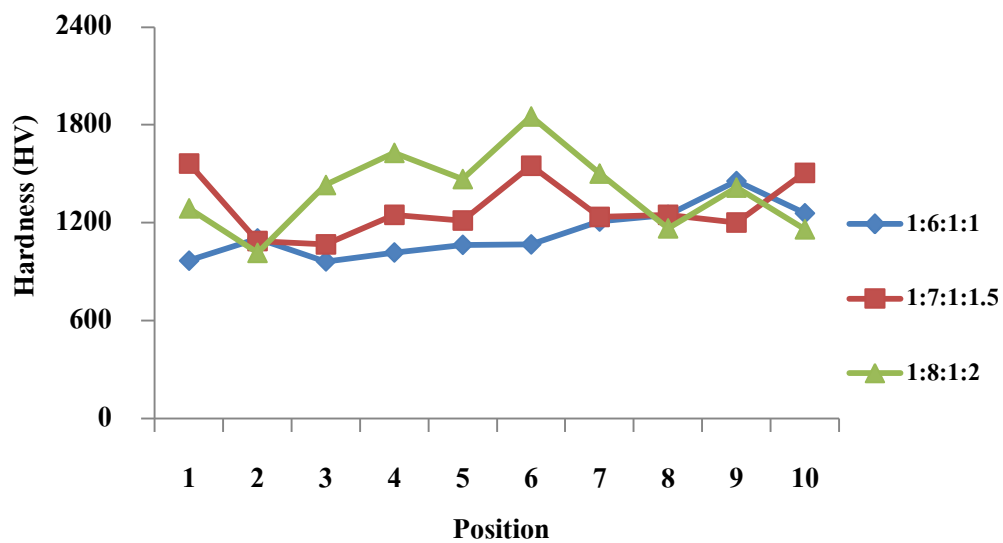
รูปที่ 3.30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส  $Al_2O_3$  ที่ระดับความเร็วรอบต่างกัน



รูปที่ 3.31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่เวลาบดของ  $\text{FeTiO}_3$  ต่างกัน



รูปที่ 3.32 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่การเติมปริมาณร้อยละของ  $\text{CaF}_2$  ต่างกัน



รูปที่ 3.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นต่างกัน

## บทที่ 4

### บทสรุปและข้อเสนอแนะ

#### 4.1 สรุปผล

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาและสังเคราะห์ของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียมไนต์ - ไทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา สำหรับเคลือบผิวท่อโลหะด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางโดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง โดยตัวแปรที่ทำการศึกษาคือ ระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง เวลาบด  $\text{FeTiO}_3$  ผลการของเติมแคลเซียมฟลูออไรด์ในระบบสารตั้งต้นอัตราส่วนผสม และทำการศึกษสมบัติทางกายภาพและเชิงกล คือ ความแข็งจุลภาค (Hardness) ผลของการศึกษาสามารถสรุปได้ดังนี้

4.1.1 จากการทดลองในงานวิจัยนี้ สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียมไนต์ - ไทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) สำหรับเคลือบผิวท่อโลหะด้วยเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางโดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง โดยใช้สารตั้งต้นที่มีโมลของอะลูมิเนียม (Al) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ต่างกัน ในสามระบบ คือ

**ระบบที่ 1 :** อิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) + อะลูมิเนียม (6Al) + โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) + เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

**ระบบที่ 2 :** อิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) + อะลูมิเนียม (7Al) + โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) + เหล็กออกไซด์ ( $1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

**ระบบที่ 3 :** อิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) + อะลูมิเนียม (8Al) + โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) + เหล็กออกไซด์ ( $2\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

4.1.2 การสังเคราะห์ชั้นผิวเคลือบวัสดุผสมวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียมไนต์ - ไทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al} - \text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) โดยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคการหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ซึ่งในขณะที่สารตั้งต้นหลอมละลายรวมเข้าด้วยกัน ส่วนที่

เป็นผลิตภัณฑ์โลหะผสมที่มีความหนาแน่นมากกว่าจะถูกเหวี่ยงไปแนบติดกับผิวท่อด้านในสุด และเฟสที่มีความหนาแน่นน้อยจะถูกผลักให้ออกมาอยู่ในชั้นผิวเคลือบด้านนอก

4.1.3 ระดับความเร็วรอบของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางที่เพิ่มขึ้น (1500 1750 2000 และ 2250 rpm) ระดับความเร็วรอบที่เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้การแยกเฟสของชั้นผิวเคลือบ ความเรียบ และความหนาแน่นได้ดีขึ้น ตลอดจนปริมาณรูพรุนของชั้นผิวเคลือบที่ลดลง ตามลำดับ

4.1.4 เวลาบดละเอียดลดขนาดอนุภาคของ  $\text{FeTiO}_3$  ที่เพิ่มขึ้น (0 1 2 และ 3 ชั่วโมง) ทำให้อนุภาคของ  $\text{FeTiO}_3$  มีขนาดเล็กลง มีผิวสัมผัสและการกระจายตัวของอนุภาคเพิ่มขึ้น

4.1.5 เติมแคลเซียมฟลูออไรด์ ( $\text{CaF}_2$ ) ในระบบสารตั้งต้น (ปริมาณร้อยละ 0 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก) เพื่อทำให้สารตั้งต้นในขณะที่เกิดการหลอมเหลวสามารถไหลตัวแยกชั้นการก่อรูปของเฟสผลิตภัณฑ์ได้มากขึ้น และช่วยกำจัดสิ่งแปลกปลอมออกจากผลิตภัณฑ์ชั้นผิวเคลือบ

4.1.6 ค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$  จะมีค่าเฉลี่ยสูงสุด คือ 688.6 HV ที่เงื่อนไขเวลาบดละเอียดของ  $\text{FeTiO}_3$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเซรามิก  $\text{Al}_2\text{O}_3$  จะมีค่าเฉลี่ยสูงสุด คือ 1391.9 HV ที่เงื่อนไขระบบสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3 + 8\text{Al} + \text{B}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}_2\text{O}_3$  เติม  $\text{CaF}_2$  ร้อยละ 1

## 4.2 ข้อเสนอแนะ

4.2.1 อัตราส่วนผสมสารตั้งต้นที่มีโมลของอะลูมิเนียม (Al) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) เพิ่มขึ้น ทำให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มสูง ความร้อนจะของปฏิกิริยาที่ส่งถ่ายไปยังท่อโลหะจนท่อดึงขณะที่ยังร้อนแดงจนเกิดการเสียรูป ขณะเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้นจนมีเปลวไฟพุ่งออกจากท่อโลหะอย่างรุนแรงไม่ปลอดภัย ดังนั้นระบบอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นที่เหมาะสมแก่การสังเคราะห์เคลือบผิวท่อโลหะจึงควรคำนึงและพิจารณาถึงอุณหภูมิแอเดียแบติกและอุณหภูมิจุดหลอมเหลวของท่อโลหะที่ใช้ทดลองด้วย

4.2.2 การติดตั้งท่อโลหะเข้ากับเครื่องให้แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ควรขันน็อตบริเวณปากจับให้แน่นเพื่อป้องกันการหลุดเหวี่ยงออกจากตัวปากจับขณะที่ตัวเครื่องยังมีการลงทำงานอยู่ เมื่อมีการปรับแรงหมุนเหวี่ยงเพิ่มขึ้นย่อมเกิดความไม่ปลอดภัยสูงขึ้นด้วย

