

# บทที่ 1

## บทนำ (Introduction)

### 1.1 บทนำ

ไทเทเนียมไดโบไรด์ ( $TiB_2$ ) เป็นสารประกอบระหว่างโลหะและอโลหะ (Intermetallic compound) ซึ่งมีคุณสมบัติเด่นทั้งทางด้านกายภาพและทางด้านเคมีหลายประการ ดังแสดงในตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ  $TiB_2$

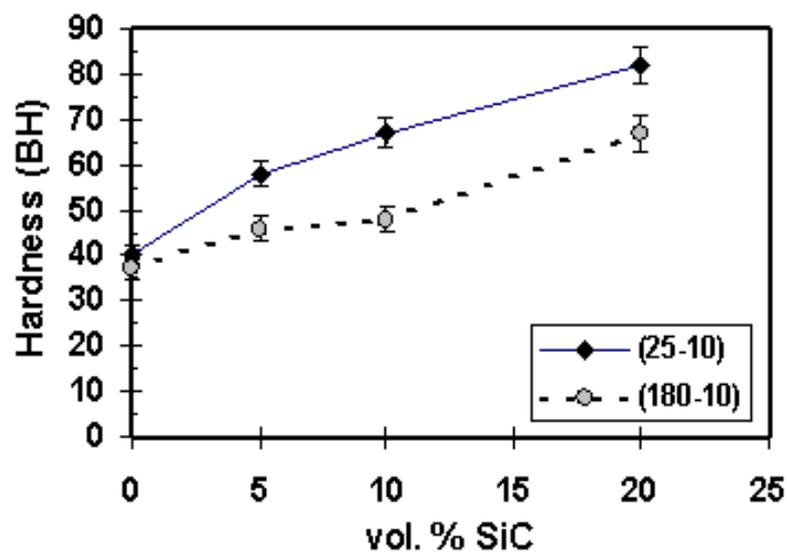
([www.azom.com/details.asp?ArticleID=492](http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=492) สืบค้นเมื่อ 6 สิงหาคม พ.ศ.2549)

Property	Value
Density ( $g/cm^3$ )	4.52
Melting Point ( $^{\circ}C$ )	2970
Modulus of Rupture (Mpa)	410-448
Hardness (Knoop)	1800
Elastic modulus (Gpa)	510-575
Poisson's Ratio	0.1-0.15
Volume resistivity (ohm.cm) at 20 $^{\circ}C$	$15 \times 10^{-6}$
Thermal conductivity (W/m.K)	25

สมบัติที่สำคัญของ  $TiB_2$  ที่เห็นได้ชัดเจนและมีประโยชน์ในการนำมาใช้งาน คือ มีจุดหลอมเหลวและความแข็งสูง เฉื่อยต่อปฏิกิริยาเคมี (Chemical inert) ทนการกัดกร่อนต่อกรด โดยเฉพาะกรดไฮโดรคลอริกและกรดไฮโดรฟลูอิก ฯลฯ จึงนิยมใช้ผง  $TiB_2$  เป็นสารตัวเติมในวัสดุชนิดอื่นๆ หลายชนิด เช่น อะลูมิเนียมหรือแมกนีเซียม (C-T Lee and S-W Chen., 2001; H.Y. Wang et al., 2003) เป็นต้น เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลทั้งความแข็งและความเหนียวให้กับวัสดุ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรม เช่น ทำอุปกรณ์กันกระสุนปืน ([www.azom.com/details.asp?ArticleID=492](http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=492) สืบค้นเมื่อ 6 สิงหาคม พ.ศ.2549) อุปกรณ์เครื่องมือตัด (D. Jianxian et al.,

2005) ทำเป็นตัวปรับละเอียดเกรน (C-T Lee and S-W Chen., 2001) หรือทำเป็นตัวเสริมความแข็งแรงในอะลูมิเนียม (Y. Zhang et al., 2006) เป็นต้น

