



การสังเคราะห์และการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกันของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม -  
ไทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา โดยการเผาไหม้ด้วยการเหนี่ยวนำความร้อน  
**In situ Synthesis and Consolidation of Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite  
by Induction-Heated Combustion**

กัญญาภรณ์ เทพสวน

**Kunyaporn Tepsuan**

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา  
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ  
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      การสังเคราะห์และการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกันของวัสดุผสม  
   เหล็กอะลูมิเนียม - โพลีเอทิลีนไดออกไซด์ - อะลูมินา โดยการเผาไหม้ด้วยการ  
   เหนี่ยวนำความร้อน  
ผู้เขียน                      นางสาวกัญญาภรณ์ เทพสวน  
สาขาวิชา                    วิศวกรรมวัสดุ

---

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	คณะกรรมการสอบ
..... (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)	.....ประธานกรรมการ (ดร. วิษณุ ราชเพ็ชร)
	.....กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมวาส)
	.....กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีรวัฒน์ เหล่าศิริพนธ์)
	.....กรรมการ (ดร.เรืองเดช ชงศรี)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็น  
ส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

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

(3)

ขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้เป็นผลมาจากการศึกษาวิจัยของนักศึกษาเอง และขอแสดงความขอบคุณบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้อง

ลงชื่อ \_\_\_\_\_

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นิยมวาส)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ลงชื่อ \_\_\_\_\_

(นางสาวกัญญาภรณ์ เทพสวน)

นักศึกษา

(4)

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใดมาก่อน และ  
ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

ลงชื่อ \_\_\_\_\_

(นางสาวกัญญาภรณ์ เทพสวน)

นักศึกษา

ชื่อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์และการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกันของวัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม - โทเทเนียมไดโบไรด์ - อะลูมินา โดยการเผาไหม้ด้วยการเหนี่ยวนำความร้อน
ผู้เขียน	นางสาวกัญญาภรณ์ เทพสวน
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
ปีการศึกษา	2555

### บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยนี้คือการสังเคราะห์วัสดุผสมเซรามิก จากสารตั้งต้นในระบบอลูมิเนียมไดโบไรด์ โบรอนออกไซด์ และอะลูมิเนียม ซึ่งสามารถแบ่งเป็นสองส่วน โดยการทดลองส่วนแรกเป็นการศึกษาผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของอะลูมิเนียม (4 4.33 และ 5 โมล) เวลาในการบดของแร่อลูมิเนียมไดโบไรด์กับโบรอนออกไซด์ (0.5 1 และ 1.5 ชั่วโมง) และความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์ (60 80 และ 100 MPa) ที่มีผลต่อปรากฏการณ์การเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ส่วนที่สองของการทดลอง เป็นการศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานภายในแม่พิมพ์กราไฟต์ การปล่อยกระแสไฟฟ้า และการเปลี่ยนเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าจากเครื่องเหนี่ยวนำความร้อน ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานขณะที่ยังคงร้อนแดงอยู่ นอกจากนี้ยัง ศึกษาสมบัติทางกล และทางความร้อนของวัสดุผสม

จากการศึกษาปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงพบว่า การเพิ่มอัตราส่วนเชิงโมลของอะลูมิเนียมที่เป็นสารตั้งต้นสามารถสังเคราะห์วัสดุผสมที่มีองค์ประกอบของเหล็กอะลูมิเนียมไดโบไรด์ โทเทเนียมไดโบไรด์ และอะลูมินา ได้อย่างสมบูรณ์ อัตราการเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองสูงสุดประมาณ 0.63 มิลลิเมตรต่อวินาที เมื่อเวลาในการบดแร่อลูมิเนียมไดโบไรด์กับโบรอนออกไซด์เพิ่มขึ้นถึง 1.5 ชั่วโมง และความดันอัดขึ้นรูปเป็น 100 MPa

จากการศึกษาโดยวิธีสังเคราะห์แบบเผาไหม้แบบพร้อมกันร่วมกับการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกันพบว่า ความดันอัดขึ้นรูปภายในแม่พิมพ์กราไฟต์ที่ดีที่สุดคือ 3900 MPa กระแสไฟฟ้าและเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมคือ 450 แอมแปร์ และ 4 นาที ตามลำดับ มีความแข็งบริเวณเนื้อพื้น (เหล็กอะลูมิเนียมไดโบไรด์กับอะลูมินา) เท่ากับ 468.22 Hv และความแข็งของส่วนเสริมแรง (โทเทเนียมไดโบไรด์) เท่ากับ 818.78 Hv เมื่อให้ความดันอัดเท่ากับ 3250 MPa

<b>Thesis Title</b>	In situ Synthesis and Consolidation of $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ Composite by Induction-Heated Combustion
<b>Author</b>	Miss. Kunyaporn Tepsuan
<b>Major Program</b>	Materials Engineering
<b>Academic Year</b>	2012

### Abstract

The purpose of the investigation was to synthesize the ceramic composite from the ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), boron oxide ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) and aluminum (Al), which divided into two parts. In first part of the experiment was to study the effects of Al molar ratio (4 4.33 and 5 mole) milling duration of  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3$  system (0.5 1 and 1.5 hr) and compaction force of green pellet (60 80 and 100 MPa) on the self propagation high-temperature synthesis reaction phenomena. In the second part, was to study effects of compaction force of green pellet inside a graphite mold including electric current supply and a charging time from the induction heat machine as well as a study effect of the compaction force of the product in-situ red hot phenomena. In addition, mechanical and thermal properties of the composite product were investigated.

The experimental results of self propagation high-temperature synthesis showed that, the addition of Al molar ratio to form completely  $\text{FeAl}_3\text{-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite. The fastest self propagated rate was achieved at 0.63 mm/s when the milling duration of  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3$  was 1.5 hr and the compaction force of green pellet was 100 MPa.

The experimental results of in-situ combustion synthesis and consolidation showed that the best compaction force of pellet inside a graphite mole was 3900 MPa. Charging current and charging time was 450 A and 4 min, respectively. The micro-hardness of matrix phase ( $\text{FeAl}_3\text{+Al}_2\text{O}_3$ ) and reinforcement phase ( $\text{TiB}_2$ ) was 468.22 Hv and 818.78 Hv, when apply the compaction force 3250 MPa.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านทั้งที่ได้ออกนามและมีได้ออกนามที่กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นิยมवास ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ได้สละเวลามาเพื่อให้คำปรึกษาและแนะนำ ตลอดตลอดช่วงการทำวิทยานิพนธ์ ตลอดจนการตรวจสอบวิทยานิพนธ์และให้ข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์ต่อการทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ และขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรวรรณ เหล่าศิริพจน์ ดร.วิษณุ ราชเพ็ชร และ ดร.เรืองเดช ธงศรี ที่กรุณาได้รับเป็นกรรมการสอบและตรวจสอบวิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ และบุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้คำแนะนำและเป็นທີ່ปรึกษาเกี่ยวกับการทำปฏิบัติการและงานด้านเอกสารต่างๆ และขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และกลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม สถานวิจัยวิศวกรรมวัสดุและ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัย ครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่เอื้อเฟื้อและสนับสนุนเกี่ยวกับการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือ

ขอขอบพระคุณเพื่อนๆ พี่ๆ กลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม รวมถึงพี่ๆ เพื่อนๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดี

ท้ายที่สุดขอขอบพระคุณ บิดา มารดา พี่ชาย และน้องสาว ที่อยู่เบื้องหลังคอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีที่สุดเสมอมาจนทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

กัญญาภรณ์ เทพสวน

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(5)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(11)
รายการรูป	(13)
บทที่ 1	
1. บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้องานวิจัย	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	2
1.2.1 หลักการของวัสดุผสม	2
1.2.2 การสังเคราะห์โดยการเผาไหม้	5
1.2.2.1 ปฏิกริยาก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง	6
1.2.2.2 กระบวนการเผาไหม้พร้อมกัน	8
1.2.3 การให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ	9
1.2.3.1 ส่วนประกอบของเตาให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ	9
1.3 การตรวจสอบเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	14
1.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง	22
1.5 ขอบเขตงานวิจัย	26
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	27
1.7 สถานที่ทำงานวิจัย	27
2. วิธีการดำเนินงานวิจัย	28
2.1 สารเคมีและอุปกรณ์	28
2.1.1 สารเคมี	28
2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	30
2.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะและเครื่องมือทดสอบสมบัติ	32
ทางกล	



## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2 การออกแบบการทดลองและวิธีการทดลอง	33
2.2.1 ศึกษาผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al สารตั้งต้น	33
2.2.2 ศึกษาผลกระทบของเวลาบดผสมสารตั้งต้น	34
2.2.3 ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงาน	34
2.2.4 ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปก่อนการสังเคราะห์จากเครื่องที่ ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense	37
2.2.5 ศึกษาผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบ เหนี่ยวนำที่มีผลต่อชิ้นงานการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์จากเครื่องที่ ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense	37
2.2.6 ศึกษาผลกระทบของเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อน แบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อชิ้นงานการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์จากเครื่องที่ ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense	38
2.2.7 ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปในขณะเกิดปฏิกิริยาการ สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ TE and Dense	38
2.2.8 การทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการสังเคราะห์	39
2.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป	40
3. ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง	44
3.1 ผลการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์	44
3.1.1 ระบบสารตั้งต้น ระบบสารตั้งต้น $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}$	46
3.1.1.1 ระบบสารตั้งต้นที่มี 4 โมล Al ( $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4Al}$ )	46
3.1.1.2 ระบบสารตั้งต้นที่มี 4.33 โมล Al ( $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$ )	48
3.1.1.3 ระบบสารตั้งต้นที่มี 5 โมล Al ( $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$ )	49
3.2 ผลการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ $\text{FeTiO}_3\text{ B}_2\text{O}_3$ และ Al ด้วยกระบวนการ ก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (SHS)	50
3.2.1 ผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al ในสารตั้งต้น	51
3.2.1.1 ผลต่อการก่อรูปของเฟส	51

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.2.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของปฏิกิริยาที่มี 4.33Al-สารตั้งต้น	53
3.2.2 ผลกระทบของเวลาในการบดผสม (Milling time) และความดันอัดขึ้นรูป ชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์ (Compaction of green pellets) ในระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$	55
3.3 ผลการทดลองของการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$ จากเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense	58
3.3.1 ผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ ที่มีผลต่อระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$	59
3.3.2 ผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ ที่มีผลต่อระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$	61
3.3.3 ผลกระทบของเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบ เหนี่ยวนำที่มีผลต่อระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ และระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$	63
3.3.4 ผลกระทบของแรงกดอัดชิ้นงานหลังเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ในขณะที่ ชิ้นงานยังคงร้อนแดงอยู่ ของระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$ โดยมีระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ	78
3.4 ผลการทดสอบสมบัติของวัสดุผสมหลังการสังเคราะห์ระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 +$ $4.33Al$ จากกระบวนการ TE and dense	87
3.4.1 ผลการทดสอบความแข็งจุลภาค	87
4. บทสรุปและข้อเสนอแนะ	88
4.1 สรุป	88
4.1.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีการ การกักน้ำด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง	88
4.1.2 การสังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้แบบพร้อมกันและอัดแน่นในขณะเดียวกัน	88
4.2 ข้อเสนอแนะ	89
บรรณานุกรม	91
ภาคผนวก	93
ประวัติผู้เขียน	120

## รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ $TiB_2$	3
1.2	สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ $Al_2O_3$	5
1.3	ตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS	8
1.4	กระบวนการ ความหนาแน่น และเฟสของวัสดุผสมที่ได้จากการสังเคราะห์	15
1.5	ค่าความแข็งอะลูมิเนียมหล่อและอะลูมิเนียมเสริมแรงด้วยวัสดุผสม	20
2.1	ปริมาณสารประกอบเชิงออกไซด์ในแร่โอลเมนไนต์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence spectrometry	30
2.2	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.1	33
2.3	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.2	33
2.4	สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.3	34
3.1	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ที่อัตราส่วน Al-สารตั้งต้นต่างกัน	52
3.2	ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคที่เวลาบดต่างกัน	55
3.3	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ในระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที	63
3.4	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที	64
3.5	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$ โดยมีระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ เป็นตัวต่อเชื่อมปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนวาวแสง	71
3.6	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ในระบบ $FeTiO_3 + B_2O_3 + 4.33Al$ โดยมีระบบ $Fe_2O_3 + 2Al$ เป็นตัวต่อเชื่อมปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนดำ	72

## รายการตาราง (ต่อ)

ตารางที่		หน้า
3.7	ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$ เป็นตัวหล่อเชื่อมที่มีลักษณะเป็นแผ่นดำ	73
4.1	สรุปอิทธิพลเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อการสังเคราะห์ (กระแสไฟฟ้า เวลาในการปล่อยกระแส และการเกิดปฏิกิริยา)	90

## รายการรูป

รูปที่		หน้า
1.1	แบบจำลอง (a) แบบจำลองโครงสร้างของ $Fe_3Al$ และ (b) แบบจำลองโครงสร้างแบบ BCC $Fe_3Al$	2
1.2	แบบจำลอง (a) โครงสร้างผลึกของ $TiB_2$ และ (b) ลักษณะผลึกแบบ hexagonal ของ $TiB_2$	3
1.3	โครงสร้างผลึกแบบ Octahedra ของ $\alpha-Al_2O_3$	4
1.4	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาสำหรับกระบวนการ SHS	7
1.5	ลักษณะการเผาไหม้ของสารในระบบ SHS (a) $10Ti + B_4C + 7C$ และ (b) $3Ti + B_4C + 0.75Ni$	7
1.6	ขั้นตอนกระบวนการวิธีการเผารวม (เส้นทาง a) และ (เส้นทาง b) วิธีการเผาไหม้พร้อมกัน	8
1.7	วงจรจ่ายกำลังไฟฟ้า	10
1.8	ขดลวดเหนี่ยวนำ	11
1.9	การให้ความร้อนแก่โลหะทั้งชิ้น (a) การให้ความร้อนเพื่อชุบแข็งโลหะ (b) การให้ความร้อนเพื่อการอบอ่อนและ (c) การให้ความร้อนสำหรับขึ้นรูปชิ้นงาน	12
1.10	การจำกัดให้สนามแม่เหล็กเกิดขึ้นเฉพาะส่วน	13
1.11	ภาพเครื่องมือของกระบวนการ Thermal explosion (TE) ภายใต้แรงในการให้ความร้อนแก่แม่พิมพ์	14
1.12	กลไกการแทรกซึมอย่างรวดเร็ว (Short distance infiltration: SDI)	15
1.13	ภาพเครื่องมือของปฏิกิริยา Forging-TE ภายใต้แรงกดระหว่างการให้ความร้อน	16
1.14	กระบวนการทางเทคโนโลยีของการผลิตวัสดุผสมเสริมแรงด้วยวิธีไฮบริดจ์	17
1.15	แผนภาพการทดลอง (a) เทคนิค HP และ (b) เทคนิค SPS	19
1.16	เครื่องมือการทดลอง (a) เตาปฏิกรณ์ SHS และ (b) การหล่อแบบกดอัด	20

## รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
1.17	ลักษณะเครื่องมือสำหรับการเผาอบผงด้วยการเหนี่ยวนำความร้อนความถี่สูง	21
1.18	แผนภาพแสดงลักษณะเครื่องมือในกระบวนการ	22
1.19	แผนภาพแสดงลักษณะเครื่องมือในกระบวนการ	23
1.20	แผนภาพแสดง 5 ขั้นตอนของการสังเคราะห์แบบเผาไหม้และการทำให้แน่นของการประยุกต์ใช้เครื่องแบบ FAPA	24
1.21	แผนภาพแสดงลักษณะของการสังเคราะห์แบบเผาไหม้และการทำให้แน่นของการประยุกต์ใช้เครื่องแบบ FAPA	24
1.22	แผนภาพแสดงลักษณะของการไหลของกระแสไปสู่ตัวอย่างในกระบวนการ SPS	25
1.23	แผนภาพแสดงลักษณะของกระแสที่ไหลผ่านผิววัสดุผงของตัวอย่างเพื่อเกิดการ Spark ในกระบวนการ SPS	26
2.1	โครงสร้างจุลภาคของ (a) ผงอิลเมไนด์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) จากบริษัท สิ้นแร่สาคร จำกัด (b) ผงอะลูมิเนียม (Al) จากบริษัท Himedia Laboratories และ (c) ผงโบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) จากบริษัท Sigma-Aldrich Chemical Company	29
2.2	เครื่องบดตัวอย่าง (a) Planetary ball mill ยี่ห้อ Retsch รุ่น PM100/200 และ (b) Ball mill	30
2.3	อุปกรณ์และเครื่องมือในการสังเคราะห์ในกระบวนการ SHS (a) เครื่องปฏิกรณ์ SHS (b) เครื่องซังสาร 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Pioneer P4214 (c) Cylindrical tool steel mould และ (d) Hydraulic press	31
2.4	เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ในกระบวนการเผาไหม้แบบพร้อมเพริยงกัน (TE) (a) เครื่อง Induction heater และ (b) แม่พิมพ์กราฟไฟต์	31

## รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
2.5	เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ (a) X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น X'Pert MP (b) X-Ray Fluorescence spectrometer (XRF) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW2400 (c) Laser particle size analyzer (LPSA) ยี่ห้อ COULTER รุ่น LS 230 และ (d) Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV	32
2.6	เครื่องมือทดสอบสมบัติทางกล (a) กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง และ (b) เครื่องทดสอบความแข็งแรงแบบวิกเกอร์	32
2.7	ส่วนประกอบของเตาปฏิกรณ์ SHS (a) ภาพสเก็ต และ (b) เตาปฏิกรณ์ SHS เครื่องจริง	35
2.8	ขั้นตอนในการสังเคราะห์วัสดุผสมโดยกระบวนการ SHS	40
2.9	ขั้นตอนในการสังเคราะห์วัสดุผสมโดยกระบวนการ TE and dense	41
2.10	ภาพสเก็ตการบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying: MA)	42
2.11	รูปแบบการเลี้ยงเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Al}$ ของการผสมเชิงกล (MA)	43
3.1	ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาเคมีในสมการที่ 3.2 และ 3.5 ถึง 3.8 ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง $0-3000^\circ\text{C}$	47
3.2	แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4Al}$ ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน	47
3.3	แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$ ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน	48
3.4	แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$ ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน	49
3.5	ชิ้นงานที่ผ่านการจุดระเบิดในกระบวนการ SHS ที่อัตราส่วนเชิงโมลของ Al ในสารตั้งต้นต่างกัน (a) 4 โมล (b) 4.33 โมล และ (c) 5 โมล	50

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.6	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Al}$ (ที่อัตราส่วนเชิงโมล Al ในสารตั้งต้นต่างกัน) (a) 5 โมล (b) 4.33 โมล และ (c) 4 โมล	52
3.7	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$	54
3.8	การวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคผงด้วยเลเซอร์ (LPSA) ที่เวลาบดต่างกัน	55
3.9	แบบจำลองการแทรกตัวของอนุภาคผง (a) การแทรกตัวของอนุภาคผงขนาดเล็กระหว่างอนุภาคผงขนาดใหญ่ และ (b) อนุภาคผงขนาดใหญ่ที่ไม่มีการแทรกตัวของอนุภาคผงขนาดเล็ก	56
3.10	แผนภูมิความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วในการเผาไหม้และความกดอัดในการขึ้นรูปชิ้นงาน	56
3.11	ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ (ที่เวลาบดต่างกัน) (a) 0.5 ชั่วโมง (b) 1 ชั่วโมง และ (c) 1.5 ชั่วโมง	57
3.12	ระบบรวมเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนและอัดแน่นด้วยเครื่องอัดแบบ Hydraulic ในระบบสุญญากาศ (a) เครื่องเหนี่ยวนำความร้อน (b) เตาปฏิบัติการวางชิ้นงานระบบสุญญากาศ และ (c) เครื่องอัดชิ้นงานแบบ Hydraulic	58
3.13	ภาพสเก็ตภายในเตาปฏิบัติการระบบสุญญากาศ	59
3.14	ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลของระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ จากการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ (a) กระแสไฟฟ้า 350A เป็นเวลา 1.50 นาที และ (b) กระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 1.50 นาที	60
3.15	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ ชิ้นงานยังคงไม่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 1.50 นาที	60



### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.16	แผนภาพสมมูลองค์ประกอบของระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน	61
3.17	ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลของระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ จากการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ (a) ขึ้นงานก่อนการปล่อยกระแสไฟฟ้า (b) กระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 2.50 นาที (c) กระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 2.50 นาที และ (d) กระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที	62
3.18	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที	63
3.19	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที	64
3.20	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที	65
3.21	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1000 เท่า (b) 1500 เท่า และ (c) 2000 เท่า	66
3.22	ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ ที่เวลาในการปล่อยกระแส 450A นาน 4 นาที ซึ่งเกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อน (TE)	67
3.23	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 300 เท่า และ (b) 1000 เท่า	68
3.24	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$	69

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.25	ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ TE โดยปราศจากแรงอัด (a) เป็นก้อนวาวแสง (b) เป็นก้อนสีดำ และ (c) เป็นแผ่นสีดำ	70
3.26	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนวาวแสง	71
3.27	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนดำ	72
3.28	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นแผ่นดำ	73
3.29	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ส่วนที่เป็นเนื้อโลหะ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 300 เท่า และ (b) 700 เท่า	74
3.30	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด	75
3.31	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ส่วนที่เป็นออกไซด์ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1000 เท่า และ (b) 3000 เท่า	76

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.32	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด ส่วนที่เป็นออกไซด์	77
3.33	ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa (a) ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ ส่วนที่เป็นโลหะ (b) ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ ส่วนที่เป็นออกไซด์ และ (c) ระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$	78
3.34	ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa	79
3.35	ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa (a) ระบบ ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ (b) ระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$	79
3.36	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ส่วนที่เป็นโลหะ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 700 เท่า และ (b) 1500 เท่า	81
3.37	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa	82

### รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.38	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 700 เท่า และ (b) 1500 เท่า	83
3.39	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa	84
3.40	ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa บริเวณที่เป็นกิ่งเล็กๆ	85
3.41	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa และ 3250 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1625 MPa ที่กำลังขยาย 300 เท่า และ (b) 1625 MPa ที่กำลังขยาย 700 เท่า (c) 3250 MPa ที่กำลังขยาย 300 เท่า และ (d) 3250 MPa ที่กำลังขยาย 700 เท่า	86
3.42	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงอัด (In-situ) กับ ค่าความแข็งจุลภาคของวัสดุผสมของเฟส $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ และเฟสของ $\text{TiB}_2$ ที่แรงอัดต่างกัน	87

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้องานวิจัย

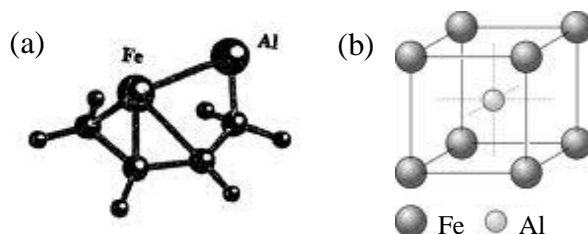
จากอดีตถึงปัจจุบันได้มีการวิจัยเพื่อสังเคราะห์เหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดออกไซด์-อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{TiB}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้ ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้จะแบ่งเป็นสองวิธีที่แตกต่างกันคือ กระบวนการสังเคราะห์โดยการเผาไหม้แบบพร้อมกัน (Simultaneous Combustion Synthesis) หรือ ภาวะการระเบิดทางความร้อน (Thermal explosion : TE) และกระบวนการเผาไหม้แบบก้าวด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis : SHS) โดยแต่ละงานวิจัยจะมีกระบวนการในสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน เช่น กระบวนการเผาไหม้แบบพร้อมกัน (Thermal explosion : TE) ปฏิบัติการอัดร้อน (Reaction hot pressing : RHP) (E.Y.Gutmanas, I.Gotman, 1999) กระบวนการเผาไหม้แบบก้าวด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis : SHS) (C.L. Yeh and Y.L.Chen, 2008) โดยในแต่ละกระบวนการมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันเช่นวิธีการ Thermal explosion (TE) เป็นกระบวนการที่มีราคาถูกแต่ต้องใช้พลังงานสูง ใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน ชิ้นงานมีความพรุนเยอะ และต้องใช้ความดันมากกว่า 150 MPa กระบวนการ Reaction hot pressing (RHP) เป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิสูงกว่า 1250°C ในการสังเคราะห์ และกระบวนการ Self-propagating high temperature synthesis (SHS) เป็นเทคนิคที่ค่อนข้างใหม่ที่มีข้อได้เปรียบกว่าวิธีอื่นในหลายๆด้าน เช่น เป็นวิธีที่ไม่ซับซ้อน ใช้เวลาในการสังเคราะห์สั้น ให้ประสิทธิภาพสูง และใช้พลังงานในการสังเคราะห์ต่ำเนื่องจากอาศัยพลังงานจากการคายความร้อนของปฏิกิริยาโดยตรง (J. Mater. 2006) ได้มีการวิจัยเพื่อสังเคราะห์สารขึ้นจากกระบวนการ SHS เช่น การสังเคราะห์  $\text{MgB}_2$  (I.Zlotnikov et al., 2005) การสังเคราะห์  $\text{NbC}-\text{NbB}_2$  (T.Tsuchida and T.Kakuta, 2006) การสังเคราะห์  $\text{BaTiO}_3$  ด้วยกระบวนการ SHS แล้วนำผง  $\text{BaTiO}_3$  ที่ได้ไปบดด้วยเครื่องบดด้วยลูกบด (Ball mill) แล้วนำไปเผาอบผนึก (Sintered) ด้วยกระบวนการอบผนึกโดยการปล่อยประจุพลาสมา (Spark Plasma Sintering: SPS) (R.Licheri et al, 2007) รวมถึงการสังเคราะห์  $\text{ZrB}_2$ - $\text{ZrC}-\text{SiC}$  (R.Licheri et al, 2008) ก็ใช้กระบวนการดังกล่าว ซึ่งจะทำได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความหนาแน่นมากยิ่งขึ้น

เพราะฉะนั้น โครงการวิจัยนี้จึงนำเอาหลักการของปฏิกิริยาทอหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงหรือกระบวนการ SHS มาใช้เพื่อสังเคราะห์วัสดุผสม  $Fe_3Al - TiB_2 - Al_2O_3$  โดยใช้สารตั้งต้น คือ แร่อิลเมไนต์ ( $FeTiO_3$ ) โบรอนออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) และอะลูมิเนียม (Al) โดยอาศัยกระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้แบบพร้อมกันร่วมกับกระบวนการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกัน (TE and dense) ซึ่งข้อดีของการรวมปฏิกิริยา SHS และกระบวนการกดอัดแน่นตัวในขณะเดียวกันเข้าด้วยกันนั้นจะทำให้สามารถสังเคราะห์ได้สารผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ที่มีความหนาแน่นสูงภายใต้กระบวนการเดียวกัน ลดขั้นตอนในการสังเคราะห์ ลดเวลา และที่สำคัญคือลดค่าใช้จ่ายในเรื่องต้นทุนการผลิตและพลังงาน

## 1.2 ทฤษฎีและหลักการ

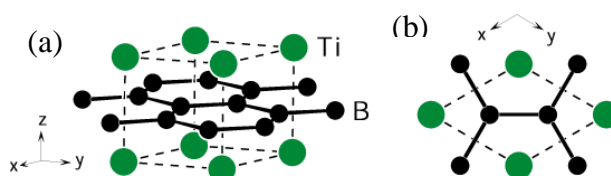
### 1.2.1 หลักการของวัสดุผสม

**เหล็กอะลูมิไนต์ (Iron aluminide :  $Fe_3Al$ )** โครงสร้างของ  $Fe_3Al$  เป็นแบบ BCC ดังแสดงในรูปที่ 1 จะถูกใช้ในงานที่มีการออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง และการต้านทานความร้อน  $Fe_3Al$  เป็นวัสดุที่มีราคาถูก ทนการกัดกร่อนโดยการสร้างฟิล์ม  $Al_2O_3$   $Fe_3Al$  เป็นวัสดุที่มีความเหนียวมาก สมบัติเหล่านี้ทำให้เป็นวัสดุที่ดีที่สุดเพื่อการประยุกต์ใช้สำหรับงานบางอย่างแม้จะมีต้นทุนสูงขึ้นเล็กน้อย สมบัติและประโยชน์ของ  $Fe_3Al$  มีความต้านทานแรงดึงสูงมาก ความหนาแน่นต่ำกว่าเหล็กกล้าไร้สนิม ความต้านทานต่อการออกซิเดชันได้ถึง  $1200^{\circ}C$  ความต้านทานต่อปฏิกิริยาซัลไฟด์ (sulfidation) ดีที่อุณหภูมิสูง ต้านทานออกซิเดชันได้อย่างดีเยี่ยมในเกลือเหลว การใช้งานทั่วไปของ  $Fe_3Al$  เช่น ใช้เป็นส่วนประกอบชิ้นส่วนยานยนต์ในสภาพแวดล้อมที่มีการออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 1.1 แบบจำลอง (a) แบบจำลองโครงสร้างของ  $Fe_3Al$  และ (b) แบบจำลองโครงสร้างแบบ BCC  $Fe_3Al$  (<http://www.reade.com>) สืบค้นเมื่อ 10 ตุลาคม 2553

**ไทเทเนียมไดโบไรด์ (Titanium Diboride:  $TiB_2$ )** เป็นสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic compound) ระหว่างไทเทเนียม (Ti) กับโบรอน (B) มีโครงสร้างผลึกหกด้านดังรูปที่ 1.2 สมบัติที่สำคัญของ  $TiB_2$  ที่เห็นได้ชัดเจนและมีประโยชน์ในการนำมาใช้งาน คือ มีจุดหลอมเหลวและมีความแข็งสูงเหมาะสำหรับใช้ทำแผ่นเกราะสำหรับยานยนต์หุ้มเกราะหรือแผ่นเกราะสำหรับกำแพงของฐานที่ตั้งทหารภาคพื้นดิน เป็นวัสดุทนไฟ มีความแข็งแรงสูง ทนต่อการกัดกร่อนสูง มีความต้านทานออกซิเดชันได้ถึง  $1000^{\circ}C$  และเป็นสารที่เติมเข้าไปเพื่อยับยั้งขบวนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันในการหลอมเหลวโลหะกับโลหะผสมซึ่งมีคุณสมบัติเด่นทางด้านกายภาพและทางด้านเคมีหลายประการดังแสดงในตารางที่ 1.1

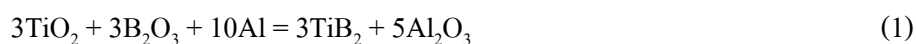


**รูปที่ 1.2** แบบจำลอง (a) โครงสร้างผลึกของ  $TiB_2$  และ (b) ลักษณะผลึกแบบ hexagonal ของ  $TiB_2$  (<http://www.reade.com>) สืบค้นเมื่อ 13 ตุลาคม 2553

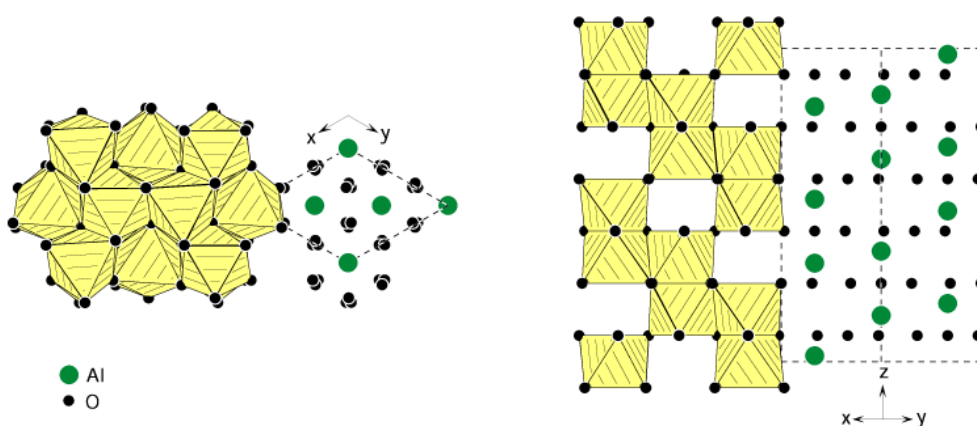
**ตารางที่ 1.1** สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ  $TiB_2$  (<http://th.wikipedia.org/wiki>) สืบค้นเมื่อ 17 ตุลาคม 2553

Property	Value
Molecular weight (g/mol.)	69.54
Theoretical density (g/cm <sup>3</sup> )	4.52
Poisson's ratio @ 20°C	0.108
Specific heat @20°C	617
Melting point (°C)	~2980
Friction coefficient @ 500°C	0.9
Friction coefficient @ 500°C	0.25
Thermal conductivity (W/m.K)	25
Hardness (kg/mm <sup>2</sup> )	1800 - 2700
Fracture toughness (MPa.m <sup>-1/2</sup> )	5 - 7
Crystallography	hexagonal
Color	gray to dark gray

ดังนั้นจึงนิยมใช้ผง  $TiB_2$  เป็นสารตัวเติมในวัสดุชนิดอื่นเช่น อะลูมิเนียม โดยสังเคราะห์  $TiB_2$  และ  $Al_2O_3$  จากกระบวนการ SHS (Self-propagating high temperature synthesis) สารตั้งต้น  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และผง Al ดังสมการที่ 1 ซึ่งจะทำให้วัสดุที่ด้านทานการออกซิเดชันดีขึ้น



อะลูมินา (Alumina :  $Al_2O_3$ ) มีชื่อทางเคมีว่า อะลูมิเนียมออกไซด์ สูตรทางเคมีคือ  $Al_2O_3$  มีโครงสร้างผลึกแปดด้านดังรูปที่ 1.3 พบในธรรมชาติในรูปของแร่คอร์ันดัม (Corundum) โดยปกติจะมีสีขาวหรือไม่มีสี แต่หากมีสิ่งเจือปนในโครงสร้าง ของอะลูมินาเล็กน้อย จะทำให้เกิดสีต่าง ๆ ทำให้มีความสวยงามมาก โครงสร้างของ  $Al_2O_3$  ประกอบด้วยพันธะระหว่างอะลูมิเนียมกับออกซิเจนที่มีความแข็งแรงมาก การทำลายพันธะดังกล่าว ต้องใช้พลังงานสูง ทำให้  $Al_2O_3$  มีความแข็งแรง โดยวัสดุธรรมชาติที่แข็งแรงมากกว่า  $Al_2O_3$  มีเพียงเพชรเท่านั้น นอกจากนั้นแล้ว  $Al_2O_3$  ยังทนความร้อนและการกัดกร่อนจากสารเคมีชนิดต่างๆ ได้ดียิ่งและมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีอีกด้วย ประโยชน์ของอะลูมินามีมากมาย นอกจากจะใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์เซรามิกเพื่อให้เกิดความแข็งแรง มากขึ้นแล้วยังสามารถนำไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์หลายชนิด เช่น ใช้ทำวัสดุทนไฟในเตาเผาและเตาหลอม วัสดุขัดถู ลูกบิดและผนังกรูหม้ออบสำหรับอุตสาหกรรมสมบัติบางประการถูกแสดงไว้ในตารางที่ 1.2



รูปที่ 1.3 โครงสร้างผลึกแบบ Octahedra ของ  $\alpha$ - $Al_2O_3$  (<http://www.hardmaterials.de/html/alpha-al2o3.html>) สืบค้นเมื่อ 8 พฤศจิกายน 2553



ตารางที่ 1.2 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (<http://th.wikipedia.org/wiki>) สืบค้นเมื่อ 17 ตุลาคม 2553

Properties	Value
Molecular formula	$\text{Al}_2\text{O}_3$
Molar mass	101.96 g/mol
Density	$3.97 \text{ g cm}^{-3}$ , solid
Melting point	2054 °C
Boiling point	2980 °C
Structure	
Coordination geometry	octahedral
Thermochemistry	
Std enthalpy of formation $\Delta_f H^\circ_{298}$	$-1675.7 \text{ kJ mol}^{-1}$
Standard molar entropy $S^\circ_{298}$	$50.92 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

### 1.2.2 การสังเคราะห์โดยการเผาไหม้ (Combustion synthesis)

แนวทางการสังเคราะห์วัสดุโดยการเผาไหม้ อาศัยปฏิกิริยาคายความร้อนสูง ปฏิกิริยาดังกล่าวจะมีพลังงานแอกติเวชัน (Activation energy) สูง และสามารถสร้างความร้อนจากปฏิกิริยาในปริมาณที่สูงด้วยเมื่อปฏิกิริยาได้ถูกเริ่มต้นขึ้น โดยการป้อนพลังงานจากภายนอกอย่างรวดเร็ว ความร้อนที่ถูกปลดปล่อยออกจากปฏิกิริยา มีเพียงพอที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องได้ด้วยตัวเอง ตัวทำปฏิกิริยาจึงถูกทำให้ร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว ( $10^3$  ถึง  $10^6 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ ) ไปสู่อุณหภูมิที่สูงมาก ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วจนอยู่ในสถานะเสมือนของปฏิกิริยาแอดิยาเบติก (Pseudo-adiabatic) นั่นคือ พลังงานที่ปลดปล่อยออกจากปฏิกิริยาคายความร้อนทั้งหมดถูกใช้ไปกับการทำความร้อนให้กับตัวอย่าง (สุธรรม 2552)

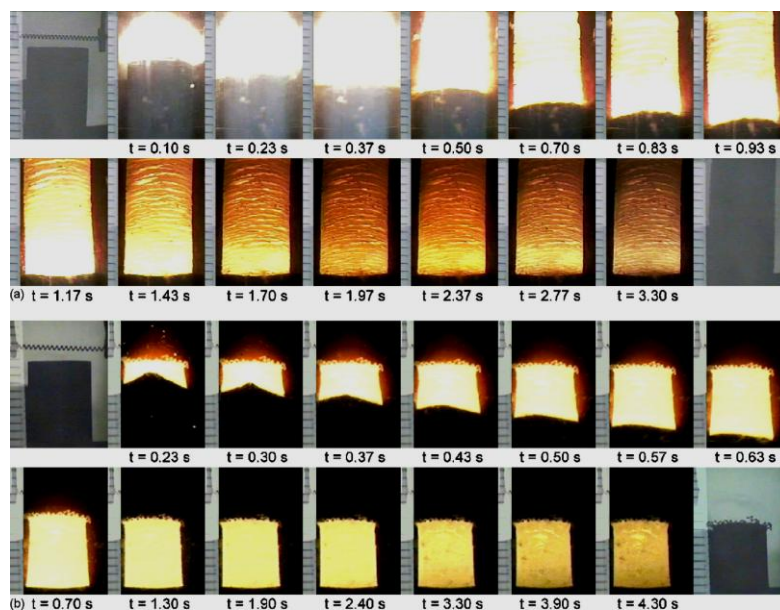
การสังเคราะห์โดยการเผาไหม้สามารถทำได้ 2 วิธี นั่นคือ โดยวิธีการแผ่ด้วยตัวเอง (Self-propagating mode) และวิธีการเผาไหม้พร้อมกัน (Simultaneous combustion mode) โดยที่ในสถานะความเป็นจริงแล้ว ปฏิกิริยาในการสังเคราะห์โดยการเผาไหม้จะอยู่ระหว่างวิธีทั้ง 2

### 1.2.2.1 ปฏิกิริยาก้าวหน้าที่ด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง

กระบวนการก้าวหน้าที่ด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high temperature synthesis) กระบวนการ SHS จะเกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาของผงวัสดุอัดแน่นที่ประกอบไปด้วยสารตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป โดยที่มีการจุดระเบิด ผงวัสดุอัดที่ปลายด้านหนึ่ง แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนที่เพียงพอต่อการเผาไหม้ขยายและลุกลามต่อไปทั้งชิ้นงาน ซึ่งความร้อนของปฏิกิริยามีผลมาจากค่าความแตกต่างปริมาณมากของเอนทัลปี (Enthalpy) ของตัวทำปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์

กระบวนการ SHS เริ่มต้นที่อุณหภูมิของสารตั้งต้น  $T_0$  ถูกให้ความร้อนอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิการจุดระเบิด  $T_{\text{ign}}$  ซึ่งก็คือจุดที่กระบวนการไม่ต้องการพลังงานเพิ่มเติมในการทำปฏิกิริยาแต่ไคนetikของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากโดยอุณหภูมิทางทฤษฎีสูงสุดของปฏิกิริยาหรือเรียกว่า อุณหภูมิแอดิเยแบติก ( $T_{\text{ad}}$ ) เกิดขึ้นภายใต้สมมติฐานการไม่สูญเสียความร้อนของปฏิกิริยาสู่สิ่งแวดล้อม ทำให้ในความเป็นจริงค่าอุณหภูมิสูงสุดของปฏิกิริยา  $T_c$  จะมีค่าต่ำกว่า  $T_{\text{ad}}$  เสมอ โดยปกติการเตรียมผงอัดของสารตั้งต้นจะกระทำภายใต้อุณหภูมิต่ำกว่า  $T_0$  ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิต่างๆนี้กับเวลาได้แสดงไว้ในรูปที่ 1.5

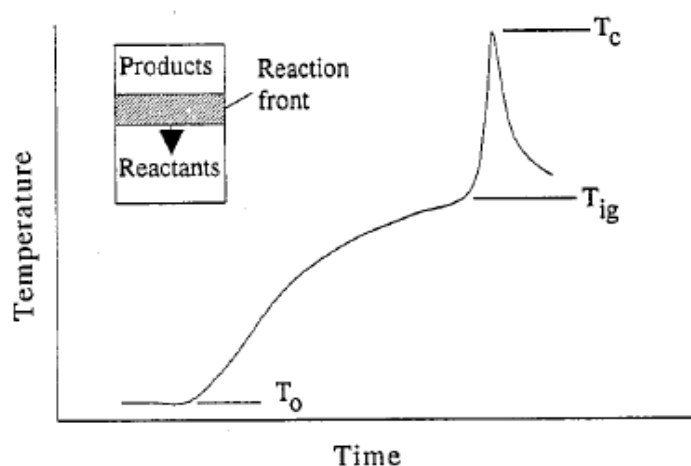
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องได้เองที่อุณหภูมิ (Self-propagating high temperature synthesis (SHS) reaction) คล้ายกับการแตกตัวของพลูเพราะว่ามันเกิดอย่างต่อเนื่องเหมือนคลื่น ซึ่งเคลื่อนจากจุดเริ่มต้นไปด้วยความเร็วแบบเดียวกันตลอด (Uniform speed) ปฏิกิริยาเคมีส่วนใหญ่เกิดขึ้นในช่วงสั้นๆ ในบริเวณหลอมตัว (Molten zone) มีลักษณะเป็นคลื่น และมีผลให้อุณหภูมิสูงขึ้นถึง  $2000^\circ\text{C}$  ความร้อนที่สูง ส่งผ่านไปยังวัสดุใช้เวลาเพียงเสี้ยววินาทีและไม่จำเป็นต้องใช้ความร้อนจากภายนอกเพื่อขับเคลื่อนกระบวนการนี้สุดท้ายยังได้ผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างตามแบบดังรูปที่ 1.4 ตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS แสดงไว้ในตารางที่ 1.3



รูปที่ 1.4 แสดงลักษณะการเผาไหม้ของสารในระบบ SHS (a)  $10\text{Ti} + \text{B}_4\text{C} + 7\text{C}$  และ (b)  $3\text{Ti} + \text{B}_4\text{C} + 0.75\text{Ni}$  (C.L. Yeh and Y.L. Chen, 2008)

การคำนวณค่า  $T_{ad}$  ภายใต้สภาวะแอเดียแบติก สามารถคำนวณได้จากสมการความสัมพันธ์ของเอนทัลปีของการก่อรูป (Enthalpy of formation:  $\Delta H_T^\circ$ ) ของสารประกอบ ดังแสดงในสมการที่ 2

$$-\Delta H_T^\circ = H_{T_{ad}} - H_T = \int_T^{T_{ad}} nC_p dT \quad (2)$$



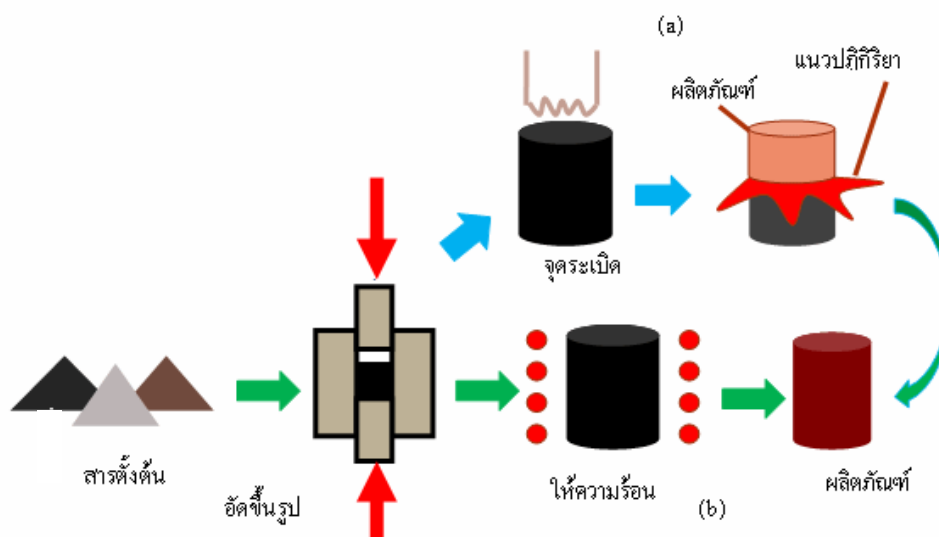
รูปที่ 1.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาสำหรับกระบวนการ SHS (Moore et al. 1995)