4.2.3 เนื่องจากการสังเคราะห์ผิวเคลือบท่อโลหะโดยอาศัยปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงร่วมกับเทคนิคแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง ภายในชั้นผิวเคลือบยังคงเกิดรูพรุน ดังนั้นขณะการทดลองจึงควรให้ระยะเวลาการสังเคราะห์ที่สม่ำเสมอ

### บรรณานุกรม

- สุธรรม นียมवास. (2552), *การสังเคราะห์วัสดุอินทรีย์*, หน่วยโสตทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์., สงขลา.
- วิช ชนะดี. (2553), *การสังเคราะห์และศึกษาคุณลักษณะของวัสดุผสมไทเทเนียมไดโบไรด์ – มัลไลต์ โดยกระบวนการ SHS*, วิทยานิพนธ์มหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์., สงขลา.
- Gokcen, N.A., and Reddy, R.G. (1996). *Thermodynamics*, Plenum Press., New York.
- Shahbahram, B., Maamoori, R., and Ehsani, N. (2007). “Self-spreading high-temperature synthesis of TiB<sub>2</sub> Powder.” *Mater. Sci. Poland.*, 25(3), 719-731.
- Will, G. (2004). “Electron deformation density in titanium diboride chemical bonding in TiB<sub>2</sub>,” *J.Solid.State.Chem.*, 177, 628-631.
- Niyomwas, S., Chaichana, N., Memongkol, N., and Wanasin, J. (2008). “The effect of milling time on the synthesis of titanium diboride powder by self-propagating high temperature synthesis.” *Songklanakarinn J. Sci Technol.*, 30(2), 233-238.
- Moore, J., and Feng, H. (1995). *Combustion synthesis of advanced materials: Part I reaction parameter.* *Prog. Matter. Sci.*, 39, 243-273.
- Niyomwas, S. (2010). “Preparation of aluminum reinforced with TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>x</sub>Al<sub>y</sub> composites derived from natural ilmenite.” *Int. J. Self. Prog. High. Temp. Synth.*, 19, 2, 150-156.
- Pignocco, A., and Kachik, R. (1978). “Refractory lined cylindrical article”. *United State Patent.*, 19, 4, 117, 868.
- Odawara, O. (1982). “Method for providing ceramic lining to a hollow body by thermit reaction”. *United State Patent.*, 19, 4, 363, 832.
- Puszynski, J., Miao S., Stefanssin, B., and Jagarlanmudi, S. (1997). “In-situ densification of combustion synthesized coating.” *Ceram. Proc.*, 43(11A), 2751-2759.
- Hua, W., Cheng, L., and Lianbo, W. (1999). “Technological design of metal/ceramic composite tubes.” *Mater. Design.*, 20, 229-232.

- Xi, W., Yin, S., and Lai, H. (2003). "Microstructure and mechanical properties of stainless steel produced by centrifugal-SHS process." *J. Mater. Proc. Technol.*, 137, 1–4.
- Du, Z., Fu, H., and Xiao, Q. (2005). "A study of ceramic-lined compound copper pipe produced by SHS–centrifugal casting." *Mater. Letts.*, 59, 1853-1858.
- Menga, Q., Chen, S., Zhao, J., Zhang, H., Zhang, H., and Munir, Z. (2007). "Microstructure and mechanical properties of multilayer-lined composite pipes prepared by SHS centrifugal-thermite process." *Mater. Sci. Eng.*, 456, 332-336.
- Niu, L., Xu, Y., and Wang, X. (2010). "Fabrication of WC/Fe composite coating by centrifugal plus in-situ synthesis techniques." *Surf. Coat. Tech.*, 205, 551-5.
- Antsiferove, V.N., Cherepanova, T.G., and Gubareva, E.M. (1997). "Effect of calcium fluoride upon the structural heterogeneity of sintered chromium – molybdenum steels." Plenum Publishing Co., New York, 7(175), 81-85.
- Fathi, H., Johnsons, A., Noort, R.V., and Ward, J.M. (2005). "The influence of calcium fluoride ( $\text{CaF}_2$ ) on biaxial flexural strength of apatite-mullite glass-ceramic materials." *Dent. Mater.*, 21, 846-851.
- Karmarkar, S.O. (1991). "Centrifugal casting of composites". *United State Patent.*, 19, 5, 025, 849.
- Kumar, S., Subramaniya Sarma, V., Murty, B.S. (2010). "Functionally graded Al alloy matrix in-situ composite." *Metal. and Mater. Trans.* 41, 242-254.
- Momentive Performance Materials Inc. (2006). "Ceramics." *Titanium Diboride Powder*, <<http://www.monmentive.com/momentiveInternetDoc/Internet/Static%20Files/Document4%20Color%20Brochures/81510.pdf>> (Jul. 8, 2008)
- Watanabe, Y., Watanabe, S., and Matsuura, K. (2004). "Nickel-aluminide/steel clad pipe fabricated by reactive centrifugal casting method from liquid aluminium and solid nickel." *Matall. Mater. Trans. A.*, 35, 1517-1524.
- Lee, J., Le, M., and Chung, H.S. (2007). "Physical properties of ceramic layer prepared by SHS in centrifugal Field." *Mater. Trans.*, 48(11), 2960-2963.



Fedorchenko, I.M., Shevchuk, Yu.F., Miroshnikov, V.N., and Borisenko, V.A. (1976).  
“Elevated-temperature mechanical properties of sintered iron-base materials  
containing calcium fluoride additions.” Plenum Publishing Co., New York,  
3(159), 96-101.

**ภาคผนวก ก.**

**ข้อมูลดิบสำหรับการทดลอง**

ตารางการชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นในระบบต่าง ๆ

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$					
Reactant	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	รวม
Molar Ratio	1	6	1	1	7.7989
Wt, Ratio (g)	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938	17.9512
Wt. (140 g)	39.1278	41.7442	17.9512	41.1770	140

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก						
Reactant	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaF}_2$	รวม
Molar Ratio	1	6	1	1	-	7.7989
Wt, Ratio (g)	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938	-	17.9512
Wt. (140 g)	39.1278	41.7442	17.9512	41.1770	1.4	141.4

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก						
Reactant	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaF}_2$	รวม
Molar Ratio	1	6	1	1	-	7.7989
Wt, Ratio (g)	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938	-	17.9512
Wt. (140 g)	39.1278	41.7442	17.9512	41.1770	4.2	144.2

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก						
Reactant	$\text{FeTiO}_3$	Al	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaF}_2$	รวม
Molar Ratio	1	6	1	1	-	7.7989
Wt, Ratio (g)	2.1797	2.3254	1.0000	2.2938	-	17.9512
Wt. (140 g)	39.1278	41.7442	17.9512	41.1770	7.0	147

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+7\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$ , เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก						
<b>Reactant</b>	<b><math>\text{FeTiO}_3</math></b>	<b>Al</b>	<b><math>\text{B}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{CaF}_2</math></b>	<b>รวม</b>
<b>Molar Ratio</b>	1	7	1	1.5	-	9.3334
<b>Wt, Ratio (g)</b>	2.1797	2.7130	1.0000	3.4408	-	14.9999
<b>Wt. (140 g)</b>	32.6948	40.6946	14.9998	51.6106	1.4	141.4

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+8\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+2\text{Fe}_2\text{O}_3$ , เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก						
<b>Reactant</b>	<b><math>\text{FeTiO}_3</math></b>	<b>Al</b>	<b><math>\text{B}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{CaF}_2</math></b>	<b>รวม</b>
<b>Molar Ratio</b>	1	8	1	2	-	10.8680
<b>Wt, Ratio (g)</b>	2.1797	3.1006	1.0000	4.5877	-	12.8819
<b>Wt. (140 g)</b>	28.0784	39.9416	12.8819	59.0982	1.4	141.4