ขนาดอนุภาคและชนิดของผงตัวเติมที่ได้ทำการเติมผสมในวัสดุชนิดอื่นเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นๆ โดยทั่วไปแล้วจะนิยมเติมผงตัวเติมที่มีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร เช่น การเติมผง SiC ขนาดอนุภาคระดับไมโครเมตรผสมในอะลูมิเนียม ดังแสดงในรูปที่ 1.1 จะเห็นว่าความแข็งของวัสดุผสมที่มีการเติมผง SiC ขนาดอนุภาคเล็กกว่าจะแข็งกว่าวัสดุผสมที่เติมผง SiC ขนาดใหญ่ อีกทั้งเมื่อปริมาณผงตัวเติมเพิ่มมากขึ้นความแข็งของวัสดุผสมก็จะมีค่าเพิ่มสูงขึ้น



รูปที่ 1.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งของวัสดุผสมที่มีอะลูมิเนียมเป็นเนื้อและมีการเติมผง SiC ขนาดอนุภาคระดับไมโครเมตรที่ปริมาณการเติมผงต่างกัน

(www.moldmakingtechnology.com สืบค้นเมื่อ 21 พฤศจิกายน พ.ศ.2550)

ดังจะเห็นได้ว่าผงตัวเติมที่มีขนาดอนุภาคเล็กนั้นจะส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุผสมนั้นๆ ดีขึ้นได้ จากสมบัติพื้นฐานทั้งทางด้านกายภาพและทางด้านเคมีของผง  $TiB_2$  โดยเฉพาะสมบัติความแข็งและจุดหลอมเหลวสูงนั้นเป็นที่น่าสนใจอย่างยิ่งต่อการผสมผง  $TiB_2$  กับวัสดุอื่น เช่น อะลูมิเนียมหรือแมกนีเซียม ซึ่งน่าจะส่งผลให้วัสดุผสมมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้นได้ ยิ่งหากผง  $TiB_2$  ที่ทำการผสมในวัสดุนั้นๆ มีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนเมตรก็ยิ่งจะส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุผสมดียิ่งขึ้นได้อีก ดังนั้นหากสามารถทำการลดขนาดอนุภาคของผง  $TiB_2$  ให้มีขนาดเล็กลงสู่ระดับนาโนเมตรได้ เมื่อนำไปทำการผสมในอะลูมิเนียมหรือแมกนีเซียม ก็จะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมได้เป็นอย่างดี

ปัจจุบันได้มีการวิจัยเพื่อที่จะสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ในระดับนาโนเมตรกันอย่างกว้างขวาง ซึ่งในแต่ละการวิจัยก็จะมีกระบวนการในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันออกไป เช่น การบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying) โดยการบดผสมโดยตรงระหว่างผงไทเทเนียมกับผงโบรอน (Y. Hwang and J. K. Lee., 2002) การใช้ปฏิกิริยา Benzene-thermal โดยการใช้ผงโซเดียม โบรอน และไทเทเนียมเตตระคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น (Y. Gu et al., 2003) การใช้ปฏิกิริยา Solid-state โดยการใช้ผงแมกนีเซียม แมกนีเซียมโบไรด์และไทเทเนียมเตตระคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น (L. Shi et al., 2004) และ การใช้เทคนิค SHS (Self-propagating High Temperature synthesis) (A.K. Khanra., 2004)