ตารางที่ 1.3 ตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ SHS ([www.ism.ac.ru/handbook/shsf.htm](http://www.ism.ac.ru/handbook/shsf.htm)) สืบค้นเมื่อ 7 พฤศจิกายน 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

### 1.2.2.2 กระบวนการเผาไหม้พร้อมกัน

กระบวนการเผาไหม้พร้อมกันหรือสามารถเรียกได้อีกอย่างว่า การระเบิดทางความร้อน (Thermal explosion : TE) หลังจากซึ่งงานตัวอย่างทั้งชิ้นถูกให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิจุดระเบิด (Ignition temperature :  $T_{ig}$ ) ปฏิกิริยาเกิดขึ้นพร้อมกันผ่านส่วนผสมของตัวทำปฏิกิริยา ดังรูปที่ 1.6 เส้นทาง (b)



รูปที่ 1.6 ขั้นตอนกระบวนการวิธีการเผารเผาไหม้ (เส้นทาง a) และ (เส้นทาง b) วิธีการเผาไหม้พร้อมกัน (สุธรรม 2552)

การสังเคราะห์ด้วยการเผาไหม้ เป็นวิธีการที่ถูกนำไปใช้สังเคราะห์วัสดุที่สำคัญในอุตสาหกรรมหลายชนิดเช่น โลหะบอไรด์ คาร์ไบด์ ซิลิไซด์ คัลโคจีไนต์ ไนไตรด์ หรือไฮไดรด์ รวมทั้งอัลลอยด์และวัสดุผสมต่างๆ หรือซีเมนต์คาร์ไบด์ เมื่อเปรียบเทียบวิธีนี้กับวิธีทางเซรามิกอื่นๆ จะพบว่า มีข้อได้เปรียบดังนี้

- ต้องการใช้พลังงานน้อยกว่า
- ระยะเวลาปฏิกิริยาที่สั้น ทำให้อุณหภูมิในการปฏิบัติงานต่ำ รวมทั้งประหยัดเวลาและต้นทุน
- เครื่องมือที่ใช้ราคาไม่แพง
- สามารถสังเคราะห์วัสดุอนินทรีย์ และขึ้นรูปตามที่ต้องการภายในขั้นตอนเดียว จากการใช้ประโยชน์จากพลังงานเคมีของปฏิกิริยา
- อุณหภูมิของปฏิกิริยาที่สูง ทำให้ขับไล่สารปนเปื้อนที่ระเหยได้ออกไปจากระบบ ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ขึ้น
- การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่สูง และอัตราการเย็นตัวที่เร็ว สามารถทำให้เกิดสารที่ไม่อยู่ในสภาวะสมดุลได้

### 1.2.3 การให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ (Induction heating)

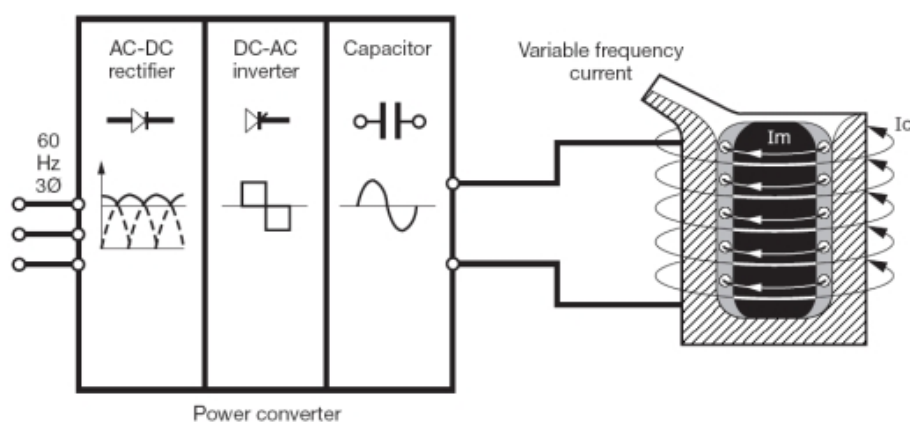
การให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำเป็นการให้ความร้อนอย่างมีประสิทธิภาพโดยใช้การถ่ายเทพลังงานผ่านสนามแม่เหล็กทำให้เกิดการเหนี่ยวนำทางไฟฟ้าและเกิดความร้อนขึ้นในโลหะ โดยสามารถใช้กับกระบวนการให้ความร้อนลักษณะต่างๆในอุตสาหกรรมโลหะ ได้แก่ การให้ความร้อนโลหะทั้งชิ้น การให้ความร้อนเฉพาะผิวโลหะ และการหลอมโลหะ

การให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำอาศัยหลักการเดียวกับหม้อแปลงไฟฟ้าโดยใช้ไฟฟ้ากระแสสลับไหลผ่านขดลวดก่อให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น ความร้อนที่เกิดขึ้นในชิ้นโลหะเกิดจากการเสียดสีของโมเลกุลเนื่องจากความต้านทานสนามแม่เหล็กของชิ้นโลหะ (Reluctance) และเกิดจากกระแสไฟฟ้าไหลวนจากการเหนี่ยวนำของสนามแม่เหล็กในชิ้นโลหะ (Eddy current)

### 1.2.3.1 ส่วนประกอบของเตาให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ

#### ส่วนจ่ายกำลังไฟฟ้า (Power supply)

ในส่วนนี้เป็นวงจรอิเล็กทรอนิกส์กำลังซึ่งทำหน้าที่แปลงไฟฟ้ากระแสสลับความถี่ 50 Hz เป็นไฟฟ้ากระแสสลับที่ความถี่ที่ต้องการ เพื่อป้อนเข้ากับขดลวดเหนี่ยวนำเพื่อให้ความร้อนหรือหลอมโลหะดังรูปที่ 1.7



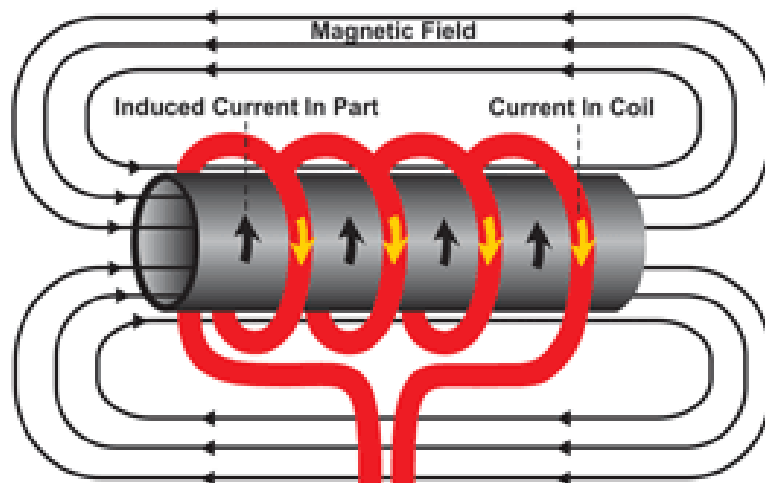
รูปที่ 1.7 วงจรจ่ายกำลังไฟฟ้า (<http://www2.dede.go.th>) สืบค้นเมื่อ 27 เมษายน 2552

ในทางปฏิบัติลักษณะงานที่แตกต่างกันก็มีความต้องการค่าความลึกผิวและกำลังไฟฟ้าที่แตกต่างกัน เช่น การชุบแข็งที่ผิวชิ้นงานจะต้องการค่าความลึกผิวที่ต่ำจึงต้องใช้ความถี่ที่สูงทำให้มีค่าความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าที่สูง ส่วนในงานประเภทการให้ความร้อนสำหรับการทูนขึ้นรูปโลหะจะต้องการค่าความลึกผิวที่ค่อนข้างสูง ความถี่การทำงานจึงต่ำกว่า เป็นต้น ความถี่การทำงานและระดับกำลังขาออกของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำแต่ละแบบนี้ขึ้นกับแหล่งกำเนิดไฟสลับที่จ่ายให้กับเครื่อง และยังขึ้นกับอุปกรณ์ที่ใช้ในวงจร รวมทั้งแสดงควมถี่กับการประยุกต์ใช้งานในแต่ละช่วงด้วย

#### ขดลวดเหนี่ยวนำ (Induction coil)

ขดลวดเหนี่ยวนำทำด้วยลวดตัวนำไฟฟ้า เช่น ทองแดง เมื่อมีกระแสไหลผ่านจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้นและทำให้เกิดการเหนี่ยวนำในชิ้นงานโลหะเกิดเป็นพลังงานความร้อนดัง

รูปที่ 1.8 และเนื่องจากกระแสที่ป้อนให้กับขดเหนี่ยวนำมักจะมีปริมาณที่สูงมาก จึงต้องมีระบบระบายความร้อนด้วยน้ำภายในขดลวดเหนี่ยวนำเพื่อลดกำลังสูญเสีย รูปแบบของขดลวดเหนี่ยวนำจะแตกต่างกันตามลักษณะของวัสดุที่ต้องการให้ความร้อน ส่วนในการหลอมโลหะจะติดตั้งขดลวดเหนี่ยวนำในลักษณะเดียวกันพันรอบเบ้าหลอม



รูปที่ 1.8 ขดลวดเหนี่ยวนำ (<http://www2.dede.go.th>) สืบค้นเมื่อ 27 เมษายน 2552

### หลักการเกิดความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ

ในระบบการให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำนั้นความร้อนที่เกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำในชิ้นงานโลหะนั้นมาจากองค์ประกอบสองส่วนหลักๆ คือ

- การเกิดความร้อนจากกระแสไหลวนในชิ้นโลหะ สนามแม่เหล็กจากขดลวดเหนี่ยวนำจะทำให้เกิดการเหนี่ยวนำและกระแสไฟฟ้าไหลวน (Eddy current) ในทิศทางตรงกันข้ามกับสนามแม่เหล็กในชิ้นโลหะทำให้เกิดเป็นพลังงานความร้อน

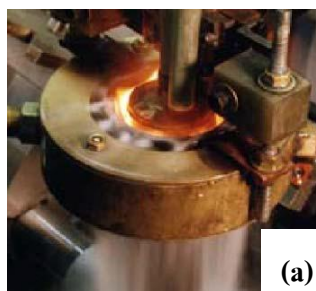
- การเกิดความร้อนจากความต้านทานของสนามแม่เหล็กสนามแม่เหล็กที่สร้างจากขดลวดเหนี่ยวนำจะมีทิศทางของขั้วที่สลับไปมาตามทิศทางของไฟฟ้ากระแสสลับ ซึ่งโมเลกุลภายในชิ้นงานโลหะจะเกิดการเคลื่อนที่ตามทิศทางของขั้วที่เปลี่ยนไปมานี้ทำให้เกิดการเสียดสีและเกิดความร้อน อย่างไรก็ตามการเกิดความร้อนจากความต้านทานของสนามแม่เหล็กจะเกิดเฉพาะโลหะที่มีคุณสมบัติเป็นสารแม่เหล็กเท่านั้น

## การประยุกต์ใช้งานเทคโนโลยี

สภาพที่เหมาะสมในการใช้งานการให้ความร้อนกับชิ้นงานโลหะ โดยการเหนี่ยวนำนั้นสามารถทำได้ทั้งแบบที่ให้ความร้อนแก่ชิ้นงานทั้งชิ้นและแบบที่ให้ความร้อนกับชิ้นงานเฉพาะส่วน โดยมีหลักการทำงานที่แตกต่างกันไป ดังนี้

### การให้ความร้อนแก่โลหะทั้งชิ้น

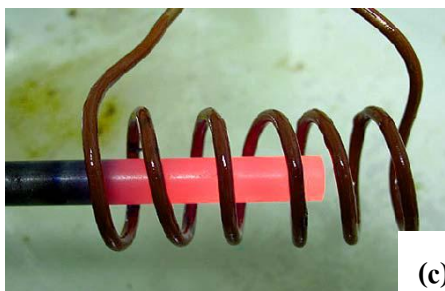
ชิ้นงานที่เป็น โลหะจะถูกป้อนผ่านขดลวดเหนี่ยวนำซึ่งทำงานโดยใช้ไฟฟ้ากระแสสลับเพื่อสร้างสนามแม่เหล็กให้เกิดการเหนี่ยวนำทางไฟฟ้าภายในชิ้นโลหะทำให้เกิดความร้อนอย่างทั่วถึงทั้งชิ้นงานตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานการให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำกับการให้ความร้อนและปรับสภาพชิ้นงาน โลหะทั้งชิ้นดังรูปที่ 1.9 ได้แก่ การชุบแข็งโลหะ การอบอ่อนโลหะ และการให้ความร้อนสำหรับขึ้นรูป เป็นต้น



(a)



(b)



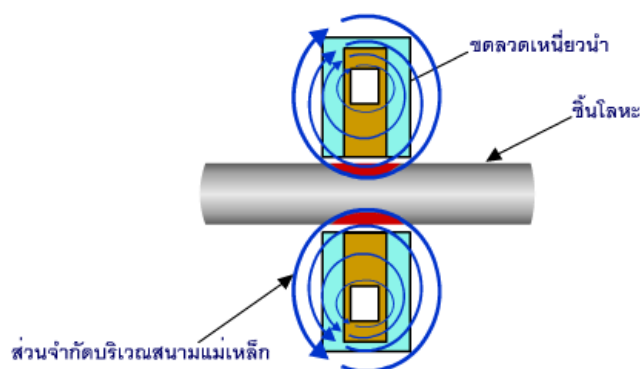
(c)

**รูปที่ 1.9** การให้ความร้อนแก่โลหะทั้งชิ้น (a) การให้ความร้อนเพื่อชุบแข็งโลหะ (b) การให้ความร้อนเพื่อการอบอ่อนและ (c) การให้ความร้อนสำหรับขึ้นรูปชิ้นงาน (<http://www2.dede.go.th>) สืบค้นเมื่อ 27 เมษายน 2552



## การให้ความร้อนเฉพาะส่วน

การให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำสามารถให้ความร้อนบริเวณผิวของโลหะได้โดยตรงอย่างมีประสิทธิภาพ โดยมีพลังงานเพียงส่วนน้อยที่สูญเสียเป็นความร้อนในส่วนอื่นๆของชิ้นงาน และยังสามารถควบคุมระดับอุณหภูมิของชิ้นงานในระดับความลึกที่ต้องการได้ ขดลวดเหนี่ยวนำที่ออกแบบสำหรับการให้ความร้อนเฉพาะส่วน ดังรูปที่ 1.10 จะประกอบไปด้วยส่วนจำกัดบริเวณของสนามแม่เหล็กเพื่อให้สนามแม่เหล็กเกิดขึ้นเฉพาะบางส่วนของชิ้นงานโลหะที่ต้องการให้ความร้อน



รูปที่ 1.10 การจำกัดให้สนามแม่เหล็กเกิดขึ้นเฉพาะส่วน (<http://www2.dede.go.th>) สืบค้นเมื่อ 27 เมษายน 2552

## ปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดความร้อนในชิ้นโลหะ

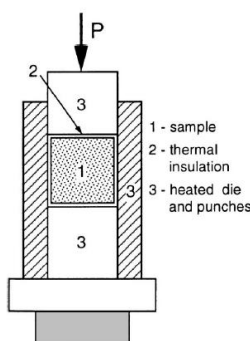
ความร้อนที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน โลหะที่เราต้องการให้ความร้อนจะขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ได้แก่

- ขนาดกำลังไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนโดยการเหนี่ยวนำ โดยมีขนาดตั้งแต่วัดระดับกิโลวัตต์จนถึงระดับหลายเมกกะวัตต์
- ค่าความต้านทานสนามแม่เหล็ก (Reluctance) และค่าความต้านทานไฟฟ้า (Resistance) ของชิ้นงานโลหะ
- ลักษณะรูปร่างของขดลวดและชิ้นงาน

- ความถี่ของกระแสไฟฟ้าที่ป้อนเข้าขดลวดเหนี่ยวนำ โดยอยู่ในช่วงตั้งแต่ 50 Hz ไปจนถึงระดับหลายร้อย kHz
- กระแสไฟฟ้าที่มีความถี่ต่ำจะทำให้เกิดการเหนี่ยวนำและความร้อนในระดับลึกเข้าไปในเนื้อวัสดุ ใช้กับกระบวนการ เช่น การหลอมโลหะ การให้ความร้อนสำหรับการตีขึ้นรูป เป็นต้น
- กระแสไฟฟ้าที่มีความถี่สูงจะทำให้เกิดการเหนี่ยวนำและความร้อนในระดับตื้นจากผิววัสดุ ใช้กับกระบวนการ เช่น การอบผิวโลหะ การอบให้ความร้อนขึ้นโลหะขนาดเล็ก เป็นต้น

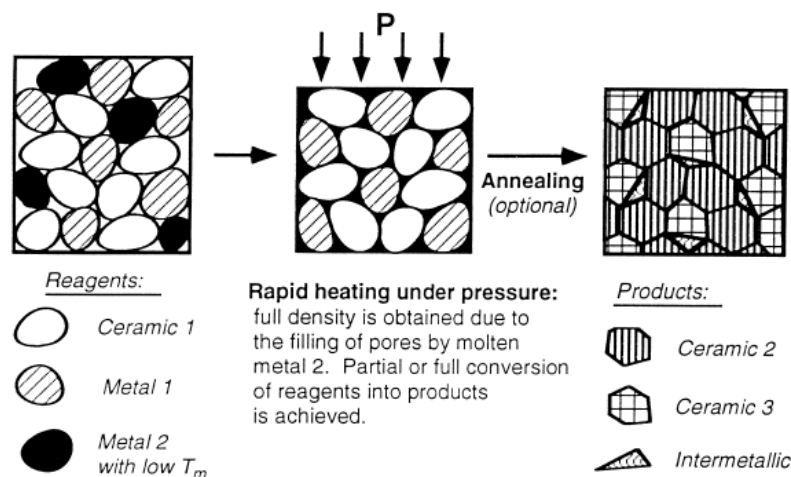
### 1.3 การตรวจสอบเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องเพื่อเป็นแนวทางในการสังเคราะห์และการทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกันของวัสดุผสม  $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$  เป็นการศึกษาเกี่ยวกับงานด้านเทคนิคกระบวนการสังเคราะห์และอัดแน่นในขณะเดียวกัน ขั้นตอนกระบวนการทดลอง ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ และความแข็งของชิ้นงานเป็นดังต่อไปนี้ E.Y. Gutmanas และ I. Gotman (1999) ได้ทำการศึกษาการแน่นตัวของเซรามิกที่อุณหภูมิสูงโดยกระบวนการระเบิดทางความร้อน (TE) ภายใต้แรงกดดังรูปที่ 1.11 สารตั้งต้นที่ใช้คือ ผง  $Ti-B_2C$   $TiBN$   $Ti-Al-BN$   $TiSiC$   $Ti-B_6Si$  และ  $Al-TiO_2$  ที่ผสมกับไม่ผสมผง  $Ni$  ทั้งสองปฏิกิริยาสังเคราะห์โดยกระบวนการระเบิดทางความร้อน/TE (SHS) ภายใต้แรง กดเมื่อผสมสารและอัดแล้วให้ความร้อนอย่างรวดเร็วผ่านไปยังแม่พิมพ์ก่อน (Preheated die) จากนั้นให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิการจุดระเบิดและตามด้วยกระบวนการคือปฏิกิริยา Hot pressing (RHP)



รูปที่ 1.11 ภาพเครื่องมือของกระบวนการ Thermal explosion (TE) ภายใต้แรงในการให้ความร้อนแก่แม่พิมพ์ (E.Y. Gutmanas and I. Gotman (1999))

จากการทดลองพบว่าปฏิกิริยาที่มีการเติม Al หรือ Ni จะเกิดการแทรกซึมอย่างรวดเร็ว (Short distance infiltration: SDI) ดังแสดงในรูปที่ 1.12 เนื่องจาก Al หรือ Ni มีอุณหภูมิการจุดระเบิดต่ำซึ่งน้อยกว่าอุณหภูมิการหลอมเหลว ( $T_m$ ) และทำได้โดยไม่ต้องมีการให้ความร้อนกับแม่พิมพ์ก่อนและใช้แรงกดอัดที่น้อยกว่า



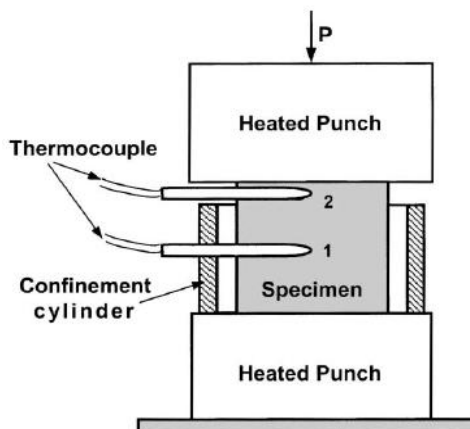
รูปที่ 1.12 กลไกการแทรกซึมอย่างรวดเร็ว (Short distance infiltration: SDI) (E.Y. Gutmanas and I. Gotman (1999))

จากการศึกษาทั้งสองวิธีถือว่าประสบความสำเร็จทางด้านความหนาแน่นของวัสดุตั้งผลสรุปที่ได้จากตารางที่ 1.4 ถือว่าความหนาแน่นที่ได้ประมาณร้อยละ 99

ตารางที่ 1.4 กระบวนการ ความหนาแน่น และเฟสของวัสดุผสมที่ได้จากการสังเคราะห์ (E.Y. Gutmanas and I. Gotman (1999))

Starting blend	Processing route	Phase composition of synthesized material	Density (% TD)	$K_{1c}^a$ (MPa $\sqrt{m}$ )
B <sub>4</sub> C-3Ti	TE, 150 MPa, 1000°C	TiB <sub>2</sub> , TiC	~99	6-8
B <sub>4</sub> C-3Ti-0.95Ni	SDI-TE, 50 MPa, 1000°C	TiB <sub>2</sub> , TiC, Ni	~99	10-8
B <sub>4</sub> C-3Ti-0.95Ni+0.3TiB <sub>2</sub>	SDI-TE, 50 MPa, 1000°C	TiB <sub>2</sub> , TiC, Ni	~99	9-8
B <sub>4</sub> C-3Ti-0.95Ni+2TiB <sub>2</sub>	SDI-TE, 50 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiC	~97	8-4
2BN-3Ti	TE, 50 MPa, 1250°C	TiB <sub>2</sub> , TiN	~99	—
2BN-3Ti-0.95Ni	SDI-TE, 50 MPa, 1000°C	TiB <sub>2</sub> , TiN, Ni	~99	19-4
2BN-3Ti-0.95Ni+0.3TiN <sub>2</sub>	SDI-TE, 50 MPa, 1050°C	TiB <sub>2</sub> , TiN, (Ni-Ni <sub>3</sub> Ti)?	~99	14-2
2BN-3Ti-0.95Ni+1TiB <sub>2</sub>	SDI-TE, 50 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiN, NiTi?, Ni <sub>3</sub> Ti?	~98	8-6
6BN-3Ti-6Al	SDI, 50 MPa, 900°C	Al <sub>3</sub> Ti, Ti, BN	~99	—
6BN-3Ti-6Al	SDI-TE, 50 MPa, 1250°C	TiB <sub>2</sub> , AlN, Ti <sub>3</sub> Al	~99	—
3SiC-8Ti	TE, 100 MPa, 1100°C	TiC, Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> , Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub>	~99	7-3
3SiC-8Ti-2.53Ni	SDI-TE, 50 MPa, 1000°C	TiC, Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> , Ni <sub>16</sub> Si <sub>7</sub> Ti <sub>6</sub>	~99	6-8
3Ti-Si-2C	TE, 100 MPa, 1100°C	Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> , TiC, Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> , Ti	~99	—
3TiO <sub>2</sub> -7Al	SDI-TE, 100 MPa, 800°C	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiAl, TiAl <sub>3</sub> , Ti <sub>3</sub> Al	~99	—
6B <sub>6</sub> Si-14Ti	TE, 100 MPa, 1000°C	TiB <sub>2</sub> , Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub>	~99	—
B <sub>4</sub> C-3Ti	RHP, 150 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiC, TiO <sub>2</sub>	~95	5-9
B <sub>4</sub> C-3Ti-1.5Ni	RHP, 150 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiC, Ni <sub>3</sub> B	~99	6-8
2BN-3Ti	RHP, 150 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiN, Ti <sub>2</sub> N, TiB	~99	6-4
2BN-3Ti-1.5Ni	RHP, 150 MPa, 1100°C	TiB <sub>2</sub> , TiN, Ni <sub>3</sub> Ti, TiB	~99	7-8
3SiC-8Ti	RHP, 150 MPa, 1100°C	TiC, Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub>	~99	—
3TiO <sub>2</sub> -7Al	RHP, 100 MPa, 800°C	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiAl, TiAl <sub>3</sub> , TiO	~99	—

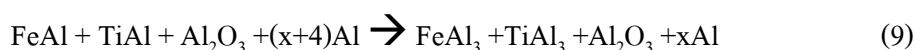
D. Horvitz และคณะ (2002) ได้ทำการศึกษากระบวนการแน่นตัวในขณะการแทรกซึม (Interpenetrating) ของเฟสวัสดุผสม  $Al_2O_3$ -Ti aluminide ทำการสังเคราะห์โดยกระบวนการเผาไหม้แบบแพร่ด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง (SHS) จากการผสมของผง  $TiO_2$  ระดับนาโน และ Al ระดับไมครอน ใช้เพื่อสังเคราะห์เฟสวัสดุผสม  $Al_2O_3$ -TiAl/Ti<sub>3</sub>Al ทำโดยใช้ไหมคการเผาไหม้แบบคลื่นแพร่ด้วยตัวเองและกดอัดดังแสดงในรูปที่ 1.13 หรือใช้แรงกดอัดขณะเกิดการระเบิดทางความร้อน (TE) อุณหภูมิของตัวอย่างในการสังเคราะห์แบบเผาไหม้จะมีอุณหภูมิประมาณจุดหลอมเหลวของ Al และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของตัวอย่างที่ได้รับอิทธิพลจากการถ่ายเทความร้อนไปยังพื้นที่โดยรอบภายใต้บรรยากาศปกติ จะใช้แรงกดอัดปานกลาง (~ 50 MPa) ระหว่างเกิดการระเบิดทางความร้อนที่อุณหภูมิ 950 °C จะได้ความหนาแน่นสูงถึงร้อยละ 98



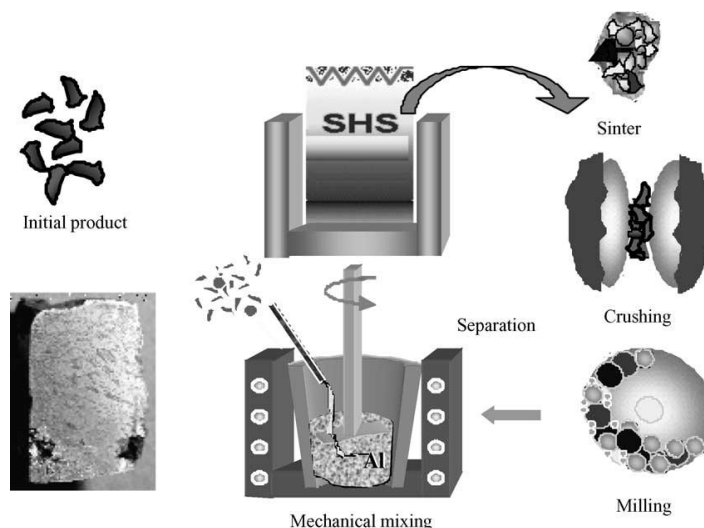
รูปที่ 1.13 ภาพเครื่องมือของปฏิกิริยา Forging-TE ภายใต้แรงกดระหว่างการให้ความร้อน (D. Horvitz และคณะ 2002)

E. Godlewska และคณะ (2003) ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุ FeAl กับ Al ร้อยละ 40 โดยเตรียมมาจากผงสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic) หลังจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ SHS ได้นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปบดและคัดขนาด และกำจัดรูพรุนโดยการขึ้นรูปร้อน คุณสมบัติที่ได้ของความหนาแน่นจะสัมพันธ์กับขนาดของเกรน

A. Dolata-Grosz และคณะ (2005) ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม Al ที่มีตัวประสาน FeAl กับ  $TiAl_3$  และส่วนเสริมแรง  $Al_2O_3$  ดังสมการ

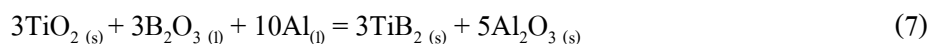


โดยใช้วิธี SHS จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการหล่อใน Al เหลวดังแสดงในรูปที่ 1.14 ผลที่ได้จะมีเฟส  $Al_2O_3$  กระจายอยู่ทั่วทั้งชิ้นงาน



รูปที่ 1.14 กระบวนการทางเทคโนโลยีของการผลิตวัสดุผสมเสริมแรงด้วยวิธีไฮบริดจ์ (A. Dolata-Grosz และคณะ 2005)

A. Anal และคณะ (2006) สังเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติของวัสดุผสมเนื้อพื้นเหล็กที่มี  $TiB_2$  เป็นตัวเสริมแรง ( $TiB_2$ -reinforced iron-based) ใช้สารตั้งต้นคือ ผง  $Fe_2O_3$ ,  $TiO_2$  และ  $B_2O_3$  ดังสมการที่ 7 และ 8



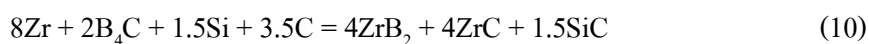
โดยใช้กระบวนการ SHS โดยจากการศึกษาจะพบ  $TiB_2$ ,  $Fe_2B$  ในวัสดุผสมส่งผลให้มีสมบัติด้านทานการสึกหรอที่ดี

R.Licheri และคณะ (2007) ได้ทำการสังเคราะห์  $BaTiO_3$  โดยกระบวนการ SHS ที่อุณหภูมิ  $1616^\circ C$  สารตั้งต้นคือ  $BaO_2$ ,  $TiO_2$  และ  $Ti$  ดังสมการที่ 9



เมื่อได้  $\text{BaTiO}_3$  ก็จะนำมาเข้าเครื่อง Ball mill เป็นเวลา 15 ชั่วโมงจะได้ขนาดผง 15 nm จากนั้นนำมาทำการอัดโดยกระบวนการ SPS ภายใต้กระแส 700 A แรงกด 40 MPa กระบวนการใช้เวลา 70-140 วินาที จะได้  $\text{BaTiO}_3$  ที่มีความหนาแน่นร้อยละ 66-99

R.Licheri และคณะ (2008) ได้ทำการศึกษาความหนาแน่นของวัสดุผสม  $\text{ZrB}_2$ - $\text{ZrC}$ - $\text{SiC}$  ดังสมการที่ 10



โดยกระบวนการมีสองขั้นตอน ขั้นตอนแรกสังเคราะห์สารโดยกระบวนการ SHS และขั้นตอนที่สองทำให้มีความหนาแน่นโดยกระบวนการ SPS ซึ่งพบว่าสารมีความหนาแน่นถึงร้อยละ 99.5 ในกระบวนการ SPS ใช้อุณหภูมิสูงสุด  $1800^\circ\text{C}$  ใช้เวลา 10 นาที ใช้แรงกด 20 MPa พบว่าสองขั้นตอนนี้เป็นเทคนิคที่ใช้เวลาสั้นและช่วยลดอุณหภูมิ ซึ่งข้อดีของ SHS/SPS เป็นเทคนิคที่ทำให้  $\text{ZrB}_2$ - $\text{ZrC}$ - $\text{SiC}$  มีความหนาแน่นมาก

C.L. Yeh และ Y.L. Chen (2008) ได้ทำการสังเคราะห์  $\text{TiC}$ - $\text{TiB}_2$  โดยวิธี SHS ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ดังรูปที่ 1.4 ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้คือ Ti และ  $\text{B}_4\text{C}$  ดังสมการที่ 11

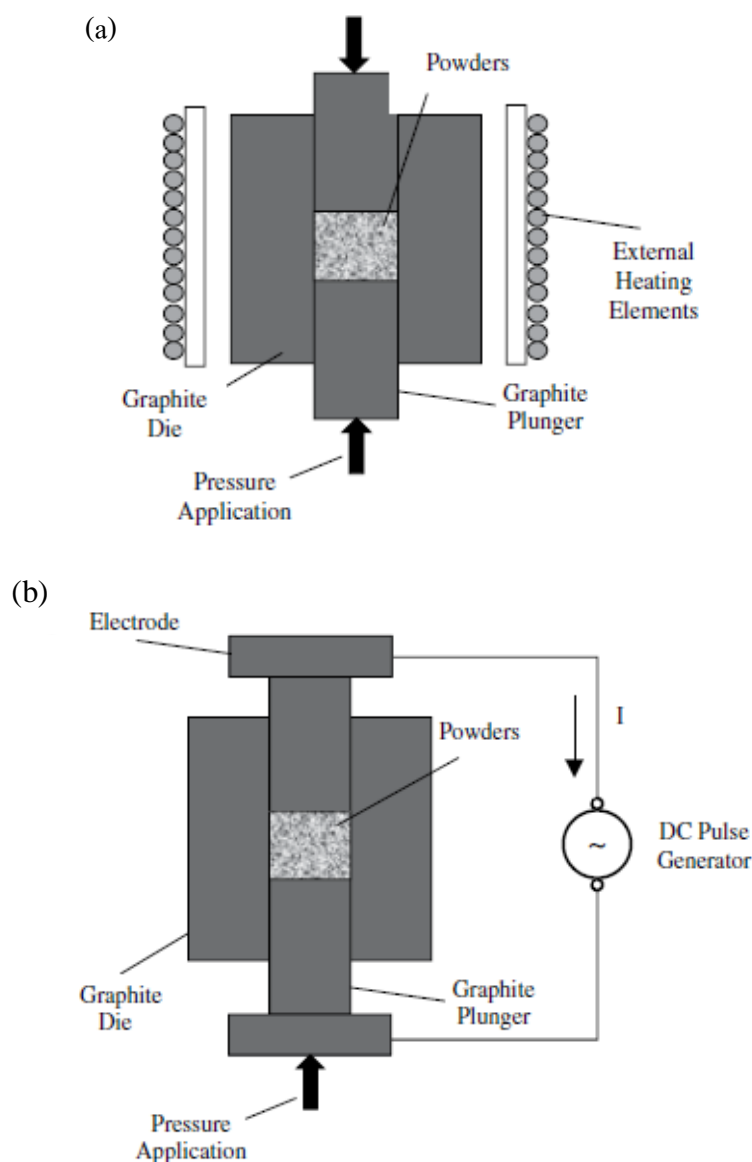


ผลที่ได้คือ ได้ผง  $\text{TiB}_2$  ร้อยละ 20- 80 โดยโมล มีรูพรุนเยอะและมีความหนาแน่นน้อยร้อยละ 30 จึงได้มีการเติมผง Ni ดังสมการที่ 12



$x = 0.16$   $0.33$   $0.53$  และ  $0.75$  ผง Ni เป็นร้อยละ 5 10 15 และ 20 พบว่าผง Ni ที่เติมลงไปส่งผลให้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 60-86

C. Musa และคณะ (2009) ได้ทำการศึกษาระหว่างกระบวนการ Hot pressing (HP) กับ Spark plasma sintering (SPS) ดังแสดงในรูปที่ 1.15 โดยใช้ผง Ti- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC ที่ได้จากกระบวนการ SHS ซึ่งจากการวิจัยในครั้งนี้ ทำให้ทราบว่าถึงแม้กระบวนการเป็นวิธีที่ต่างกันแต่ให้ผลิตภัณฑ์ที่เหมือนกันในเรื่องของความแข็ง (Vickers hardness) และ อัตราการสึกหรอ (Wear rate) แต่อย่างไรก็ตามชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการ SPS จะมีความแข็งและความต้านทานการสึกหรอที่ดีกว่า ซึ่งพบว่ากระบวนการ SPS เป็นกระบวนการที่ใช้พลังงานน้อยกว่ากระบวนการ HP และที่สำคัญกระบวนการ SPS เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและประหยัดต้นทุนเมื่อเทียบกับกระบวนการ HP



รูปที่ 1.15 แผนภาพการทดลอง (a) เทคนิค HP และ (b) เทคนิค SPS (C. Musa และคณะ 2009)

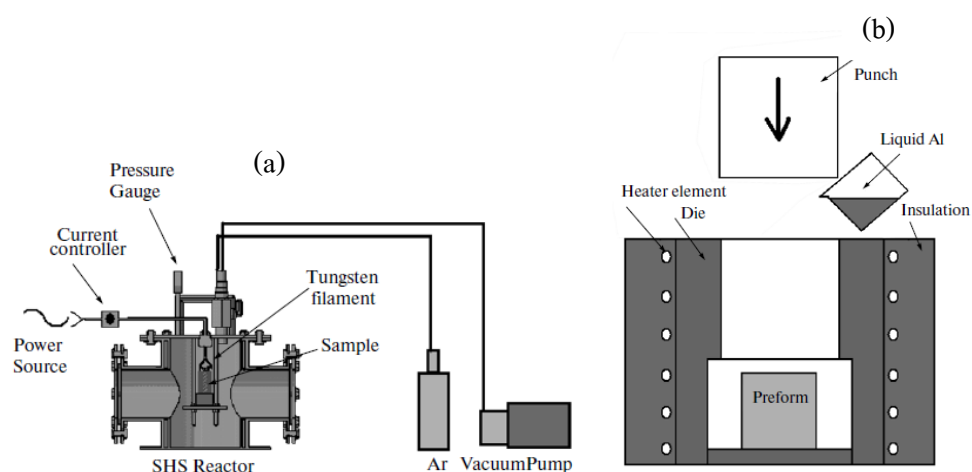
B.Li และคณะ (2010) ได้ศึกษาสมบัติของเหล็กที่ใช้  $TiB_2$ -TiC เป็นส่วนเสริมแรงในวัสดุผสม ทำการเผาผนึกโดยใช้กระบวนการ SPS ซึ่งเป็นเทคนิคใหม่พบว่าวัสดุผสมเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1050^{\circ}C$  เป็นเวลา 5 นาที ส่งผลให้วัสดุผสมมีความหนาแน่นร้อยละ 99.2 ความแข็ง 83.8 HBA มีความต้านทานการสึกหรอที่ดีเยี่ยมภายใต้ Dry sliding และ Heavy loads

S. Niyomwas (2010) ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมอะลูมิเนียมเสริมแรงด้วย  $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_xAl_y$  ที่ได้มาจากแร่โอลิเมนไนต์ โดยวิธี SHS สัดส่วนของสารตั้งต้น  $FeTiO_3$ :  $B_2O_3$ : Al คือ 1: 1: n (n= 5 6 7) ผลการทดลองพบว่า n=5 ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ  $FeAl_3$  n=6 และ 7 ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ  $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $FeAl_3$ - $Fe_3Al$  และ  $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_3Al$  โดยวัสดุผสม Al- $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_xAl_y$  ที่สร้างโดยการหล่อแบบกดอัด (Squeeze casting) ดังแสดงในรูปที่ 1.16 ความแข็งของอะลูมิเนียมหล่อผสมด้วยส่วนเสริมแรงจะสูงกว่าอะลูมิเนียมหล่อดังตารางที่ 1.5 และความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมหล่อเสริมแรงด้วย  $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_3Al$  และ Al- $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_3Al$  จะสูงกว่าอะลูมิเนียมหล่อ

ตารางที่ 1.5 แสดงค่าความแข็งอะลูมิเนียมหล่อและอะลูมิเนียมเสริมแรงด้วยวัสดุผสม

(S. Niyomwas 2010)

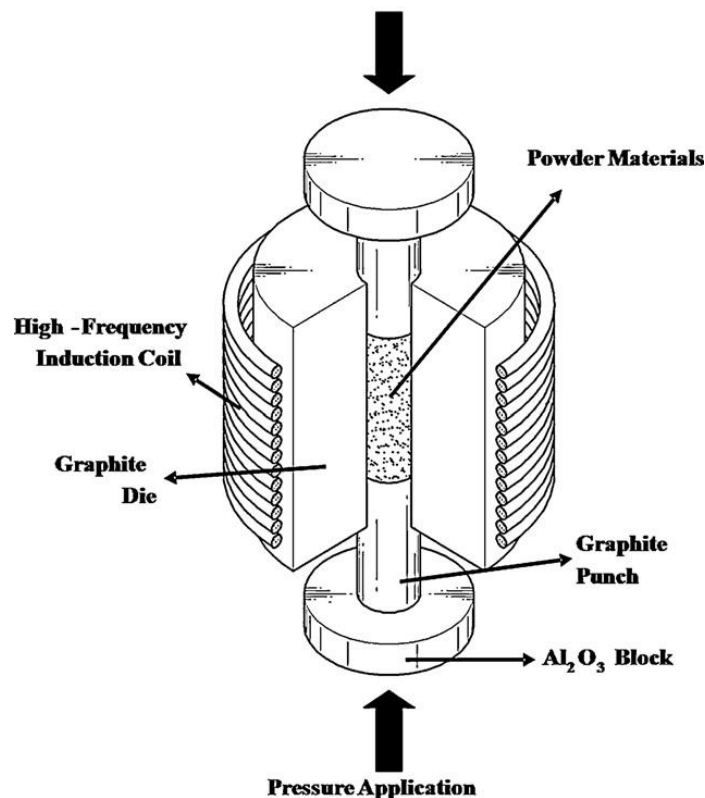
	Al	Al- $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $FeAl_3$	Al- $TiB_2$ - $Al_2O_3$ - $Fe_3Al$
Hardness, HV	45.3	86.5	102



รูปที่ 1.16 เครื่องมือการทดลอง (a) เตาปฏิกรณ์ SHS และ (b) การหล่อแบบกดอัด (S. Niyomwas 2010)



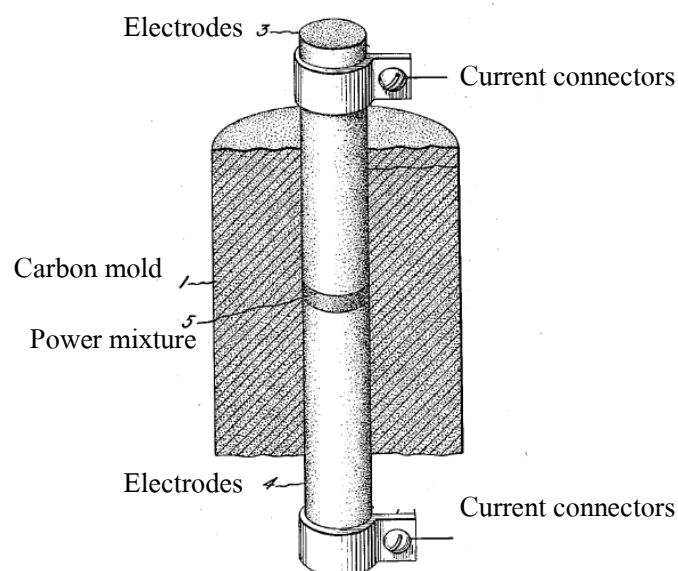
In-Jin Shon และคณะ (2012) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์เชิงกล (Mechanical alloy: MA) และการเกิดโครงสร้างระดับนาโนอย่างรวดเร็วของวัสดุผสม FeAl- $\text{Al}_2\text{O}_3$  โดยการเผาอบผงด้วยการเหนี่ยวนำความร้อนความถี่สูง โดยเริ่มจากการบดผสมผง  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ 4Al ด้วยการบดพลังงานสูงที่มีความเร็ว 250 rpm เป็นเวลา 10 ชั่วโมง อัตราส่วนลูกบดต่อผง 30: 1 เมื่อบดเสร็จนำมาใส่ในแม่พิมพ์กราฟไฟต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางด้านนอก 45 mm ด้านใน 20 mm สูง 40 mm แล้วนำไปใส่ในระบบเหนี่ยวนำความร้อนความถี่สูงดังแสดงในรูปที่ 1.17 ซึ่งมี 4 ขั้นตอนในการอบผง ขั้นตอนแรก เป็นระบบ evacuated ขั้นตอนที่สอง ใช้แรงกดในแกนเดียว 80 MPa ขั้นตอนที่สาม เพิ่มกระแสและคงไว้จนกว่าจะได้รับความหนาแน่นที่ต้องการโดยใช้เครื่องวัดแบบเชิงเส้นวัดการหดตัวของขนาดตัวอย่าง และขั้นตอนสุดท้าย ตรวจวัดอุณหภูมิโดยวัดจากผิวของแม่พิมพ์กราฟไฟต์และจบกระบวนการตัวอย่างวางให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิแม่พิมพ์กราฟไฟต์วัดได้ประมาณ 550 °C และเพิ่มขึ้นถึงอุณหภูมิการอบผงที่ 1250°C ได้รับความหนาแน่นประมาณร้อยละ 95 วัดค่าความแข็งใช้แรงกด 20 kg<sub>f</sub> เป็นเวลา 15 วินาที ได้ค่าความแข็งประมาณ 600 kg/mm<sup>2</sup>



รูปที่ 1.17 แสดงลักษณะเครื่องมือสำหรับการเผาอบผงด้วยการเหนี่ยวนำความร้อนความถี่สูง (Jin Shon และคณะ 2012)