ข้อมูลดิบจากการวัดค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2$

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ตัวแปร : ความเร็วรอบ (rpm)					
ตำแหน่ง	1500	1750	2000	2250	ผิวท่อ
1	403.4	540	451.1	513.7	221.4
2	459.8	458.4	468.4	502.5	228.4
3	397.5	390.6	465.3	489.1	194.5
4	461.3	464.2	501.2	490.3	210.3
5	390.4	435.1	545.7	442.6	187.4
6	412.3	420.9	452.4	451.6	189.3
7	405.1	441.6	442.1	453.1	192.9
8	398.6	406.8	389.4	432.2	210.2
9	415.4	429.4	369.2	421.7	199.4
10	411.8	410.2	404.3	401.9	186.2
ค่าเฉลี่ย	415.6	439.7	448.9	459.9	202.0

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ตัวแปร : เวลาบดละเอียดของ $\text{FeTiO}_3$ (ชั่วโมง)				
ตำแหน่ง	1	2	3	ผิวท่อ
1	522.9	465.7	655.2	215
2	527.3	534.5	687.1	206.2
3	515.1	493.4	631.2	201.6
4	512.5	455.5	624.3	201.3
5	473.2	473.2	741.7	206.9
6	410	506.6	691.1	240.7
7	595.5	523.8	718.5	235
8	510.8	558.9	679.2	231.9
9	464.2	515.1	721.4	226.9
10	438.2	660.1	735.8	229.5
ค่าเฉลี่ย	497.0	518.7	688.6	219.5

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ตัวแปร : ปริมาณตัวเติม $\text{CaF}_2$ (ร้อยละ)				
ตำแหน่ง	1	2	3	ผิวท่อ
1	390.2	327.3	353.6	216.7
2	350.5	311.4	416.5	203.9
3	397.4	335.7	366.3	145.5
4	372.9	420.4	383.1	139.9
5	468.2	319.2	445.5	225.1
6	495.2	347.5	386.6	147.1
7	458.9	330.1	422.5	145.3
8	367.9	388.4	390.2	201.6
9	468.2	302.7	404.9	205.3
10	492.7	301.5	314.6	231.2
ค่าเฉลี่ย	426.2	338.4	388.4	186.2

ตัวแปร : อัตราส่วนผสมสารตั้งต้น (โมล)			
ตำแหน่ง	$\text{FeTiO}_3+7\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+1.5\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{FeTiO}_3+8\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+2\text{Fe}_2\text{O}_3$	ผิวท่อ
1	487.1	462.8	241.2
2	408.8	459.8	234.7
3	527.3	429.6	196.5
4	540.0	425.7	137.6
5	470.2	437.5	190.3
6	457.7	412.4	201.7
7	548.4	430.9	198.9
8	574.7	405.7	214.5
9	522.0	465.7	221.1
10	529.0	464.2	213.1
ค่าเฉลี่ย	506.5	439.4	205.0

ข้อมูลดิบจากการวัดค่าความแข็งของชั้นผิวเคลือบ  $Al_2O_3$ 

ระบบ : $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$ , ตัวแปร : ความเร็วรอบ (rpm)					
ตำแหน่ง	1500	1750	2000	2250	ผิวท่อ
1	989.0	926.0	868.7	843.0	221.4
2	982.2	758.3	835.9	707.3	228.4
3	841.2	846.6	828.8	825.3	194.5
4	966.6	921.8	1340.0	962.2	210.3
5	830.6	811.6	683.1	786.7	187.4
6	893.7	741.7	932.2	727.1	189.3
7	786.7	878.2	911.6	772.3	192.9
8	993.6	907.6	1051.2	861.3	210.2
9	818.4	940.6	940.6	730.0	199.4
10	775.5	913.7	820.1	756.8	186.2
ค่าเฉลี่ย	887.8	864.6	921.2	797.2	202.0

ระบบ : $FeTiO_3+6Al+B_2O_3+Fe_2O_3$ , ตัวแปร : เวลาบดละเอียดของ $FeTiO_3$ (ชั่วโมง)					
ตำแหน่ง	0	1	2	3	ผิวท่อ
1	843.0	1097.7	1225.4	1369.0	215.0
2	707.3	936.4	1136.1	1130.5	206.2
3	825.3	913.7	1284.2	1147.4	201.6
4	962.2	811.6	1124.9	1058.7	201.3
5	786.7	850.2	1074.1	1076.7	206.9
6	727.1	1103.1	1197.6	1173.6	240.7
7	772.3	861.3	1061.3	1531.2	235.0
8	861.3	1066.4	1227.4	1188.5	231.9
9	730.0	1173.6	1203.7	1156.1	226.9
10	756.8	1002.9	1161.9	1136.1	229.5
ค่าเฉลี่ย	797.2	981.7	1169.7	1196.8	219.5

ระบบ : $\text{FeTiO}_3+6\text{Al}+\text{B}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ตัวแปร : ปริมาณตัวเติม $\text{CaF}_2$ (ร้อยละ)					
ตำแหน่ง	0	1	3	5	ผิวท่อ
1	843.0	966.6	923.9	806.5	216.7
2	707.3	1103.1	846.6	835.9	203.9
3	825.3	962.2	942.7	1092.4	145.5
4	962.2	1017.0	928.0	923.9	139.9
5	786.7	1063.8	791.6	798.1	225.1
6	727.1	1066.4	971.0	793.2	147.1
7	772.3	1206.7	1026.6	1071.5	145.3
8	861.3	1247.8	865.0	1002.9	201.6
9	730.0	1455.0	1206.7	832.3	205.3
10	756.8	1257.5	1340.0	756.8	231.2
ค่าเฉลี่ย	797.2	1134.6	984.2	891.4	186.2

ตัวแปร : สารตั้งต้นระบบ $\text{FeTiO}_3 : \text{Al} : \text{B}_2\text{O}_3 : \text{Fe}_2\text{O}_3$ (โมล), เติม $\text{CaF}_2$ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก				
ตำแหน่ง	1 : 6 : 1 : 1	1 : 7 : 1 : 1.5	1 : 8 : 1 : 2	ผิวท่อ
1	966.6	1562.5	1287.5	241.2
2	1103.1	1087.1	1014.6	234.7
3	962.2	1066.4	1430.8	196.5
4	1017.0	1247.8	1628.0	137.6
5	1063.8	1212.9	1467.3	190.3
6	1066.4	1548.9	1851.2	201.7
7	1206.7	1234.9	1500.9	198.9
8	1247.8	1247.8	1164.8	214.5
9	1455.0	1200.6	1415.0	221.1
10	1257.5	1505.1	1159.0	213.1
ค่าเฉลี่ย	1134.6	1291.4	1391.9	205.0



**ภาคผนวก ข.**

**ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์**

# Effect of CaF<sub>2</sub> in Precursors on Steel Pipe Lined Fe-Al Intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coating by Centrifugal-SHS Process

Pajaree Kerdkool<sup>1,3,a</sup> and Sutham Niyomwas<sup>2,3,b</sup>

<sup>1</sup>Department of Mining and Materials Engineering

<sup>2</sup>Department of Mechanical Engineering

<sup>3</sup>Ceramic and Composite Materials Engineering Research Group (CMERG), Materials Engineering Research Center (MERC), Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Hat Yai, Songkhla, 90112 Thailand

<sup>a</sup>paipai060@gmail.com, <sup>b</sup>sutham.n@psu.ac.th

**Keywords:** Centrifugal-SHS, Composite pipe, Ceramic-lined pipe, Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite.