โดยในแต่ละกระบวนการมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกัน เช่นวิธีการบดผสมเชิงกลนั้นต้องใช้เวลาในการบดผสมนานอย่างน้อย 70 ชั่วโมงซึ่งเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานเป็นอย่างมาก ส่วนปฏิกิริยา Benzene-thermal นั้นมีกระบวนการที่ซับซ้อนและต้องใช้อุณหภูมิสูงในการสังเคราะห์ และเทคนิค SHS เป็นเทคนิคที่ค่อนข้างใหม่ที่มีข้อได้เปรียบกว่าวิธีอื่นในหลายๆ ด้าน เช่น เป็นวิธีที่ไม่ซับซ้อน ใช้เวลาในการสังเคราะห์สั้น ให้ประสิทธิภาพสูง และใช้พลังงานในการสังเคราะห์ต่ำเนื่องจากอาศัยพลังงานจากการคายความร้อนของปฏิกิริยาโดยตรง (Exothermic reaction) (K.K. Chawla., 1993; J. F. Shackelford) ซึ่งแต่ละกระบวนการในการสังเคราะห์นั้นล้วนแล้วแต่ทำให้ได้ผง  $TiB_2$  ที่มีขนาดแตกต่างกันออกไป โดยเฉพาะวิธี SHS นั้นปฏิกิริยาจะมีอุณหภูมิในการสังเคราะห์ในช่วง  $1400-1800^{\circ}C$  ซึ่งทำให้ผง  $TiB_2$  ที่ก่อรูปขึ้นเกิดการรวมตัวกัน (agglomeration) ส่งผลให้ผง  $TiB_2$  มีขนาดใหญ่ แต่ในปัจจุบันได้มีนักวิจัยหลายกลุ่มทำการศึกษาและแก้ไขปัญหาเหล่านี้ เช่น ในการศึกษาการสังเคราะห์ ผงทังสเตน (W) ผงไทเทเนียม (Ti) และผงไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC) โดยการเติมเกลือ (NaCl) ลงในส่วนผสมของสารตั้งต้นเพื่อเป็นการยับยั้งการรวมตัวของผลปฏิกิริยา (H.H. Nersisyan et al., 2005; H.H. Nersisyan et al., 2003) และอีกการศึกษาหนึ่งได้มีการสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโนเมตรโดยใช้กระบวนการ SHS ที่มีการเติม NaCl ลงในส่วนผสมของสารตั้งต้น ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้คือ  $TiO_2$   $H_3BO_3$  และ Mg ทำให้สามารถสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโนเมตรได้เช่นกัน (A.K. Khanra et al., 2004)

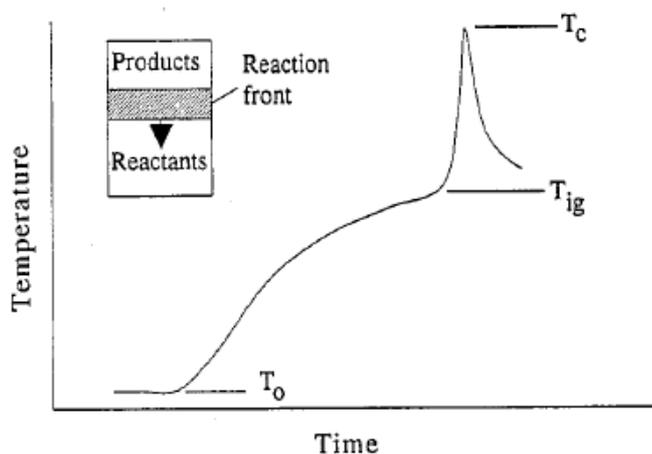
ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงเลือกใช้กระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงหรือกระบวนการ SHS เพื่อการสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโน โดยเลือกใช้สารตั้งต้น 3 ชนิด คือ  $TiO_2$   $B_2O_3$  และ Mg ศึกษาผลกระทบของตัวแปรต่างๆ ในการบวนการสังเคราะห์ที่ส่งผลต่อสมบัติของผง  $TiB_2$  โดยเฉพาะการเติมสารตัวเติมเกลือ (NaCl) อีกทั้งทำการศึกษาถึงผลกระทบของผงไทเทเนียมไดโบไรด์ต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมิเนียม

## 1.2 ทฤษฎีและหลักการ

### 1.2.1 กระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง (Self-Propagating High-Temperature Synthesis: SHS)

โดยปกติกระบวนการ SHS จะเกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาของผงวัสดุอัดแน่นที่ประกอบไปด้วยสารตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป โดยมีการจุดระเบิดผงวัสดุอัดที่ปลายด้านหนึ่ง แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนที่เพียงพอต่อการเผาไหม้ให้ขยายและลุกลามตลอดทั้งชิ้นงาน ซึ่งความร้อนของปฏิกิริยามีผลมาจากค่าความแตกต่างปริมาณมากของเอนทัลปีระหว่างตัวทำปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์