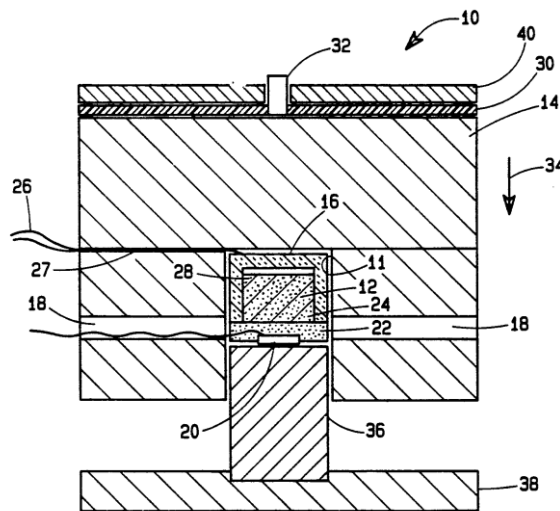
#### 1.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง

Samuel L. Hoyt (1927)(U.S. Pat. No. 1843768) ได้จดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับองค์ประกอบของโลหะแข็งและเครื่องมือที่สามารถทำได้ในขั้นตอนเดียว ได้เปรียบเทียบกับกระบวนการแบบเก่า พบว่ากระบวนการสังเคราะห์แบบเก่าจะแบ่งเป็นสองขั้นตอนคือ Pressing และ Sintering ซึ่งกระบวนการนี้จะทำให้เกิดช่องว่างหรือโพรงในชิ้นงานส่งผลให้ความแข็งแรงของผลิตภัณฑ์น้อย และยากต่อการทำให้ผิวเรียบ ยากต่อการขัดผิวหน้า จึงได้คิดกระบวนการที่จะเพิ่มความแข็งแรงให้กับชิ้นงาน และลดขั้นตอนการทำ 2 ขั้นตอนให้อยู่ในขั้นตอนเดียว เพื่อให้เหมาะสมสำหรับการใช้เป็น Metal cutting tool Wire drawing die หรือ Bearing material โดยการดำเนินงานจะใช้ผงทังสเทน (Tungsten) เพื่อให้เกิดเป็นทังสเทนคาร์ไบด์ (Tungsten carbide) โดยให้ความร้อนแก่ทังสเทนที่อุณหภูมิต่างๆ และเติมตัวเสริมโลหะในกลุ่มเหล็ก กระบวนการทำคือให้เกิดความร้อนแก่ผงจนถึงอุณหภูมิการอบผนึก อุณหภูมิประมาณ  $1300^{\circ}\text{C}$  -  $1450^{\circ}\text{C}$  ซึ่งอุณหภูมิจะแตกต่างกันตามตัวเสริมโลหะ เช่น ร้อยละ 5 ตัวเสริมโลหะอุณหภูมิจะอยู่ระหว่าง  $1425^{\circ}\text{C}$  -  $1450^{\circ}\text{C}$  จากนั้นให้แรงกด (Pressure) ประมาณ  $1000 \text{ Pound/cm}^2$  ส่งไปยัง Electrodes ดังแสดงในรูปที่ 1.18 ซึ่งพบว่า Metal cutting tools ที่ได้จากกระบวนการที่องค์ประกอบร้อยละ 13 ของตัวเสริมโลหะ (Auxiliary metal) ร้อยละ 6 คาร์บอน ที่เหลือเป็นทังสเทน ให้ความแข็งแรงประมาณ 89 Rockwell



รูปที่ 1.18 แผนภาพแสดงลักษณะเครื่องมือในกระบวนการ (Samuel L. Hoyt 1927)

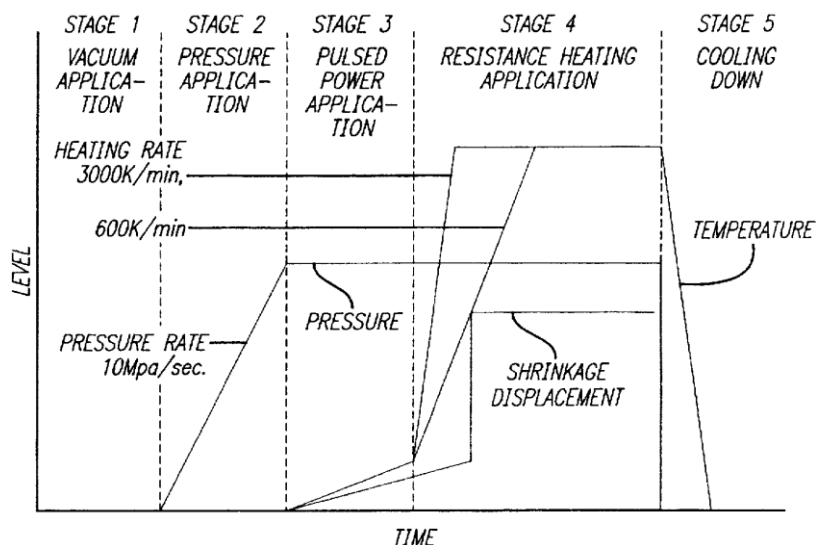
Barry H. และคณะ (1992) (U.S. Pat. No. 005129801A) ได้จดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับเครื่องสังเคราะห์วัสดุอนุกรมสูงแบบคายความร้อนและการทำให้แน่นแบบพลวัต (Dynamic) หลักการของเครื่องทำได้โดยโดยการวาง Pellet 1-2 กรัม (หมายเลข 20) ในทรงกระบอกซึ่งอยู่ใน Chamber ดังแสดงในรูปที่ 1.19 จากนั้นจุดระเบิด pellet ก่อนเพื่อก่อให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อน Pellet จะแตกตัวแบบพลวัตเพื่อไปจุดระเบิดผง (หมายเลข 22) จากนั้นก็ส่งผลให้ตัวอย่างในทรงกระบอกเกิดการจุดระเบิด (หมายเลข 12) เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนหลังจากนั้นก็ทำการกดอัดแบบพลวัตให้ตัวอย่างเกิดการแน่นตัวด้วยลูกสูบ (หมายเลข 36) ตัวอย่างที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) ผงอะลูมิเนียม (Al) และ ผงคาร์บอน (C) ให้ได้ไทเทเนียมคาร์ไบด์ และ อะลูมินา ( $\text{TiC-Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความหนาแน่นทางทฤษฎีอยู่ในช่วงร้อยละ 85-95



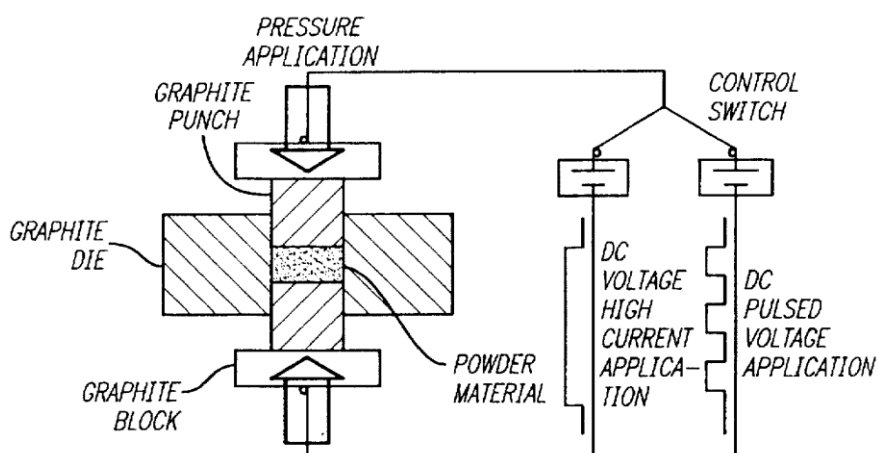
รูปที่ 1.19 แผนภาพแสดงลักษณะเครื่องมือในกระบวนการ (Barry H. และคณะ 1992)

Munir และคณะ (1998) (U.S. Pat. 5794113) ได้จดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการทำให้หนาแน่น โดยการกระตุ้นด้วยสนามการเผาไหม้แบบพร้อมกัน เป็นเครื่องมือสำหรับเตรียมผลิตภัณฑ์ที่มีความหนาแน่นสูงจากการผสมผงของสารตั้งต้น เป็นการประยุกต์ให้เครื่องพร้อมกันของการปล่อยกระแสไฟฟ้าและให้แรงอัด (Field-activated and Pressure-assisted : FAPA) ในการสังเคราะห์และทำแน่นของ โมลิบดีนัมซิลิไซด์ ( $\text{MoSi}_2$ ) โดยจะแบ่งเป็น 5 ขั้นตอนดังแสดงในรูปที่ 1.20 ขั้นตอนแรก จะเป็นการผสมผง (10 กรัม) ของ โมลิบดีนัม (Mo) และ ซิลิกอน (Si) ลงในแม่พิมพ์กราฟไฟต์ (เส้นผ่าศูนย์กลางนอก 45 mm เส้นผ่าศูนย์กลางใน 20 mm และสูง 40 mm) ในระบบสุญญากาศ ขั้นตอนที่สอง ใช้แรงอัดให้กับชิ้นงานขั้นตอนที่สามตามด้วยการปล่อยกระแส 750 A (ที่ 30 V) เวลา 30 ms ON-OFF ทำซ้ำทั้งหมดเป็นเวลา 30 s

ขั้นตอนที่สี่ วัสดุประสงค์ของขั้นตอนนี้เพื่อกำจัดแก๊สออกและทำความสะอาดผิวของอนุภาคผง จากนั้นจะเปลี่ยนจากแหล่งกำลังไฟฟ้า (Pulse-power) เป็นความต้านทานความร้อนแบบคงที่ (Resistance heating) ดังแสดงในรูปที่ 1.21 ผงที่ผสมกันจะเกิดความร้อนหลังจากนั้นก็ทำให้แน่น โดยดูจากการหดตัวของตัวอย่าง ขั้นตอนสุดท้าย ให้ตัวอย่างเย็นที่อุณหภูมิห้อง

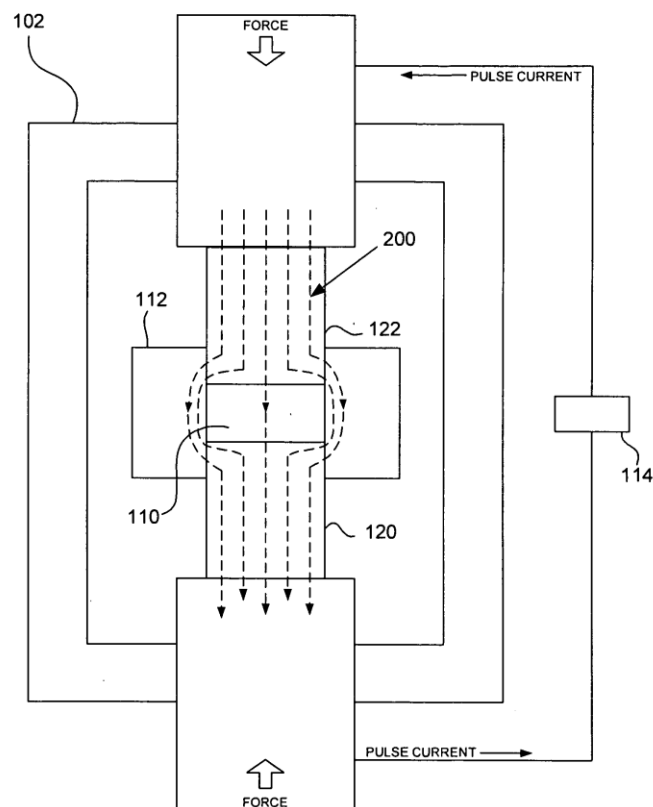


รูปที่ 1.20 แผนภาพแสดง 5 ขั้นตอนของการสังเคราะห์แบบเผาไหม้และการทำให้แน่นของการประยุกต์ใช้เครื่องแบบ FAPA (Munir และคณะ 1998)

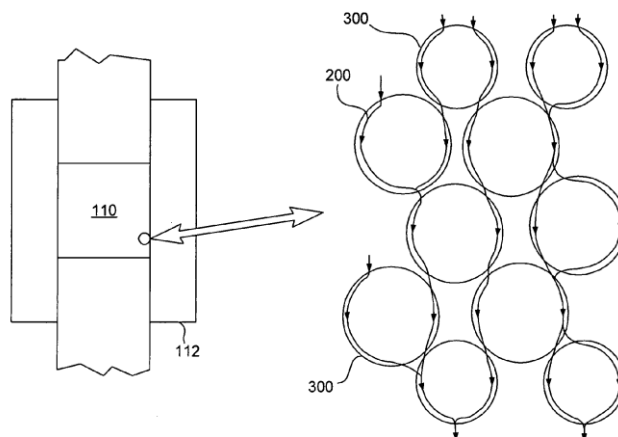


รูปที่ 1.21 แผนภาพแสดงลักษณะของการสังเคราะห์แบบเผาไหม้และการทำให้แน่นของการประยุกต์ใช้เครื่องแบบ FAPA (Munir และคณะ 1998)

Robert Aalund และคณะ (2010) (U.S. Pat. No. 20100156008A1) ได้จดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับโปรแกรมและเครื่องมือของการปล่อยประจุพลาสมาในการอบผนึก (Spark plasma sintering: SPS) โดยการปล่อยกระแสแบบ ON-OFF DC pulse เพื่อให้เกิดการไหลของกระแสไปสู่ตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 1.22 โดยกระแสที่ไหลผ่านผิววัสดุผง ตัวอย่างจะเกิดการ Spark กับตัวอย่างส่งผลให้เกิดจุดความร้อนขึ้นดังแสดงในรูปที่ 1.23 จุดความร้อนที่เกิดขึ้นระหว่างผงตัวอย่างส่งผลให้เกิดความร้อนภายในระหว่างกัน ความร้อนจะแพร่ไปทั่วทั้งชิ้นงานเกิดการร่วมตัวเป็นผลึกและมีความหนาแน่นขึ้น ในขณะที่ตัวอย่างร้อนทั่วทั้งชิ้นงานก็จะให้แรงอัดโดยแม่พิมพ์ด้านบนและล่างแบบ Hydraulic press เพื่อลดรูพรุนและทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นยิ่งขึ้น กระบวนการทั้งหมดเกิดขึ้นในระบบ Vacuum chamber



รูปที่ 1.22 แผนภาพแสดงลักษณะของการไหลของกระแสไปสู่ตัวอย่างในกระบวนการ SPS (Robert Aalund และคณะ 2010)



**รูปที่ 1.23** แผนภาพแสดงลักษณะของกระแสที่ไหลผ่านผิววัสดุผงของตัวอย่างเพื่อเกิดการ Spark ในกระบวนการ SPS (Robert Aalund และคณะ 2010)

จากการค้นคว้าข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าการสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็ก อะลูมิเนียมไนต์-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินา สามารถทำได้หลายวิธี อีกทั้งจะเห็นมีว่าการผสมผง ไทเทเนียมไดโบไรด์ในวัสดุอื่น เช่น  $Al_2O_3$  ซึ่งจะส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นดีขึ้นเช่น สมบัติ การทนต่อการสึกหรอ (Wear resistance) ความแข็ง (Hardness) และด้วยเหตุผลที่ว่า กระบวนการ SHS เป็นกระบวนการที่สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียมไนต์-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินาได้แต่ยังไม่สามารถทำให้แน่นตัวได้ในกระบวนการเดียวเนื่องจากความหนาแน่นของสารตั้ง สามชนิดมีความแตกต่างกัน จึงสังเกตเห็นว่ากระบวนการเผาไหม้ด้วยการเหนี่ยวนำความร้อน เป็น กระบวนการที่น่าสนใจ เพราะถ้าสามารถนำมารวมเข้ากับกระบวนการอัดขึ้นรูปได้ จะมีข้อดีที่ว่าใน ขณะที่มีการสังเคราะห์แบบเผาไหม้โดยการระเบิดทางความร้อน (TE) นั้นเป็นขั้นตอนเดียวกับการ กดอัดเพื่อให้แน่นตัวซึ่งจะทำให้วัสดุผสมนี้มีความหนาแน่นเต็มยิ่งขึ้น

## 1.5 ขอบเขตการวิจัย

1.5.1 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียมไนต์-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินา คือ ผง  $FeTiO_3$ ,  $B_2O_3$  และ Al

1.5.2 สังเคราะห์วัสดุผสม  $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$  ด้วยกระบวนการ SHS ใน เบื้องต้น

1.5.3 ออกแบบกระบวนการสังเคราะห์วัสดุผสมโดยกระบวนการ TE และนำกระบวนการอัดแน่นตัวของวัสดุ มารวมเข้าด้วยกัน

1.5.4 กำหนดตัวแปรของงานวิจัยออกเป็นสองส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 ตัวแปรในการสังเคราะห์ด้วย SHS คือ อัตราส่วนของปริมาณสารสัมพัทธ์ของสารตั้งต้นให้ได้ปริมาณพอดีกับสารผลิตภัณฑ์ และเวลาในการบดลดขนาดแบบเชิงกลต่ออัตราการทำปฏิกิริยาและความสมบูรณ์ของสารผลิตภัณฑ์

ส่วนที่ 2 แรงกดที่ใส่ให้กับชิ้นงานในขณะที่ทำปฏิกิริยา TE

1.5.5 วิเคราะห์ผลที่ได้และเสนอแนวทางที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์วัสดุผสมด้วยกระบวนการ TE ซึ่งรวมกับกระบวนการอัดแน่นตัวของวัสดุผสม

## 1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.6.1 สามารถออกแบบและสร้างเครื่องมือที่มีการทำงานของกระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงและกระบวนการกดอัดแน่นตัวให้อยู่ในเครื่องเดียวกันได้

1.6.2 ทราบถึงกระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงและกระบวนการกดอัดแน่นตัว

1.6.3 ทราบถึงตัวแปรที่เหมาะสมในการสังเคราะห์และกระบวนการการกดอัดแน่นตัวของวัสดุผสม เช่น อัตราส่วนทางปริมาณสารสัมพัทธ์ของสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ให้ได้ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่พอดีกับระบบ หรือขนาดของแรงกดที่ให้แก่ชิ้นงานในขณะที่ทำปฏิกิริยา

## 1.7 สถานที่ทำงานวิจัย

ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ห้องปฏิบัติการวิจัยเซรามิก (S408) อาคารวิศวกรรมประยุกต์สิรินธร คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## บทที่ 2

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

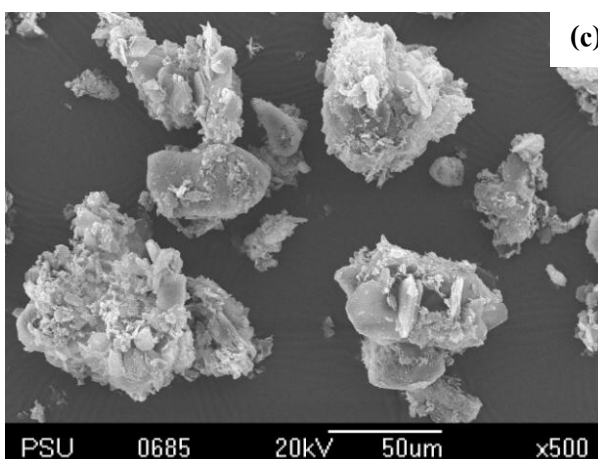
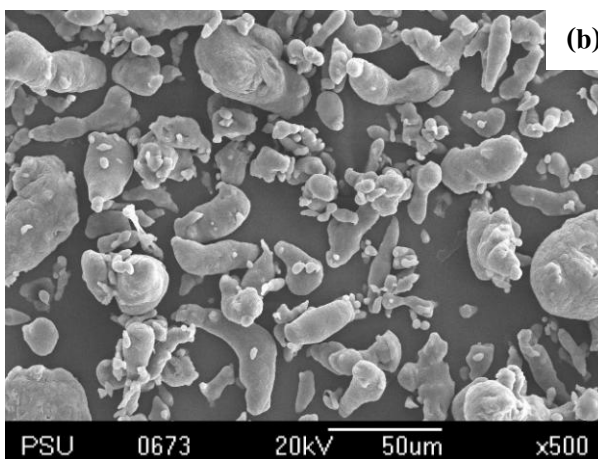
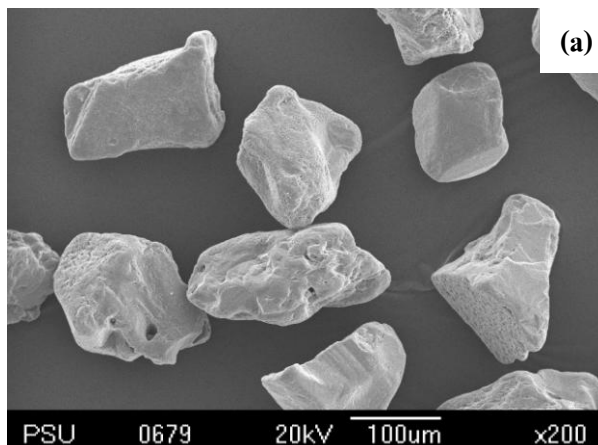
เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงวิธีการวิจัย ซึ่งประกอบด้วย วัตถุประสงค์ที่ใช้ในการเตรียม เพื่อที่จะสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ ขั้นตอนและวิธีการเตรียมวัสดุผสมผสม  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  โดยแบ่งเป็น 2 กรณี คือการสังเคราะห์วัสดุผสมผสม  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  ด้วยกระบวนการกึ่งแห้งด้วยตัวเองที่ อุณหภูมิสูง (SHS) และการสังเคราะห์วัสดุผสมผสม  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  ด้วยกระบวนการสังเคราะห์ เผาไหม้แบบพร้อมกัน (TE) และทำให้แน่นตัว (Dense) ในขั้นตอนเดียว พร้อมทั้งทดสอบสมบัติ ทางกล ได้แก่ การทดสอบความหนาแน่นและการทดสอบความแข็ง และสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) และการ วิเคราะห์สารประกอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD)

#### 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

##### 2.1.1 สารเคมี

โครงการวิจัยนี้มีการใช้แร่และสารเคมีเป็นสารตั้งต้นทั้งหมด 3 ชนิด นั่นคือ แร่ฮีมาไทต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) และอะลูมิเนียม (Al) และก่อนการนำไปใช้ในการ ทดลองนั้น ได้ทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กวาด (SEM) ตามที่แสดงไว้ในรูปที่ 2.1 และทำการวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบของแร่ฮีมาไทต์ ด้วยเทคนิคการเรืองแสงจากรังสีเอกซ์ (XRF) ดังจะแสดงได้ในตารางที่ 2.1





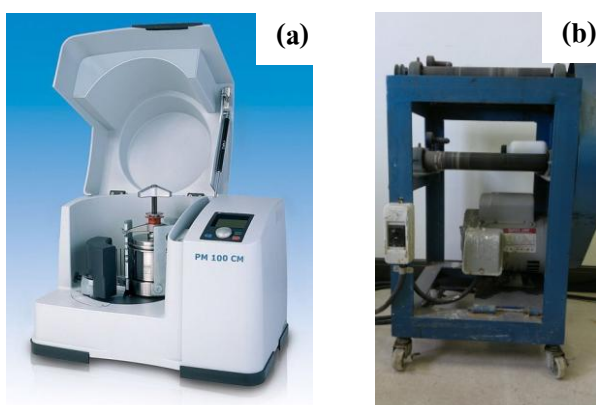
**รูปที่ 2.1** โครงสร้างจุลภาคของ (a) หงอิเลมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) จากบริษัท สิ้นแร่สาคร จำกัด (b) หงอะลูมิเนียม( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) จากบริษัท Himedia Laboratories และ (c) หงโบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) จากบริษัท Sigma-Aldrich Chemical Company

ตารางที่ 2.1 ปริมาณสารประกอบเชิงออกไซด์ในแร่โอลิเมไนต์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence spectrometry (XRF, PHILIPS PW2400)

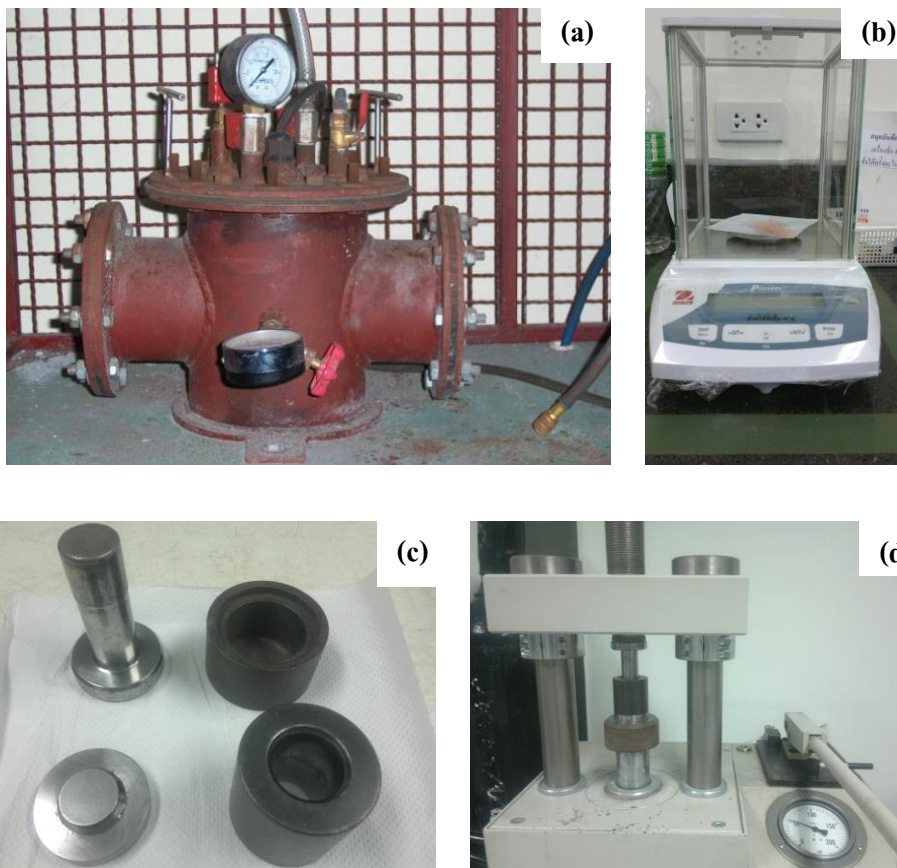
ลำดับที่	สารประกอบ	ความเข้มข้น (%)
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.56
2	SiO <sub>2</sub>	0.95
3	TiO <sub>2</sub>	55.84
4	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.27
5	MnO	3.56
6	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36.10
7	ZnO	0.35
8	ZrO <sub>2</sub>	0.32
9	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1.11

### 2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

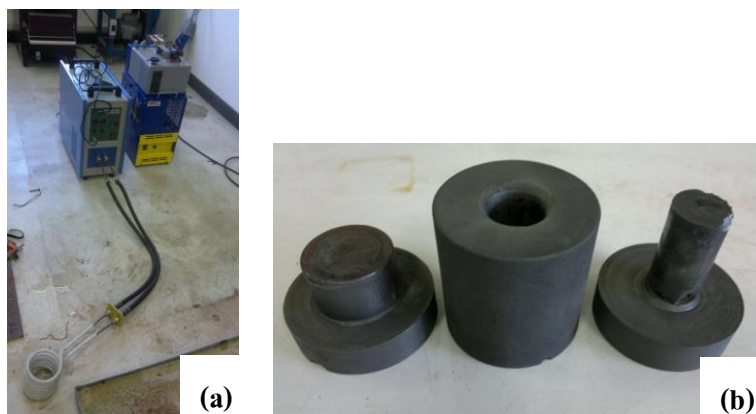
เครื่องบดตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองนี้คือ Planetary ball mill และผสมตัวอย่างด้วยเครื่อง Ball mill แสดงดังรูปที่ 2.5 และอุปกรณ์อื่นๆที่ใช้ประกอบการวิจัย แสดงดังรูปที่ 2.2-2.6 และรายละเอียดของเครื่องการสังเคราะห์โดยการเผาไหม้แบบพร้อมเพรียงกันสามารถดูได้จากภาคผนวก ข



รูปที่ 2.2 เครื่องบดตัวอย่าง (a) Planetary ball mill ยี่ห้อ Retsch รุ่น PM100/200 และ (b) Ball mill

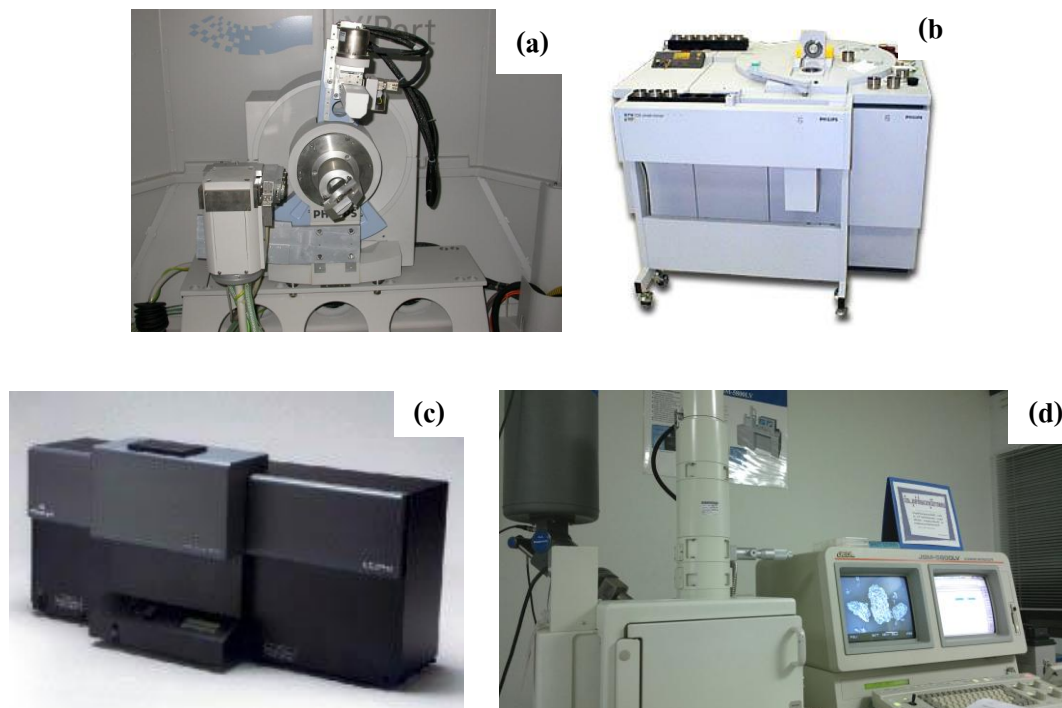


รูปที่ 2.3 อุปกรณ์และเครื่องมือในการสังเคราะห์ในกระบวนการ SHS (a) เครื่องปฏิกรณ์ SHS (b) เครื่องชั่งสาร 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Pioneer P4214 (c) Cylindrical tool steel mould และ (d) Hydraulic press

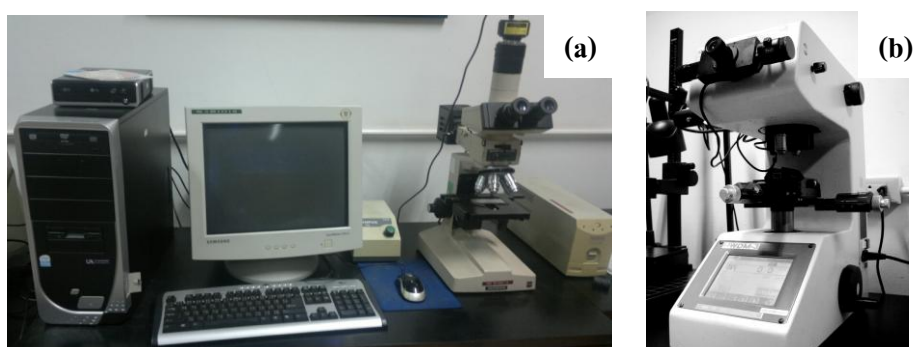


รูปที่ 2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ในกระบวนการเผาไหม้แบบพร้อมเพริ่งกัน (TE) (a) เครื่อง Induction heater และ (b) แม่พิมพ์กราฟไฟต์

### 2.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะและเครื่องมือทดสอบสมบัติทางกล



รูปที่ 2.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ (a) X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น X'Pert MP (b) X-Ray Fluorescence spectrometer (XRF) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW2400 (c) Laser particle size analyzer (LPSA) ยี่ห้อ COULTER รุ่น LS 230 และ (d) Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV



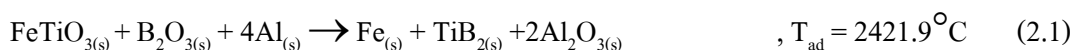
รูปที่ 2.6 เครื่องมือทดสอบสมบัติทางกล (a) กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง และ (b) เครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์

## 2.2 การออกแบบการทดลองและวิธีการทดลอง

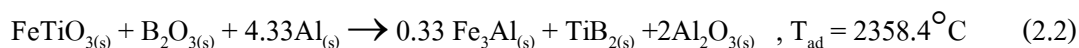
### 2.2.1 กิจกรรมตอนที่ 1: ศึกษาผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al-สารตั้งต้น

ศึกษาเบื้องต้นผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al-สารตั้งต้น 4 4.33 และ 5 โมล ต่อการเกิดปฏิกิริยากาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ตามสัดส่วนที่คำนวณไว้ตั้งสมการ ปริมาณสารสัมพันธ์ที่ (2.1) (2.2) และ (2.3)

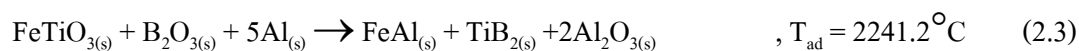
ระบบที่ 1 (เติม Al 4 โมล) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.2)



ระบบที่ 2 (เติม Al 4.33 โมล) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.3)



ระบบที่ 3 (เติม Al 5 โมล) (ดูสัดส่วนในตารางที่ 2.4)



ตารางที่ 2.2 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.1

สารตั้งต้น			
ชนิดสาร	FeTiO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al
อัตราส่วนโดยโมล	1	1	4
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	1.450	0.665	1
น้ำหนักสาร x 20 (กรัม)	9.311	4.271	6.418

ตารางที่ 2.3 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.2

สารตั้งต้น			
ชนิดสาร	FeTiO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al
อัตราส่วนโดยโมล	1	1	4.33
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	1.277	0.595	1
น้ำหนักสาร x 20 (กรัม)	8.971	4.115	6.912

ตารางที่ 2.4 สัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในสมการที่ 2.3

สารตั้งต้น			
ชนิดสาร	FeTiO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al
อัตราส่วนโดยโมล	1	1	5
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	1.160	0.532	1
น้ำหนักสาร x 20 (กรัม)	8.618	3.952	7.426

### 2.2.2 กิจกรรมตอนที่ 2: ศึกษาผลกระทบของเวลาบดผสมสารตั้งต้น

เป็นที่ทราบกันแล้วจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องว่าการสังเคราะห์สารด้วยกระบวนการปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง สารตั้งต้นที่จะนำมาทำการทดลองต้องเป็นผงที่มีการผ่านการบดลดขนาดก่อนการทำกรทดลองหรือเป็นผงขนาดเล็กอยู่ในระดับไมโครเมตร ดังนั้นในการวิจัยจึงมุ่งเน้นศึกษาผลของขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นที่ผ่านการบดลดขนาดด้วยเวลา 0.5 1 และ 1.5 hr ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง องค์ประกอบและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้

### 2.2.3 กิจกรรมตอนที่ 3: ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงาน (Bulk density)

ศึกษาผลของแรงอัดขึ้นรูป 60 80 และ 100 MPa ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้ำวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

ความหนาแน่นของชิ้นงานหลังอัดแน่นเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.4 (ดูรายละเอียดในภาคผนวก ก (ตาราง ก1) ประกอบ)

$$\rho_{th} = \frac{W_{t_{th}}}{A.L_{th}} = \frac{L_{Exp}}{L_{th}} \frac{W_{t_{Exp}}}{A.L_{Exp}} \quad (2.4)$$

### ขั้นตอนการดำเนินการ

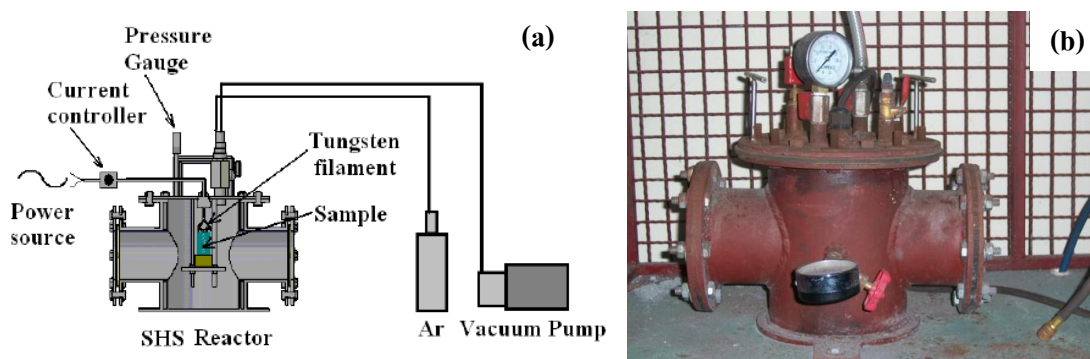
#### 2.2.3.1. ใช้สารตั้งต้น 3 ชนิดคือ FeTiO<sub>3</sub> B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ Al

2.2.3.2. บดผสมสารตั้งต้นระหว่างผง  $\text{FeTiO}_3$  และ  $\text{B}_2\text{O}_3$  โดยใช้เครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (Planetary ball mill) ที่เวลา 0.5 1 และ 1.5 hr ด้วยความเร็วรอบในการหมุนเท่ากับ 250 rpm หลังจากนั้นบดผสมกับ Al ด้วยเครื่องบดด้วยลูกบอล (Ball mill) ภายหลังเป็นเวลา 0.5 hr

2.2.3.3. นำผงที่ผ่านการบดผสมมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Hydraulic press ทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 cm ด้วยขนาดแรงอัดเท่ากับ 60 80 และ 100 MPa

2.2.3.4. ทำปฏิกิริยา SHS กับชิ้นงานหลังอัดในเตาปฏิกรณ์ SHS ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (ลักษณะของเตาปฏิกรณ์ SHS แสดงไว้ในรูปที่ 2.7)

ลำดับขั้นตอนของการสังเคราะห์วัสดุผสมผสม  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  ด้วยกระบวนการ SHS แสดงดังรูปที่ 2.11 โดยทำการบดผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วนำผงที่ผ่านการบดผสมแล้วอัดขึ้นรูปทรงกระบอก นำไปสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS ซึ่งใช้ขดลวดทั้งสแตนเลสจากหลอดไฟฟ้าแบบกลมเป็นขนวนจุดระเบิดให้กับชิ้นงาน ขดลวดทั้งสแตนเลสจะคายความร้อนประมาณ  $3000\text{ }^\circ\text{C}$  ซึ่งสูงพอที่จะจุดระเบิดให้ชิ้นงานเกิดการเผาไหม้ โดยทำการวางขดลวดให้ห่างกับชิ้นงานประมาณ 2 มิลลิเมตร หลังจากนั้นจึงบรรจุชิ้นงานเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ ควบคุมอากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ออกอย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วเติมแก๊สอาร์กอนเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ และจุดระเบิดโดยการใช้ความร้อนจากขดลวดทั้งสแตนเลส หลังจากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์เรียบร้อยแล้วออกจากเครื่องปฏิกรณ์ วิเคราะห์ชิ้นงานหลังจากผ่านการสังเคราะห์



รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบของเตาปฏิกรณ์ SHS (a) ภาพสเก็ท และ (b) เตาปฏิกรณ์ SHS เครื่องจริง

### การคำนวณหาปริมาณของผลิตภัณฑ์เชิงกิ่งปริมาณ

การหาปริมาณของ  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  โดยปริมาณ ซึ่งคำนวณได้จากพื้นที่ใต้กราฟของพีคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD pattern) ของวัสดุเชิงประกอบโดยคำนวณจากสมการ (2.5) (2.6) และ (2.7)

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

$$R_{\text{TiB}_2} = \frac{A_{\text{TiB}_2}}{A_{\text{Fe}_3\text{Al}} + A_{\text{Al}_2\text{O}_3} + A_{\text{TiB}_2}} \times 100 \% \quad (2.6)$$

$$R_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{A_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{A_{\text{Fe}_3\text{Al}} + A_{\text{Al}_2\text{O}_3} + A_{\text{TiB}_2}} \times 100 \% \quad (2.7)$$

เมื่อ

$R_{\text{Fe}_3\text{Al}}$  คือ ปริมาณของเหล็กอะลูมิเนียมไนต์

$R_{\text{TiB}_2}$  คือ ปริมาณของไทเทเนียมไดโบไรด์

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

$A_{\text{Al}_2\text{O}_3}$  คือพื้นที่ใต้กราฟของพีคอะลูมินา

$A_{\text{Fe}_3\text{Al}}$  คือพื้นที่ใต้กราฟของเหล็กอะลูมิเนียมไนต์

$A_{\text{TiB}_2}$  คือพื้นที่ใต้กราฟของไทเทเนียมไดโบไรด์

การคำนวณอัตราเร็วของคลื่นของการเผาไหม้ด้วยตนเอง

อาศัยสมการอัตราเร็วดังสมการ 2.5 ดังนี้

$$\text{อัตราเร็วของคลื่นการเผาไหม้, } V = \frac{\text{ความสูงของ ชั้นงาน (mm)}}{\text{เวลาในการกวาดหน้าด้วย ขดตัวเอง (S)}} \quad (2.8)$$



#### 2.2.4 กิจกรรมตอนที่ 4: ศึกษาผลกระทบของความดันอัดขึ้นงานก่อนการสังเคราะห์จากเครื่องที่ ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense

ศึกษาผลของแรงอัดขึ้นรูป 1625 2925 3900 และ 4550 MPa ที่มีผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงานหลังอัดแน่นเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.4 (ดูรายละเอียดในภาคผนวก ก (ตาราง ก2) ประกอบ) ที่อัดขึ้นรูปจากแม่พิมพ์กราไฟต์

$$\rho_{\text{th}} = \frac{Wt_{\text{th}} / A.L_{\text{th}}}{Wt_{\text{Exp}} / A.L_{\text{Exp}}} = \frac{L_{\text{Exp}}}{L_{\text{th}}} \quad (2.4)$$

#### ขั้นตอนการดำเนินการ

2.2.4.1. ใช้สารตั้งต้น 2 ชนิดคือ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ Al ในอัตราส่วน 1: 2

2.2.4.2. บดผสมสารตั้งต้นระหว่าง  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ Al โดยใช้เครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (Planetary ball mill) ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง ด้วยความเร็วรอบในการหมุนเท่ากับ 250 รอบ

2.2.4.3. นำผงที่ผ่านการบดผสมมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Hydraulic press ทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 cm ด้วยขนาดแรงอัดเท่ากับ 1625 2925 3900 และ 4550 MPa

#### 2.2.5 กิจกรรมตอนที่ 5: ศึกษาผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อชิ้นงานการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์จากเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense

เนื่องจากเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำมีการปล่อยกระแสเพื่อให้เกิดความร้อน ดังนั้นเราจะไม่ทราบว่ชิ้นงานของเราจะเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ที่กระแสเท่าไร จึงต้องทำการทดลองการปล่อยกระแสจากเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำเพื่อให้ได้กระแสและเกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ตามที่เราต้องการ โดยศึกษาผลกระทบของกระแสไฟฟ้าที่ 400 450 และ 500 A

**2.2.6 กิจกรรมตอนที่ 6: ศึกษาผลกระทบของเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อชิ้นงานการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์จากเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense**

ศึกษาผลกระทบของเวลา 3 และ 4 นาที ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์

**2.2.7 กิจกรรมตอนที่ 7: ศึกษาผลกระทบของความดันอัดชิ้นงานในขณะที่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ TE and Dense**

2.2.7.1. ใช้สารตั้งต้น 2 ชนิดคือ  $Fe_2O_3$  และ Al ในอัตราส่วน 1: 2

2.2.7.2. บดผสมสารตั้งต้นระหว่าง  $Fe_2O_3$  และ Al โดยใช้เครื่องบดลดขนาดแบบแรงหมุนเหวี่ยงหนีศูนย์กลางด้วยลูกบอล (ball mill) ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง

2.2.7.3. นำผงที่ผ่านการบดผสมมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Hydraulic press ในลักษณะทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 cm ด้วยขนาดแรงอัดเท่ากับ  $30 \text{ kg/cm}^2$

2.2.7.4. คู่อากาศภายในเตาปฏิกรณ์ออกให้เป็นระบบสุญญากาศ

2.2.7.5. ปล่อยกระแสไฟฟ้าจากเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนให้แก่ขดลวดทองแดง

2.2.7.6. อัดแน่นด้วย Hydraulic press เพื่อเพิ่มความหนาแน่นที่แรงอัด 1625 2925 และ 3900 MPa หลังจากเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ในขณะที่ชิ้นงานยังคงร้อนแดงอยู่ก็ทำ