**Abstract.** Steel pipe lined Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite were prepared by centrifugal-self-propagating high temperature synthesis (centrifugal-SHS) process from FeTiO<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al and CaF<sub>2</sub> as raw materials. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The effect of adding CaF<sub>2</sub> to the precursors on the result product were investigated. The phase separation between less porosity Fe-Al intermetallics-TiB<sub>2</sub> with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer were affected greatly by adding CaF<sub>2</sub>. The phase compositions and morphology were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) couple with energy dispersive X-ray (EDX), respectively.

## Introduction

A combination of the SHS-method and centrifugation techniques (centrifugal-SHS) to produce a composite tube by coating a common carbon steel tube with a ceramic liner, depending on the exothermic reaction ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe} + \text{Q}$ ) and the centrifugal force. Products of these processes have been utilized widely as conduits for cement, oil and coal slurry [1, 2].

The centrifugal-SHS process can be used to coat thick ceramic layers in the inner surface of metallic pipe or cylindrical vessels, make them better performance of high resistance to corrosion abrasion, erosion and heat [3]. Synthesis material using SHS have characteristics of low energy consumption, short synthesis time, high product purity, and no environmental pollution [4].

Titanium diboride (TiB<sub>2</sub>) is an intermetallic compound with a high melting point (~3220 K), high hardness (Vickers hardness 15-36 GPa), high elastic modulus (541 GPa), excellent mechanical and chemical properties, and it can withstand an oxidizing atmosphere up to 1850 K. This make TiB<sub>2</sub> and its composite such as TiB<sub>2</sub>-SiC and TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> useful in a variety of applications including cutting tool, ware-resistant part, and light-weight armor. Similar composites and TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> have been prepared by SHS, a process noted for its simplicity and feasibility of using low-cost raw materials [5]. SHS is based on systems capable of reacting exothermally to form a self-sustained combustion wave.

Calcium fluoride (CaF<sub>2</sub>) is a material possessing high chemical and thermal stability and can improve the fluidity of the molten steel [6].

In the present study, layer coating inside steel pipe by centrifugal-SHS technique from FeTiO<sub>3</sub>-Al-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system at the different weight ratio of CaF<sub>2</sub> to the precursors content on the microstructure, phases formation and phases distribution of the coating product were studied.

## Experimental

The raw materials used in the experiment were FeTiO<sub>3</sub> (Sinrae SaKorn Co.,Ltd.), Al (Himedia, 99.7%), B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aldrich, 99.0%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Riedel-deHaen, 97.0%) and CaF<sub>2</sub> (Carlo Erbr, 98.0%) powders. The experimental setup used in this work is centrifugal-SHS machine and controlled speed motor as shown in Fig. 1.

The outer and inner diameters of the steel pipe were  $\varnothing 48$  and  $\varnothing 42$  mm, respectively. The length of steel pipe was 150 mm. Rust and oil film were removed by acetone cleaning solution. The two pipe ends were plugged with wood-block to hold the liquid during the reaction, and adjustment speed were 2250 rpm. The  $\text{FeTiO}_3$ , Al,  $\text{B}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  powders were weighted in a stoichiometric molar ratio ( $\text{FeTiO}_3$  ; Al :  $\text{B}_2\text{O}_3$  :  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  = 1 : 6 : 1 : 1 ) with varied of  $\text{CaF}_2$  weight ratio at 0-5%. Reactant powder were intermixed in a planetary ball mill (250 rpm) for 30 min and enclosed into the steel pipe, which was then installed into the centrifugal-SHS machine. When the centrifugal revolution speed reached the required speed (up to 2250 rpm), the sample materials were ignited by an oxygen-acetylene flame. The combustion reaction took about 10 s, after 5 min the centrifuge was stopped.

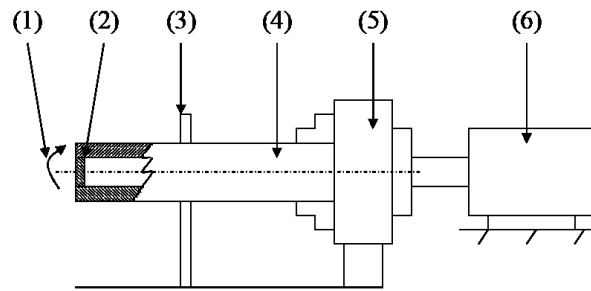


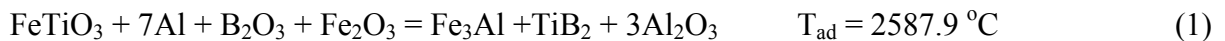
Fig.1. The schematic diagram of centrifugal-SHS machine: (1) rotation direction; (2) wood-block; (3) center rest; (4) steel pipe; (5) gripper; (6) controlled speed motor.

The obtained products were characterized in terms of phases composition and microstructure by XRD (Philips,  $\text{Cu-K}_\alpha$  radiation) and SEM (JEOL, JSM-5800 LV) analysis couple with EDX (ISIS 300, Oxford).

## Results and Discussion

**Thermodynamic Analysis.** Thermodynamic calculations for equilibrium concentration of stable species produced by SHS reaction were performed based on the Gibbs energy minimization method [7]. The evolutions of species were calculated for a reducing atmosphere and as functions of temperature in the temperature range of 0-3000°C. Calculation assume that evolved gases are ideal that they form ideal gases mixture, and condensed phases are pure.

The synthesis of product  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite with the centrifugal-SHS process was performed under the overall reaction as shown in Eq. (1).



Thermodynamic calculations were performed using computer program based on Gibbs energy minimization method to determine the most stable phase as a function temperature [7]. It can be seen in Fig. 2. that  $\text{TiB}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and Fe-Al alloy are stable phases at the whole temperature range of 25 to 3000°C

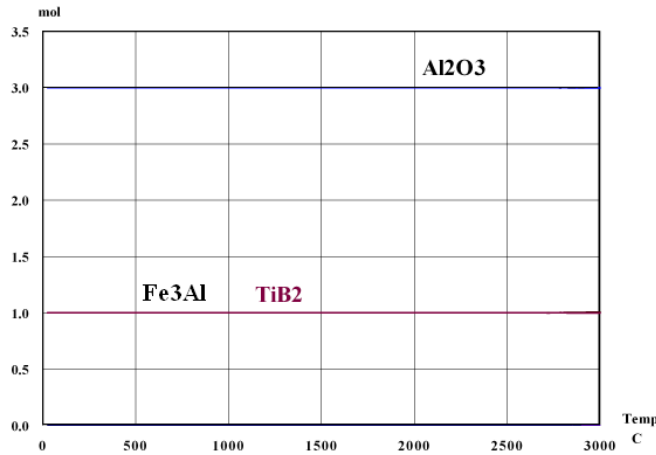


Fig.2. Equilibrium composition of Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system.

**Synthesis of Fe-Al Intermetallic– TiB<sub>2</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system for lining steel pipe.** Figure 3 shows the schematic represent the cross-section of the metal matrix composite (MMC) lined steel pipe prepared by centrifugal-SHS process. The figure shows two layers of coating and a base metal layer. The coating layer compound of MMC Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub> layer and ceramic phases layer of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

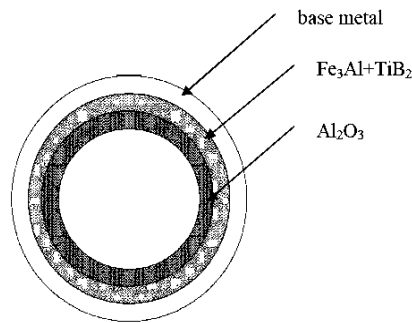


Fig.3. Cross section of the ceramic-lined composite pipe

Figure 4 shows the XRD pattern of coating layer that can be identified as Fe<sub>3</sub>Al -TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite. It is showing that the main components of all obtained products are Fe<sub>3</sub>Al, TiB<sub>2</sub>, and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. There is also a small amount of Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> intermediate phase left in the system. This pattern did not show the compound of CaF<sub>2</sub> due to it was completely decomposed at high temperature SHS reaction.