กระบวนการ SHS เริ่มต้นที่อุณหภูมิของสารตั้งต้น  $T_0$  ถูกให้ความร้อนอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิการจุดระเบิด  $T_{ig}$  ซึ่งก็คือจุดที่กระบวนการไม่ต้องการพลังงานเพิ่มเติมในการทำปฏิกิริยาแต่ไคเนติกของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก โดยอุณหภูมิทางทฤษฎีสูงสุดของปฏิกิริยา หรือเรียกว่า อุณหภูมิแอดิเบติก ( $T_{ad}$ ) เกิดขึ้นภายใต้สมมติฐานการไม่สูญเสียความร้อนของปฏิกิริยาสู่สิ่งแวดล้อม ทำให้ในความเป็นจริงค่าอุณหภูมิสูงสุดของปฏิกิริยา  $T_c$  จะมีค่าต่ำกว่า  $T_{ad}$  เสมอ โดยปกติการเตรียมผงอัดของสารตั้งต้นจะกระทำภายใต้อุณหภูมิต่ำกว่า  $T_0$  ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิต่างๆ นี้กับเวลาได้แสดงไว้ในรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาสำหรับกระบวนการ SHS

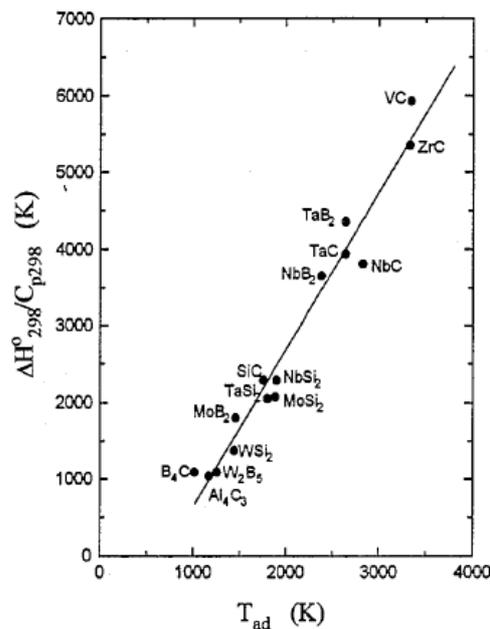
(J. Moore and H. Feng., 1995)

การคำนวณค่า  $T_{ad}$  ภายใต้สภาวะแอดิเบติก สามารถคำนวณได้จากสมการความสัมพันธ์ของเอนทัลปีของการก่อรูป (enthalpy of formation:  $\Delta H_f^\circ$ ) ของสารประกอบ ดังแสดงในสมการที่ 1.1

(J. Moore and H. Feng., 1995)

$$-\Delta H_T^\circ = H_{T_{ad}} - H_T = \int_T^{T_{ad}} nC_p dT \quad (1.1)$$

โดยปกติค่า  $T_{ad}$  จากปฏิกิริยาของระบบสารต่างๆ จะมีค่าอยู่ระหว่าง 1000-6000 K และได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $T_{ad}$  และ  $\Delta H_{298}^\circ/C_p$  ดังรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $T_{ad}$  และ  $\Delta H_{298}^\circ/C_p$  ของสารบางชนิดที่ผลิตโดย SHS

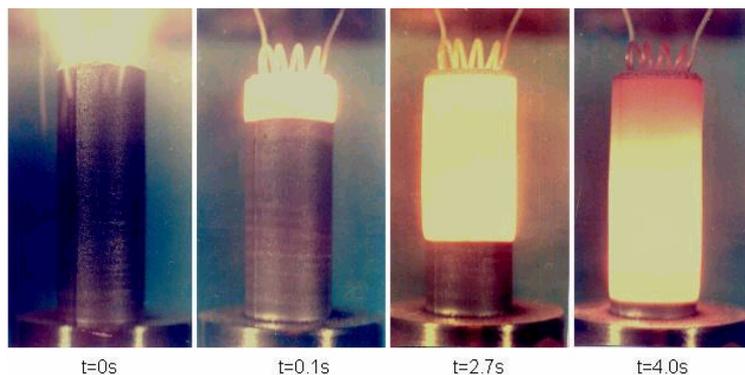
(J. Moore and H. Feng, 1995)