ลำดับขั้นตอนของการสังเคราะห์วัสดุผสม ผสม  $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$  ด้วยกระบวนการ TE and dense แสดงดังรูปที่ 2.12 โดยทำการบดผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วนำผงที่ผ่านการบดผสมแล้วอัดขึ้นรูปทรงกระบอกในแม่พิมพ์กราไฟต์ นำไปสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ TE ซึ่งใช้ความร้อนจากเครื่องเหนี่ยวนำความร้อน (Induction heat) ให้ความร้อนกับชิ้นงานขดลวดเหนี่ยวนำจะเกิดความร้อนเกินจุดหลอมเหลวอะลูมิเนียม ( $\sim 660^\circ\text{C}$ ) ซึ่งสูงพอที่จะทำให้ชิ้นงานเกิดการเผาไหม้อย่างพร้อมเพรียงกัน โดยทำการวางแม่พิมพ์แกรไฟต์ที่มีชิ้นงานถูกอัดอยู่ข้างในบรรจุเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ คู่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ออกอย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วบรรจุแก๊สอาร์กอนเข้าไปในเครื่อง เปิดระบบเหนี่ยวนำของเครื่อง รอประมาณ 2 นาทีจนกราฟต์แดงและความร้อนแพร่ไปยังชิ้นงานข้างใน ทำการกดอัดในขณะที่กราฟต์ยังแดง หลังกระบวนการเสร็จสิ้นจึงนำชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์เรียบร้อยแล้วออกจากเครื่องปฏิกรณ์ วิเคราะห์ชิ้นงานหลังจากผ่านการสังเคราะห์

## 2.2.8 กิจกรรมตอนที่ 8: การทดสอบสมบัติของวัสดุเชิงประกอบหลังการสังเคราะห์

### การทดสอบความแข็งแบบจุลภาค

#### ขั้นตอนการดำเนินการ

2.2.8.1 เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยใบขัดซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) โดยขัดเรียงลำดับจากเบอร์หยาบ ไปยังเบอร์ละเอียดตามลำดับ ด้วยเครื่องขัดแบบจานหมุน

2.2.8.2 นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 2.2.8.1 ขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินา 1 ไมครอน ด้วยจานขัดแบบผ้าสักหลาด

2.2.8.3 ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

2.2.8.4 ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออกด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic) แล้วนำไปทดสอบ

สภาวะที่ใช้ทดสอบ

น้ำหนักกด = 500 g

เวลากดแช่ = 5 วินาที

กำลังขยายในการในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 5 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

2.2.9.2.5 การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) คำนวณตามสมการ 2.9

$$\text{ความแข็งวิกเกอร์} = (0.1891F / d^2) \text{ MPa} \quad (2.9)$$

เมื่อ

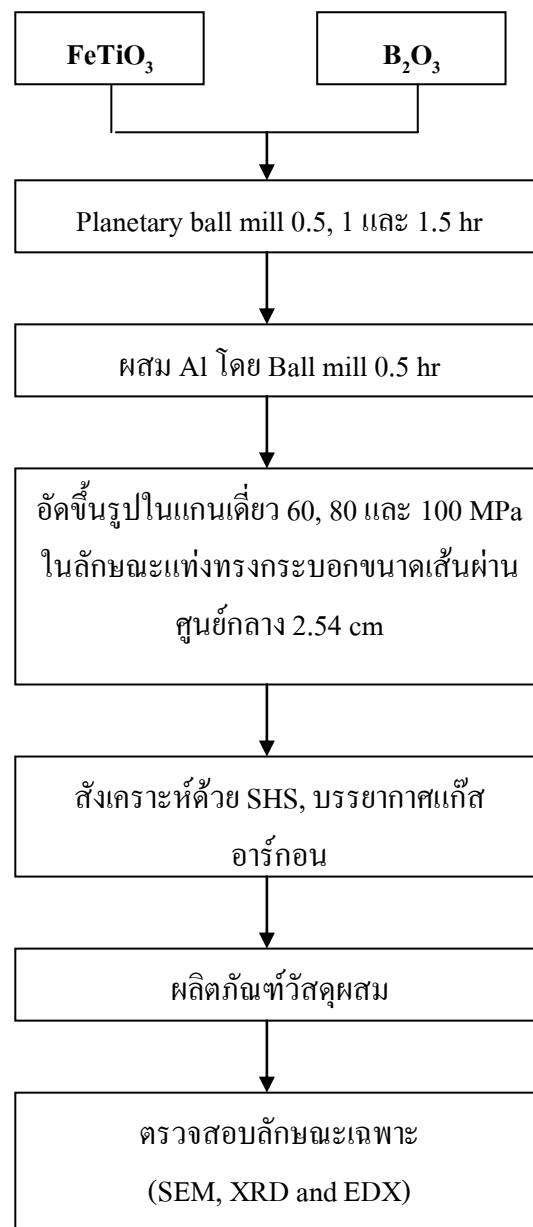
$d =$  เส้นทแยงมุมของรอยกด  $= (d_1 + d_2) / 2$  (mm)

$F =$  แรงที่ใช้กด

## 2.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยโดยสรุป

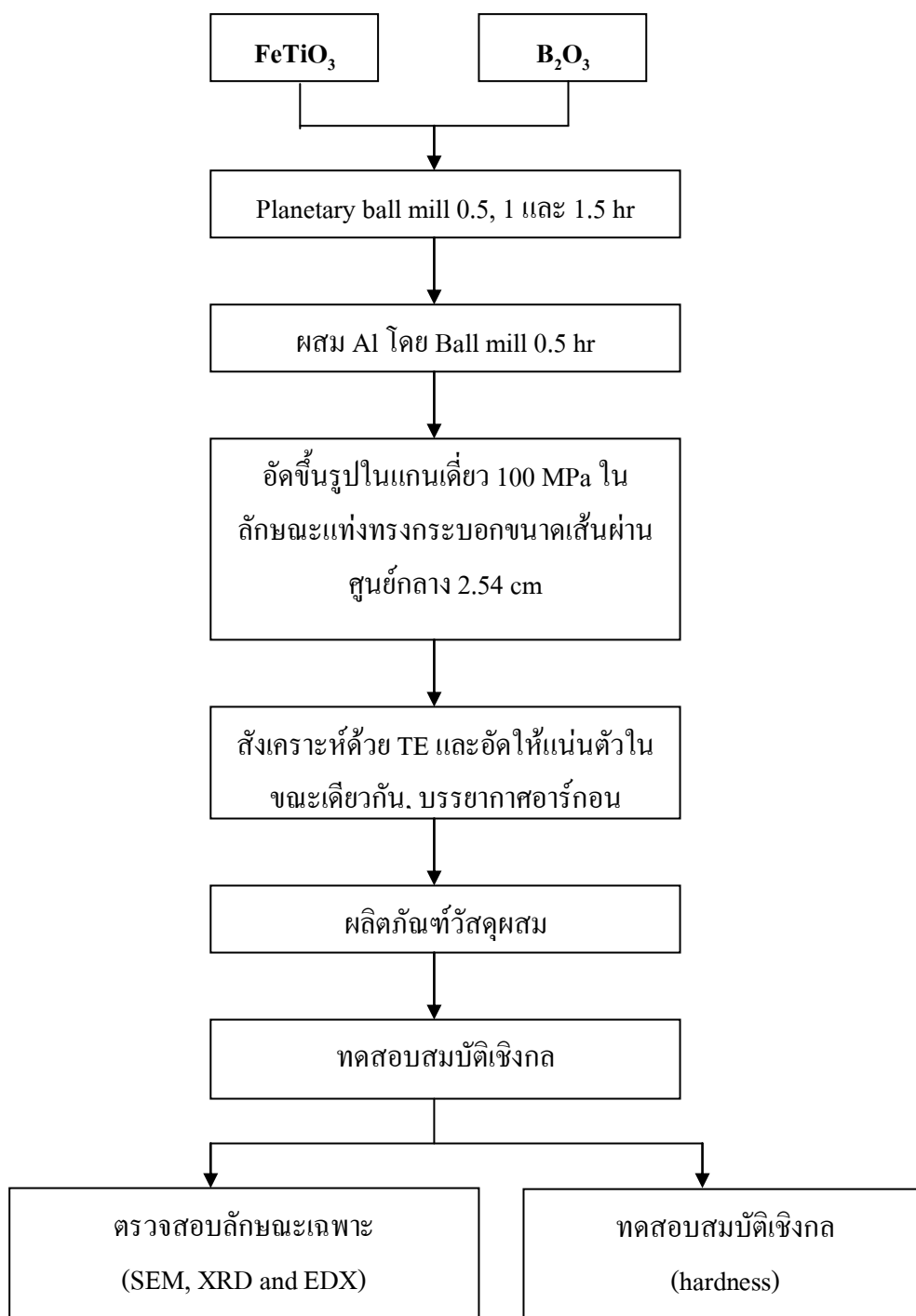
สำหรับวิธีการดำเนินการวิจัยและขั้นตอนต่างๆ แสดงไว้ในรูปที่ 2.8-2.9

### การทดลองที่ 1



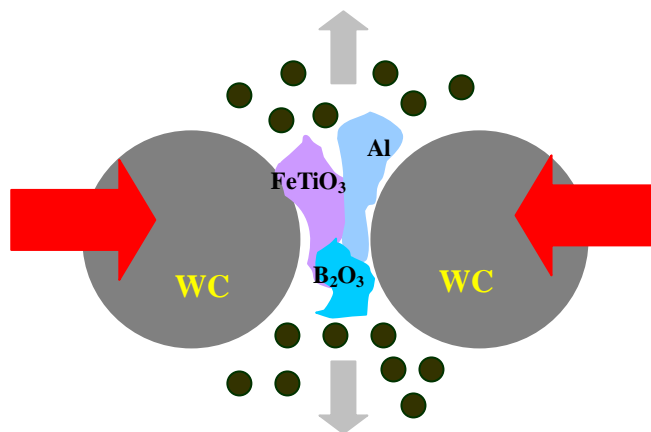
รูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนในการสังเคราะห์วัสดุผสมโดยกระบวนการ SHS

การทดลองที่ 2

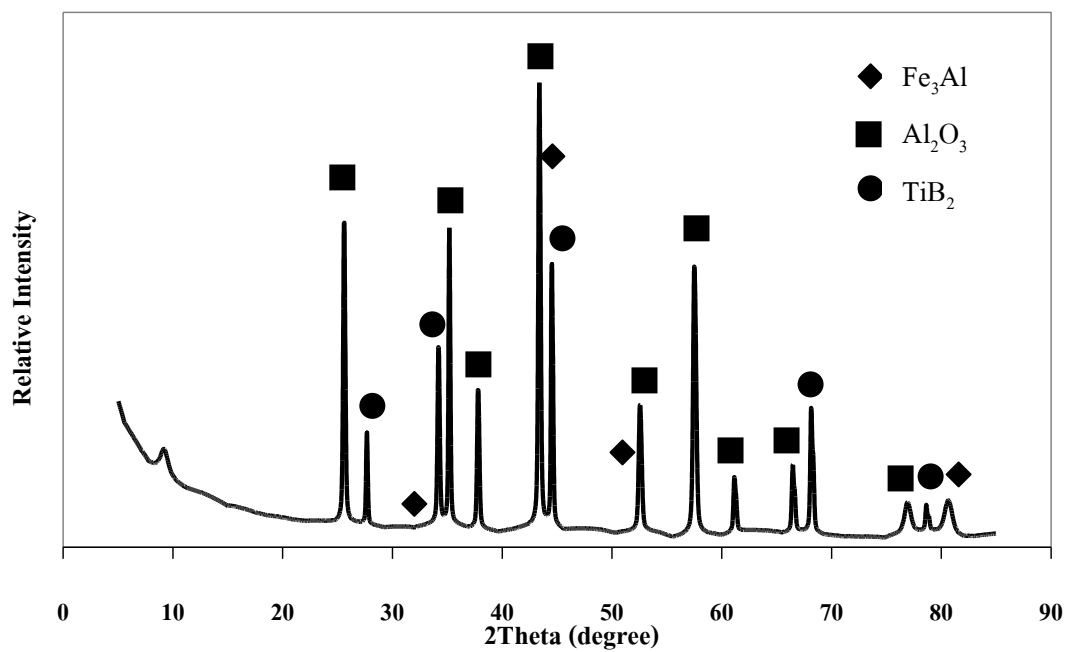


รูปที่ 2.9 แสดงขั้นตอนในการสังเคราะห์วัสดุผสมโดยกระบวนการ TE and dense

จากการทดลองที่ 1 และ การทดลองที่ 2 ในขั้นตอนการบดผสมสาร  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ Al จะต้องทำการบดผสมแยกระหว่างพวกออกไซด์กับ Al เนื่องจากขณะบดผสมได้เกิดการกระแทกระหว่างลูกบดทั้งสแตนคาร์ไบด์ (WC) ซึ่งมีความร้อนขึ้นเพียงพอที่จะเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขึ้น (Agglomerate) จึงทำให้การบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying : MA) ของอนุภาคผงที่เล็กมากบางส่วนดังรูป 2.10 ทำให้ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูงในเตาปฏิกรณ์ ซึ่งจากผลการวิเคราะห์โดยวิธี XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.11 พบว่าสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3/\text{B}_2\text{O}_3/\text{Al}$  ทำปฏิกิริยาเกิดโดยสมบูรณ์ และให้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นอนุภาคของวัสดุผสม  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  และ  $\text{TiB}_2$



รูปที่ 2.10 ภาพสเก็ตการบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying: MA)



รูปที่ 2.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบอบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Al}$  ของการผสมเชิงกล (MA)

## บทที่ 3

### ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิจัยครั้งนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นผลการคำนวณและวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูงของสารตั้งต้นในระบบต่างๆ ส่วนที่สองเป็นผลการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ Al ด้วยกระบวนการก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง (SHS) ซึ่งมีผลการทดลองดังต่อไปนี้ ผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมล Al-สารตั้งต้น โดยวิเคราะห์องค์ประกอบของวัสดุผสมด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) และวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ ผลกระทบของเวลาบดผสมโดยวิเคราะห์ขนาดอนุภาคผง ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแขวนลอยโดยใช้เลเซอร์ (laser particle size analyzer: LPSA) และวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ และผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์ โดยศึกษาความหนาแน่นทางทฤษฎีเทียบกับความหนาแน่นจริง และคำนวณอัตราเร็วของการเผาไหม้ของปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง และส่วนสุดท้ายเป็นผลการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ Al ด้วยกระบวนการเผาไหม้แบบพร้อมเพรียงกัน (TE) ซึ่งมีผลการทดลองดังต่อไปนี้ ผลการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการเผาไหม้แบบพร้อมเพรียงกัน โดยวิเคราะห์องค์ประกอบของวัสดุผสมด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) และวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ ผลกระทบของแรงกดขึ้นงานในขณะที่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ (TE and dense) ที่แรงกดต่างกัน โดยศึกษาค่าความแข็ง ความหนาแน่น และความแข็งแรงในการยึดเกาะ (ทดสอบความต้านทานการสึกหรอ)

#### 3.1 ผลการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์

ในการวิเคราะห์ อาศัยหลักการพลังงานกิบส์ต่ำที่สุด (Gibb Energy Minimization) ในการคำนวณความเข้มข้นสมดุล (Equilibrium Concentration) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการ การก้าวหน้าที่อุณหภูมิสูง (Gokcen and Reddy 1996)



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

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

เมื่อ G คือ พลังงานกิบส์รวมของระบบ

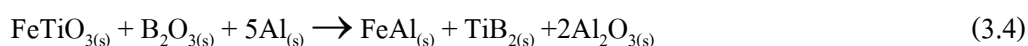
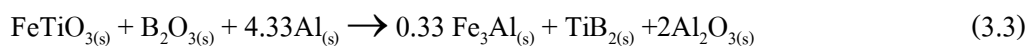
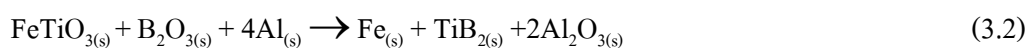
$g_i^\circ$  คือ โมลาร์มาตรฐานของพลังงานกิบส์ของสาร i ที่ค่าความดันและอุณหภูมิ

$n_i$  คือ จำนวนโมลของสาร i

$x_i$  คือ สัดส่วนโมลของสาร i

$\gamma_i$  คือ สัมประสิทธิ์แอกติวิตี้ของสาร i

ปฏิกิริยาโดยรวมของการวิจัยหลัก แสดงไว้ดังสมการ(3.2)-(3.4)

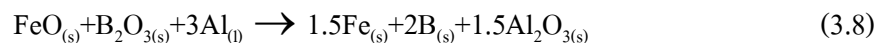
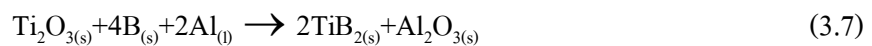
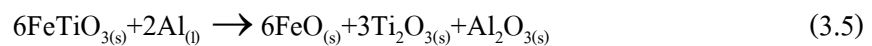


จากสมการปฏิกิริยาดังกล่าว สามารถคำนวณหาอุณหภูมิเอเดียบติกได้เท่ากับ 2421.9°C (3.2) 2358.4°C (3.3) และ 2241.2°C (3.4) (Outokumpu HSC Chemistry® for Window, HSC 4.0) โดยหลักการ (สุธรรม 2009) ปฏิกิริยาจะสามารถเกิดขึ้นด้วยตัวเองเนื่องจากปฏิกิริยาคายความร้อน เมื่ออุณหภูมิเอเดียบติกของปฏิกิริยามากกว่า 1800°C ซึ่งจากการคำนวณอุณหภูมิเอเดียบติกที่ได้มีค่าสูงกว่า 1800°C เพราะฉะนั้น มีความเป็นไปได้ในการอาศัยปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองเพื่อสังเคราะห์สารในทั้ง 3 สมการนี้

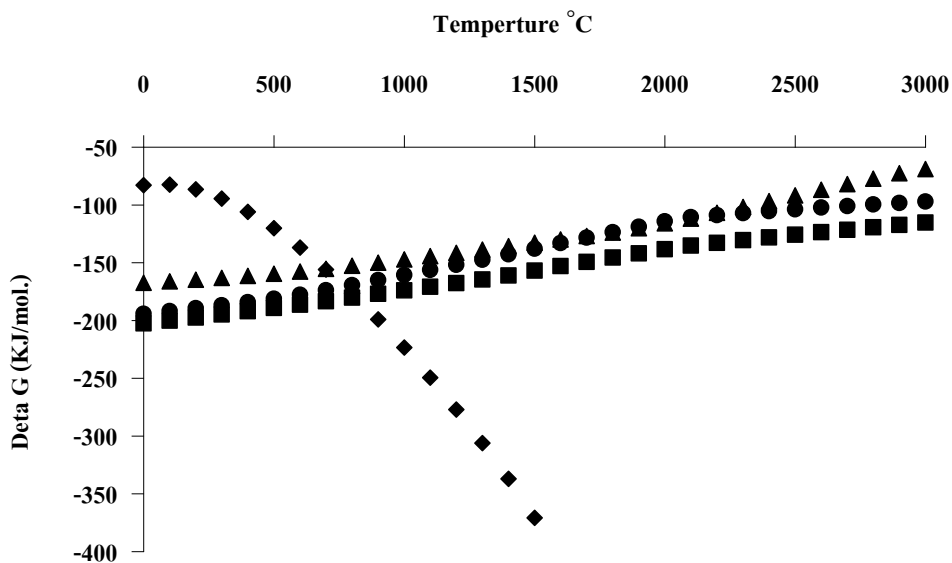
### 3.1.1 ระบบสารตั้งต้น FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al

#### 3.1.1.1 ระบบสารตั้งต้นที่มี 4 โมล Al (FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4Al)

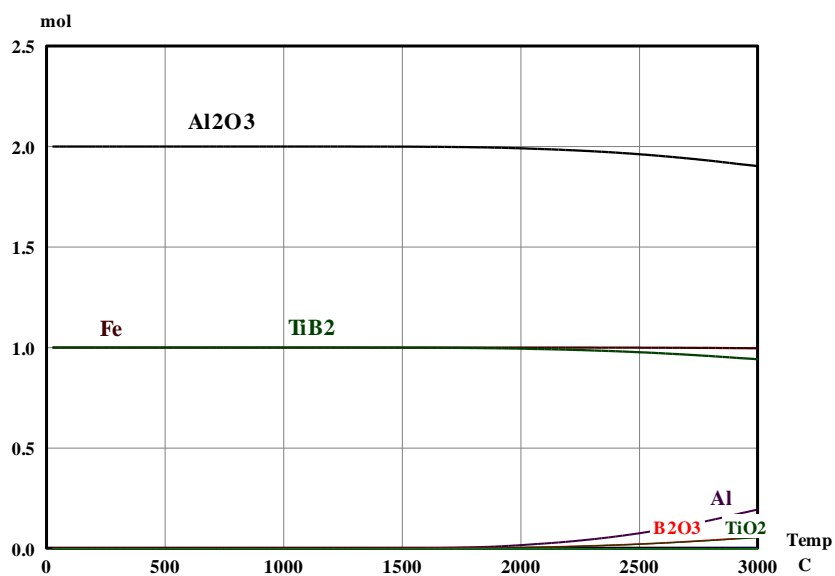
ระหว่างการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเอง FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4Al มีอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างกันเพื่อก่อรูปเป็นสารประกอบที่เป็นไปได้ ปฏิกิริยาในขั้นตอนระหว่างกลาง (Intermediate) อาจสามารถแสดงได้ดังสมการด้านล่าง



จากรูปที่ 3.1 แสดงให้เห็นว่ามีความเป็นไปได้ทางอุณหพลศาสตร์ที่จะสังเคราะห์วัสดุผสมในระบบ FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4Al FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.33Al และ FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5Al โดยที่ปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงจะเริ่มก่อรูปขึ้นที่อุณหภูมิหลอมเหลวของ Al (660°C) เมื่อ Al หลอมแล้วทำปฏิกิริยากับ FeTiO<sub>3</sub> และลดรูป FeTiO<sub>3</sub> ทำให้เกิดการก่อรูปของ FeO กับเฟสระหว่างกลางของ Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และเฟสเสถียรของ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (สมการที่ 3.5) หลังจากนั้น FeO จะเข้าทำปฏิกิริยากับ Al หลอมเหลวและถูกลดรูปลงเป็น Fe กับ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (สมการที่ 3.6) ในขณะที่ FeO ส่วนที่เหลือเข้าทำปฏิกิริยากับ B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> หลอมเหลวส่วนที่เหลือ ทำให้ B อิศระก่อรูปขึ้น (สมการที่ 3.8) ซึ่งเกิดขึ้นพร้อมกันขณะที่ B ไปลดรูป Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ได้เป็น TiB<sub>2</sub> (สมการที่ 3.7) จากรูปที่ 3.2 แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4Al อุณหภูมิแอเดียแบติกของระบบ FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4Al ที่สามารถเกิดปฏิกิริยา SHS ได้ประมาณ 2400°C ยืนยันได้ว่าที่สารตั้งต้น FeTiO<sub>3</sub> 1 โมล B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1 โมล และ Al 4 โมล จะเกิดเป็นวัสดุผสม Fe TiB<sub>2</sub> และ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



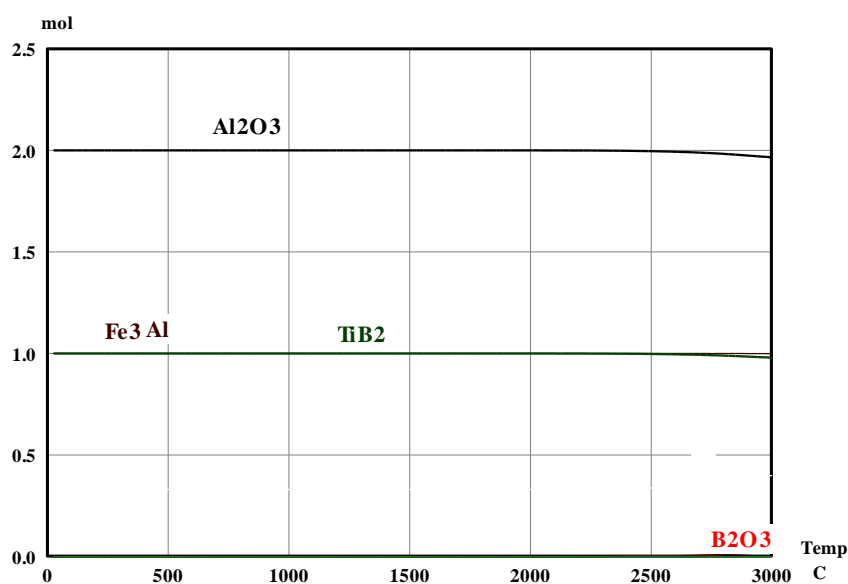
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาเคมีในสมการที่ 3.2 และ 3.5 ถึง 3.8 ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0-3000 °C (พื้นฐานการคำนวณจากโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup>)



รูปที่ 3.2 แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4Al}$  ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (แผนภาพจากโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup>)

### 3.1.1.2 ระบบสารตั้งต้นที่มี 4.33 โมล Al ( $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$ )

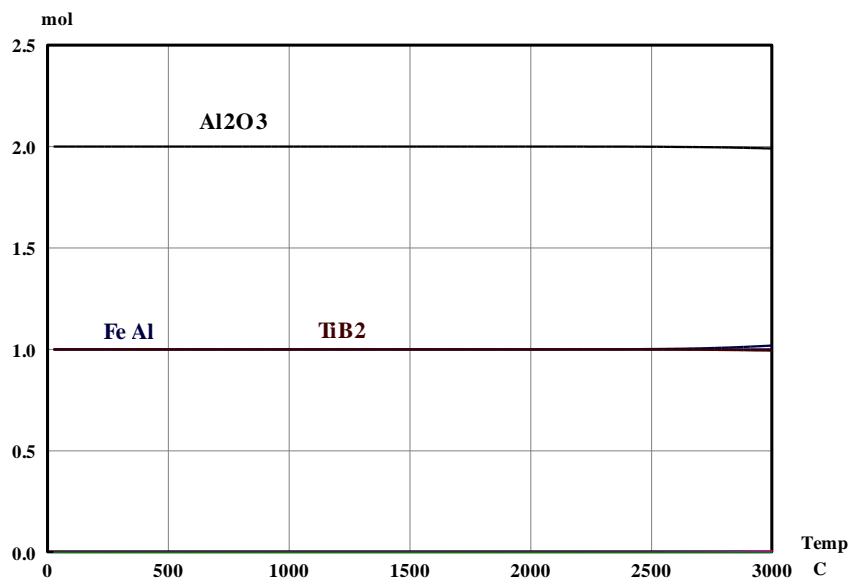
แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$  ดังแสดงรูปที่ 3.3 อุณหภูมิแอเดียแบติกของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$  ที่สามารถเกิดปฏิกิริยา SHS ได้อยู่ที่ประมาณ  $2300^\circ\text{C}$  ซึ่งพบว่าที่ปริมาณสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3$  1 โมล  $\text{B}_2\text{O}_3$  1 โมล และ Al 4.33 โมล จะก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์วัสดุผสม  $\text{Fe}_3\text{Al}$   $\text{TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 3.3 แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$  ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (แผนภาพจากโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup>)

### 3.1.1.3 ระบบสารตั้งต้นที่มี 5 โมล Al ( $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$ )

แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$  ดังแสดงรูปที่ 3.4 อุณหภูมิแอเดียแบติกของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$  ที่สามารถเกิดปฏิกิริยา SHS ได้อยู่ที่ประมาณ  $2200^\circ\text{C}$  ซึ่งพบว่าที่ปริมาณสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3$  1 โมล  $\text{B}_2\text{O}_3$  1 โมล และ Al 5 โมล จะก่อรูปเป็นผลิตภัณฑ์วัสดุผสม  $\text{FeAl}$   $\text{TiB}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 3.4 แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-5Al}$  ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (แผนภาพจากโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup>)

สำหรับลักษณะทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ในระบบต่างๆ จะอาศัยภาพถ่ายจากกล้องถ่ายภาพแบบดิจิทัล โดยจะพิจารณาถึงรูปร่างและความสม่ำเสมอของเนื้อผลิตภัณฑ์ในเบื้องต้น นอกจากนั้นก็จะมีการวิเคราะห์เกี่ยวกับการก่อรูปของผลิตภัณฑ์ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคสมบัติของวัสดุผสม ซึ่งจะแบ่งพิจารณาในแต่ละเงื่อนไขดังนี้

### 3.2 ผลการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ $\text{FeTiO}_3$ , $\text{B}_2\text{O}_3$ และ Al ด้วยกระบวนการกึ่งหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (SHS)

ชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ SHS จะมีลักษณะไม่เป็นรูปทรงดังแสดงในรูปที่ 3.5 และมีรูพรุนภายในชิ้นงานจำนวนมาก ทำให้ไม่สามารถนำไปทดสอบสมบัติเชิงกลได้



รูปที่ 3.5 ชิ้นงานที่ผ่านการจุดระเบิดในกระบวนการ SHS ที่อัตราส่วนเชิงโมลของ Al ในสารตั้งต้นต่างกัน (a) 4 โมล (b) 4.33 โมล และ (c) 5 โมล

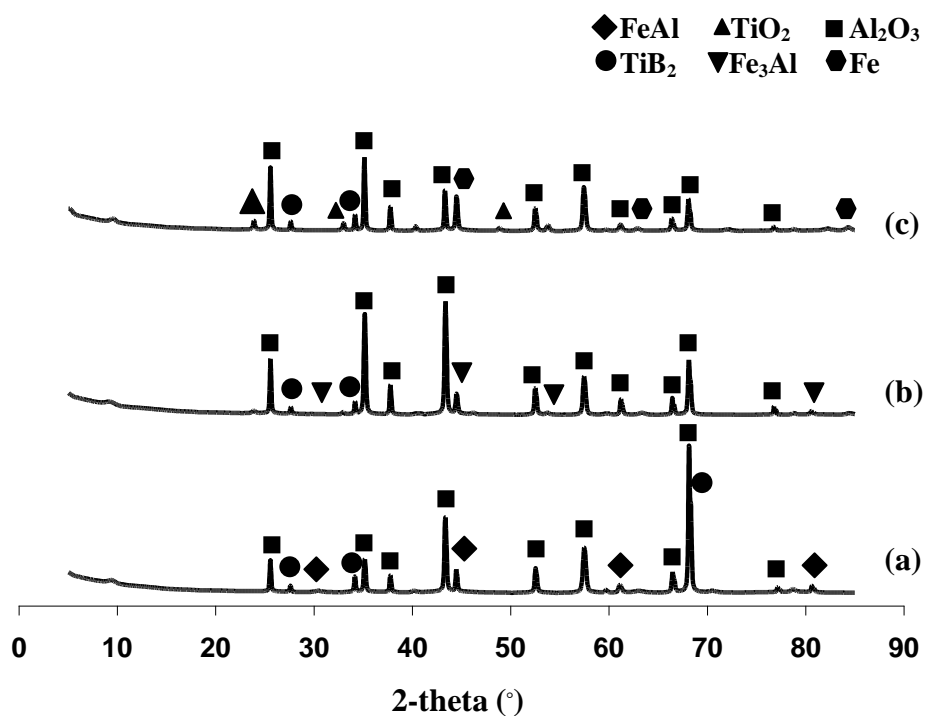
### 3.2.1 ผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al ในสารตั้งต้น

#### 3.2.1.1 ผลต่อการก่อรูปของเฟส

สำหรับการศึกษาเบื้องต้นผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของ Al ที่เป็นสารตั้งต้น 4 4.33 และ 5 โมล ต่อการเกิดปฏิกิริยาการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ตามสัดส่วนที่คำนวณไว้ดังสมการปริมาณสารสัมพันธ์ที่ (3.2) (3.3) และ (3.4)

จากข้อมูล XRD ในรูปที่ 3.6 แสดงให้เห็นการก่อรูปของสารผลิตภัณฑ์ดังสมการ 3.2 ประกอบด้วยเฟสของเหล็ก (Fe) ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) และอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) เป็นส่วนประกอบ สมการที่ 3.3 ประกอบด้วยเฟสของเหล็กอะลูมิเนียมไนด์ ( $FeAl$ ) ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) และอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และสมการที่ 3.4 ประกอบด้วยเฟสของเหล็กอะลูมิเนียมไนด์ ( $Fe_3Al$ ) ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) และอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ซึ่งทั้งสามสมการมีองค์ประกอบทางเคมีตรงตามที่ได้ตั้งสมมติฐานไว้ แต่ในการวิเคราะห์ผลพบว่า มีเฟสระหว่างปฏิกิริยาของไทเทเนียมออกไซด์ ( $Ti_2O_3$ ) ปรากฏขึ้นในสมการที่ 3.2 เนื่องจากสมการที่ 3.2 ใช้ Al ปริมาณ 4 โมล ส่งผลให้ Al มีไม่เพียงพอที่จะไปทำปฏิกิริยากับออกซิเจน (O) ได้อย่างสมบูรณ์ทำให้ออกซิเจนที่เหลือไปทำปฏิกิริยากับไทเทเนียม (Ti)

ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้สามารถคำนวณเชิงปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.1 เห็นได้ว่าแต่ละสมการหลังการสังเคราะห์จะเกิดเฟสอะลูมินามากที่สุดรองลงมาคือ เหล็กอะลูมิเนียมไนด์ และไทเทเนียมไดโบไรด์ แสดงว่าเนื้อหลัก (Matrix) คือ อะลูมินา และส่วนเสริมแรง (Reinforcement) คือ เหล็กอะลูมิเนียมไนด์ กับไทเทเนียมไดโบไรด์



รูปที่ 3.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{Al}$  (ที่อัตราส่วนเชิงโมล Al ในสารตั้งต้นต่างกัน) (a) 5 โมล (b) 4.33 โมล และ (c) 4 โมล

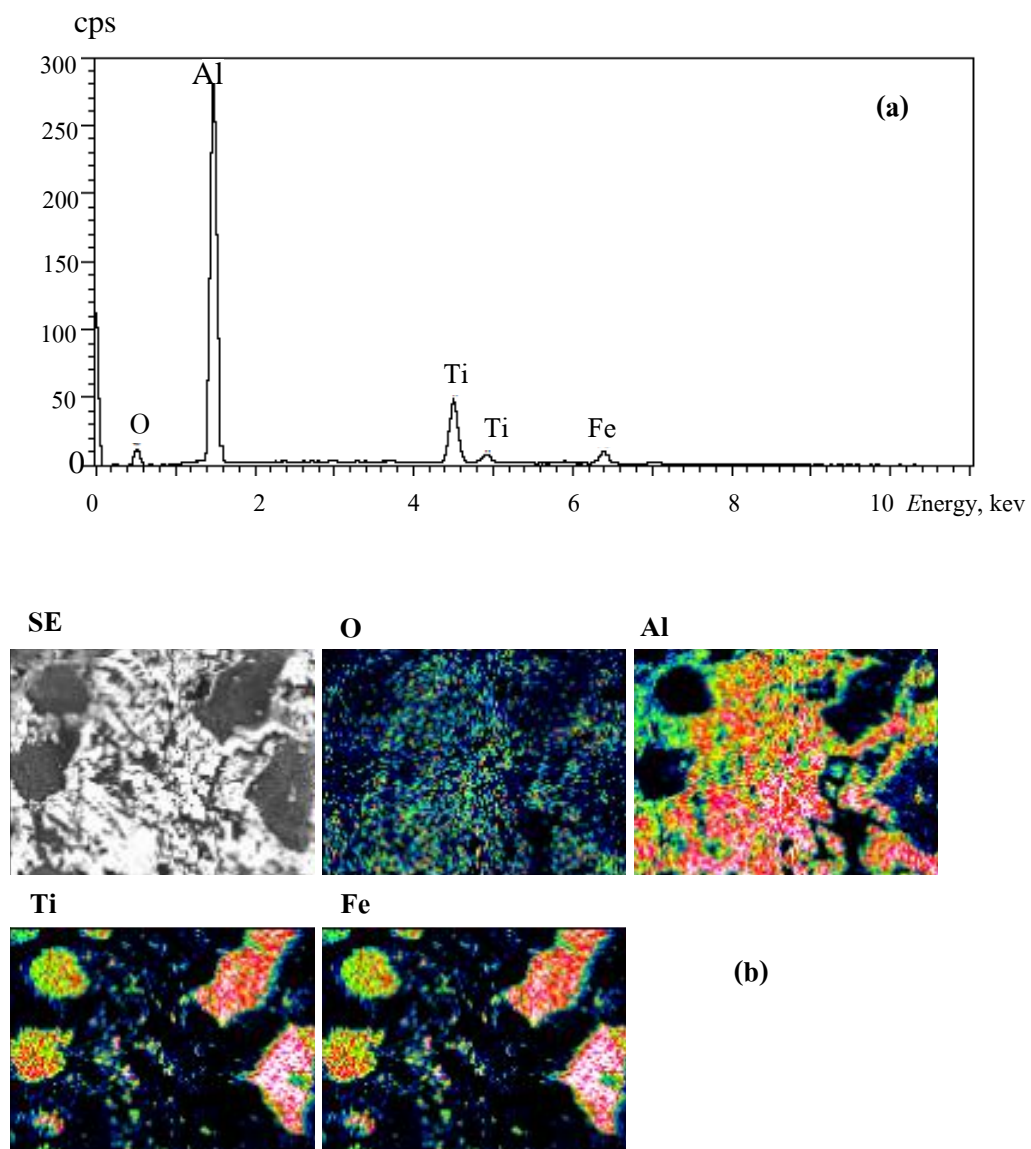
ตารางที่ 3.1 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ ที่อัตราส่วน Al-สารตั้งต้นต่างกันด้วยกระบวนการคำนวณด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง

ปริมาณ Al-สารตั้งต้น	องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)					
	Fe	FeAl	Fe <sub>3</sub> Al	TiB <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
4 mole	20.89	-	-	16.74	55.88	6.49
4.33 mole	-	-	23.49	15.36	61.15	-
5 mole	-	27.95	-	22.94	49.11	-



### 3.2.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของปฏิกิริยาที่มี 4.33Al-สารตั้งต้น

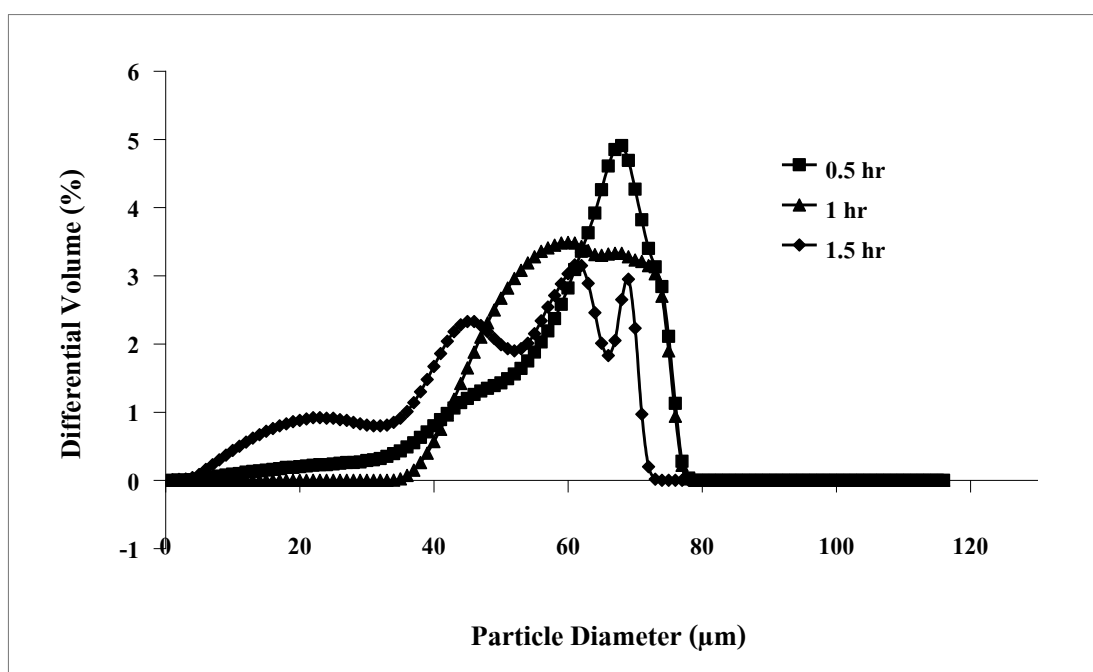
จากผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของการสังเคราะห์ เหล็กอะลูมิไนด์ ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ ) ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) และอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ด้วยเทคนิค EDX ในรูปที่ 3.7 พบว่า ประกอบไปด้วยอะลูมิเนียม (Al) มากที่สุด (สีสว่างสุด) รองลงมาคือ เหล็ก (Fe) ไทเทเนียม (Ti) และออกซิเจน (O) ตามลำดับ ซึ่งจากรูป 3.7(b) เห็นได้ว่า อะลูมิเนียมกับออกซิเจน อยู่ในตำแหน่งเดียวกัน จึงคาดว่าเป็นอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และ ไทเทเนียม (Ti) กับเหล็ก (Fe) อยู่ในตำแหน่งเดียวกันแต่เมื่อวิเคราะห์กับ XRD ไม่พบเฟสของไทเทเนียม (Ti) ที่ก่อรูปกับเหล็ก (Fe) และหลังจากการวิเคราะห์จากค่าพลังงานสำหรับการก่อรูปพบว่าไทเทเนียม (Ti) กับ โบรอน (B) ก่อรูปกันได้ง่ายกว่า อะลูมิเนียม (Al) กับเหล็ก (Fe) ซึ่งสันนิษฐานได้ว่าตรงบริเวณที่มีไทเทเนียม (Ti) ก็จะเป็นตำแหน่งเดียวกันกับโบรอน (B) ซึ่งก็คือ ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) ซึ่งในรูปที่ 3.7(a) จะไม่ปรากฏโบรอน (B) เนื่องจาก โบรอน (B) เป็นธาตุเบาที่เครื่องมือวิเคราะห์ไม่สามารถตรวจวัดได้ จึงไม่ปรากฏในผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุ และเหล็ก (Fe) จะชอบก่อรูปกับ อะลูมิเนียม (Al) มากกว่าไทเทเนียม (Ti) เนื่องจากพลังงานในการก่อรูปน้อยกว่าจึงเกิดเป็นเหล็กอะลูมิไนด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลของเทคนิค XRD ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.7 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

### 3.2.2 ผลกระทบของเวลาในการบดผสม (Milling time) และความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานก่อนการตั้งเคราะห์ (Compaction of green pellets) ในระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$

จากรูปที่ 3.8 ผลของการกระจายตัวของอนุภาคผงที่ได้จากการบดผสมของสารตั้งต้นที่เวลาบดต่างกัน จากตารางที่ 3.2 จะเห็นได้ว่าเมื่อเวลาบดผสมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 1 และ 1.5 ชั่วโมง ขนาดของอนุภาคผงจะลดลง จากเส้นผ่าศูนย์กลาง ( $d_m$ ) 15.43 ไมโครเมตร ถึงเส้นผ่าศูนย์กลาง ( $d_m$ ) 7.26 ไมโครเมตร

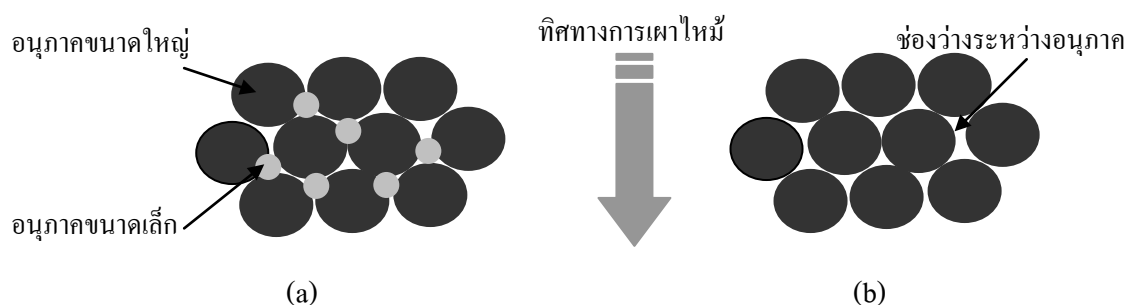


รูปที่ 3.8 การวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคผงด้วยเลเซอร์ (LPSA) ที่เวลาบดต่างกัน

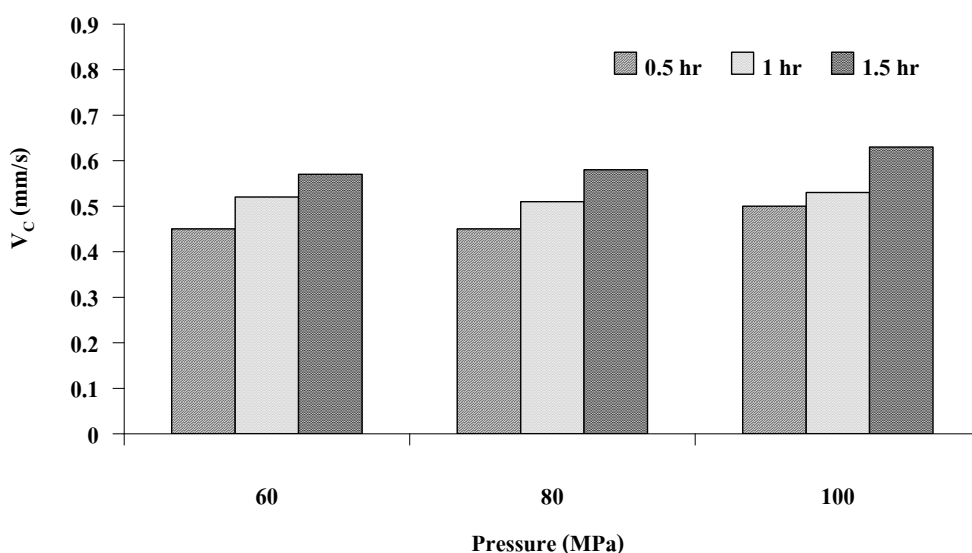
ตารางที่ 3.2 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคที่เวลาบดต่างกัน

เวลาบด	Mean ( $\mu\text{m}$ )	S.D ( $\mu\text{m}$ )
0.5 hr	15.43	11.64
1 hr	14.11	11.15
1.5 hr	7.26	7.49