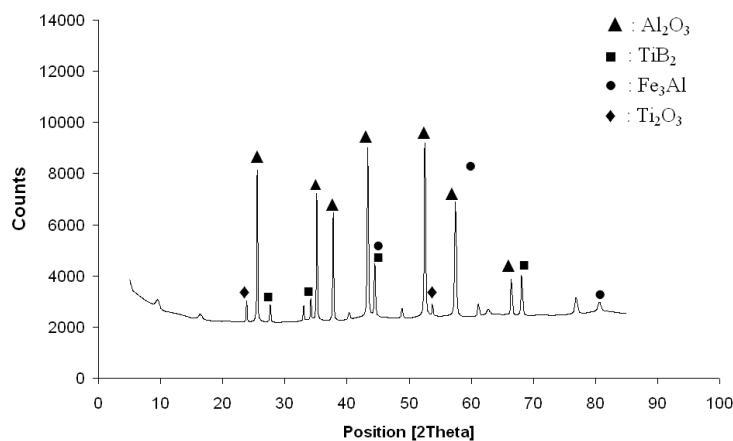


Fig.4. X-ray diffraction pattern of FeTiO<sub>3</sub>-Al-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system

SEM micrograph in Fig.5 (a)-(d) present the results interface of cross-section composite pipe between steel pipe and (Fe-Al-TiB<sub>2</sub>) intermetallic layer with varied of CaF<sub>2</sub> molar ratio from 0%, to 5%. In the overview, the higher density phases of Fe-Al intermetallic were fall to the bottom which connects to the steel pipe surface ( $\rho_{Fe_3Al} = 6.06$  g/cc), while the lowest density phase of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> were float to the top ( $\rho_{Al_2O_3} = 3.950$  g/cc). Meanwhile, TiB<sub>2</sub> ( $\rho_{TiB_2} = 4.380$  g/cc) has density in between intermetallic alloy and alumina phase was trapped in the Fe-Al intermetallic alloy. All conditions of adding CaF<sub>2</sub> were resulted in TiB<sub>2</sub> hard particle appeared in the area of Fe-Al matrix. The larger TiB<sub>2</sub> hard particle were regularly distribution in the Fe-Al matrix when the use of 3 wt% CaF<sub>2</sub> (see in Fig.5 (c)), which confirmed by EDX technique in Fig.6. These phenomena may have come from the higher reaction temperature when increasing weight ratio of CaF<sub>2</sub> to the system. It can be proved by bigger particle size of TiB<sub>2</sub> that came from higher temperature and longer time to growth when increase CaF<sub>2</sub> from 0-3 wt%. But when 5 wt% CaF<sub>2</sub> was added, ceramic phases were trapped in the Fe-Al intermetallic layer and the interface with Fe substrate were parted (as shown in Fig.5(d))

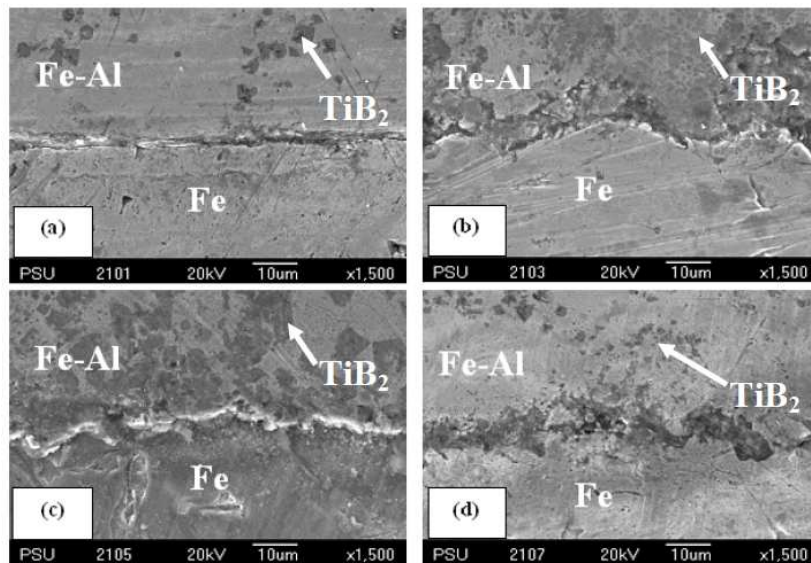


Fig.5. SEM micrograph of cross-section intermetallic composite layer varied with CaF<sub>2</sub> molar ratio: (a) 0%, (b) 1%, (c) 3% and (d) 5 %.

Figure 6 presents the results of X-ray mapping of cross-section of the intermetallic coating layer on the steel pipe. It confirms that the coating layer presence the main element of Fe, Al, Ti and B which is Fe<sub>3</sub>Al matrix phase and TiB<sub>2</sub> dispersed reinforcement phase as being confirmed by XRD pattern in Fig.4.

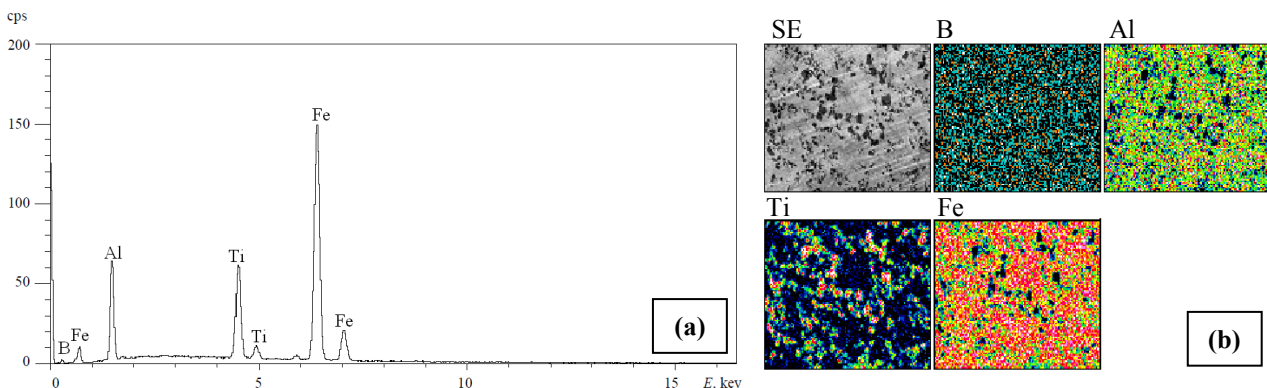


Fig.6. (a) EDX spectrum and (b) elemental mapping of cross-section intermetallic coating layer.

The proposed mechanism to form composite lined steel pipe can be expressed in Fig.7.