ในกรณีที่มีการเปลี่ยนเฟสในผลิตภัณฑ์ก่อนที่ชิ้นงานจะมีอุณหภูมิถึง อุณหภูมิแอเดียแบติก สมการที่ 1.1 จะมีการเพิ่มเทอมของความร้อนแฝงของการเปลี่ยนเฟส ดังแสดงในสมการที่ 1.2 (J. Moore and H. Feng., 1995)

$$\Delta H_T^\circ + \int_T^{T_{ad}} \sum nC_p dT + \sum nL = 0 \quad (1.2)$$

โดย  $n$  คือจำนวนโมลของผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้  $C_p$  คือค่าความจุความร้อน  $L$  คือค่าเอนทาลปีของการเปลี่ยนเฟส ส่วนค่าความร้อนของการก่อรูป ( $\Delta H_T^\circ$ ) ที่อุณหภูมิใดๆ ซึ่งปกติมักจะใช้  $T = 298$  K แต่ก็สามารถคำนวณที่อุณหภูมิอื่นๆ ได้ตามต้องการ ดังนั้นการคำนวณ สมการที่ 1.2 จะสามารถบอกค่า  $T_{ad}$  ที่ อุณหภูมิ  $T$  ตามต้องการ ซึ่งถึงแม้  $T_{ad}$  ที่คำนวณได้จะมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิ

ของปฏิกิริยาจริง แต่ผลการคำนวณสามารถ เป็นครรชนีบอกค่าอุณหภูมิของระบบที่จะทำการศึกษา และเป็นประโยชน์ต่อการออกแบบการทดลองและอุปกรณ์ที่ใช้ ทั้งนี้ระบบที่มีค่า  $T_{ad} > 1800^{\circ}\text{C}$  จะสามารถเกิดปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองจนตลอดทั้งชิ้นงานภายหลังการจุดระเบิด (J. Moore and H. Feng., 1995) แต่ถ้า  $T_{ad} < 1800^{\circ}\text{C}$  ชิ้นงานจะต้องได้รับการอุ่นจนถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมก่อนที่จะจุดระเบิดให้ชิ้นงาน

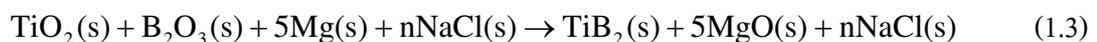


รูปที่ 1.4 แสดง ลักษณะการเผาไหม้ของสารในระบบ SHS

([www.ism.ac.ru/handbook/\\_shs.htm](http://www.ism.ac.ru/handbook/_shs.htm), สืบค้นเมื่อ 2 สิงหาคม 2549)

### 1.2.2 หลักการการผสมสารตัวเติมเกลือ (NaCl)

เมื่อผสมสารตั้งต้นกับสารตัวเติมเกลือแล้วนำไปให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (Ar gas atmosphere) ซึ่งมีอุณหภูมิสูงประมาณ  $1800-2000^{\circ}\text{C}$  จะทำให้สารตั้งต้นกับสารตัวเติมเกิดการหลอมรวมกันกลายเป็นผง  $\text{TiB}_2$  อีกทั้งยังเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ตัวอื่นด้วย ซึ่งสามารถเขียนเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้



เมื่อ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Mg}$  และ  $\text{NaCl}$  เกิดการหลอมรวมตัวกันอนุภาคของสารตัวเติมเกลือจะเข้าไปแทรกอยู่ในเนื้อสารซึ่งการที่อนุภาคของสารตัวเติมเกลือเข้าไปแทรกอยู่นั้นเป็นการทำให้ผง  $\text{TiB}_2$  ที่เกิดขึ้นมีการรวมตัวกันได้น้อย ส่งผลให้ผง  $\text{TiB}_2$  มีขนาดเล็กกลง อีกทั้งสารตัวเติมเกลือมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าสารตั้งต้นตัวอื่น ซึ่งเมื่อเกิดการเผาไหม้ เกลือจะเกิดการหลอมเหลวก่อนและจะทำหน้าที่ดูดซับความร้อนที่คายออกมาจากปฏิกิริยาต่างๆ ที่เกิดขึ้นและทำหน้าที่เคลือบผิวของผง  $\text{TiB}_2$  ทำให้การเติบโตของเกรนลดลง ขนาดผง  $\text{TiB}_2$  จึงมีขนาดเล็กลง หลังจากนั้นก็ทำ