ที่เวลาบด 0.5 hr การกระจายตัวของผงเป็นช่วงกว้าง และเมื่อเพื่อเวลาบดผสมเพิ่มขึ้นเป็น 1.5 hr จะเห็นว่าขนาดการกระจายตัวของอนุภาคเพิ่มขึ้นแต่อยู่ในช่วงแคบๆ ส่งผลให้อนุภาคผงที่มีขนาดเล็กจะไปแทรกระหว่างอนุภาคผงขนาดใหญ่ดังรูปที่ 3.9 ทำให้เวลาอัดขึ้นรูปขึ้นงานความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มแรงอัดให้กับชิ้นงานความหนาแน่นก็ยิ่งเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากการสัมผัสระหว่างผิวของอนุภาคเพิ่มขึ้น อัตราเร็วในการเผาไหม้ก็เร็วขึ้น เพราะความร้อนไม่ได้สูญเสียไประหว่างแนวปฏิกิริยา ดังรูปที่ 3.10

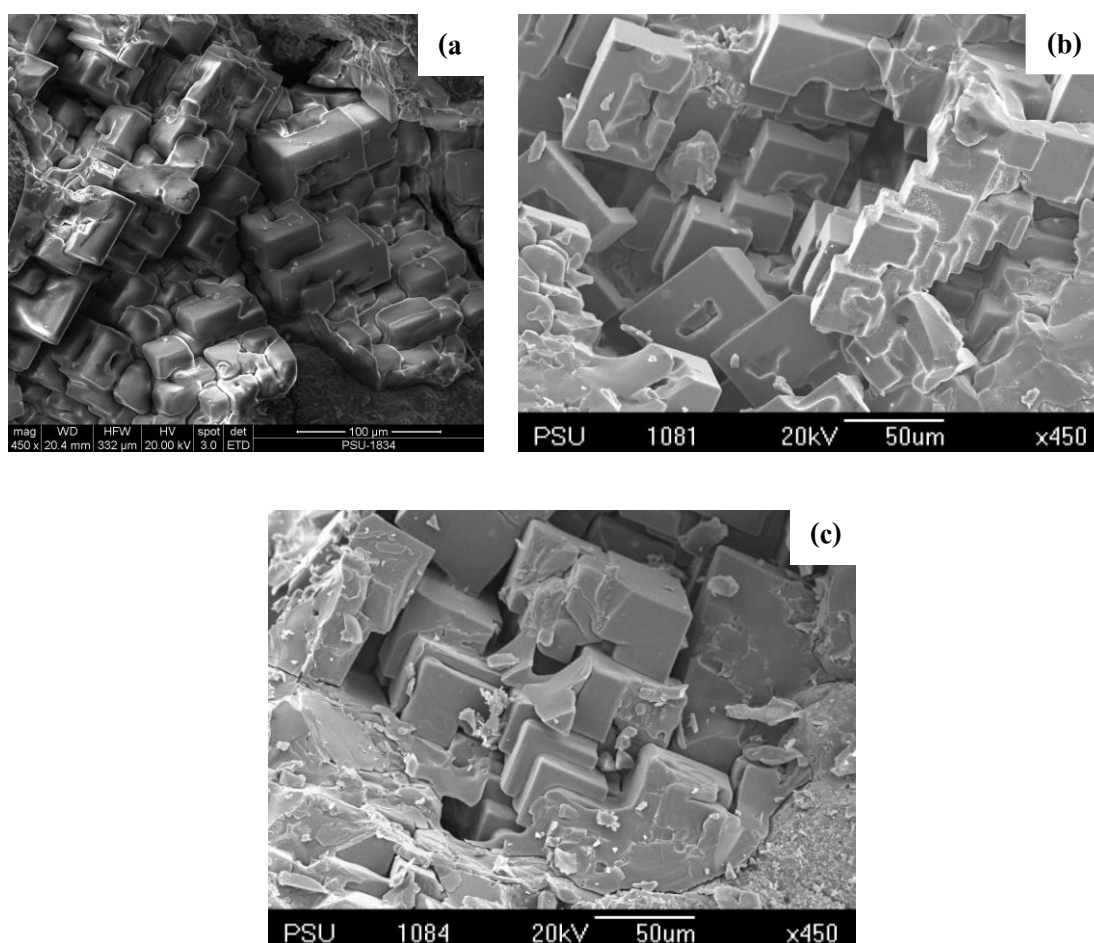


รูปที่ 3.9 แบบจำลองการแทรกตัวของอนุภาคผง (a) การแทรกตัวของอนุภาคผงขนาดเล็กระหว่างอนุภาคผงขนาดใหญ่ และ (b) อนุภาคผงขนาดใหญ่ที่ไม่มีการแทรกตัวของอนุภาคผงขนาดเล็ก



รูปที่ 3.10 แผนภูมิความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วในการเผาไหม้และความกดอัดในการขึ้นรูปชิ้นงาน

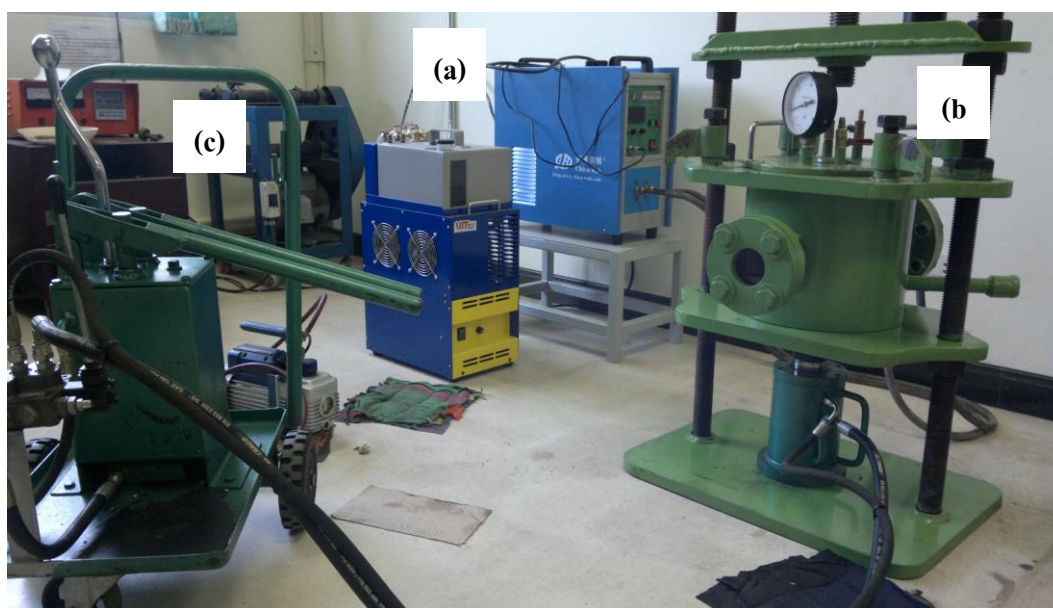
การอัดผงมีความสำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ ซึ่งความสามารถในการอัดตัวของผงขึ้นอยู่กับสมบัติของวัสดุเช่น ความแข็งและความแข็งแรง ถ้าอนุภาคมีความแข็งน้อยมากๆระดับการอัดแน่นก็มากขึ้น โดยทั่วไปแล้วอนุภาคขนาดใหญ่จะมีความหนาแน่นในการอัดตัวสูงกว่าขนาดเล็ก การกระจายตัวของอนุภาคจะไปทำให้ค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เวลาในการเผาไหม้เร็วขึ้น เมื่อความเร็วในการเผาไหม้เพิ่มขึ้น ความร้อนที่แนวปฏิกิริยาการสังเคราะห์จะลดลง (Heat loss น้อยลง) ทำให้ความร้อนที่จะส่งไปให้เกิดการโตของเกรน (Grain growth) น้อยลง ทำให้ได้เกรนที่มีขนาดเล็กกลง ดังแสดงในรูปที่ 3.11



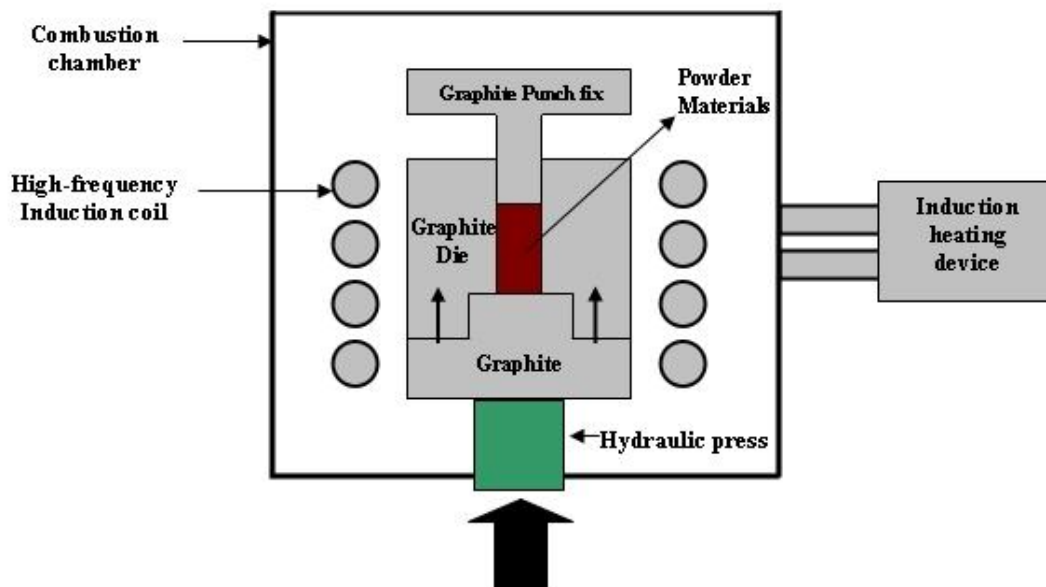
รูปที่ 3.11 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  (ที่เวลาอบต่างกัน) (a) 0.5 ชั่วโมง (b) 1 ชั่วโมง และ (c) 1.5 ชั่วโมง

### 3.3 ผลการทดลองของการสังเคราะห์วัสดุผสมจากระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ จากเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นในกระบวนการ TE and dense

จากรูปที่ 3.12 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ไม่เป็นรูปทรง จึงได้ทำการออกแบบและสร้างเครื่องมือในการสังเคราะห์และอัดแน่นวัสดุผสมให้อยู่ในขั้นตอนเดียว ดังแสดงรูปที่ 3.12 และ 3.13 โดยให้ความร้อนจากเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนและอัดแน่นด้วยเครื่องอัด Hydraulic เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์แบบการระเบิดทางความร้อน



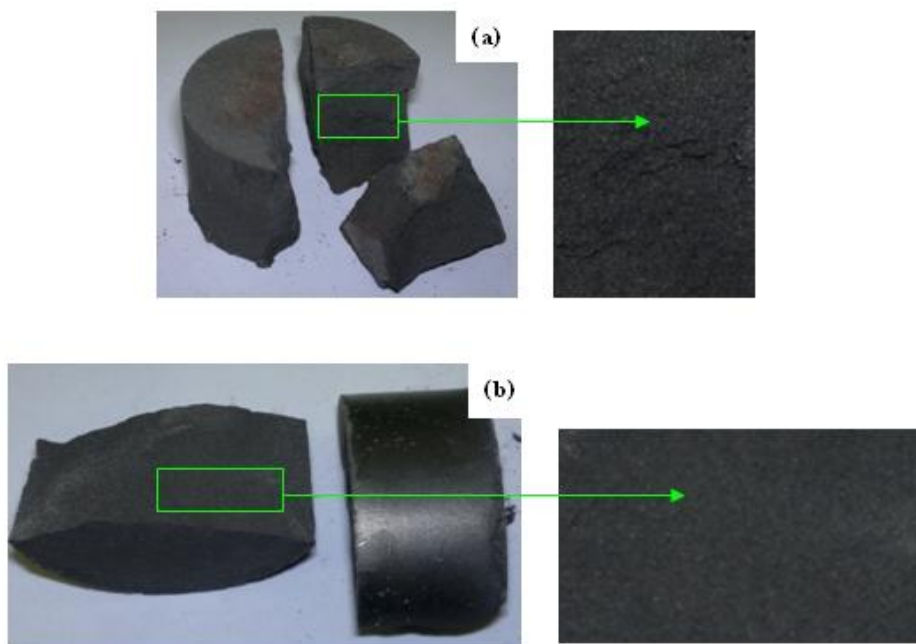
รูปที่ 3.12 ระบบรวมเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนและอัดแน่นด้วยเครื่องอัดแบบ Hydraulic ในระบบสุญญากาศ (a) เครื่องเหนี่ยวนำความร้อน (b) เตาปฏิกรณ์วางชิ้นงานระบบสุญญากาศ และ (c) เครื่องอัดชิ้นงานแบบ Hydraulic



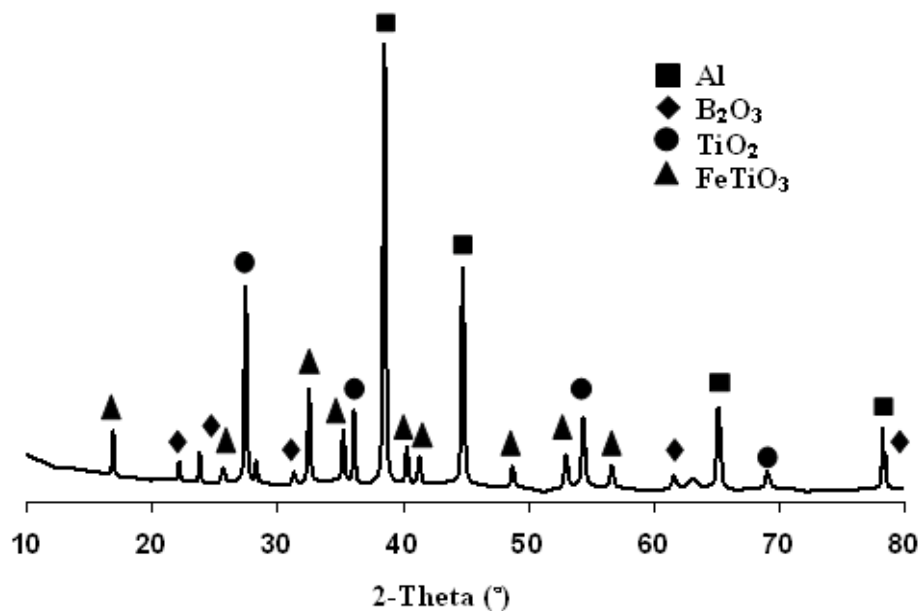
รูปที่ 3.13 ภาพสเก็ตภายในเตาปฏิกรณ์

### 3.3.1 ผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$

จากการวัดอุณหภูมิแม่พิมพ์กราฟไฟต์ที่ พบว่าการปล่อยกระแสจากเครื่องเหนี่ยวนำ ความร้อนที่ 300 A จะมีอุณหภูมิประมาณ  $500^\circ\text{C}$  และเมื่อปล่อยกระแสที่ 500 A จะมีอุณหภูมิ ประมาณ  $700^\circ\text{C}$  ซึ่งที่กระแส 500 A คาดว่าน่าจะเพียงพอที่จะทำให้สารตั้งต้นเกิดการระเหิด ความร้อนและนำความร้อนไปเผาไหม้ทั่วทั้งชิ้นงาน ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้เป็นตัวต่อเชื่อมประทุก็คือ Al ซึ่งมีจุดหลอมเหลวประมาณ  $660^\circ\text{C}$  เนื่องจากไม่มีการสูญเสียความร้อนสู่สิ่งแวดล้อม ในการทดลองเบื้องต้นจึงทำการเลือกปล่อยกระแสในช่วง 300-500 A จากรูปที่ 3.14 จะเห็นได้ว่าชิ้นงาน (a) ที่ผ่านการให้ความร้อนโดยการปล่อยกระแสไฟฟ้าที่ 350 A จะมีลักษณะผิวเนื้อภายในชิ้นงาน ไม่เรียบ และสีของชิ้นงานยังคงคล้ายกับชิ้นงานก่อนการให้ความร้อน ส่วนชิ้นงานที่ปล่อย กระแสไฟฟ้าที่ 400 A จะเริ่มมีการหลอมทำให้ผิวเนื้อภายในของชิ้นงานเรียบขึ้น แต่ความร้อนยังคง ไม่เพียงพอที่จะทำให้ชิ้นงานหลอมทั้งชิ้น และจากผล XRD ดังแสดงในรูปที่ 3.15 พบว่าชิ้นงาน ยังคงไม่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ เพราะ ยังคงพบเฟสของสารตั้งต้นคือ  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ Al



รูปที่ 3.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  จากการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ (a) กระแสไฟฟ้า 350A เป็นเวลา 1.50 นาที และ (b) กระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 1.50 นาที

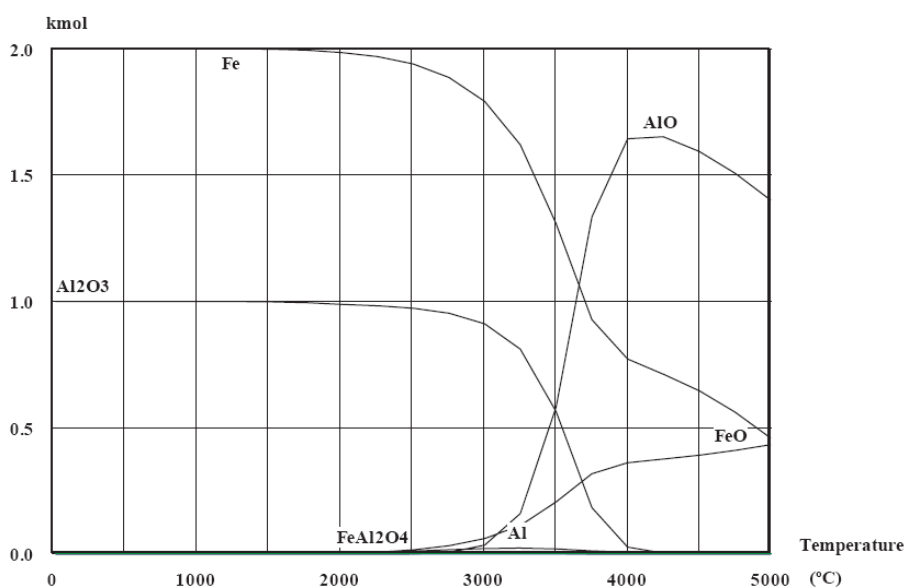
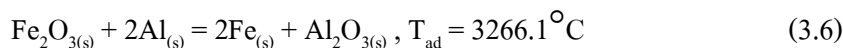


รูปที่ 3.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  ชิ้นงานยังคงไม่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 1.50 นาที



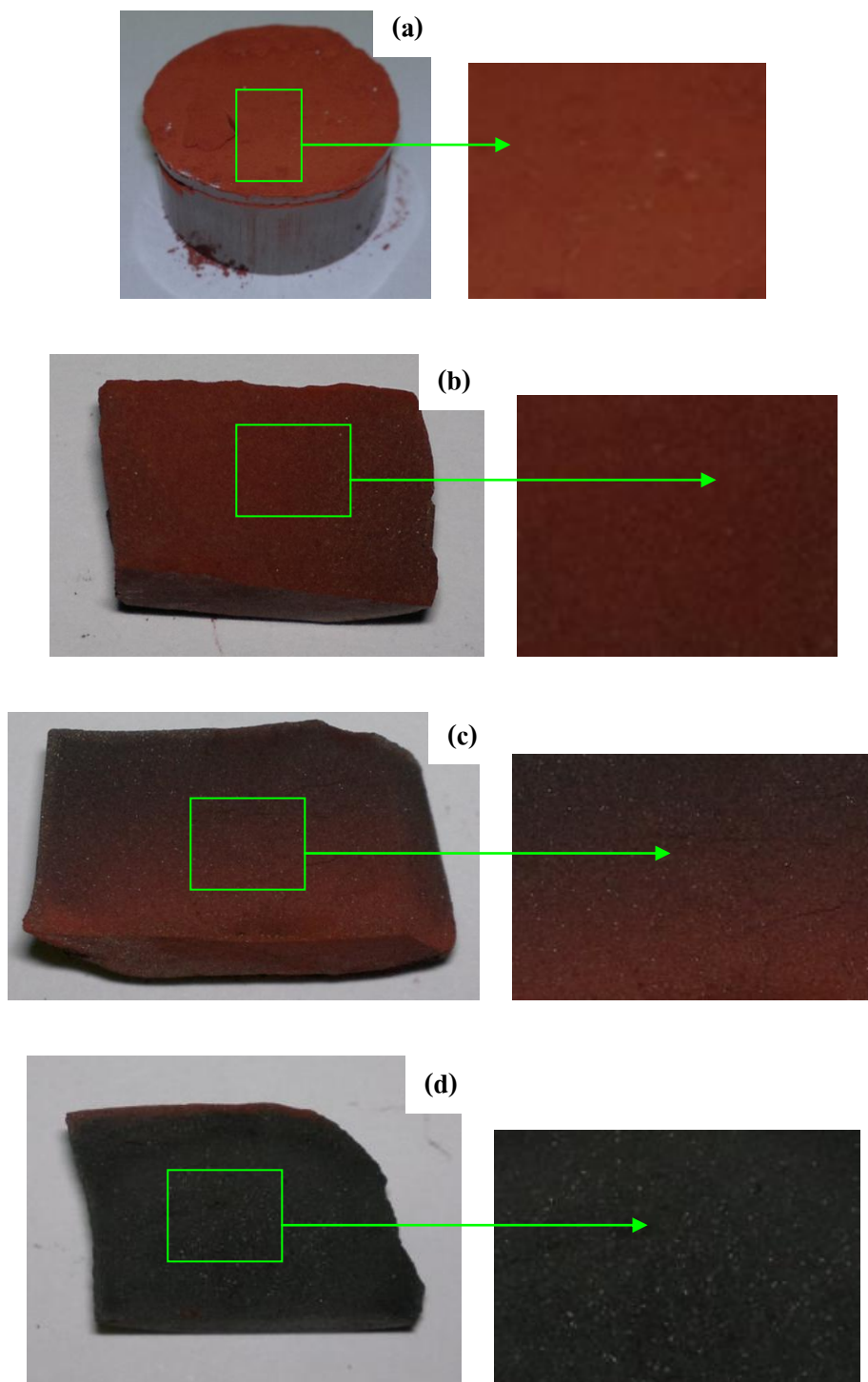
### 3.3.2 ผลกระทบของการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$

จากการทดลองระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  ในหัวข้อ 3.3.2 พบว่าไม่เกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์ จึงได้ทดลองสังเคราะห์ระบบของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  ดังสมการที่ 3.6 และรูปที่ 3.16 เนื่องจากระบบนี้มีค่า  $T_{\text{ad}}$  สูงถึง  $3266.1^\circ\text{C}$  ซึ่งสูงกว่าระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  ประมาณ  $900^\circ\text{C}$  ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกว่า

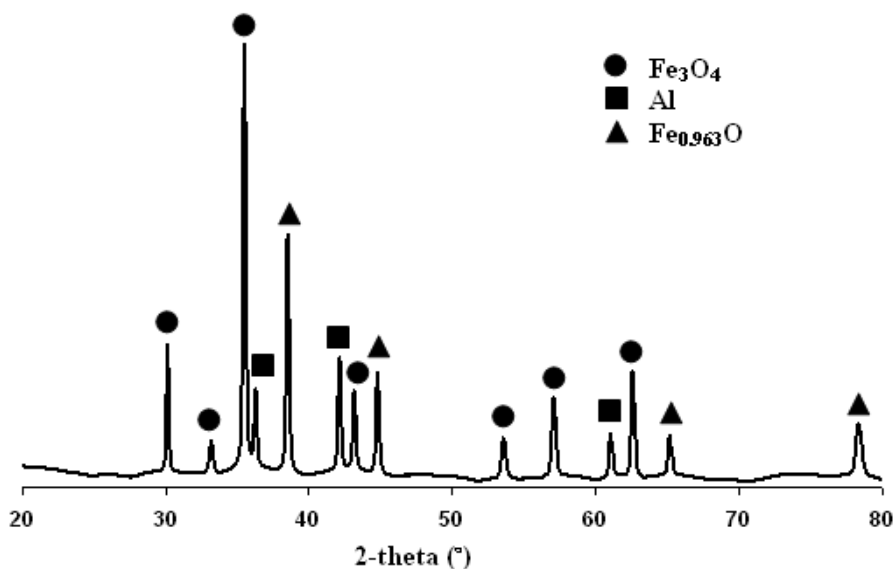


รูปที่ 3.16 แผนภาพสมดุลองค์ประกอบของระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (แผนภาพจากโปรแกรม HSC Chemistry<sup>®</sup>)

จาก รูปที่ 3.17 จะเห็นว่าชิ้นงาน (b) ที่ผ่านการให้ความร้อนโดยการปล่อยกระแสไฟฟ้าที่ 400 A มีสีที่เปลี่ยนแปลงน้อยมาก นั่นคือมีสีที่เข้มกว่าสีของสารตั้งต้นก่อนการปล่อยกระแสไฟฟ้า ชิ้นงานที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าที่ 450A รูป (c) จะเริ่มมีการเผาไหม้ทำให้สีของชิ้นงานเปลี่ยนจากสีของสารตั้งต้นเป็นสีดำแต่ก็ยังไม่ทั่วทั้งชิ้นงาน และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าเป็น 500A (d) จะเห็นว่าชิ้นงานมีการเผาไหม้ สีของชิ้นงานเปลี่ยนเป็นสีดำทั่วทั้งชิ้น และจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าชิ้นงานที่ทำการปล่อยกระแสไฟฟ้าที่ 400A และ 450A ไม่พบการเปลี่ยนแปลงไปเป็นผลิตภัณฑ์ แต่ที่ 500A พบว่าเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงเฟสเป็นวัสดุผสม โดยจะเริ่มพบเฟสของ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  และ  $\text{Fe}_{0.963}\text{O}$  ดังแสดงในรูปที่ 3.18 มีปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณดังตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.17 ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลของระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  จากการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำ (a) ชิ้นงานก่อนการปล่อยกระแสไฟฟ้า (b) กระแสไฟฟ้า 400A เป็นเวลา 2.50 นาที (c) กระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 2.50 นาที และ (d) กระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที



รูปที่ 3.18 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที

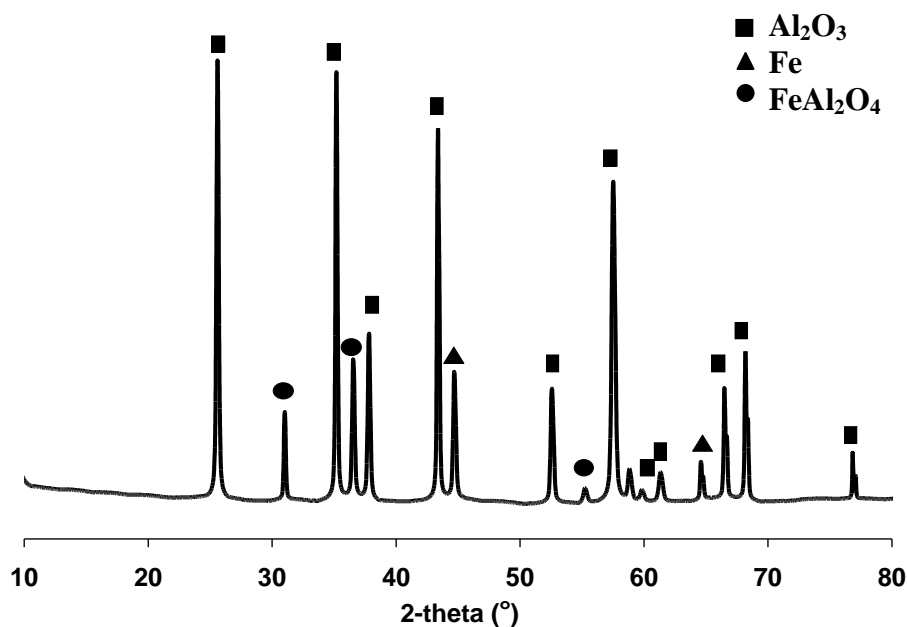
ตารางที่ 3.3 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกิ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 500A เป็นเวลา 2.50 นาที

องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	Al	$\text{Fe}_{0.963}\text{O}$
55.61	29.41	14.57

### 3.3.3 ผลกระทบของเวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$ และระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$

จากการทดลองข้างต้นในหัวข้อ 3.3.1 และ 3.3.2 นั้นคือทำให้เวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าของเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อนของสารตั้งต้น จะเห็นว่าเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ที่ไม่สมบูรณ์ จึงได้เพิ่มเวลาในการปล่อยกระแสไฟให้นานขึ้นเพื่อให้มีความร้อนที่นานกว่าเดิม เพื่อให้ได้ความร้อนที่นานพอเพื่อที่จะส่งการเกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อน จากประมาณ 3 นาที เป็น 4 นาที ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าที่เวลา 3.45 นาที

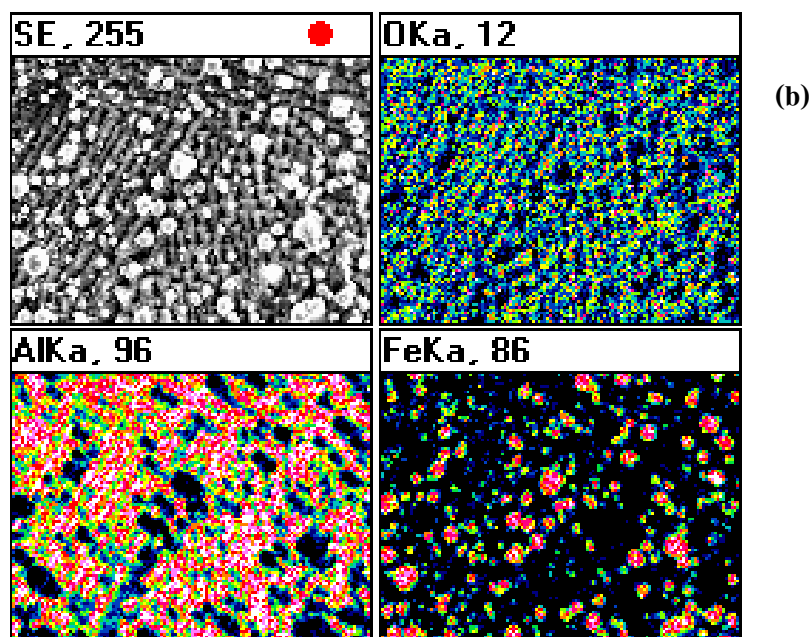
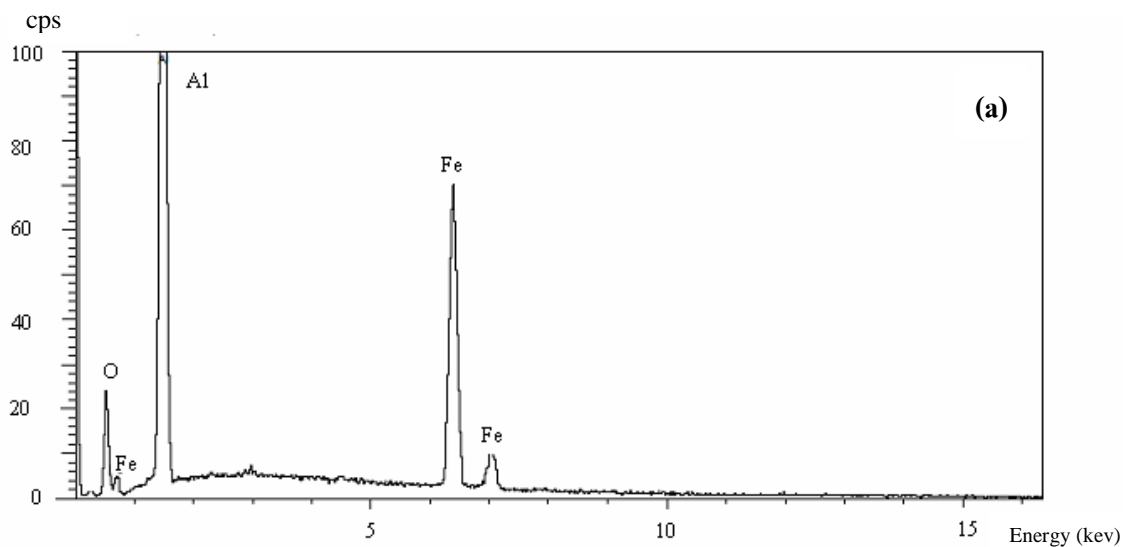
และปล่อยกระแส 450 A ในระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อนขึ้น (TE) และจากผล XRD ในรูปที่ 3.19 ยืนยันว่าเกิดเฟสของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Fe และ  $\text{FeAl}_2\text{O}_4$  โดยปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณแสดงในตารางที่ 3.4 และจากผล EDX ในรูปที่ 3.20 เห็นได้ว่า Al กับ O อยู่ในตำแหน่งเดียวกัน ซึ่งก็คือเป็นอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ส่วน Fe อยู่แยกจากตำแหน่ง Al กับ O อย่างเห็นได้ชัด ซึ่งจะสอดคล้องกับผล XRD ดังรูปที่ 3.19 และจาก SEM รูปที่ 3.21 จะเห็นได้ว่าผลึกของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ที่เป็นเนื้อพื้นที่มีลักษณะเป็นลูกบาศก์ (Cubic) มีขนาดประมาณ 4  $\mu\text{m}$  ซ้อนทับกัน และ Fe จะมีลักษณะเป็นผลึกทรงกลม (Spherical) กระจายอยู่บน  $\text{Al}_2\text{O}_3$  มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 5  $\mu\text{m}$



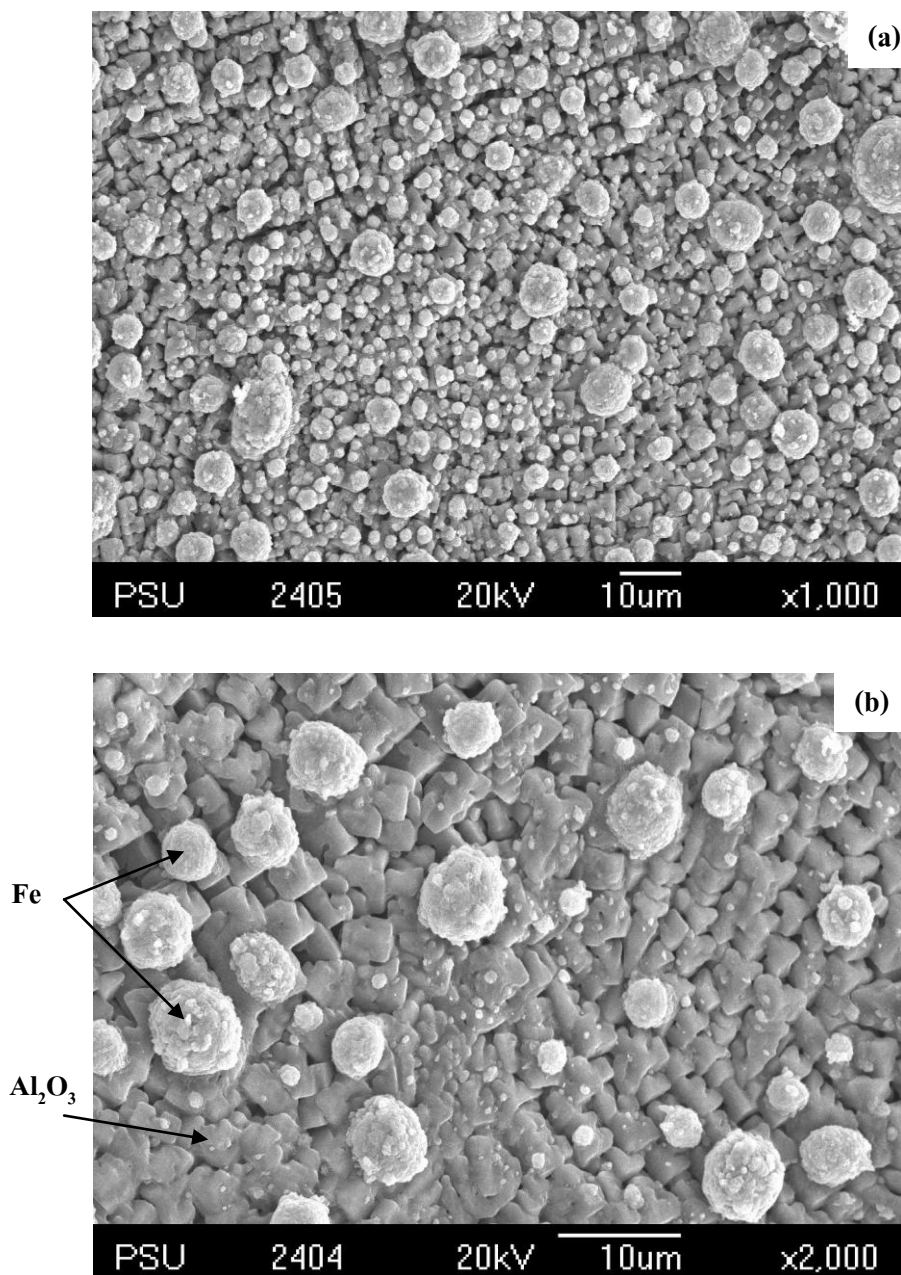
รูปที่ 3.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที

ตารางที่ 3.4 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ ผลิตภัณฑ์ระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที

องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
$\text{FeAl}_2\text{O}_4$	Fe	$\text{Al}_2\text{O}_3$
16.79	6.38	76

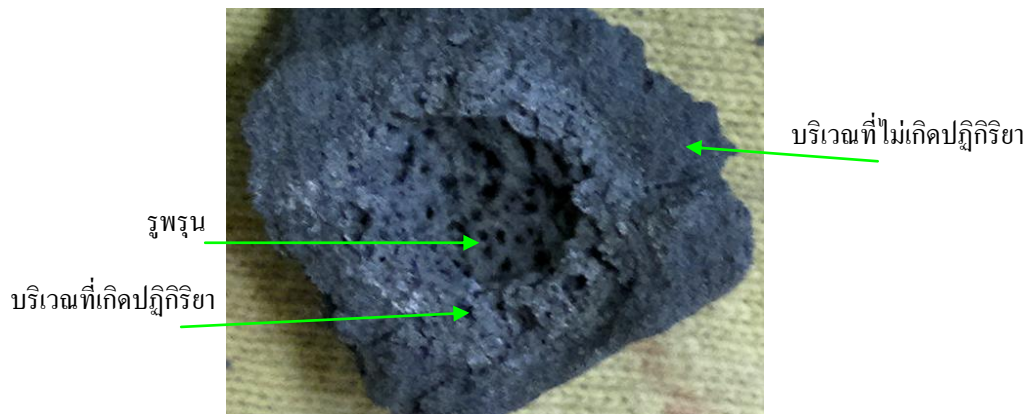


รูปที่ 3.20 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

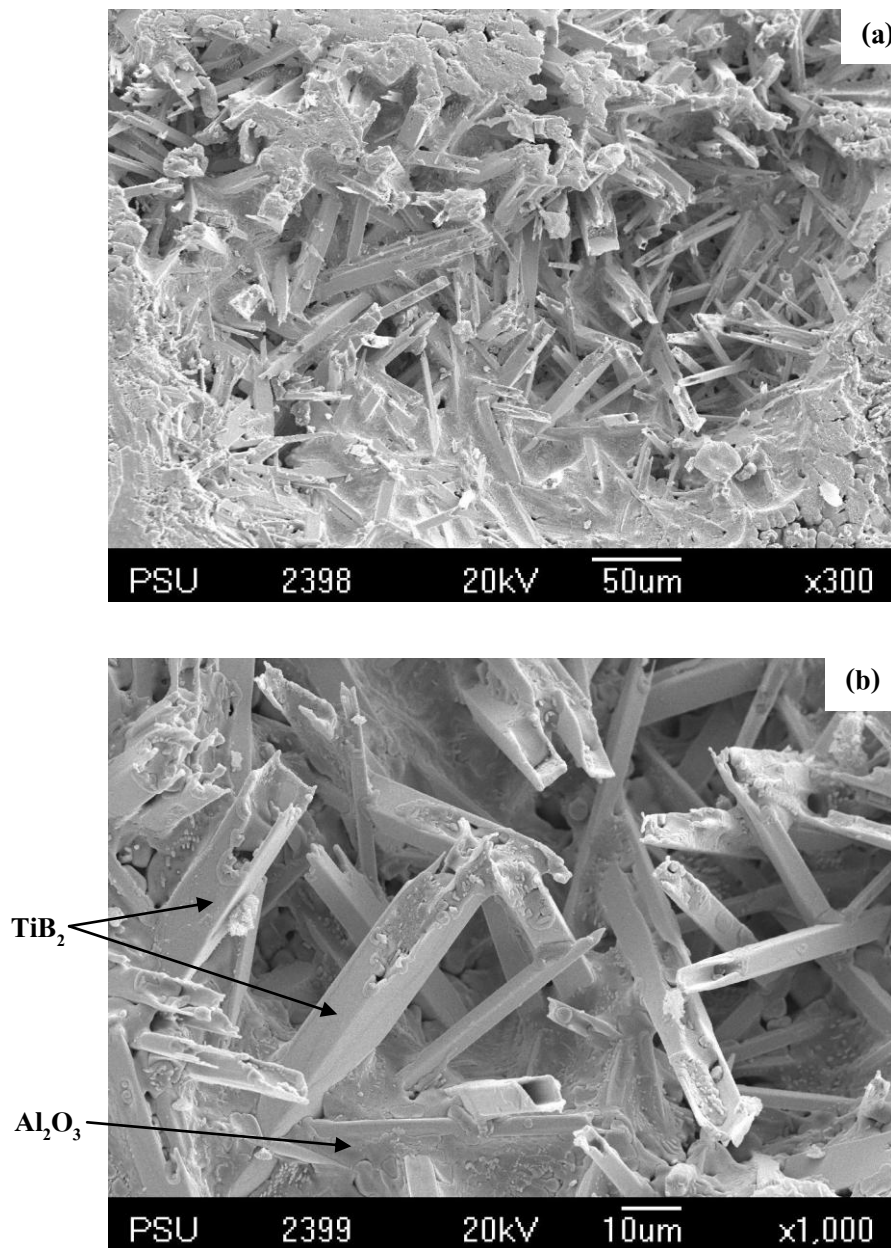


รูปที่ 3.21 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $Fe_2O_3 + 2Al$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1000 เท่า และ (b) 2000 เท่า

การให้ความร้อนกับระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยการเพิ่มเวลาในการปล่อยกระแสขนาด 450 A เป็น 4 นาที จะเกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อน (TE) เพียงบริเวณตรงกลางชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.22 และจากผล SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.23 พบว่าเกิดโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะเป็นแท่งกลวงมีหน้าตัดสี่เหลี่ยมซ้อนกันอยู่ โดยถูกโอบล้อมด้วยเนื้อพื้น ซึ่งจากลักษณะการกระจายตัวของธาตุ ในรูปที่ 3.24 สามารถยืนยันได้ว่าต้องบริเวณที่เป็นแท่งเหล่านั้นคือ  $\text{TiB}_2$  และบริเวณเนื้อพื้นรอบๆ คือ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  กับ  $\text{Fe}_3\text{Al}$  ก่อรูปประกอบกันอยู่ บริเวณที่มี Ti จะเป็นตำแหน่งเดียวกันกับ B ซึ่งก็คือ ส่วน Fe จะชอบก่อรูปกับ Al มากกว่า Ti เนื่องจากพลังงานในการก่อรูปน้อยกว่าจึงคาดว่าเกิดเป็น  $\text{Fe}_3\text{Al}$  และจากรูปที่ 3.24 (a) ปรากฏฟิสิกของ Mn ขึ้นเนื่องจาก Mn เป็นธาตุประกอบในแร่  $\text{FeTiO}_3$  ซึ่งเป็นสารตั้งต้นเดิม ที่มีสูตรโครงสร้างเต็มคือ  $\text{Fe}(\text{Mn},\text{Sn})\text{TiO}_3$