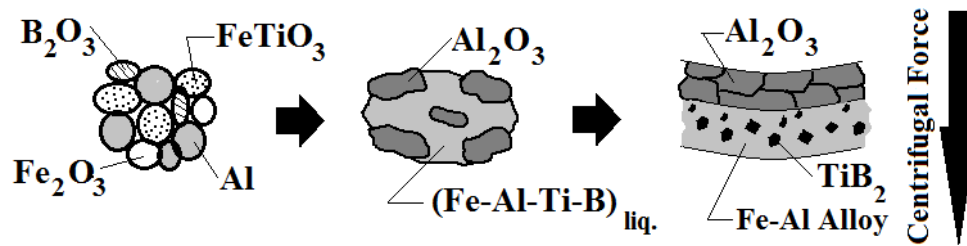


Fig.7. Schematic Mechanism

### Conclusions

Steel pipe lined Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coating was successfully produced by centrifugal-SHS process from the precursor of FeTiO<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al. When increased weight ratio of CaF<sub>2</sub> to the precursors from 0% to 3%, the particles size of TiB<sub>2</sub> that were trapped in the Fe-Al intermetallic layer were also increased.

### Acknowledgements

The authors are pleased to acknowledge the financial support for this research from Ceramic and Composite Materials Engineering Research Group (CMERG), Faculty of Engineering, Prince of Songkla University (PSU).

### References

- [1] H. Wu, L cheng and W Lianbo: *Materials and Design* Vol. 20, (1999), p. 229
- [2] Q.S. Meng, S.P. Chen, J.F. Zhao, H. Zhang, H.X. Zhang and Z.A. Munir: *Materials science and Engineering A* Vol. 456, (2007), p. 332
- [3] Y.F. Wang and Z.G. Yang: *Materials Science and Engineering A* Vol. 460-461, (2007), p. 130
- [4] Z.D. Hanguang F.H. Fu and Q. Xiao: *Materials Letters* Vol. 59, (2005), p. 1853
- [5] S. Niyomwas: *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis* Vol. 19(2), (2010), p. 152
- [6] W. Xi S. Yin and H. Lai : *Materials Processing Technology* Vol.137, (2003), p.1
- [7] N.A. Gokcen and R.G. Reddy: *Thermodynamic* (Plenum Press, New York 1996)
- [8] Outokumpu HSC Chemistry<sup>®</sup> for windows: *HSC 4.1* (Outokumpu Research Oy, Finland 1999)

## **Key Engineering Materials II**

10.4028/www.scientific.net/AMR.488-489

### **Effect of CaF<sub>2</sub> in Precursors on Steel Pipe Lined Fe-Al Intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coating by Centrifugal-SHS Process**

10.4028/www.scientific.net/AMR.488-489.468

I-SEEC2011

# Preparation of Steel Pipe Lined Fe-Al Intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite by Centrifugal-SHS Process

P. Kerdkool<sup>a,c</sup> and S. Niyomwas<sup>b,c\*</sup>

<sup>a</sup>*Department of Mining and Materials Engineering, Faculty of Engineering,  
Prince of Songkla University, Songkhla, 90112, Thailand*

<sup>b</sup>*Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Songkhla, 90112, Thailand*

<sup>c</sup>*Ceramic and Composite Materials Engineering Research Group, Materials Engineering Research Center,  
Prince of Songkla University, Songkhla 90112, Thailand*

**Elsevier use only:** Received 30 September 2011; Revised 10 November 2011; Accepted 25 November 2011.

## Abstract

Steel pipe lined Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite were prepared by centrifugal-self-propagating high temperature synthesis (centrifugal-SHS) process from FeTiO<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al as the raw materials. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The effect of molar ratio of precursors and rotating speed on result product were investigated. It was shown that the composites layer had less porosity as higher rotating speed was applied. The phase composite and morphology were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) couple with Energy dispersive X-ray (EDX), respectively.

© 2011 Published by Elsevier Ltd. Selection and/or peer-review under responsibility of I-SEEC2011

*Keywords:* centrifugal-SHS; Composite pipe; Ceramic-lined pipe; Fe-Al intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite

## 1. Introduction

A combination of the SHS-method and centrifugation techniques (SHS-centrifugal) to produce a composite tube by coating a common carbon steel tube with a ceramic liner, depending on the exothermic reaction ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe} + \text{Q}$ ) and the centrifugal force. Products of these processes have been utilized widely as conduits for cement, oil and coal slurry [1, 2].

\* Corresponding author. Tel.: +6674 287196; fax: +6674 558830.  
E-mail address: [sutham.n@psu.ac.th](mailto:sutham.n@psu.ac.th).



**Nomenclature**

$T_{ad}$	adiabatic temperature
$G$	the total Gibbs energy for the system
$g_i^\circ$	the standard molar Gibbs energy of the species $i$ at $P$ and $T$
$n_i$	the molar number of species $i$
$P_i$	the partial pressure of species $i$
$X_i$	the mole fraction of species $i$
$\gamma_i$	the activity of coefficient of species $i$

The centrifugal-SHS process can be used to coat thick ceramic layers in the inner surface of metallic pipe or cylindrical vessels, make them better performance of high resistance to corrosion abrasion, erosion and heat [3]. Synthesis material using SHS have characteristics of low energy consumption, short synthesis time, high product purity, and no environmental pollution [4].

Titanium diboride ( $TiB_2$ ) is an intermetallic compound with a high melting point ( $\sim 3220$  K), high hardness (Vickers hardness 15-36 GPa), high elastic modulus (541 GPa), excellent mechanical and chemical properties, and it can withstand an oxidizing atmosphere up to 1850 K. This make  $TiB_2$  and its composite such as  $TiB_2-SiC$  and  $TiB_2-Al_2O_3$  useful in a variety of applications including cutting tool, wear-resistant part, and light-weight armor. Similar composites and  $TiB_2-Al_2O_3$  have been prepared by SHS, a process noted for its simplicity and feasibility of using low-cost raw materials. SHS is based on systems capable of reacting exothermally to form a self-sustained combustion wave [5].

In the present study, layer coating inside steel pipe by centrifugal-SHS technique from  $FeTiO_3-Al_2O_3-Fe_2O_3$  system at different rotation speed were studied. The effect of different rotational speeds on the thickness, porosity and density of the coating were studied; the finding was the higher rotational speeds had resulted in the better coating properties.

**2. Experimental**

Raw material used in the experimental were  $FeTiO_3$  (Sinrae SaKorn Co.,Ltd.), Al (Himedia, 99.7 %),  $B_2O_3$  (Aldrich, 99 %) and  $Fe_2O_3$  (Riedel-deHaen, 97.00 %) powders. The experimental setup used in this work is centrifugal-SHS machine and controlled speed motor as shown in Fig. 1.

The outer and inner diameters of the steel pipe were  $\varnothing 48$  and  $\varnothing 42$  mm, respectively. The length of steel pipe was 150 mm. Rust and oil film were removed by acetone cleaning solution. The two pipe ends were plugged with wood-block to hold the liquid during the reaction, and adjustment speed were 1500, 1750, 2000 and 2250 rpm. The  $FeTiO_3$ , Al,  $B_2O_3$  and  $Fe_2O_3$  powders were weighted in a stoichiometric molar ratio ( $FeTiO_3 : Al : B_2O_3 : Fe_2O_3 = 1 : 6 : 1 : 1$ ). Reactant powder were intermixed in a planetary ball mill (250 rpm) for 30 min and enclosed into the steel pipe, which was then installed into the centrifugal-SHS machine. When the centrifugal revolution speed reached the required speed, the sample materials were ignited with an oxygen-acetylene flame. The combustion reaction took more than 10 s, after 5 min the centrifuge was stopped.

The obtained products were characterized in terms of chemical composite and microstructure by XRD (Philips,  $Cu-K\alpha$  radiation) and SEM (JEOL JSM-5800 LV analysis with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX).