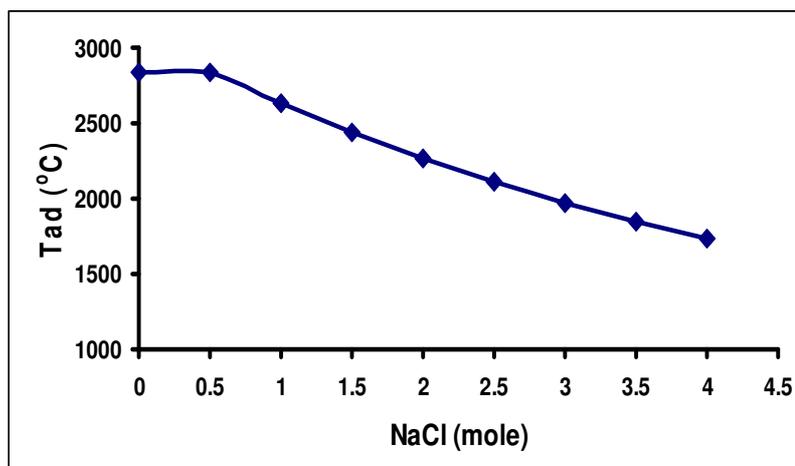
การชะล้าง MgO ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl acid) และใช้น้ำกลั่นเป็นตัวชะล้างเกลือ จะได้ผง  $TiB_2$  ที่มีขนาดเล็ก (นาโนเมตร) ตามต้องการ

สำหรับผลการคำนวณค่า  $T_{ad}$  ของปฏิกิริยาข้างต้น ซึ่งแปรค่าจำนวนโมลของเกลือจาก 0-4 โมล ได้แสดงไว้ในตารางที่ 1.2 และแสดงความสัมพันธ์ของ  $T_{ad}$  ต่อจำนวนโมลของเกลือที่เติมสู่ปฏิกิริยา ในรูปที่ 1.5 ดังนี้

ตารางที่ 1.2 แสดงผลการคำนวณค่า  $T_{ad}$  ของปฏิกิริยาในสมการที่ 1.3 (Outokumpu HSC Chemistry® for windows, HSC 4.0)

NaCl (mole)	$T_{ad}$ ( $^{\circ}C$ )
0	2831.8
0.5	2831.8
1.0	2635.2
1.5	2438.6
2.0	2266.8
2.5	2108.1
3.0	1974.0
3.5	1850.1
4.0	1738.0

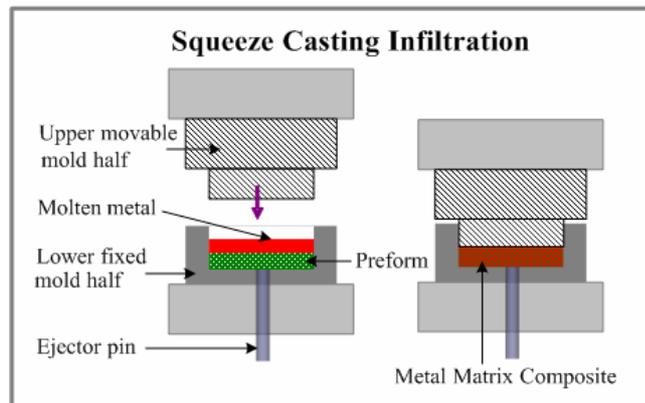
ผลจากการคำนวณทำให้ทราบว่า การเติมเกลือลงในปฏิกิริยาหลัก (สมการที่ 1.3) ทำให้ค่า  $T_{ad}$  ลดลง ซึ่งจะมีประโยชน์คือลดอุณหภูมิของปฏิกิริยาจริง ทำให้กลไกการเติบโตของอนุภาคผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ลดลง รวมทั้งมีเกลือเป็นตัวแทรกไม่ให้อนุภาคผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  เคลื่อนตัวเข้าหากันเพื่อรวมตัวเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ ทำให้อนุภาคผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่สังเคราะห์ได้มีแนวโน้มเล็กลงไปสู่ผงระดับนาโนตามต้องการ