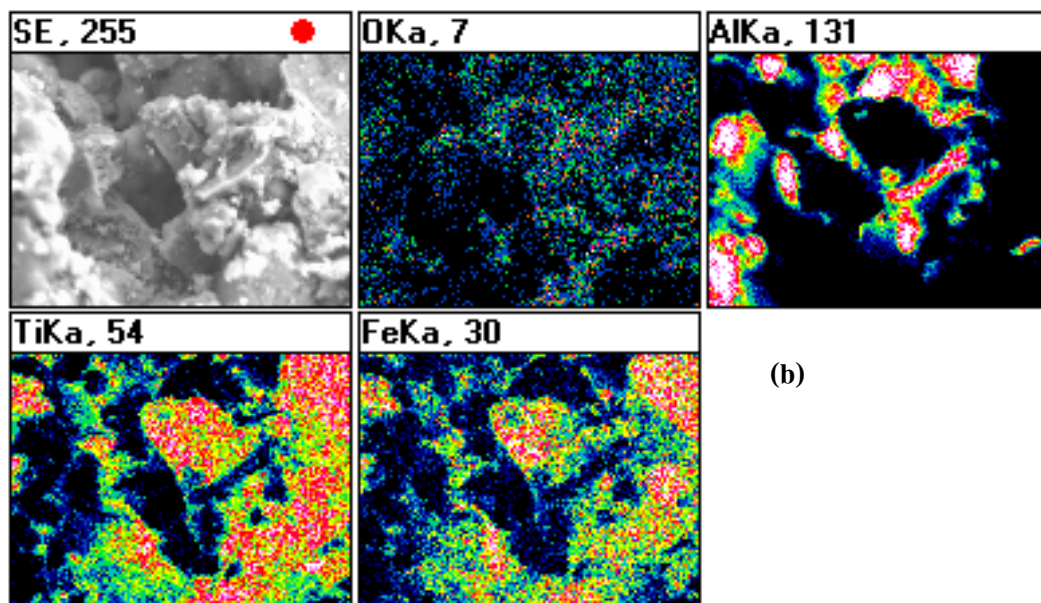
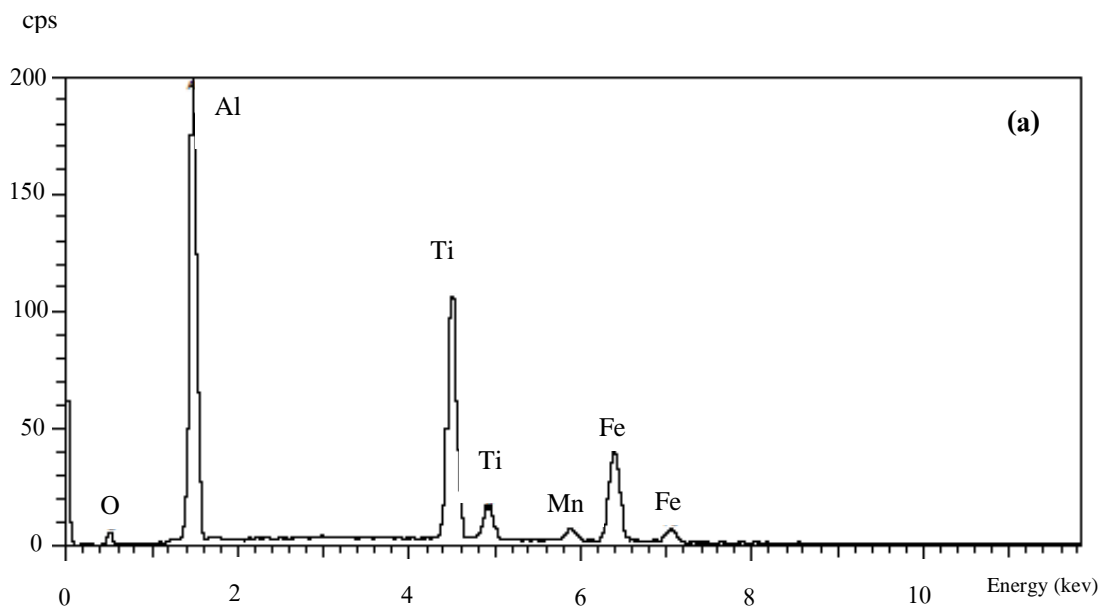


รูปที่ 3.22 ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  ที่เวลาในการปล่อยกระแส 450A นาน 4 นาที ซึ่งเกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อน (TE)



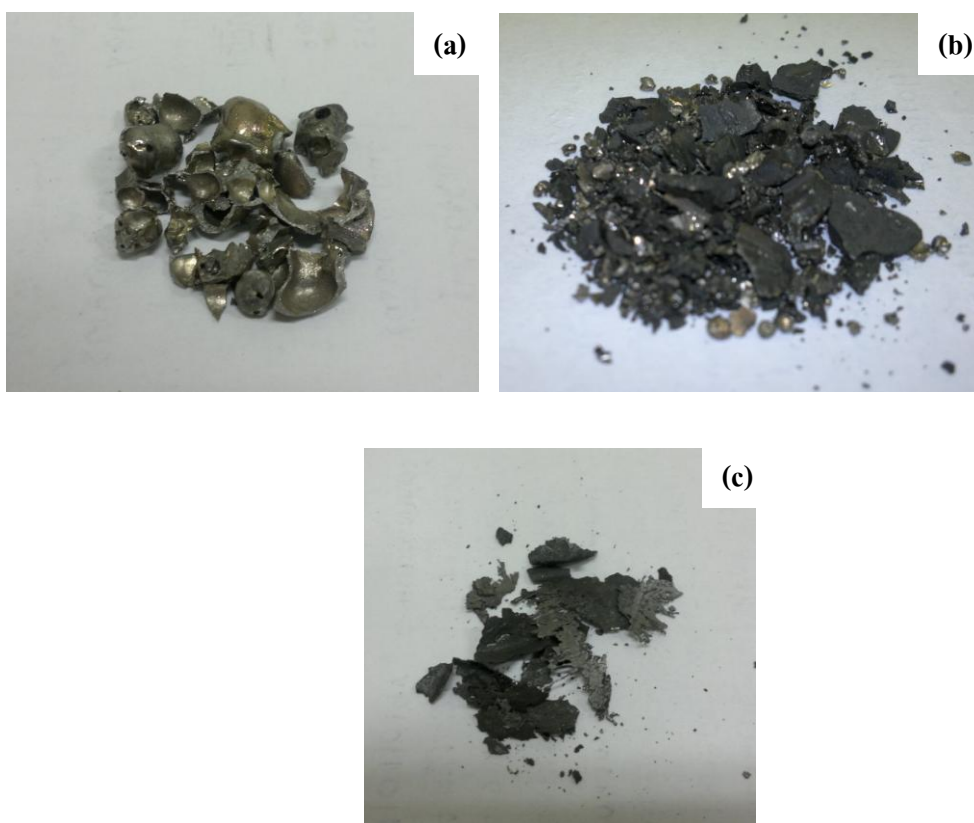
รูปที่ 3.23 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  ที่การปล่อยกระแสไฟฟ้า 450A เป็นเวลา 4 นาที ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 300 เท่า และ (b) 1000 เท่า





รูปที่ 3.24 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

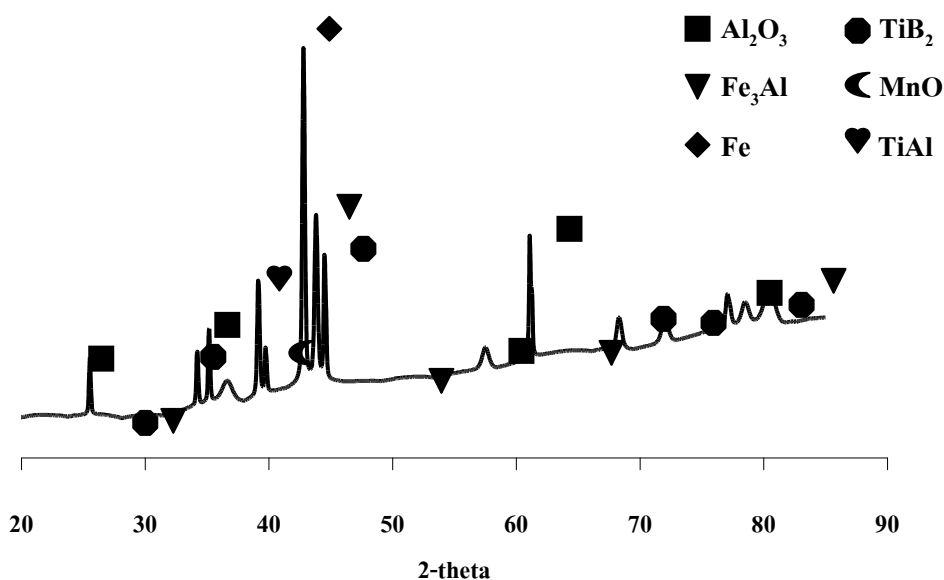
จากผลกระทบบของการเวลาการปล่อยกระแสไฟฟ้าที่มีผลต่อระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  และระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  พบว่าระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  จะเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์แบบการระเบิดทางความร้อนอย่างสมบูรณ์ จึงได้นำเอาระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวจุดเชื้อประทุของการจุดระเบิด ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33$  โดยจะวางแท่ง  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  ไว้ด้านล่างของแท่งสารตั้งต้น  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33$  และให้กระแสไฟฟ้าขนาด 450A เป็นเวลานาน 4 นาที หลังกระบวนการพบว่าเกิดปฏิกิริยาการระเบิดทางความร้อนขึ้นทั่วทั้งชิ้นงาน ชิ้นงานมีการแยกออกเป็น 3 ส่วนอย่างเห็นได้ชัดเจน ลักษณะเป็นก้อนวาวแสงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 5 mm เป็นก้อนสีดำขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3-5 mm และเป็นแผ่นสีดำยาวประมาณ 6-10 mm ดังรูปที่ 3.25



รูปที่ 3.25 ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ TE โดยปราศจากแรงอัด (a) เป็นก้อนวาวแสง (b) เป็นก้อนสีดำ และ (c) เป็นแผ่นสีดำ

จากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ชิ้นงานทั้ง 3 ส่วน พบว่าผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของก้อนวาวแสงดังรูปที่ 3.26 พบ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiB}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\text{Fe}$ ,  $\text{TiAl}$  และ  $\text{MnO}$  ซึ่งพีคของ  $\text{MnO}$  ที่เกิดขึ้น

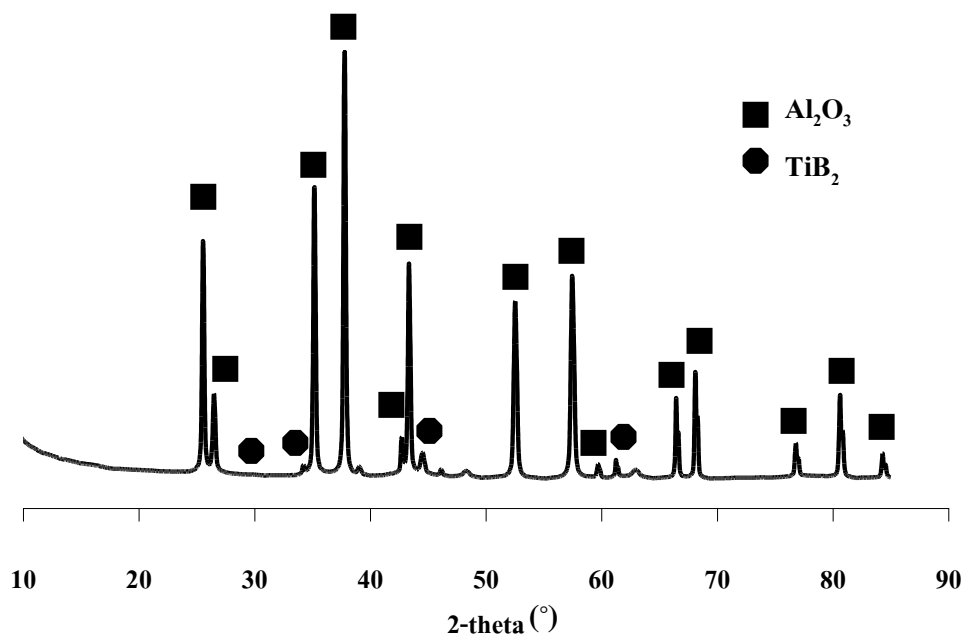
ขึ้นเนื่องจาก Mn เป็นสารประกอบในแร่  $\text{FeTiO}_3$  ซึ่งเป็นสารตั้งต้นเดิม ที่มีสูตรโครงสร้างเดิมคือ  $\text{Fe}(\text{Mn}, \text{Sn})\text{TiO}_3$  และเกิดฟิสิกของ  $\text{TiAl}$  ขึ้นเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาทำให้ Al บางส่วนไปจับตัวกับ Ti มีปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงทฤษฎีปริมาณดังตารางที่ 3.5 จากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของก้อนสีดำนี้อยู่ที่ 3.27 เกิดฟิสิกของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เป็นหลักและฟิสิกเล็กๆของ  $\text{TiB}_2$  และออกไซด์ มีปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงทฤษฎีปริมาณดังตารางที่ 3.6 และจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD แผ่นสีดำนี้อยู่ที่ 3.28 พบเฟสของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Fe และ  $\text{FeAl}_2\text{O}_4$  ซึ่งคาดว่าเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  มีปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงทฤษฎีปริมาณดังตารางที่ 3.7 โดยสรุปจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ทำให้ทราบว่าในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  เมื่อเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์แบบพร้อมกันขึ้นงานจะแยกเป็น 2 ส่วนคือส่วนที่เป็นโลหะ กับส่วนที่เป็นออกไซด์



รูปที่ 3.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนวาวแสง

ตารางที่ 3.5 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงทฤษฎีปริมาณ ผลิตภัณฑ์ระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนวาวแสง

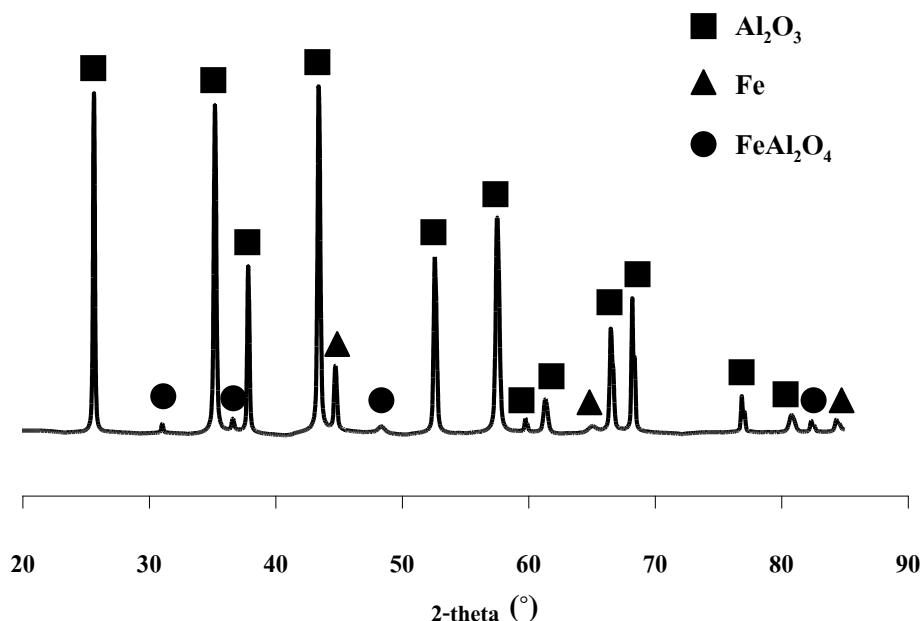
องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)					
TiAl	MnO	TiB <sub>2</sub>	Fe	Fe <sub>3</sub> Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
10	9.86	21.05	20.82	6.54	30.88



รูปที่ 3.27 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนดำ

ตารางที่ 3.6 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงปริมาณ ผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่มีลักษณะเป็นก้อนดำ

องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{TiB}_2$
92.65	7.349

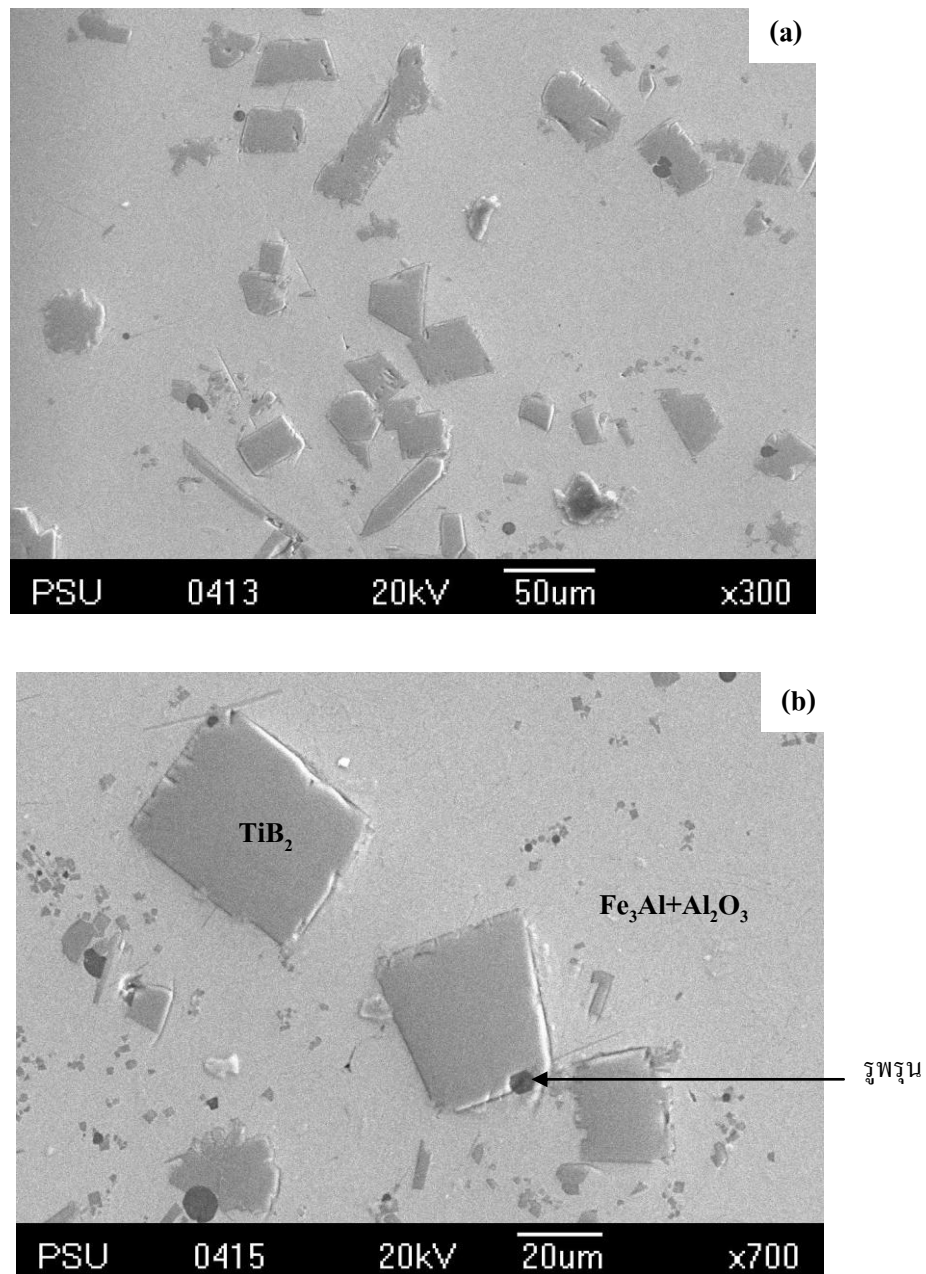


รูปที่ 3.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นแผ่นดำ

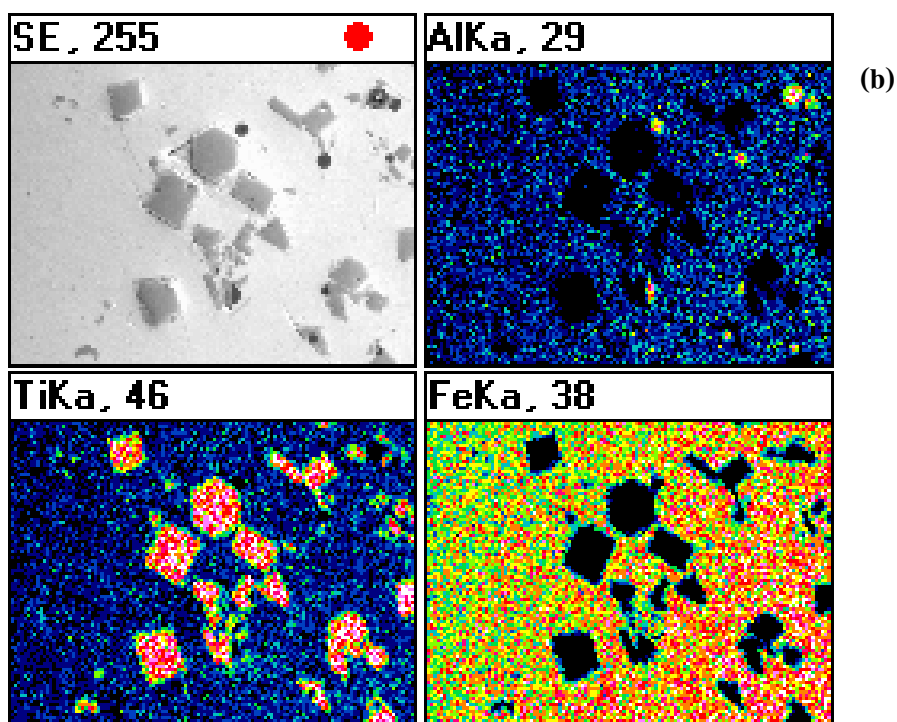
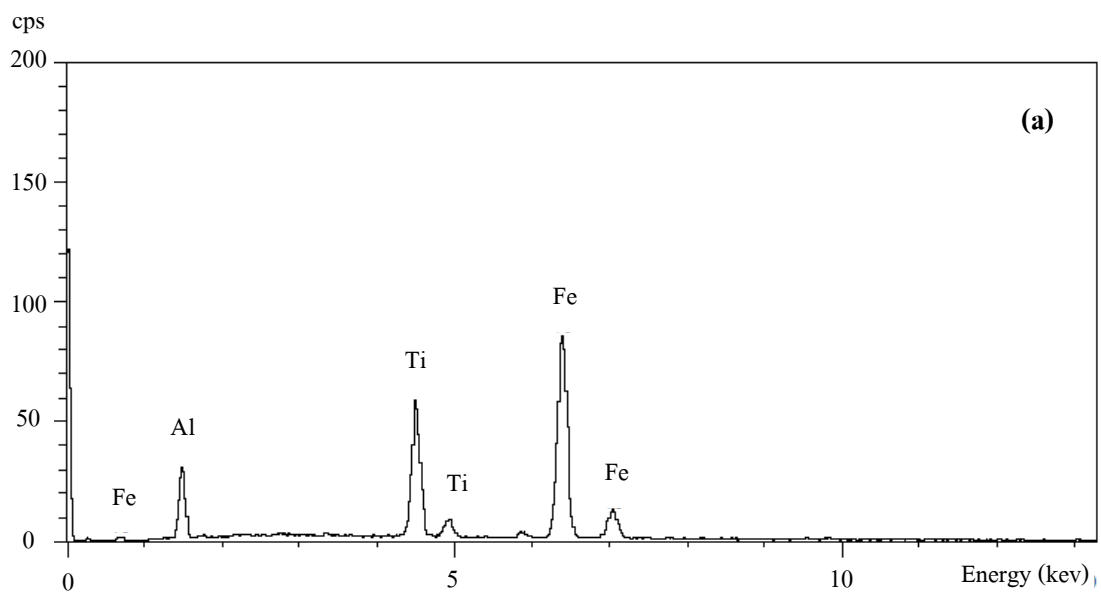
ตารางที่ 3.7 ปริมาณองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการคำนวณเชิงกึ่งปริมาณ ผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่มีลักษณะเป็นแผ่นดำ

องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Fe	$\text{FeAl}_2\text{O}_4$
84.05	4.52	11.420

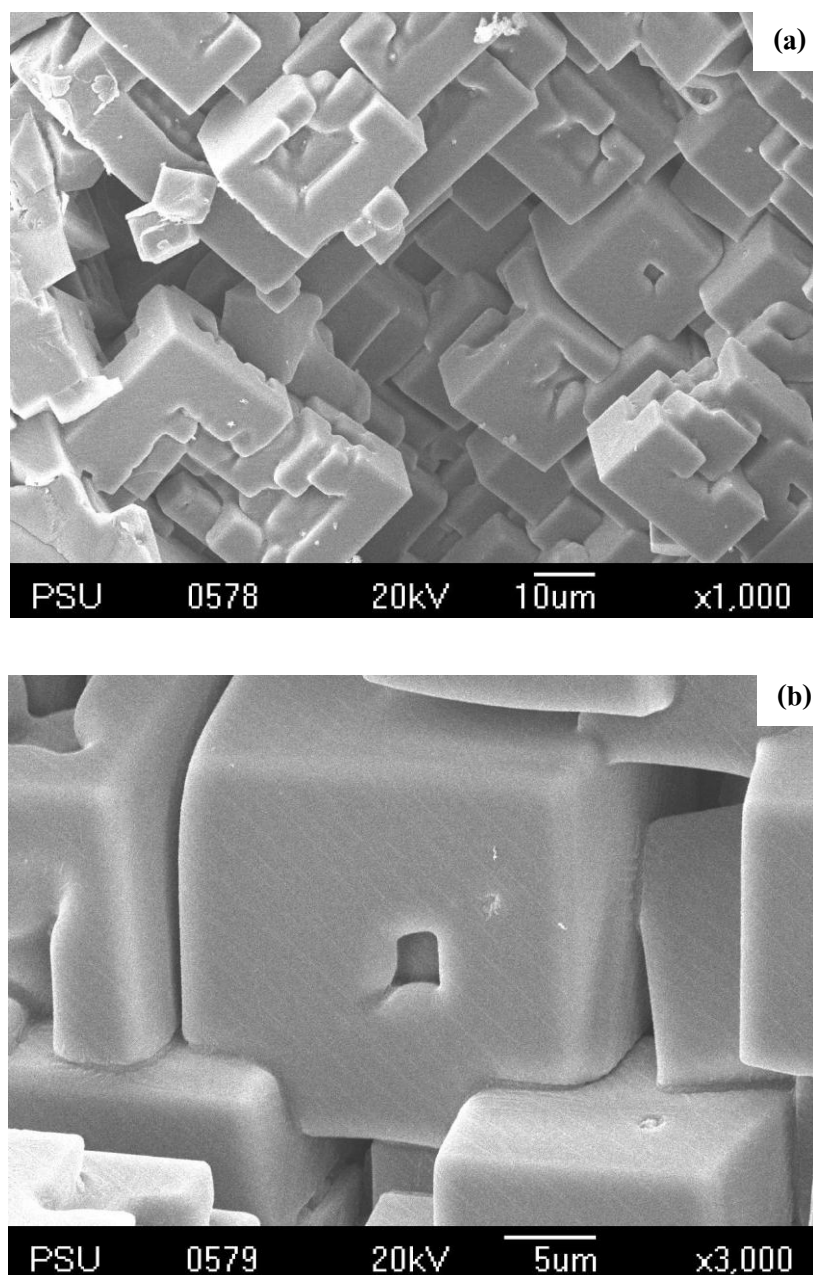
จากผลการวิเคราะห์ด้วย SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.29 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานส่วนที่เป็น โละ พบว่ามีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยม (Block-like) ขนาดกว้างประมาณ 20 ไมโครเมตรและด้านยาวประมาณ 30 ไมโครเมตร กระจายอยู่ทั่วชิ้นงาน และจากผลการวิเคราะห์ EDX จากรูปที่ 3.30 พบว่า ลักษณะ Block-like นั้นคือ Ti และบริเวณเนื้อพื้นคือ Fe กับ Al ซึ่งบริเวณที่เป็น Block-like คือ  $\text{TiB}_2$  และบริเวณเนื้อพื้นรอบๆ คือ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  กับ  $\text{Fe}_3\text{Al}$  ก่อรูปประกอบกันอยู่ จากผลการวิเคราะห์ SEM ดังรูปที่ 3.31 ของก้อนสีดำหรือส่วนที่เป็นออกไซด์ดังรูปที่ 3.25 (b) พบว่ามีโครงสร้างจุลภาคเป็นทรงสี่เหลี่ยมกลวงซ้อนๆ กันอยู่ทั่วทั้งชิ้นงาน และจากผลการวิเคราะห์ EDX ดังรูปที่ 3.32 พบว่าบริเวณที่เป็นทรงสี่เหลี่ยม นั้นคือธาตุ Al และ O ซึ่งก็คือ  $\text{Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 3.29 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ส่วนที่เป็นเนื้อโลหะ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัดที่กำลังขยายต่างกัน (a) 300 เท่า และ (b) 700 เท่า

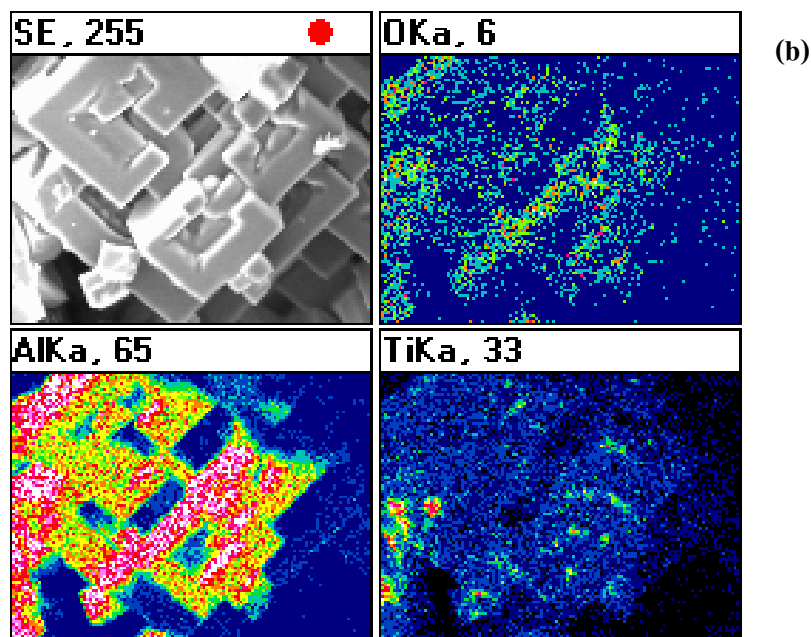
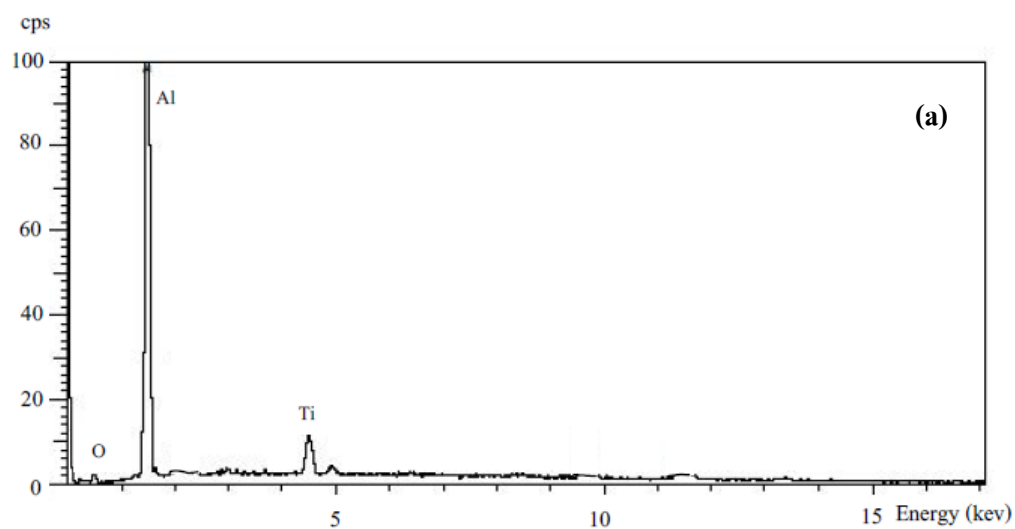


รูปที่ 3.30 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)



รูปที่ 3.31 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวต่อเชื่อมปะทุ ส่วนที่เป็นออกไซด์ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1000 เท่า และ (b) 3000 เท่า

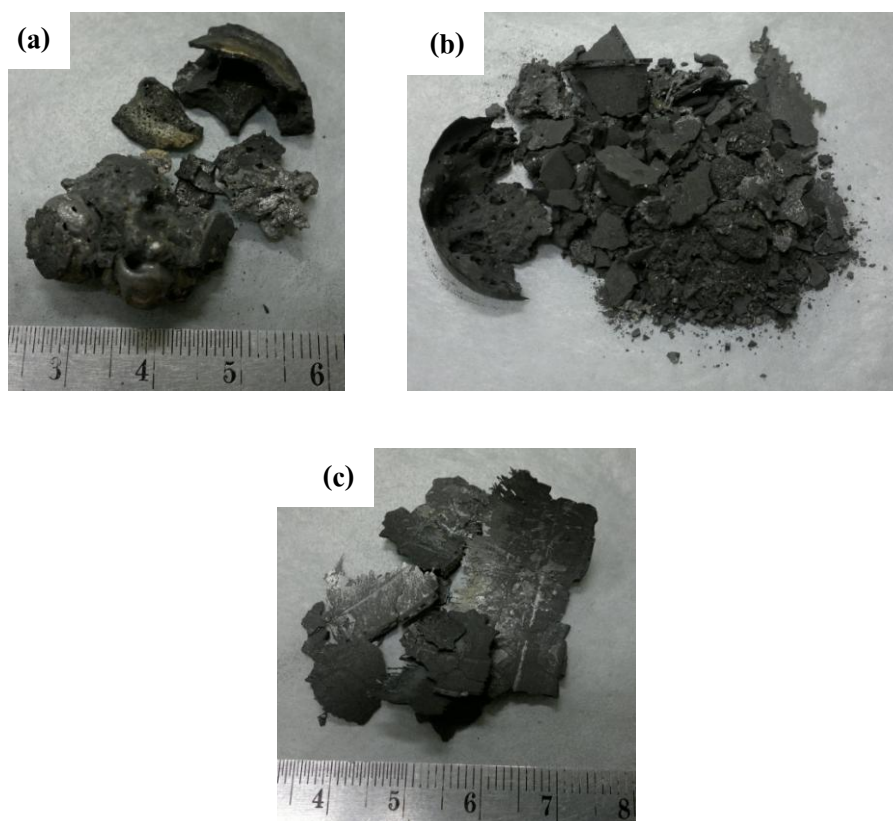




**รูปที่ 3.32** ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที โดยปราศจากแรงอัด ส่วนที่เป็นออกไซด์ (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

### 3.3.4 ผลกระทบของแรงกดอัดชิ้นงานหลังเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ในขณะที่ชิ้นงานยังคงร้อน แดงอยู่ ของระบบ $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$ โดยมีระบบ $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$ เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ

จากผลการสังเคราะห์ระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ซึ่งสามารถสังเคราะห์วัสดุผสมได้โดยเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ ชิ้นงานหลังเกิดปฏิกิริยาแยกออกเป็น 3 ส่วนดังแสดงในรูปที่ 3.25 จึงทำการสังเคราะห์ระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบดังกล่าว โดยให้แรงอัดชิ้นงานหลังเกิดปฏิกิริยาขณะที่ยังคงร้อนแดงอยู่ ที่แรงอัด 1625 และ 3250 MPa ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที พบว่าชิ้นงานที่ให้แรงอัด 1625 MPa ดังแสดงในรูปที่ 3.33 โดยส่วนที่เป็นโลหะกับออกไซด์มีการร่วมตัวกันมากขึ้น แต่ยังคงไม่เป็นก้อนเดียวกัน รูปที่ 3.29 (a)

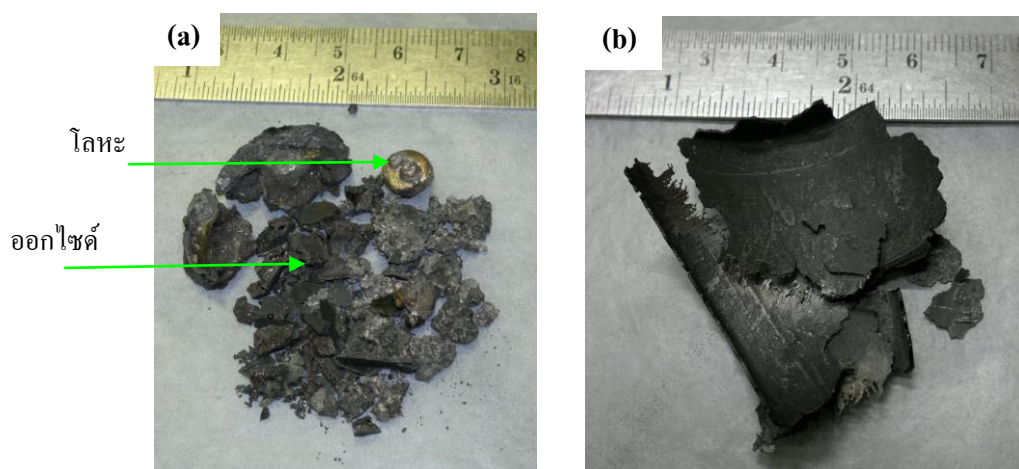


**รูปที่ 3.33** ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa (a) ระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  ส่วนที่เป็นโลหะ (b) ระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  ส่วนที่เป็นออกไซด์ และ (c) ระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$

เมื่อเพิ่มแรงอัดเป็น 3250 MPa จะเห็นได้ว่าชิ้นงานเกิดการแน่นตัวมากขึ้นดังแสดงรูปที่รูปที่ 3.34 ผลึกภัณฑ์ติดผนังแม่พิมพ์เป็นรูปทรง เมื่อเอาชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ ส่งผลให้ชิ้นงานแตกแยกตัวออกจากกันดังรูปที่ 3.35 ส่วนที่เป็นโลหะกับออกไซด์รวมตัวกันมากขึ้น



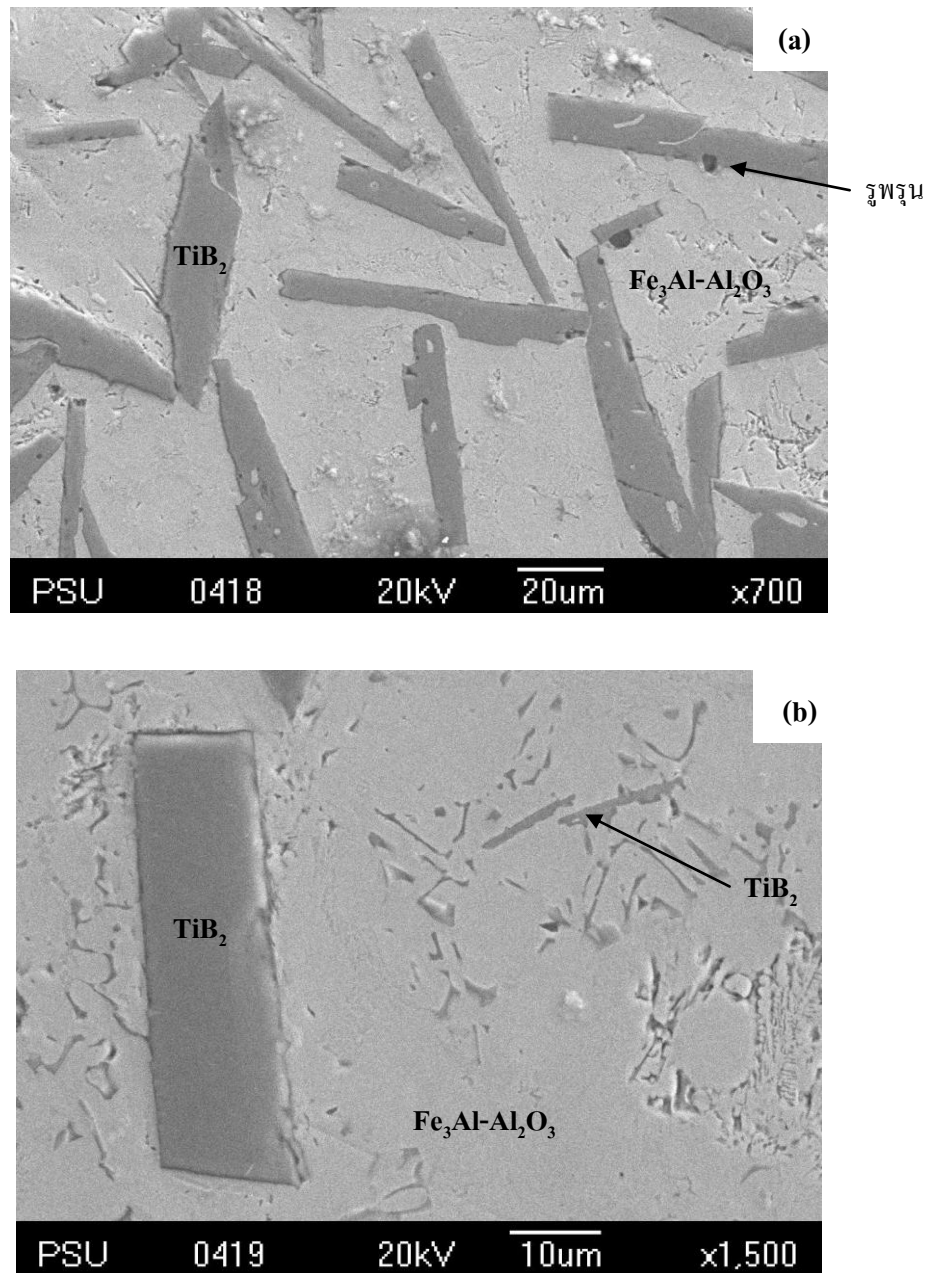
รูปที่ 3.34 ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa



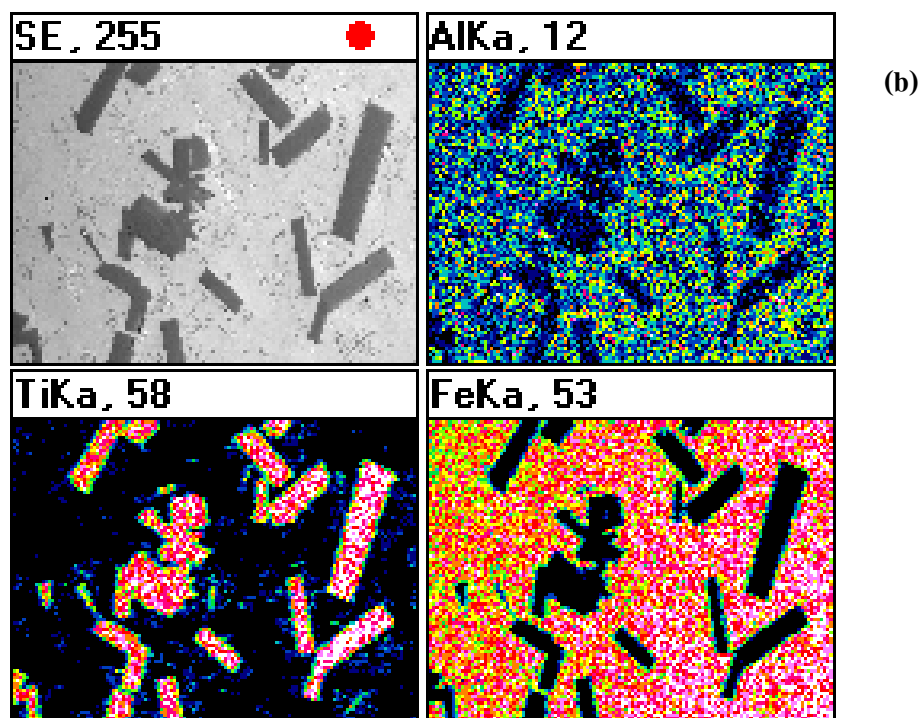
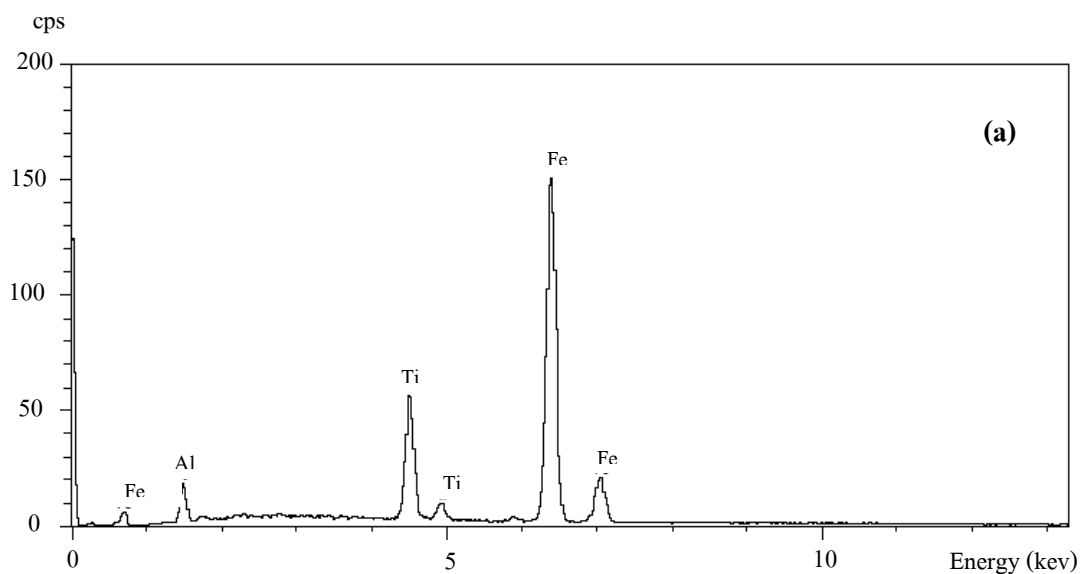
รูปที่ 3.35 ชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื้อปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa (a) ระบบระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  (b) ระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$