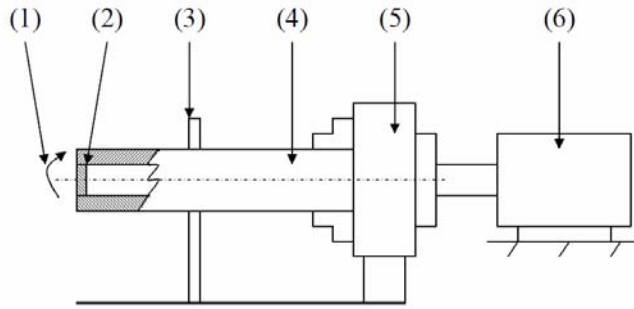


Fig. 1. The Schematic diagram of centrifugal-SHS machine : (1) rotation direction; (2) wood-block; (3) center rest; (4) steel pipe; (5) gripper; (6) controlled speed motor.

### 3. Result and discussion

#### 3.1 Thermodynamic Analysis

Thermodynamic calculations for equilibrium concentration of stable species produced by SHS reaction were performed based on the Gibbs energy minimization method [6]. The evolution of species was calculated for a reducing atmosphere and as a function of temperature in the temperature range of 0-3000°C. Calculation assume that evolved gases are ideal that they form an ideal gas mixture, and condensed phases are pure. The total Gibbs energy of the system can be express by the following equation:

$$G = \sum_{gas} n_i (g_i^\circ + RT \ln P_i) + \sum_{condensed} n_i g_i^\circ + \sum_{solution} n_i (g_i^\circ + RT \ln x_i + RT \ln \gamma_i) \quad (1)$$

The synthesis of product  $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$  composite with the centrifugal-SHS process was performed under the overall reaction as shown in Eq. (1).



Thermodynamic calculations were performed using computer program based on Gibbs energy minimization method to determine the most stable phase as a function temperature [7]. It can be seen in Fig. 2. that  $TiB_2$ ,  $Al_2O_3$  and Fe-Al alloy are stable phases at the whole temperature range of 25 to 3000°C

#### 3.2 Synthesis of (Fe-Al) – $TiB_2$ – $Al_2O_3$ system for lining steel pipe

Figure 3 shows the schematic represent the cross-section of the metal matrix composite (MMC) lined steel pipe prepared by centrifugal-SHS process. The figure shows two layers of coating and a base metal layer. The coating layer compound of intermetallic layer of Fe-Al and ceramic phases layer of  $Al_2O_3-TiB_2$ . Figure 4 shows the effect of rotation speed on morphology of the coating in which the higher rotation speed of 2250 rpm produced smoother and denser coating layer than that of lower rotation speed of 1500 rpm. Even though SHS reaction produced high exothermic heat of reaction but with fast reaction of about 10 s and heat sink of metal base steel pipe, ceramic phases and gas were trapped at the inner layer of the coating. At higher rotation speed, the centrifugal force was also higher that may result in

higher density phase of Fe-Al moving faster to the pipe surface and produced denser coating layer as shown in Fig. 5 and 6.

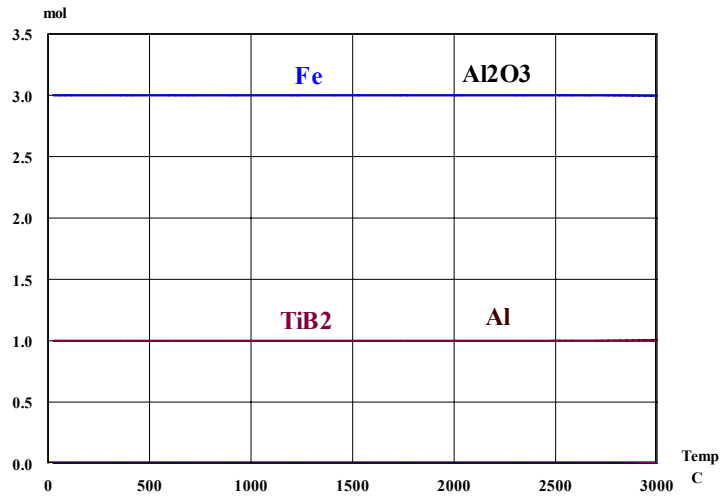


Fig. 2. Equilibrium composition of Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system

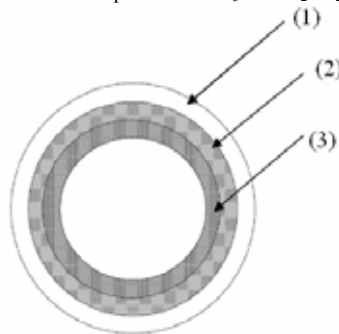


Fig. 3. Cross section of the ceramic-lined composite pipe : (1) base metal, (2) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer and (3) TiB<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer

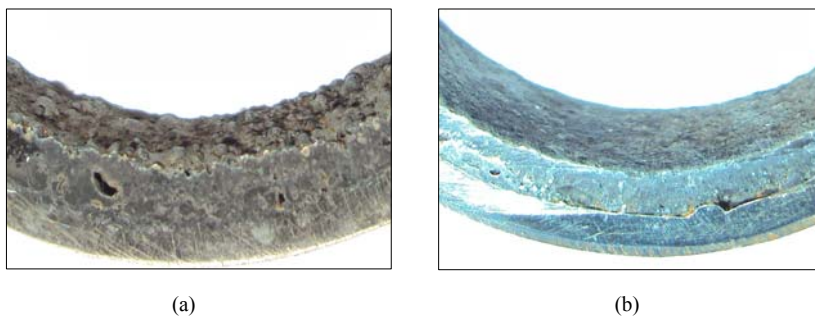


Fig. 4. Coating layer of steel pipe at different rotation speed of (a) 1500 rpm, (b) 2250 rpm

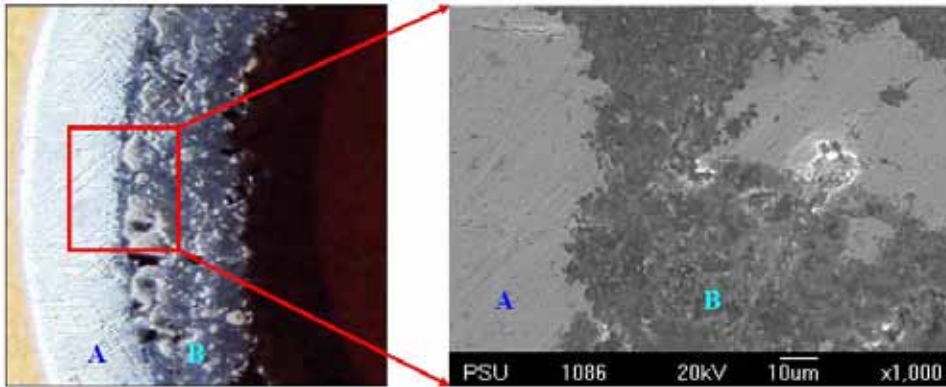


Fig. 5. Microstructure cross-section of ceramic line pipe rotation speed 1500 rpm ; A : Base metal, B: MMC

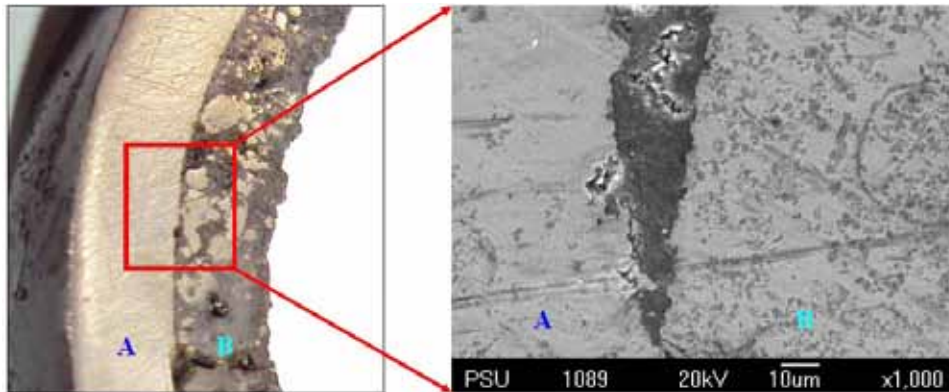


Fig. 6. Microstructure cross-section of ceramic line pipe rotation speed 2000 rpm ; A : Base metal, B: MMC

Figure 7 shows the XRD pattern of coating layer that can be identified as  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite. The XRD data show that the main components obtained from the production are  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiB}_2$  and  $\text{Fe}_3\text{Al}$  and there are also formations of  $\text{Fe}_2\text{B}$  and  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ , and intermetallic alloy of  $\text{Fe}_x\text{Al}_y$ .