จากผลการวิเคราะห์ SEM ที่แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa และ 3250 MPa ส่วนที่เป็นโลหะ ดังแสดงในรูปที่ 3.36 และรูปที่ 3.38 พบว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานมีลักษณะคล้ายแท่ง (Rod-like) กระจายอยู่ทั่วทั้งชิ้นงานที่แรงอัด 1625 MPa โดย Rod-like มีขนาดกว้างประมาณ 10 ไมโครเมตร ยาวประมาณ 50 ไมโครเมตร เมื่อเพิ่มกำลังขยายขึ้นเป็น 1500 เท่า ดังแสดงในรูป 3.36(c) พบว่าเนื้อพื้นมีกิ่งเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วชิ้นงาน ขนาดกว้างประมาณ 2 ไมโครเมตร ยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มแรงอัดที่ 3250 MPa ขนาดของ rod-like มีขนาดความกว้างเล็กกลงเหลือประมาณ 5-8 ไมโครเมตร และมีขนาดความยาวเพิ่มขึ้นประมาณ 100 ไมโครเมตร มีการเชื่อมต่อระหว่างแท่งมากขึ้น เมื่อเพิ่มกำลังขยายขึ้นเป็น 1500 เท่า ดังแสดงในรูป 3.38 (c) พบว่ามีเนื้อพื้นมีกิ่งเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วชิ้นงาน ขนาดกว้างประมาณ 1 ไมโครเมตร ยาวประมาณ 8 ไมโครเมตร และจากผลการวิเคราะห์ด้วย EDX ดังแสดงในรูปที่ 3.41 พบว่าบริเวณ กิ่งเล็กๆ นั้นคือ ธาตุ Ti และบริเวณเนื้อพื้นคือ Fe กับ Al ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าตรงบริเวณที่เป็นกิ่งเล็กๆ คือ  $TiB_2$  และบริเวณเนื้อพื้นรอบๆ คือ  $Al_2O_3$  กับ  $Fe_3Al$  ก่อรูปประกอบกันอยู่ และผลการวิเคราะห์ EDX ดังแสดงในรูปที่ 3.37 และรูปที่ 3.39 พบว่าบริเวณที่เป็น Rod-like นั้นคือ ธาตุ Ti และบริเวณเนื้อพื้นคือ Fe กับ Al ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าตรงบริเวณที่เป็น Rod-like คือ  $TiB_2$  และบริเวณเนื้อพื้นรอบๆ คือ  $Al_2O_3$  กับ  $Fe_3Al$  ก่อรูปประกอบกันอยู่ ซึ่งโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากแรงอัด 1625 และ 3250 MPa มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ Zongyi และคณะ (1993) ที่ระบุว่า การก่อรูปของ  $TiB_2$  ในกระบวนการ Hot-pressing ซึ่งเป็นส่วนเสริมแรงในวัสดุผสมจะมีโครงสร้างผลึกเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้า (Rectangle-like) และโครงสร้างแบบ Rod-like ได้โดยการควบคุมกระบวนการผลิตในขั้นตอน In-situ

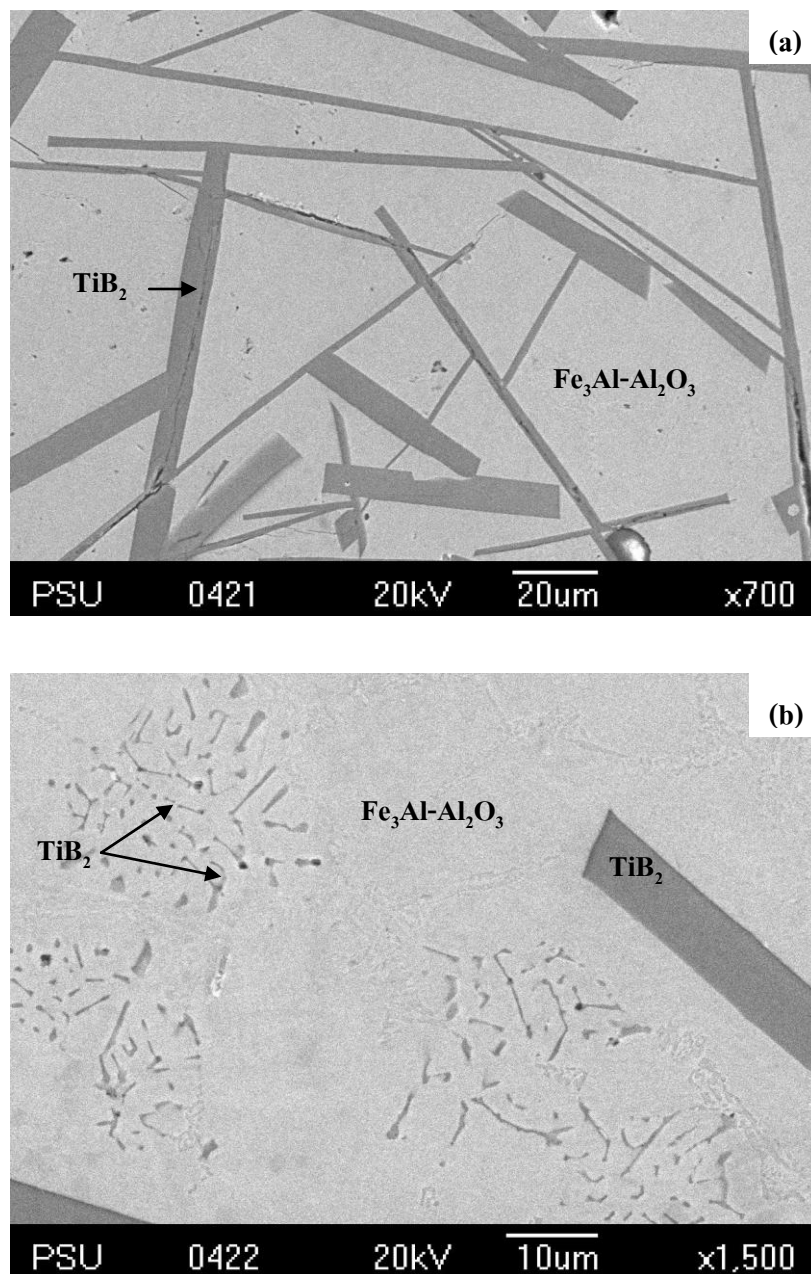
จากผลการวิเคราะห์ SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.41 ของก้อนสีดำหรือส่วนที่เป็นออกไซด์ที่แรงอัดหลังการสังเคราะห์ 1625 และ 3250 MPa มีโครงสร้างจุลภาคเป็นทรงสี่เหลี่ยมลักษณะกลางซ้อนกัน เมื่อแรงอัดเพิ่มขึ้นเห็นได้ว่าผลึกมีขนาดเล็กลง เนื่องจากการให้แรงอัดขณะที่ชิ้นงานยังร้อนแดงอยู่ ส่งผลให้ชิ้นงานมีการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน (Agglomerate) มากขึ้น ในพื้นที่จำกัด แรงอัดที่ส่งไปยังชิ้นงานจะทำให้การขยายตัวทางความร้อนของชิ้นงานลดลงส่งผลให้การโตของผลึกลดลง จากผลการวิเคราะห์ EDX ดังแสดงในรูปที่ 3.32 พบว่าบริเวณที่เป็นทรงสี่เหลี่ยม นั้นคือ ธาตุ Al และ O ซึ่งก็สามารถสรุปได้ว่าตรงบริเวณที่เป็นทรงสี่เหลี่ยมคือ  $Al_2O_3$  และธาตุ Ti กระจายอยู่น้อย ซึ่งก็คือ  $TiB_2$



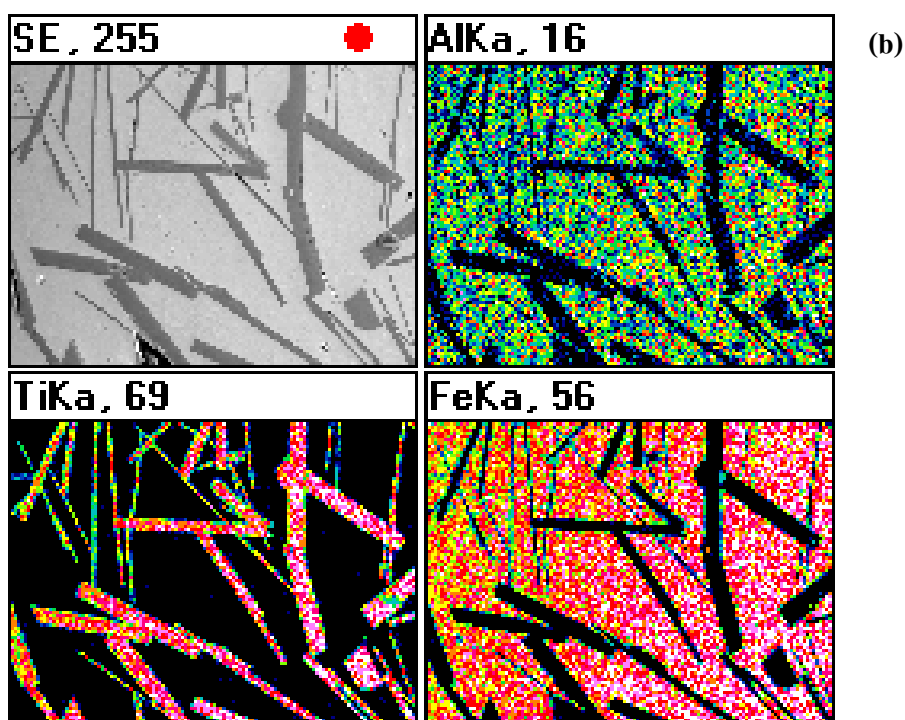
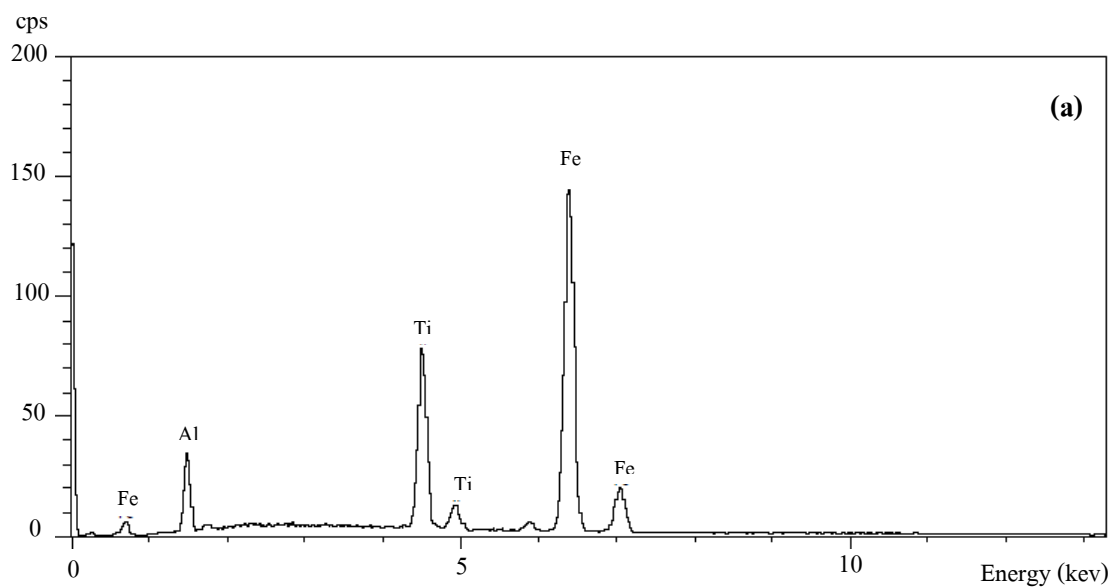
รูปที่ 3.36 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวต่อเชื่อมระหว่างส่วนที่เป็นโลหะ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 700 เท่า และ (b) 1500 เท่า



รูปที่ 3.37 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

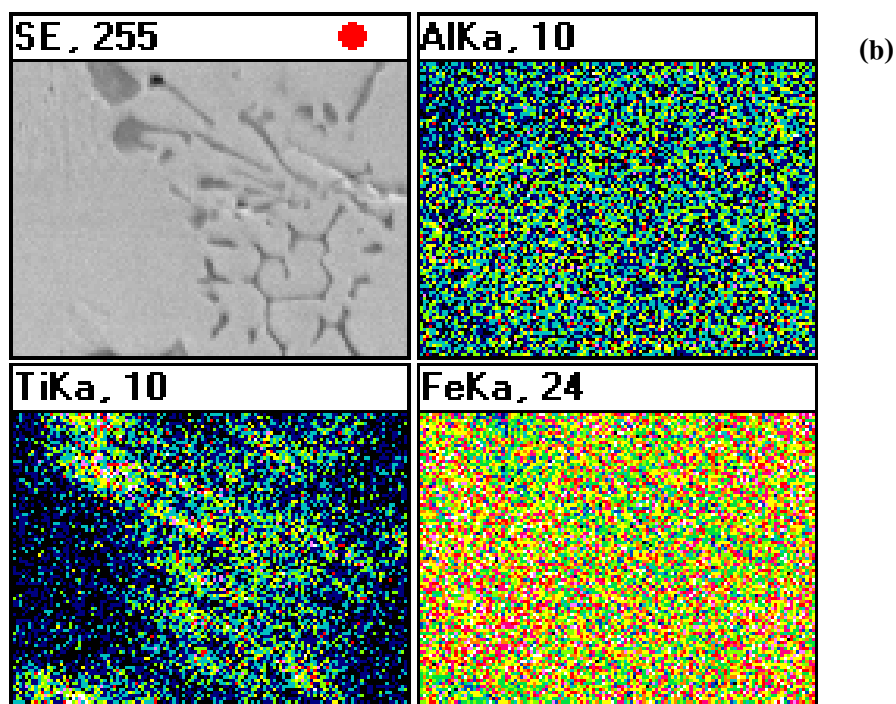
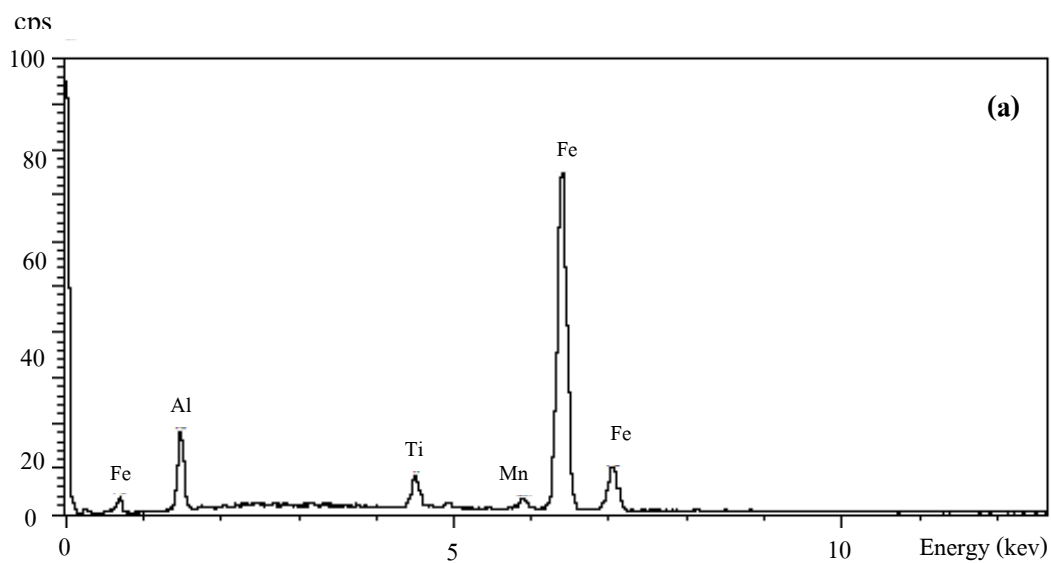


รูปที่ 3.38 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 700 เท่า และ (b) 1500 เท่า

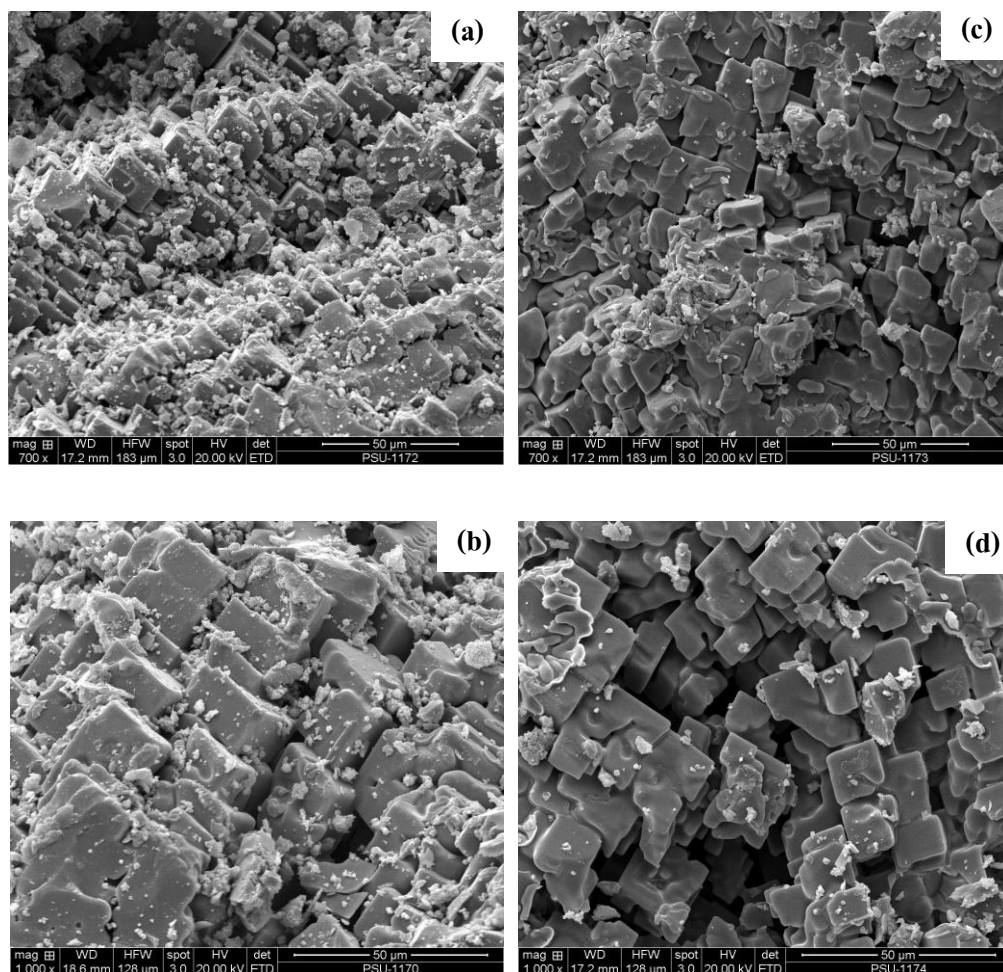


รูปที่ 3.39 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa (หมายเหตุ: บริเวณสีสว่างคือ บริเวณที่มีปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)





รูปที่ 3.40 ผลการวิเคราะห์การกระจายค่าพลังงานของธาตุที่ก่อรูปขึ้นหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี TE (a) แสดงปริมาณธาตุ และ (b) แสดงลักษณะการกระจายตัวของธาตุใน ระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 3250 MPa บริเวณที่เป็นกิ่งเล็กๆ (หมายเหตุ: บริเวณสีขาวคือ บริเวณที่มี ปริมาณของธาตุนั้นๆ กระจายอยู่มาก)

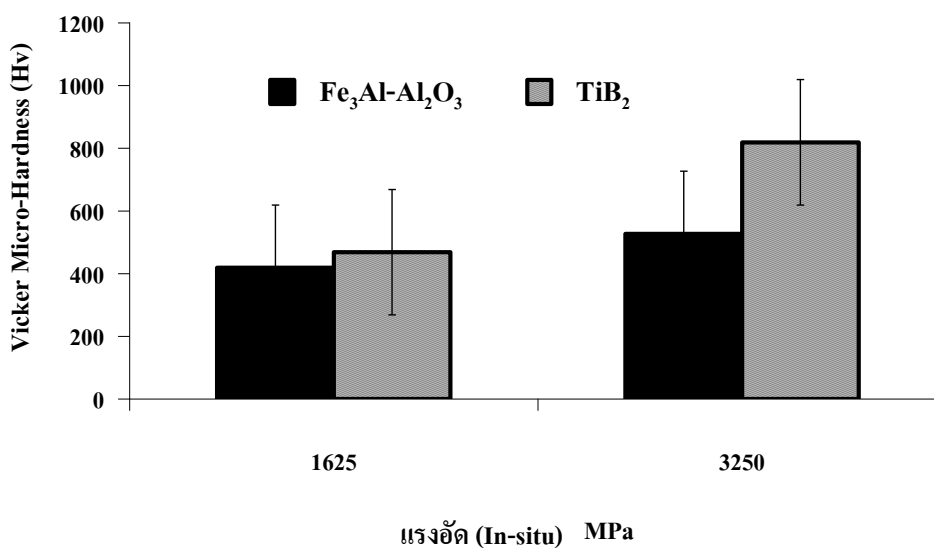


**รูปที่ 3.41** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผลิตภัณฑ์ในระบบระบบ  $\text{FeTiO}_3+\text{B}_2\text{O}_3+4.33\text{Al}$  โดยมีระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3+2\text{Al}$  เป็นตัวหล่อเชื่อมปะทุ ที่กระแส 450 A เป็นเวลา 4 นาที แรงอัดหลังเกิดปฏิกิริยา 1625 MPa และ 3250 MPa ที่กำลังขยายต่างกัน (a) 1625 MPa ที่กำลังขยาย 300 เท่า และ (b) 1625 MPa ที่กำลังขยาย 700 เท่า (c) 3250 MPa ที่กำลังขยาย 300 เท่า และ (d) 3250 MPa ที่กำลังขยาย 700 เท่า

### 3.4 ผลการทดสอบสมบัติของวัสดุผสมหลังการสังเคราะห์ระบบ $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$ จากกระบวนการ TE and dense

#### 3.4.1 ผลการทดสอบความแข็งจุลภาค

เนื่องจากชิ้นงานมีการแยกเป็น 2 เฟสคือเฟสของส่วนเสริมแรง  $\text{TiB}_2$  และเฟสของเนื้อพื้น  $\text{Fe}_3\text{Al-Al}_2\text{O}_3$  จึงวัดความแข็งแยกทั้ง 2 เฟส จากรูปที่ 3.42 ความแข็งจะเพิ่มขึ้นตามแรงอัดเนื่องจากการให้แรงอัดในขณะที่ชิ้นงานยังคงร้อนแดงอยู่ ส่งผลให้ไปลดรูปพูนในชิ้นงาน และทำให้เฟสของ  $\text{Fe}_3\text{Al-Al}_2\text{O}_3$  ก็แน่นตัวขึ้น และเฟสของ  $\text{TiB}_2$  ซึ่งเป็นส่วนเสริมแรงในชิ้นงานเกิดการเชื่อมโยงเป็นเครือข่ายดังรูปที่ 3.39(b) ทำให้ความต้านทานต่อการกดเพิ่มขึ้น ตามแรงอัดที่เพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นความแข็งของชิ้นงานจึงเพิ่มขึ้น



รูปที่ 3.42 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงอัด (In-situ) กับ ค่าความแข็งจุลภาคของวัสดุผสมของเฟส  $\text{Fe}_3\text{Al-Al}_2\text{O}_3$  และเฟสของ  $\text{TiB}_2$  ที่แรงอัดต่างกัน

## บทที่ 4

### บทสรุปและข้อเสนอแนะ

#### 4.1 สรุปผล

##### 4.1.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีการ การก้าวน้ำด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

4.1.1.1 สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมเหล็กอะลูมิเนียม-ไทเทเนียมไดบอไรด์-อะลูมินา ( $Fe_xAl_y-TiB_2-Al_2O_3$ ) ด้วยวิธีการ การก้าวน้ำด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง ได้โดยใช้สารตั้งต้นที่มีโมลของอะลูมิเนียมต่างกัน ในสามระบบคือ

**ระบบที่ 1:** อิลเมไนต์ ( $FeTiO_3$ ) + โบรอนออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) + อะลูมิเนียม (4Al)

**ระบบที่ 2:** อิลเมไนต์ ( $FeTiO_3$ ) + โบรอนออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) + อะลูมิเนียม (4.33Al)

**ระบบที่ 3:** อิลเมไนต์ ( $FeTiO_3$ ) + โบรอนออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) + อะลูมิเนียม (5Al)

4.1.1.2 ขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นในระบบอิลเมไนต์ ( $FeTiO_3$ ) + โบรอนออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) + อะลูมิเนียม (4.33Al) ที่ลดลง (11.64 11.15 และ 7.49  $\mu m$  ตามลำดับ) ตามเวลาในการบดที่เพิ่มขึ้น (0.5 1 และ 1.5 ชั่วโมง ตามลำดับ) รวมถึงความหนาแน่นในการอัดที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการเร็วของการเกิดปฏิกิริยาการก้าวน้ำด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงเพิ่มขึ้น และเฟสที่ได้ก็จะมี ความสมบูรณ์มากขึ้น

##### 4.1.2 การสังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้แบบพร้อมกันและอัดแน่นในขณะเดียวกัน

4.1.2.1 สามารถสร้างเครื่องสังเคราะห์วัสดุผสมและทำให้แน่นตัวในขณะเดียวกัน โดยการให้ความร้อนด้วยเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนและเครื่องอัดแบบ Hydraulic เข้าร่วมกันในระบบสุญญากาศ เพื่อสังเคราะห์วัสดุผสมด้วยวิธีการเผาไหม้แบบพร้อมกันและอัดแน่น (TE and dense)

4.1.2.2 อิทธิพลกระแสไฟฟ้า เวลาในการปล่อยกระแส และการเกิดปฏิกิริยาที่มีผลต่อการสังเคราะห์ในระบบ  $\text{FeTiO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + 4.33\text{Al}$  และระบบ  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al}$  ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.1

4.1.2.3 สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมของเหล็กอะลูมิเนียมไนต์-ไทเทเนียมไดโบไรด์-อะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{TiB}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ด้วยวิธีการเผาไหม้แบบพร้อมกันและอัดแน่น (TE and dense) ได้ ซึ่งสารตั้งต้นคือ อิลเมไนต์ ( $\text{FeTiO}_3$ ) + โบรอนออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) + อะลูมิเนียม (4.33Al) โดยการใช้ตัวหล่อเชื่อมประทุจากระบบเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) กับอะลูมิเนียม (Al) ได้สารประกอบเหล็กอะลูมิเนียมไนต์ ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ ) ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) และอะลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

4.1.2.4 แรงอัดที่ทำให้ชิ้นงานในขณะที่ยังร้อนอยู่ (1625 และ 3250 MPa ตามลำดับ) ที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้มีการเรียงตัวของส่วนเสริมแรงคือ ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $\text{TiB}_2$ ) ในชิ้นงานเรียงตัวเป็นเครื่องข่าย และส่วนที่เป็นเนื้อพื้นคือ เหล็กอะลูมิเนียมไนต์กับอะลูมินา ( $\text{Fe}_3\text{Al}+\text{Al}_2\text{O}_3$ ) แน่นตัวมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความแข็งเพิ่มขึ้น

## 4.2 ข้อเสนอแนะ

4.2.1 แม่พิมพ์กราไฟต์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้แบบพร้อมกันและอัดแน่นในขณะเดียวกัน เป็นแม่พิมพ์กราไฟต์ เมื่อให้ความร้อนในการสังเคราะห์ชิ้นงานส่งผลให้แม่พิมพ์ขยายตัว บริเวณผิวแม่พิมพ์เกิดเป็นรูเล็กๆ ส่งผลให้ชิ้นงานหลังเกิดปฏิกิริยาแล้ว เนื้อชิ้นงานไปแทรกตัวอยู่ เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการสังเคราะห์ทำให้แม่พิมพ์กับตัวกั้นกระทุงติดแน่น จำเป็นต้องทำลายแม่พิมพ์เพื่อเอาชิ้นงานออก ซึ่งต้องทำการกลึงแม่พิมพ์ใหม่เพื่อทำการทดลองครั้งต่อไป ทำให้สิ้นเปลืองค่าใช้จ่าย

4.2.2 อุณหภูมิจากเครื่องเหนี่ยวนำความร้อนมีการแปรปรวน ส่งผลให้เวลาในการปล่อยกระแสไฟฟ้าในการสังเคราะห์แต่ละครั้งไม่เท่ากัน เช่น ตั้งเวลาไว้ที่ 5 นาที กระแส 450 A แต่ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ดำเนินไปเพียง 3 นาทีเท่านั้น

4.2.3 เนื่องจากแม่พิมพ์ที่ใช้ในการอัดชิ้นงานในกระบวนการ TE and dense เป็นแม่พิมพ์กราไฟต์ ที่ทนความร้อนได้สูง (~ 3300 °C) ซึ่งจะแตกได้ง่ายถ้าหากใช้แรงอัดที่มากเกินไป และถ้าใช้แรงอัดที่น้อยไปก็จะทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นน้อย หรือชิ้นงานยังคงไม่แน่นพอที่จะเป็นรูปทรง ความดันอัดขึ้นรูปภายในแม่พิมพ์กราไฟต์ที่ดีที่สุดคือ 3900 MPa

ตารางที่ 4.1 สรุปอิทธิพลเครื่องให้ความร้อนแบบเหนี่ยวนำที่มีผลต่อการสังเคราะห์ (กระแสไฟฟ้า เวลาในการปล่อยกระแส และการเกิดปฏิกิริยา)

ระบบ	กระแสไฟฟ้า (A)	เวลาปล่อยกระแส (min)	การเกิดปฏิกิริยา สังเคราะห์
<b>FeTiO<sub>3</sub> + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 4.33Al</b>	350	1.50	ไม่เกิดปฏิกิริยา
	400	1.50	ไม่เกิดปฏิกิริยา
	450	4	เกิดปฏิกิริยาไม่ทั่วทั้งชิ้น เกิดเฉพาะตรงกลาง ชิ้นงาน
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2Al</b>	400	2.50	ไม่เกิดปฏิกิริยา
	450	2.50	ไม่เกิดปฏิกิริยา
	<b>450</b>	<b>4</b>	<b>เกิดปฏิกิริยา</b>
	500	2.50	ไม่เกิดปฏิกิริยา

หมายเหตุ : ตัวหนาหมายถึงตัวแปรที่ดีที่สุดที่สามารถเกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์วัสดุผสม

### บรรณานุกรม

- สุธรรม นียมวาส. (2552). *การสังเคราะห์วัสดุอินทรีย์*, หน่วยโสตทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์., สงขลา.
- Bing-lin, Z., Ping, S., and chuan, JQ. (2007). “Thermal explosion synthesis of aluminum matrix composites reinforced with TiC-TiB<sub>2</sub> ceramic particulates”. *Trans. Nonferrous. Met. Soc. China.*, 17, s314-s317.
- Elazar, Y., Gutmanas., and Gotman, I. (1999). “Dense High-temperature Ceramics by Thermal Explosion Under Pressure”. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 19, 2381-2393.
- Li, B., Liu, Y., Li J., Cao, H., and He, L. (2010). “Effect of sintering process on the microstructures and properties of in situ TiB<sub>2</sub>-TiC reinforced steel matrix composites produced by spark plasma sintering”. *J. Mater. Process. Technol.*, 91-95.
- Licheri, R., Fadda, S., Orru, R., Cao, G., and Buscaglia, V. (2007). “Self-propagating high-temperature synthesis of barium titanate and subsequent densification by spark plasma sintering (SPS)”. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 27, 2245-2253.
- Licheri, R., Orru, R., Musa, C., and CaO, G. (2008). “Combination of SHS and SPS Techniques for fabrication of fully dense ZrB<sub>2</sub>-ZrC-SiC composites”. *Mater.Lett.*, 432-435
- Musa, C., Licheri, R., Locci, AM., Orru, R., Cao, G., Rodriguez, MA., and Jaworska, L. (2009). “Energy efficiency during conventional and novel sintering processes: The case of Ti-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC composites”. *J. Clean. Prod.*, 17, 877-882.
- 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-Propag. High-Temp. Synth.*, 19, 150-156.
- Suchida, T., and Kakuta, T. (2006). “Fabrication of SPS compacts from NbC-NbB<sub>2</sub> powder mixtures synthesized by the MA-SHS in air process”. *J. Alloys Compd.*, 56-161.
- Yeh, C.L., and Chen, Y.L. (2008). “Combustion synthesis of TiC-TiB<sub>2</sub> composites”. *J. Alloys Compd.*, 463, 373-377.
- Zhu, C., Zhang, X., He, X., and Xu, Q. (2006). “Self-propagating high-temperature synthesis,

- microstructure and mechanical properties of TiC-TiB<sub>2</sub>-Cu composites. *J. Mater. Sci. Technol.*, 22(1), 78-82.
- Zlonikov, I., Gotman, I., and Gutmanas, E.Y. (2005). "Processing of dense bulk MgB<sub>2</sub> superconductor via pressure-assisted thermal explosion mode of SHS". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25, 3517-3522.
- Godlewska, E., Szczepanik, S., Mania, R., Krawiarz, J., and Kozinski, S. (2003). "FeAl materials from intermetallic powders". *Intermetallics.*, 11, 307-312.
- Moore, J., and Feng, H. (1995). "Combustion synthesis of advanced materials: Part I reaction Parameter". *Prog. Mater. Sci.*, 39, 243-273.
- Dolata-Grosz, A., Formanek, B., Sleziona, J., and Wieczorek, J. (2005). "Al-FeAl-TiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite with hybrid reinforcement". *J. Mater. Process. Technol.*, 33-38, 162-163.
- Animesh, A., Bandyopadhyay, T.K., and Karabi, Das. (2006). "Synthesis and characterization of TiB<sub>2</sub>- reinforced iron-based composites". *J. Mater. Process. Technol.*, 172, 70-76.
- Zongyi, MA., Jing, BI., Yuxiong, Lu., Hongwei, Shen., and Yinxuan, Gao. (1993). "On the in-situ forming TiB<sub>2</sub> reinforced Al composite". *Acta. Metall. Sin (English edition) Series B.*, 6, 122-125.
- Rabin, Barry, H., Korth, Gary, E., Wright, Richard, N., and Williamson, Richard, L. (1992). "Fabrication of high temperature materials by exothermic synthesis and subsequent dynamic consolidation". *United States Patent.*, 5,129,80. 614,945.
- Robert, Aalund. (2010). "Programmable system and method of spark plasma sintering". *United States Patent.*, 20100156008 A1. 12: 342,868.
- Munir, Zuhair, A., Charlot, F., Bernard, F., and Gaffet, E. (2001). "One-step synthesis and consolidation of nanophase materials". *United States Patent.*, 6,200,515 B1. 09: 374,049.
- Hoyt, S.L. (1932). "Hard metal composition and method of making the same". *United States Patent.*, 1,843,768. 181,536.



ภาคผนวก

**ภาคผนวก ก**  
**การคำนวณความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีใน**  
**กระบวนการ SHS**

ตารางที่ ก1 ข้อมูลในการคำนวณหาความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี

ธาตุ/สารประกอบที่ใช้ในการทดลอง	ความหนาแน่นทางทฤษฎี (g/cm <sup>3</sup> )	น้ำหนักที่ตวงในแต่ละชิ้น, Wt <sub>th</sub> (g)	ปริมาตร (cm <sup>3</sup> )
FeTiO <sub>3</sub>	4.5	25.9	25.8/4.5=5.733
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.55	11.9	11.9/2.55=4.666
Al	2.70	20	20/2.7=7.407
รวม		57.7	17.806

$$P_{th} = 32.4 \text{ g/cm}^3$$

Press load (MPa)	เวลาในการบด (hr)	ความสูงของชิ้นงาน, L <sub>exp</sub> (cm)	น้ำหนักของชิ้นงาน, Wt <sub>Exp</sub>
60	0.5	1.95	17.712
	1	1.80	17.105
	1.5	1.75	17.908
80	0.5	1.90	17.449
	1	1.80	17.892
	1.5	1.75	17.892
100	0.5	1.80	16.908
	1	1.75	17.482
	1.5	1.70	18.089

จากความหนาแน่นทางทฤษฎี

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

และความหนาแน่นจากการทดลอง

$$\rho_{\text{Exp}} = \frac{W_{\text{t Exp}}}{A \cdot L_{\text{Exp}}} \quad (\text{ก 2})$$

โดยที่พื้นที่ของวงกลมเท่ากับ

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

และความสูงทางทฤษฎีของชิ้นงาน

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

เพราะฉะนั้น ความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี เท่ากับ

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

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

ตารางที่ ก2 ความหนาแน่นจากการทดลองเปรียบเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎีในกระบวนการ  
สังเคราะห์แบบก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง

Press load (MPa)	เวลาในการบด (hr)	$L_{th}$ (cm)	$L_{Exp}$ (cm)	$L_{th}/L_{Exp}$	% $p_{th}$
60	0.5	1.080	1.95	0.5540	55.40
	1	1.043	1.80	0.5801	58.01
	1.5	1.246	2.0	0.6230	62.3
80	0.5	1.064	1.90	0.5600	56.0
	1	1.091	1.80	0.6061	60.61
	1.5	1.091	1.75	0.6310	63.10
100	0.5	1.031	1.80	0.5730	57.30
	1	1.066	1.75	0.6091	60.91
	1.5	1.233	1.90	0.6490	64.90

### ภาคผนวก ข

การคำนวณหาอัตราเร็วของการก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงในกระบวนการ SHS

ตารางที่ ง1 ข้อมูลการคำนวณอัตราการก้าวหน้าด้วยตนเองที่อุณหภูมิสูง  
แรงอัดชิ้นงาน 60 MPa

เวลาในการบด FeTiO <sub>3</sub> +B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (hr)	ระยะทางการเคลื่อนที่ ของแนวของการเผาไหม้ ผ่านชิ้นงาน (mm) $L_{final} - L_{initial}$	เวลาที่แนวของการ เผาไหม้เคลื่อนที่ ผ่าน (s) $t_{final} - t_{initial}$	อัตราเร็วของการ เคลื่อนที่ของแนวการ เผาไหม้ (mm/s)
0.5	18.5-0=18.5	47-6=41	18.5/41=0.45
1	18.0-0=18	40-6=34	18/37=0.52
1.5	20.0-0=20	37-2=35	20/35=0.57

แรงอัดชิ้นงาน 80 MPa

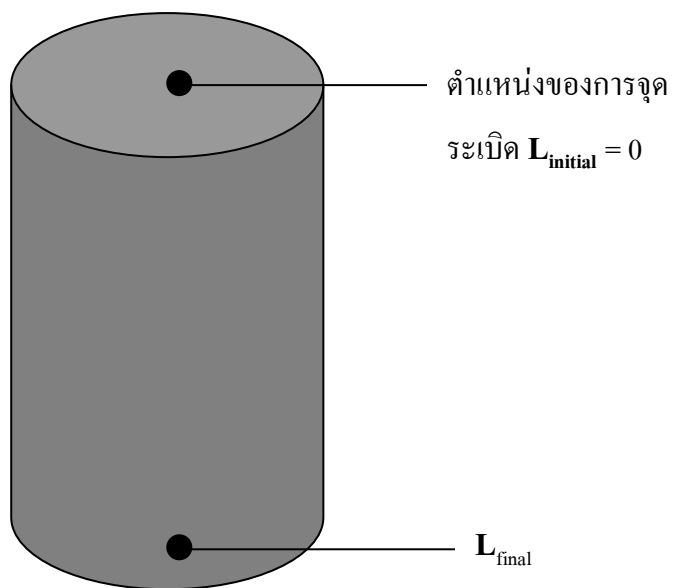
เวลาในการบด FeTiO <sub>3</sub> +B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (hr)	ระยะทางการเคลื่อนที่ ของแนวของการเผาไหม้ ผ่านชิ้นงาน (mm) $L_{final} - L_{initial}$	เวลาที่แนวของการ เผาไหม้เคลื่อนที่ ผ่าน (s) $t_{final} - t_{initial}$	อัตราเร็วของการ เคลื่อนที่ของแนวการ เผาไหม้ (mm/s)
0.5	17.0-0=17	43-7=37	17/37=0.45
1	18.0-0=18	40-5=35	18/35=0.51
1.5	17.5-0=17.5	38-8=30	17.5/30=0.58

แรงอัดชิ้นงาน 100 MPa

เวลาในการบด FeTiO <sub>3</sub> +B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (hr)	ระยะทางการเคลื่อนที่ ของแนวของการเผาไหม้ ผ่านชิ้นงาน (mm) $L_{final} - L_{initial}$	เวลาที่แนวของการ เผาไหม้เคลื่อนที่ ผ่าน (s) $t_{final} - t_{initial}$	อัตราเร็วของการ เคลื่อนที่ของแนวการ เผาไหม้ (mm/s)
0.5	18.0-0=18	42-6=36	18/36=0.50
1	17.5-0=17.5	41-8=33	17.5/33=0.53
1.5	19.0-0=19	36-6=30	19/30=0.63

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

สำหรับตำแหน่งที่สำคัญต่างๆ บนชิ้นงานได้แสดงไว้ในรูปที่ ง 1.1



รูปที่ 1.1 ตำแหน่งที่นำมาคำนวณหาอัตราเร็วของการก้าวหน้าด้วยตนเอง

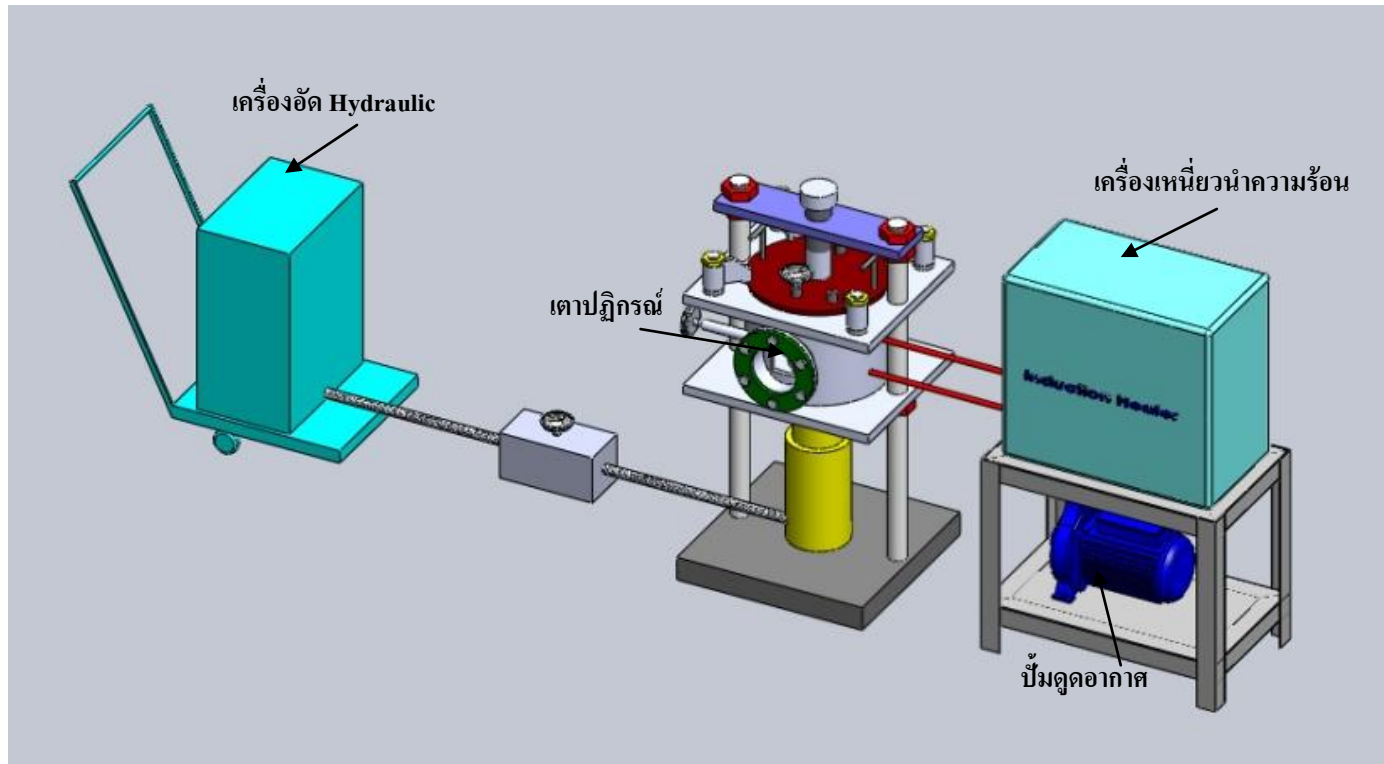


ภาคผนวก ก  
ข้อมูลดิบในการคำนวณค่าความแข็ง

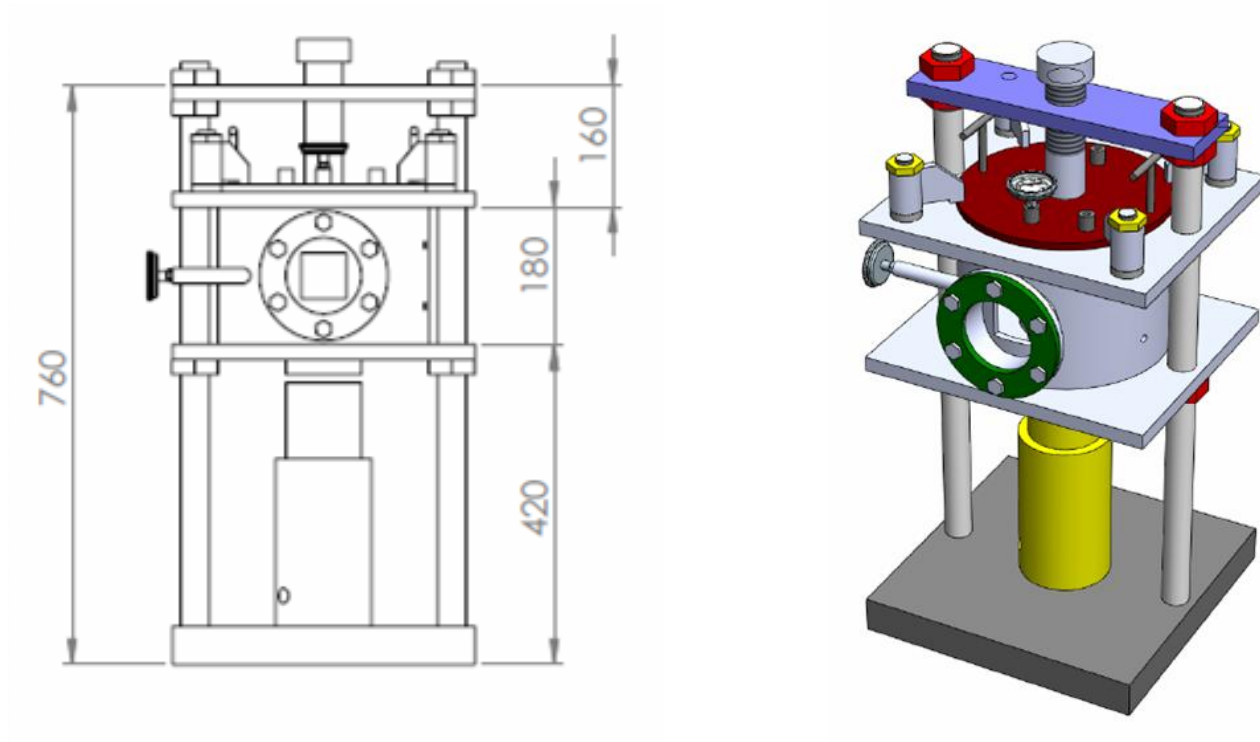
ตารางที่ ค1 ข้อมูลดิบในการคำนวณหาค่าความแข็ง

Press load (MPa)	ความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกด, d (mm)					
	ส่วนเสริมแรง TiB <sub>2</sub>			เนื้อพื้น Fe <sub>3</sub> Al+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		
	d1	d2	ความแข็ง Hv	d1	d2	ความแข็ง Hv
1625	44.0	42.6	494.5	45.9	45.9	440
	43.3	43.3	494.5	41.8	41.8	530.6
	40.2	40.2	537.3	50.1	50.1	369.4
	42.3	43.7	501.4	49.8	49.8	373.8
	40.5	40.2	569.4	49.0	49.8	379.9
			<b>เฉลี่ย 526.7</b>			<b>เฉลี่ย 418.74</b>
3250	29.6	30.1	1040.6	49.7	49.0	380.7
	35.1	36.7	719.4	41.0	41.0	551.5
	33.8	33.8	811.5	38.2	38.7	627.1
	32.2	37.6	761.2	48.7	49.1	387.7
	34.9	34.9	761.2	47.3	49.7	394.1
			<b>เฉลี่ย 818.78</b>			<b>เฉลี่ย 468.22</b>

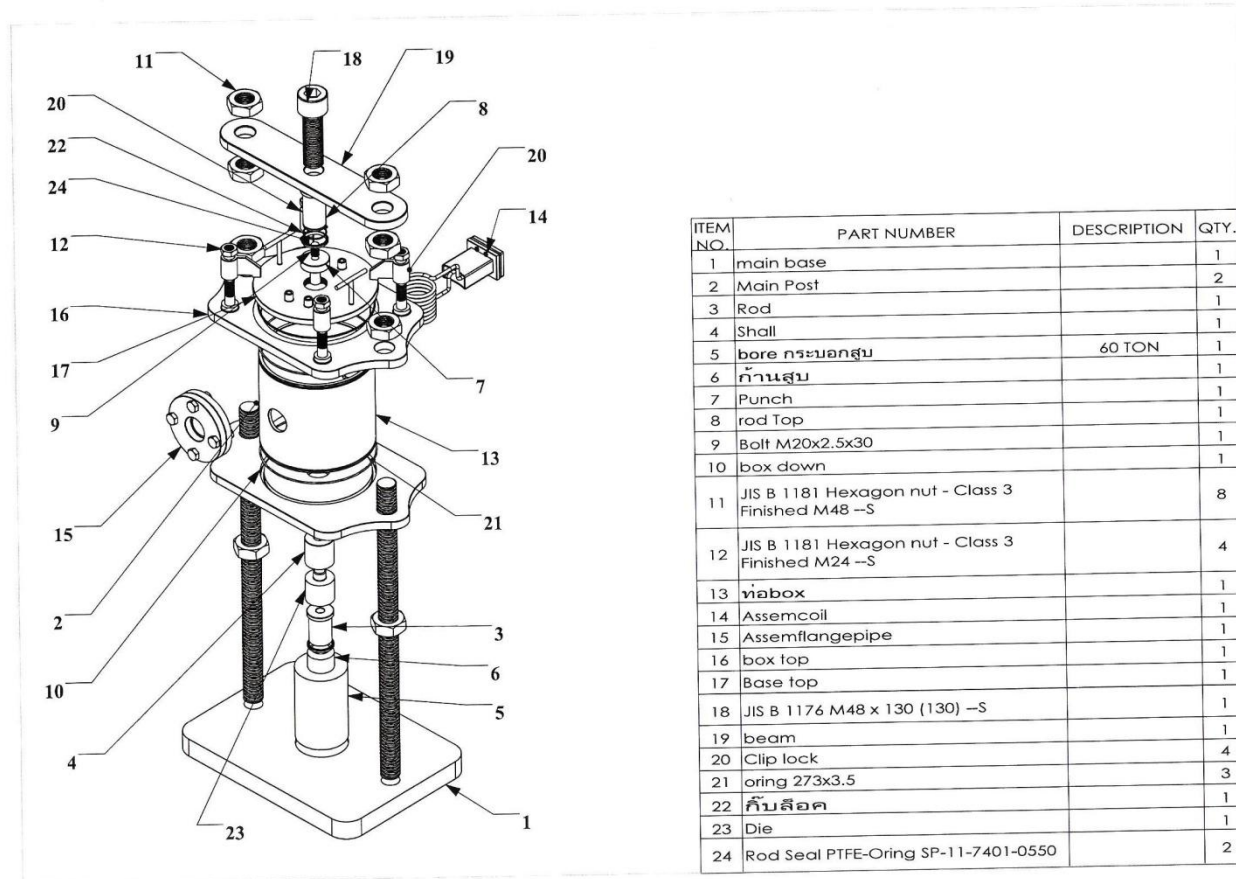
ภาคผนวก ง  
ภาพสเก็ตเครื่อง TE



รูปที่ 1 ภาพสเก็ตด้านหน้าทั้งระบบ



รูปที่ ง2 ภาพสเก็ตรบบสุญญากาศและระบบอัด (ต่อ)



รูปที่ 3 รายละเอียดในการประกอบเครื่อง

ภาคผนวก จ  
ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

## Effect of Al Mole Ratio on Iron Aluminide Reinforced with $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis

Kunyaporn Tapsuan<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, Thailand, 90112

<sup>a</sup>pha\_topio@hotmail.com, <sup>b</sup>sutham.n@psu.ac.th

**Keywords:** Self Propagating High Temperature Synthesis (SHS), ilmenite,  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite, milling time

**Abstract.** The  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite has been prepared by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) from  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}$  system. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The reactions were carried out in a SHS reactor under static argon gas at the pressure of 0.5 MPa. The effects of Al molar ratio of 4, 4.33 and 5 mole on the results product were investigated. The composition and microstructure of SHS products were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The optimum result of  $\text{Fe}_3\text{Al}$  intermetallics phase was obtained when using 4.33 mole of Al.

### Introduction

Iron aluminides have the merits of low density, relatively low-cost, good wear resistance, and excellent corrosion resistance in oxidizing and sulfidizing atmospheres at high temperature attract people attention for their potential applications [1]. It is well-known that reinforcement of metals, including intermetallic alloys with ceramic phases to form a metal-matrix composite can improve their high temperature strength [2]. Alumina ceramics have attracted much attention for both electronic and structural applications; their low fracture toughness, however, is an obstacle to be overcome. Until now, making composites by adding various toughening agents such as whiskers or particles has been the most common way to toughen or strengthen alumina. Using  $\text{TiB}_2$  particles as a dispersed phase has been proved effectively in strengthening alumina. Also, the high hardness ( $\sim 3300 \text{ kgf cm}^{-2}$ ) and good thermal conductivity ( $30 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ ) of  $\text{TiB}_2$  make the  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiB}_2$  composite an excellent cutting tool material [3].  $\text{TiB}_2$  is also well known for its high hardness and outstanding tribological properties. Its hardness (3400 HV) is greater than the more commonly used WC (2000 HV) and is almost as high as that of SiC (3500 HV) Furthermore, it has a high thermal conductivity ( $\sim 110 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$  at  $25^\circ\text{C}$ ) and a significantly lower coefficient of thermal expansion than steel ( $\sim 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  for steel and  $\sim 7.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  for  $\text{TiB}_2$ ). Thus, steel-matrix composites with  $\text{TiB}_2$  as the reinforcing phase have increased stiffness, hardness, and wear resistance, along with reduced coefficient of thermal expansion and only a moderate decrease in thermal conductivity properties [4].

Development of efficient and energy-saving technologies is of great importance today. Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS) is a relatively novel and simple method for making certain advanced ceramic, composites and intermetallic compounds. This method has received considerable attention as an alternative to conventional furnace technology. The SHS is based on systems able to react exothermally when ignited and to sustain them to form a combustion wave. The temperature of the combustion can be very high (as 5000 K) and the rate of wave propagation can be very rapid (as 25 cm/s) [5-9].



In the present study, the  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite was prepared by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) from  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}$  system. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The effects of Al mole ratio 4, 4.33 and 5 mole on the result products were studied.

## Experimental

The raw materials used in this work were  $\text{FeTiO}_3$  (Ilmenite) (Sinrae SaKorn Co.,Ltd.), Al (Himedia Laboratories, 99.7 %), and  $\text{B}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99 %) powders. The experimental setup used in this work is schematically represented in Fig. 1. It consisted of a SHS reactor with controlled atmospheric reaction chamber and tungsten filament connected to power source through current controller which provides the energy required for the ignition of the reaction. Reactant powders were weighted as stoichiometric molar ratio of  $\text{FeTiO}_3\text{:B}_2\text{O}_3\text{:Al} = 1\text{:}1\text{:}4$ ,  $1\text{:}1\text{:}4.33$  and  $1\text{:}1\text{:}5$  and then mixed in planetary ball-milled (Fritsch GMBH, Pulverisette 6) with the speed of 250 rpm for 0.5 hr. The obtained mixture was uniaxially pressed to form cylindrical pellets (25.4 mm. diameter and about 25 mm high) of preform at 80 MPa with green density in the range of 60-65% of the theoretical value. Green sample was then loaded into reaction chamber of SHS reactor. The reaction chamber was evacuated and filled with argon gas at the pressure of 0.5 MPa. This operation was repeated at least twice in order to ensure an inert environment during reaction revolution. The combustion front was generated at upper sample end by using of a heated tungsten filament. Then, under self-propagating conditions, the reaction front travels until reaches the opposite end of the sample [9].

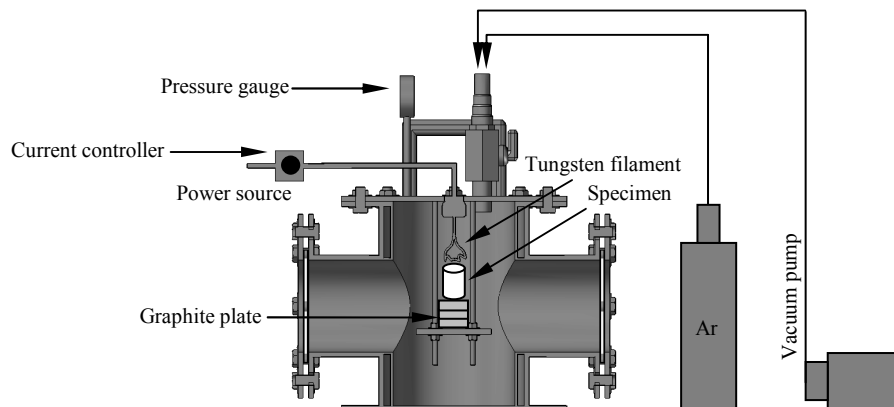


Fig. 1. Schematic of experimental setup for SHS reaction [9].

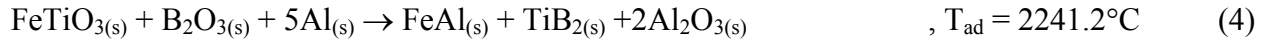
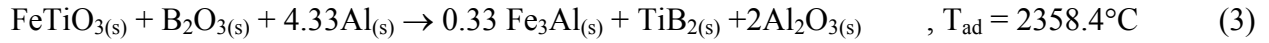
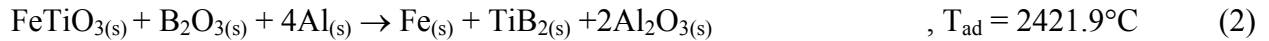
The obtained products were characterized in terms of chemical composition and microstructure by XRD (PHILIPS with  $\text{Cu K}_\alpha$  radiation) and SEM (JEOL, JSM-5800 LV) analyses with EDX (ISIS 300, Oxford).

## Results and Discussion

**Thermodynamic Analysis.** Thermodynamic calculated for equilibrium concentration of stable species produced by SHS reaction were performed based on the Gibbs energy minimization method [10]. The evolution of species was calculated for a reducing atmosphere and as a function of temperature in the temperature range of 0-3000°C. Calculations assume that the evolved gases are ideal and form ideal gas mixture, and condensed phases are pure. The total Gibbs energy of the system can be express by the following equation:

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

In this study,  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , and Al were used as precursors for the SHS reaction. The overall reaction can be expressed as shown in Eq. (2) to (4).



The equilibrium compositions of the  $\text{FeTiO}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ -Al system was shown in Fig 2. From thermodynamic calculation accepting that, the reaction can be a self-sustained manner due to its exothermic character, when the adiabatic temperature of the reaction is higher than  $1800^\circ\text{C}$  [7]. Calculations have shown the adiabatic temperature of these reactions system that higher than  $1800^\circ\text{C}$ , thus the using of SHS is feasible for these systems.

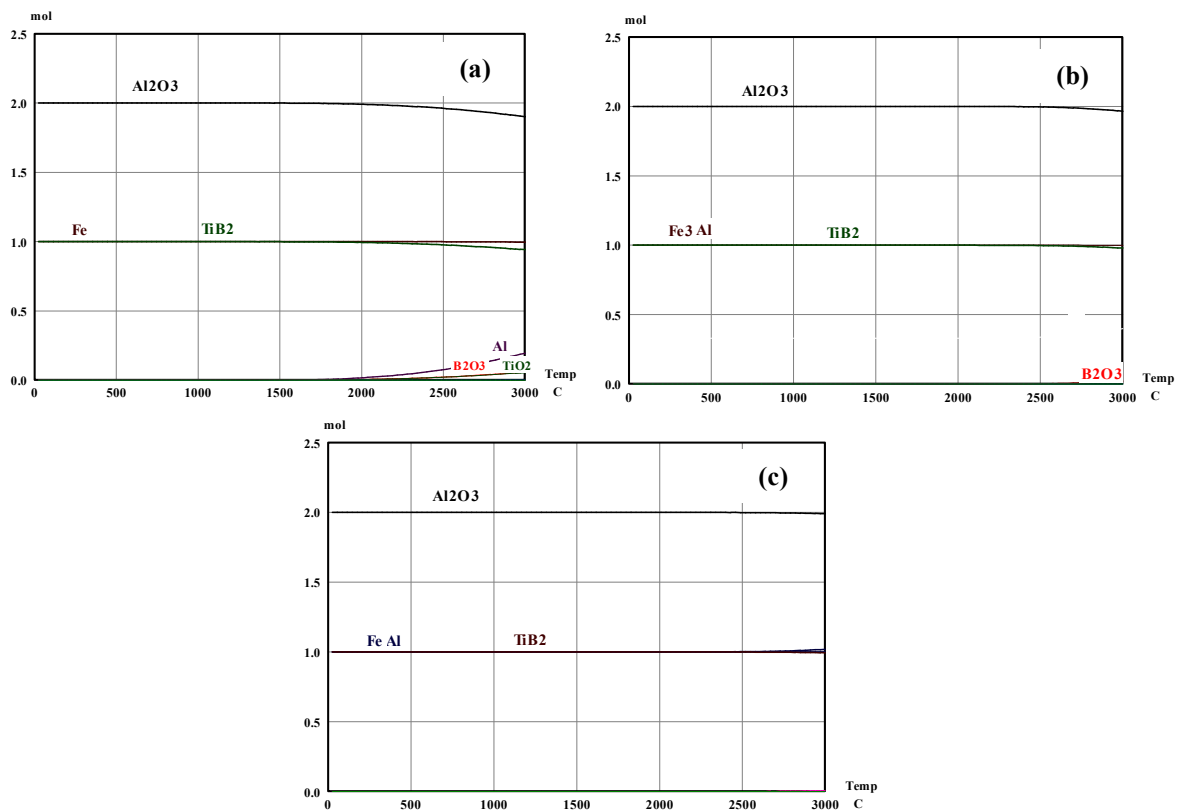


Fig. 2. Equilibrium compositions of  $\text{FeTiO}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ -Al system in Ar gas atmosphere from reaction as shown in (a) Eq.2., (b) Eq. 3 and (c) Eq. 4

**Synthesis of FeAl alloy - $\text{TiB}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  Composite.** Figure 3 shows the XRD patterns of FeAl alloy- $\text{TiB}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  composites produced from the  $\text{FeTiO}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ -Al reactants system with varied of Al molar ratio. It shows that the main compositions of all obtained products are Fe, FeAl,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiB}_2$ , and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . In addition, It has found that  $\text{TiO}_2$  has been appeared in the product in case of using 4 mole of Al in precursor due to the lack of Al element to complete reduction of oxygen. SEM micrograph in Fig. 4 shows the interparticle cohesion within agglomerated particles.

Figure 5 presents the results of X-ray mapping of the product cross-section. It shows the presence of  $\text{Fe}_3\text{Al}$ - $\text{TiB}_2$  well mixed surrounding by  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . The EDX pattern of the elements in a product sample (Fig. 6) confirms the presence of the main elements O, Al, Ti, and Fe. It is assumed that at the position of detected Ti is the  $\text{TiB}_2$  phase due to B element could not be detected.

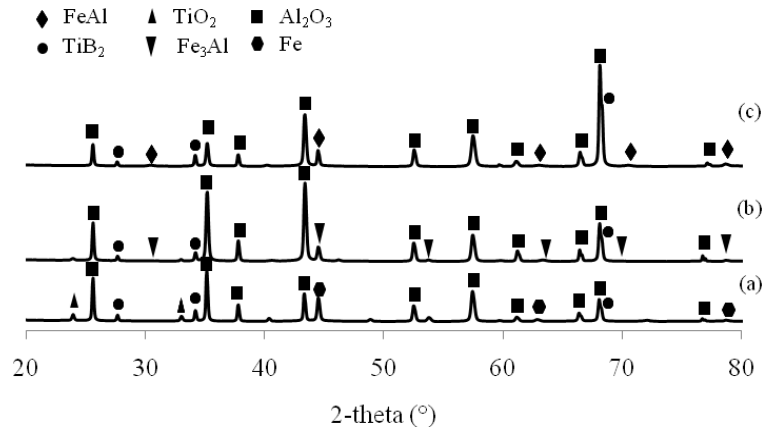


Fig.3. X-ray diffraction pattern of SHS products from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al system with varied of Al mole ratio (a) 4 (b) 4.33 and (c) 5.

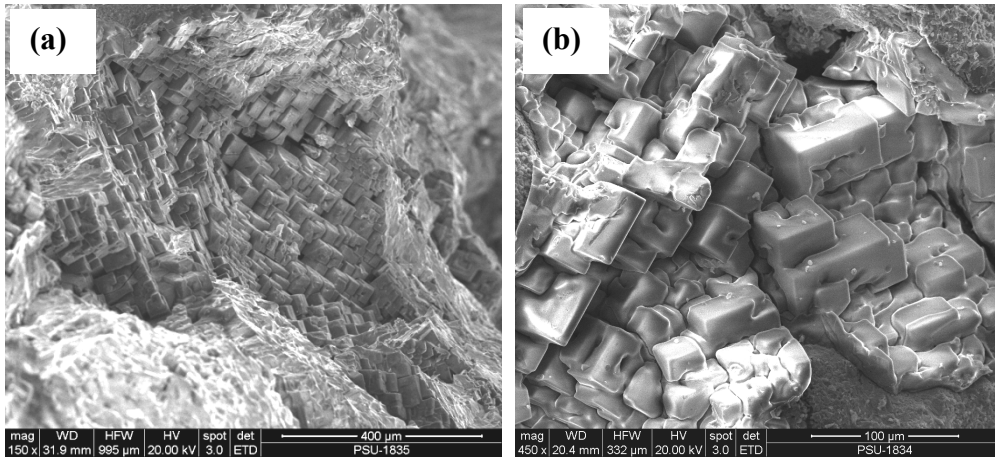


Fig.4. SEM micrograph of the SHS products from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.33Al system at the different magnifications (a) 150x and (b) 450x.

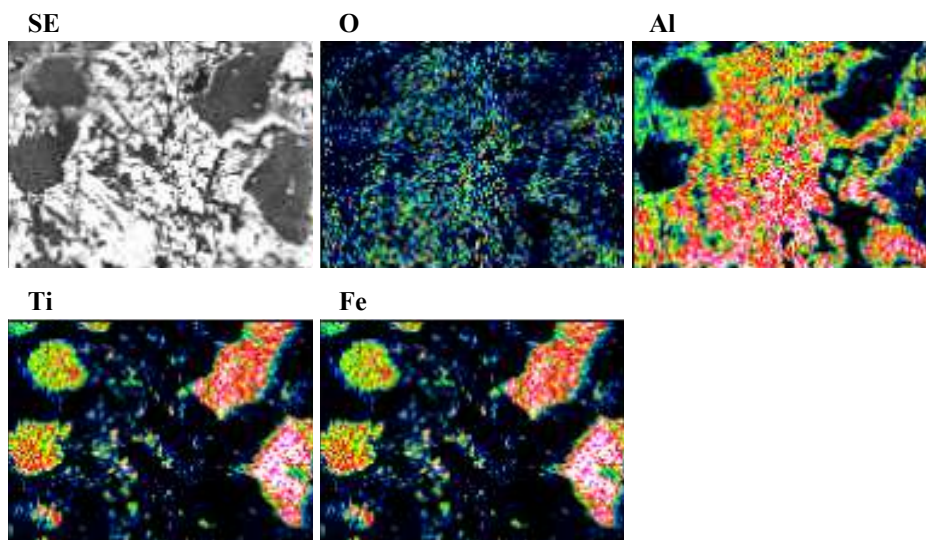


Fig.5. X-ray mapping of the SHS products from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.33Al system.

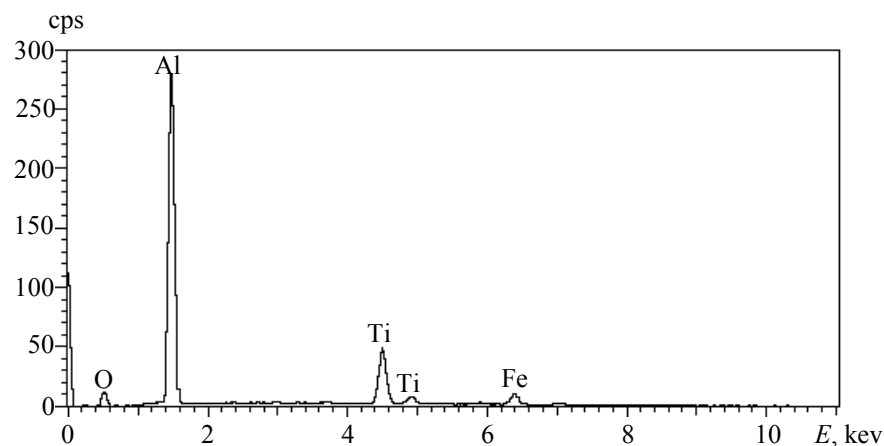


Fig.6. EDX spectrum quantity of the SHS products from  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-4.33Al}$  system.

### Conclusions

The FeAl alloy- $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite powder was successfully synthesized via self-propagating high temperature synthesis from the  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}$  reactants system with the molar ratio of  $\text{FeTiO}_3\text{:B}_2\text{O}_3\text{:Al}$  is 1:1:4, 1:1:4.33 and 1:1:5, respectively. The optimum result of  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite was obtained when 4.33 mole of Al was used.

### Acknowledgements

The authors are pleased to acknowledge the financial support for this research from Prince of Songkla University Research Fund for the Year 2012-2013 (ENG550045S).

### References

- [1] Y. Jun, L. Peiqing, L. Weimin, and H. Yuan: Materials Science and Engineering Vol. 382, (2004), p.8
- [2] R. Subramanian, C.G. McKamey, L.R. Buck and J.H. Schneibel: Materials Science and Engineering A Vol. 239–240, (1997), p. 640
- [3] C.C. Shih and T.K. Cheng: Journal of materials Science Vol. 27, (1992), p. 6213
- [4] A. Animesh, T.K. Bandyopadhyay and D. Karabi : Journal of Materials Processing Technology Vol. 172, (2006), p. 70
- [5] P. Mossino :Ceramics International Vol. 30, (2004), p. 311
- [6] S. Niyomwas: Songklanakar Journal of Science and Technology Vol. 30(2), (2008), p. 227
- [7] S. Niyomwas: Songklanakar Journal of Science and Technology Vol. 32(2), (2010), p. 175
- [8] S. Niyomwas: International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis Vol.19(2), (2010), p. 152
- [9] S. Niyomwas: Journal of Metals, Materials and Minerals Vol. 19, (2009), p. 21
- [10] N.A. Gokcen and R.G. Reddy: *Thermodynamic* (Plenum Press, New York 1996)

## **Key Engineering Materials II**

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

### **Effect of Al Mole Ratio on Iron Aluminide Reinforced with $\text{TiB}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis**

10.4028/www.scientific.net/AMR.488-489.305

I-SEEC2011

# Effect of Preform Conditions on Synthesis of Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis

K. Tapsuan<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, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University 90112, Thailand

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

---

## Abstract

The Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite was prepared by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al system. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The effects of applied pressure of preform at 60, 80 and 100 MPa and milling duration of precursors on result products were studied. The result products were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The optimum result was obtained when 100 MPa pressed preform and milling duration of 1.5 hr was used.

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

*Keywords:* SHS; ilmenite; Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite; milling time

---

## 1. Introduction

Iron aluminides have the merits of low density, relatively low-cost, good wear resistance, and excellent corrosion resistance in oxidizing and sulfidizing atmospheres at high temperature attract people attention for their potential applications [1].

---

\* 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 $i$

It is well-known that reinforcement of metals, including intermetallic alloys with ceramic phases to form a metal-matrix composite can improve their high temperature strength [2].

Alumina ceramics have attracted much attention for both electronic and structural applications; their low fracture toughness, however, is an obstacle to be overcome. Until now, making composites by adding various toughening agents such as whiskers or particles has been the most common way to toughen or strengthen alumina. Using  $\text{TiB}_2$  particles as a dispersed phase has been proved effectively in strengthening alumina. Also, the high hardness ( $\sim 3300 \text{ kgf ram}^{-2}$ ) and good thermal conductivity ( $30 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ ) of  $\text{TiB}_2$  make the  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiB}_2$  composite an excellent cutting tool material [3].  $\text{TiB}_2$  is also well known for its high hardness and outstanding tribological properties. Its hardness (3400 HV) is greater than the more commonly used WC (2000 HV) and is almost as high as that of SiC (3500 HV) Furthermore, it has a high thermal conductivity ( $\sim 110 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$  at  $25^\circ\text{C}$ ) and a significantly lower coefficient of thermal expansion than steel ( $\sim 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  for steel and  $\sim 7.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  for  $\text{TiB}_2$ ). Thus, steel-matrix composites with  $\text{TiB}_2$  as the reinforcing phase have increased stiffness, hardness, and wear resistance, along with reduced coefficient of thermal expansion and only a moderate decrease in thermal conductivity properties [4].

Development of efficient and energy-saving technologies is of great importance today. Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS) is a relatively novel and simple method for making certain advanced ceramic, composites and intermetallic compounds. This method has received considerable attention as an alternative to conventional furnace technology. The SHS is based on systems able to react exothermally when ignited and to sustain them to form a combustion wave. The temperature of the combustion can be very high (as 5000 K) and the rate of wave propagation can be very rapid (as 25 cm/s) [5].

In the present study, the  $\text{Fe}_3\text{Al-TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  composite was prepared by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) from  $\text{FeTiO}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}$  system. The standard Gibbs energy minimization method was used to calculate the equilibrium compositions of the reacting species. The effects of applied pressure of perform at 60, 80 and 100 MPa and milling duration of precursors on result product were studied.

## 2. Experimental

The raw materials used in this work were  $\text{FeTiO}_3$  (Sinrae SaKorn Co.,Ltd.), Al (Himedia Laboratories, 99.7 %), and  $\text{B}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99 %) powders. The experimental setup used in this work is schematically represented in Fig. 1. It consisted of a SHS reactor with controlled atmospheric reaction chamber and tungsten filament connected to power source through current controller which provides the energy required for the ignition of the reaction. Reactant powders were weighted as stoichiometric molar

ratio of  $\text{FeTiO}_3 : \text{B}_2\text{O}_3 : \text{Al} = 1 : 1 : 4.33$  and mixed in planetary ball-milled (Fritsch GMBH, Pulverisette 6) with the speed of 250 rpm for 0.5, 1, and 1.5 hr. The obtained mixture was uniaxially pressed to form cylindrical pellets (25.4 mm. diameter and about 25 mm high) of preform at 60, 80 and 100 MPa with green density in the range of 60-65% of the theoretical value. Green sample was then loaded into reaction chamber of SHS reactor. The reaction chamber was evacuated and filled with argon gas at the pressure of 0.5 MPa. This operation was repeated at least twice in order to ensure an inert environment during reaction revolution. The combustion front was generated at upper sample end by using of a heated tungsten filament. Then, under self-propagating conditions, the reaction front travels until reaches the opposite end of the sample [6].

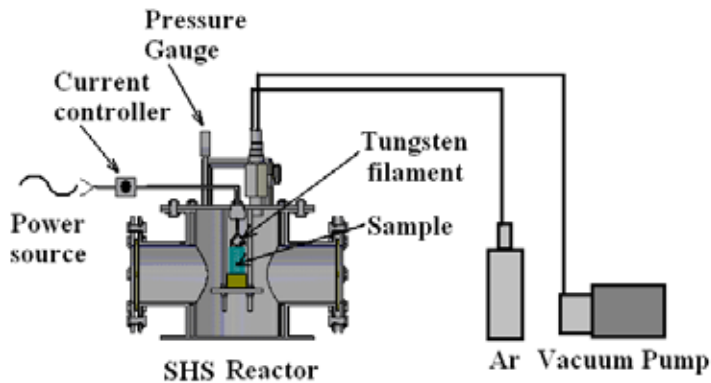


Fig. 1. Schematic of experimental setup for SHS [6].

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

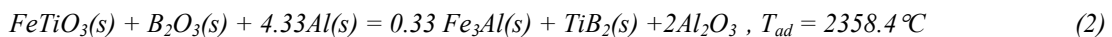
### 3. Results and discussion

#### 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 [7]. The evolution of species was calculated for a reducing atmosphere and as a function of temperature in the temperature range of 0-3000°C. Calculations assume that the evolved gases are ideal and form ideal gas mixture, and condensed phases are pure. The total Gibbs energy of the system can be express by the following equation:

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

In this study,  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , and Al were used as precursors for the SHS reaction. The overall reaction can be expressed as shown in Eq. (2).





The equilibrium compositions of the  $\text{FeTiO}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ -Al system was calculated using HSC® program [7] shown in Fig 3.

From thermodynamic calculation accepting that, the reaction can be a self-sustained manner due to its exothermic character, when the adiabatic temperature of the reaction is higher than  $1800^\circ\text{C}$  [8]. Calculations have shown the adiabatic temperature of this reaction system is higher than  $1800^\circ\text{C}$ .

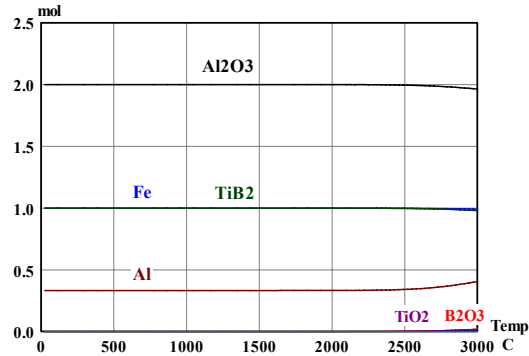


Fig. 3. Equilibrium compositions of  $\text{FeTiO}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ -4.33 Al system in Ar gas atmosphere

### 3.2 Effect of Particle Size and Compaction of Green Pellets.

Effect of milling duration of precursors on particle size distribution was shown in Fig. 4(a). When milling time increasing from 0.5 hr to 1.5 hr decrease from  $d_m = 15.43 \mu\text{m}$  to  $d_m = 7.26 \mu\text{m}$  and the one peak particle size distribution become three peaks. The smaller particles help promoted better heat conduction that resulted in increasing combustion wave ( $V_c$ ) as shown in Fig. 4(b). Both better heat conduction and higher combustion front speed provide less energy and shorter time for grain growth that resulted in smaller grain size of the product as can be seen in Fig. 6.

The compaction of the green powders plays an important role in the combustion synthesis reaction. The compact ability of the system depends directly on the properties of the materials such as hardness and strength. If the particles are not very hard they have a higher degree of compaction. Generally the large particles produce a higher packing density and exhibit higher density at all compaction pressures, the small particles are more difficult to compact [5]. A wide particle size distribution will increase the density at any compaction pressure are listed in Table. 1.

Table 1. Parameter of pressure, milling time, green density, and velocity of combustion wave

Pressure (MPa)	Milling time (hr)	Velocity of combustion wave, $V_c$ (mm/s)
60	0.5	0.45
	1	0.52
	1.5	0.57
80	0.5	0.45
	1	0.51
	1.5	0.58
100	0.5	0.5
	1	0.53
	1.5	0.63

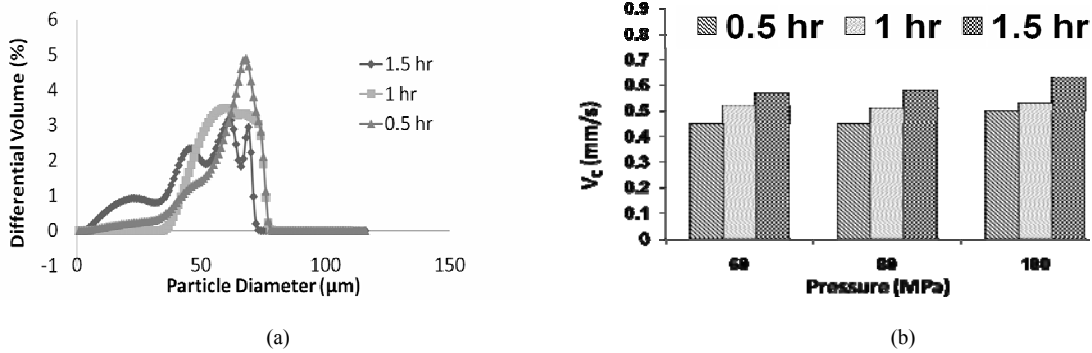


Fig. 4. (a) Particle size distribution of precursors at milling duration of 0.5, 1, and 1.5 hr. (b) combustion front speed at compacted of 80 MPa; milling time 1.5, 1 and 0.5 hr

### 3.3 Synthesis of $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$ Composite

Figure 5 shows the XRD patterns of  $Fe_3Al-TiB_2-Al_2O_3$  composites produced in the  $FeTiO_3-B_2O_3-4.33Al$  system. It's showing that the main components of all obtained products are  $Fe_3Al$ ,  $TiB_2$ , and  $Al_2O_3$ . SEM micrographs in Fig. 6 shows the interparticle cohesion within agglomerated particles.

Figure 7 presents the results of X-ray mapping of the product cross-section. It shows the presence of  $Fe_3Al-TiB_2$  well mixed surrounding  $Al_2O_3$ . The EDX pattern of the elements in a product sample (Fig. 8) confirms the presence of the main elements O, Al, Ti, and Fe.

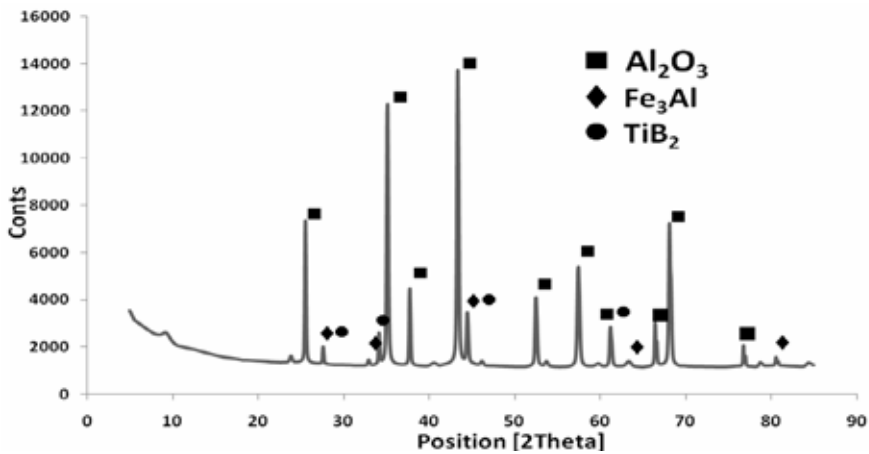


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of SHS products

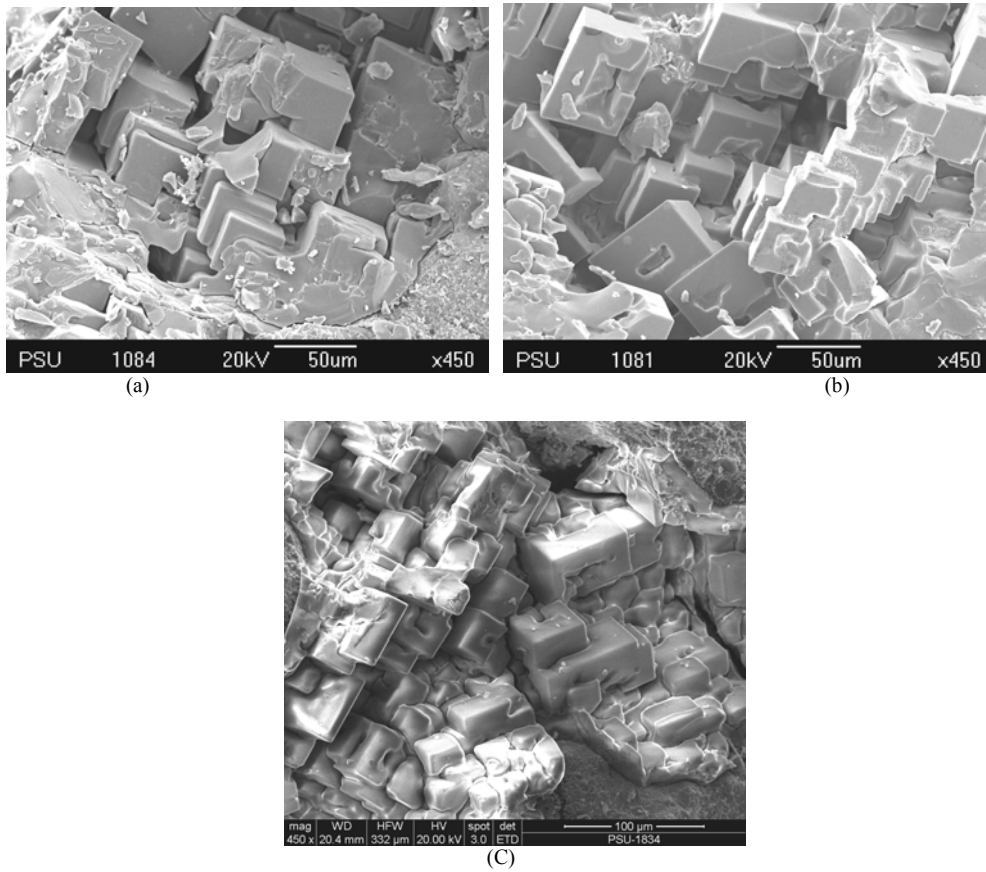


Fig. 6. SEM micrograph of the SHS products from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.33Al system at different milling time (a). 1.5 hr (b). 1 hr and (c) 0.5 hr

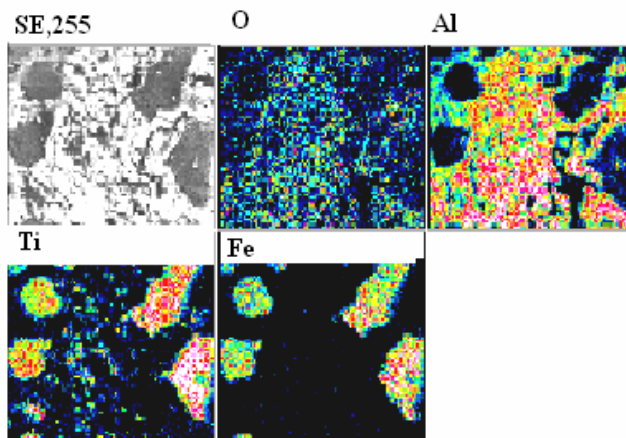


Fig. 7. X-ray mapping of a typical product

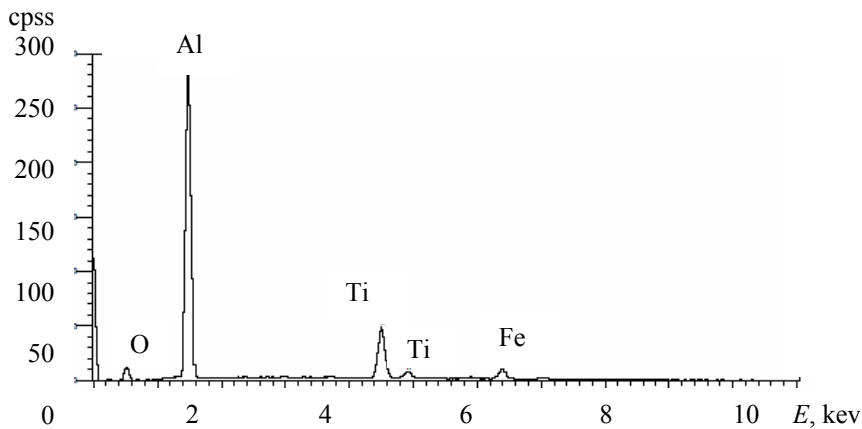


Fig. 8. EDX spectrum of the SHS products from FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.33Al system

#### 4. Conclusions

The Fe<sub>3</sub>Al-TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powder was successfully synthesized via self-propagating high temperature synthesis from the reactants of FeTiO<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al system with molar ratio of FeTiO<sub>3</sub>:B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Al = 1:1:4.33. As increasing the milling time, the particle size decreased. The smaller particle promoted higher combustion wave speed. The optimum result was obtained when 100 MPa pressed perform and milling duration of 1.5 hr were used.

#### Acknowledgements

This work was supported by the Ceramic and Composite Materials Engineering Research Group (CMERG) of the Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Thailand.

#### References

- [1] Jun Y, Peiqing L, Weimin L, and Yuan H. Microstructure and properties of Fe<sub>3</sub>Al-Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.5</sub> composites prepared by self-propagating high temperature synthesis casting. *Materials Science and Engineering* 2004 ; **382**: 8-14.
- [2] Subramanian R, McKamey C.G, Buck L.R., Schneibel J.H. Synthesis of iron aluminide-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites by in-situ displacement reactions . *Materials Science and Engineering* 1997; **A239-240**: 640–646.
- [3] Shih-Cheng C, Cheng-Tzu K. *In situ* reacted TiB<sub>2</sub>-reinforced alumina. *Journal of materials Science* 1992; **27**: 6213-6218.
- [4] Animesh A, Bandyopadhyay T.K, Karabi D. Synthesis and characterization of TiB<sub>2</sub>-reinforced iron-based composites. *Journal of Materials Processing Technology* 2006; **172**: 70-76.
- [5] Mossino P. Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis. *Ceramics International* 2004; **30**: 311–332.
- [6] Sutham N. Synthesis and Characterization of Silicon-Silicon Carbide Composites from Rice Husk Ash via Self-Propagating High Temperature Synthesis. *Journal of Metals, Materials and Minerals* 2009; **19**:21-25.
- [7] Outokumpu HSC Chemistry® for windows, *HSC 4.1*. Finland: Outokumpu Research Oy; 1999.
- [8] Gokcen N.A, Reddy R.G. *Thermodynamic*. New York : Plenum Press; 1996, p. 291-294.

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล	นางสาวกัญญาภรณ์ เทพสวน	
รหัสประจำตัวนักศึกษา	5310120046	
วุฒิการศึกษา		
วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2552

## ทุนการศึกษา

1. ทุนสนับสนุนการทำวิจัยจากบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
2. ทุนรายได้มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ (ENG550045S)

## การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

Tapsuan, K and Niyomwas, S. (2012), "Effect of Al Mole Ratio on Iron Aluminide Reinforced with  $TiB_2-Al_2O_3$  Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis" *Procedia Engineering*, 32, 635-641.

Tapsuan, K and Niyomwas, S. (2012), "Effect of Al Mole Ratio on Iron Aluminide Reinforced with  $TiB_2-Al_2O_3$  Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis" *Advanced Materials Research*, 488-489, 305-309.