Figure 8 shows the EDX pattern of the cross-section of coating layer. It found that the coating layer composed of the elements Al, O, Fe, Ti as major elements and trace element of Si, C and Mn which originated from mineral of ilmenite.

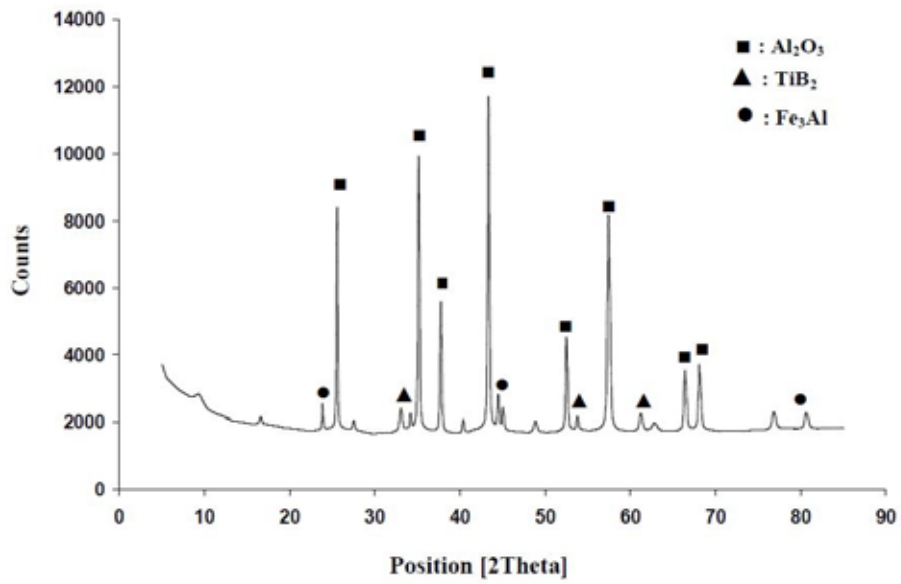


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of  $FeTiO_3$ - $Al$ - $B_2O_3$ - $Fe_2O_3$  composite

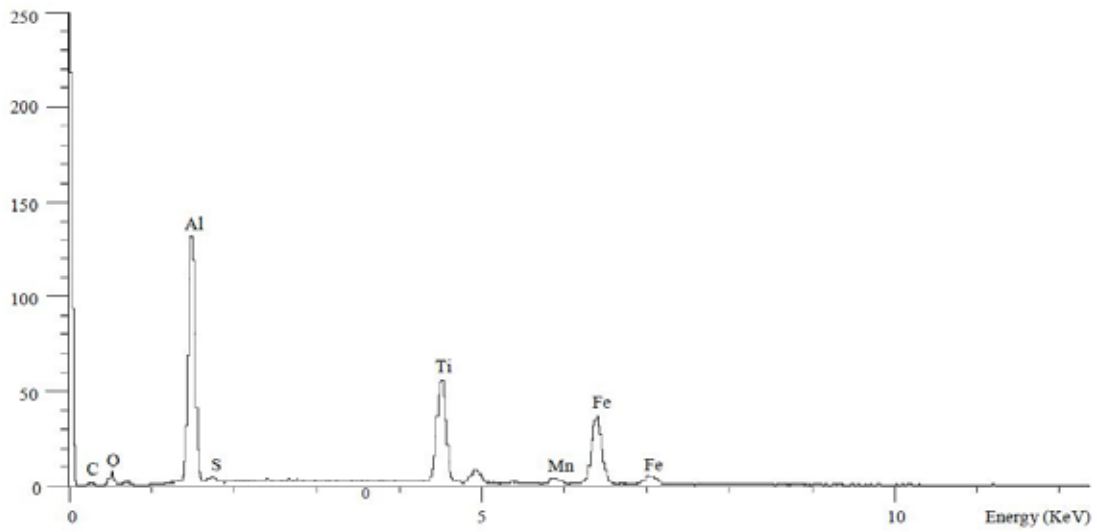


Fig. 8. EDX spectrum of cross-section coating layer.

#### 4. Conclusions

Steel pipe lined  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite was successfully produced by centrifugal-SHS process from the precursor of  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and Al. At high rotation speed, denser and smoother coating layer was obtained. Because of high quenching rate, there is still has some ceramic phases trapped in the intermetallic layer of the coating.

#### Acknowledgements

These work was supported by Prince of Songkla Graduate Studies Grant, and partial financial support from the Ceramic and Composite Materials Engineering Research Group (CMERG) of the Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Thailand.

#### References

- [1] Wu Hua, L cheng, W Lianbo, Technological design of metal/ceramic composite tubes. *Materials and Design*. 1999; 20: 229-232.
- [2] Q.S. Meng, S.P. Chen, J.F. Zhao, H. Zhang, H.X. Zhang, Z.A. Munir. Microstructure and mechanical properties of multilayer lined composite pipe prepared by SHS centrifugal-thermite process. *Materials science and Engineering A*. 2007; 456: 332-336.
- [3] Yu-Fei Wang, Zhen-Guo Yang. Finite element analysis of residual thermal stress in ceramic-lined composite pipe prepared by centrifugal-SHS. *Materials Science and Engineering A*. 2007; 460-461:130-134.
- [4] Zhongze Du, Hanguang Fu, Hanfeng Fu, Qiang Xiao. A study of ceramic-lined compound copper pipe produced by SHS-centrifugal casting. *Materials Letters*. 2005; 59: 1853-1858.
- [5] S. Niyomwas. Preparation of Aluminum Reinforced with  $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_x\text{-Al}$  Composite Derived from Natural Ilmenite
- [6] Gokcen N.A, Reddy R.G. *Thermodynamic*. New York : Plenum Press; 1996, p. 291-294.
- [7] Outokumpu HSC Chemistry® for windows, *HSC 4.1*. Finland: Outokumpu Research Oy; 1999.

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล นางสาวปาจริย์ เกิดกุล

รหัสประจำตัวนักศึกษา 5310120060

## วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2552

## ทุนการศึกษา (ที่ได้รับระหว่างการศึกษา)

- ทุนสนับสนุนการทำวิจัยจากบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

- Kerkool, P., and Niyomwas, S. (2012), "Preparation of Steel Pipe Lined Fe-Al Intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite by Centrifugal-SHS Process". Procedia Engineering, 32, 642-648.

- Kerkool, P., and Niyomwas, S.(2012), "Effect of CaF<sub>2</sub> in Precursors on Steel Pipe Lined Fe-Al Intermetallic-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coating by Centrifugal-SHS Process". Advanced Materials Research, 488-489, 468-472.