รูปที่ 1.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $T_{ad}$  ต่อจำนวนโมลของเกลือในปฏิกิริยา  
สมการที่ 1.3 (Outokumpu HSC Chemistry® for windows, HSC 4.0)

### 1.2.3 การหล่อโลหะแบบอัด (Squeeze casting)

การหล่อโลหะแบบอัดหรือที่เรียกว่า Liquid metal forging เป็นกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานโดยอาศัยกระบวนการหลักๆ 2 กระบวนการ คือ การหล่อ (Casting) และการอัด (Forging) ซึ่งกระบวนการนี้เป็นการใช้แรงดันอัดน้ำโลหะเหลวให้แทรกซึมผ่านช่องว่างระหว่างอนุภาคของ Preform ที่ใช้เป็นตัวเสริมแรง โดยทำการเทน้ำโลหะเหลวใส่แม่พิมพ์ตัวล่างที่วาง Preform ไว้แล้ว หลังจากนั้นก็ใช้แรงดันกดแม่พิมพ์ตัวบนดันให้น้ำโลหะเหลวแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างอนุภาคของ Preform ตัวอย่างน้ำโลหะเหลว เช่น อะลูมิเนียมหรือแมกนีเซียม เป็นต้น ชิ้นงานที่ผ่านการหล่อแบบอัดจะมีเกรนขนาดค่อนข้างเล็กและมีขนาดเท่ากันสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้น เนื่องจากน้ำโลหะเหลวเกิดการเย็นตัวอย่างทันทีทันใด ข้อดีของการหล่อโลหะแบบอัด เช่น สามารถลดการเกิดความล้า (Fatigue) ของชิ้นงานนั้นๆ ยืดอายุการใช้งานให้นานยิ่งขึ้น ลดการเกิดการหดตัวของชิ้นงาน (Shrinkage) และสามารถลดการละลายของอากาศจากภายนอกในชิ้นงานได้ทำให้ชิ้นงานมีฟองอากาศน้อย เป็นต้น ([www.efunda.com/processes/metal\\_processing/squeeze\\_casting.cfm](http://www.efunda.com/processes/metal_processing/squeeze_casting.cfm): สืบค้นเมื่อ 23 พฤศจิกายน พ.ศ. 2550)

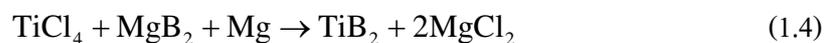


รูปที่ 1.6 แสดงลักษณะการหล่อโลหะแบบอัด

(www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=liquid\_state\_fabrication\_of\_metal\_matrix\_composites  
สืบค้นเมื่อ 13 ธันวาคม 2550)

### 1.3 การตรวจสอบเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

L. Shi และคณะ (2003) ได้ทำการศึกษาและสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโนโดยอาศัยปฏิกิริยา solid state สารตั้งต้นที่ใช้คือ  $TiCl_4$  Mg และ  $MgB_2$  ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาเป็น



เผาอุณหภูมิ  $650^\circ C$  เป็นเวลา 8 ชั่วโมง วิเคราะห์ผลด้วย XRD และ TEM ซึ่งจากการวิจัยในครั้งนี้ทำให้ได้ผง  $TiB_2$  ขนาดอนุภาคประมาณ 40 nm

Y. Gu และคณะ (2002) ได้ทำการศึกษาสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโนโดยอาศัยปฏิกิริยา benzene-thermal สารตั้งต้นที่ใช้คือ Na B และ  $TiCl_4$  ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาเป็น



เผาอุณหภูมิ  $400^\circ C$  เป็นเวลา 8 ชั่วโมง วิเคราะห์ผลด้วย XRD และ TEM ซึ่งจากการวิจัยในครั้งนี้ทำให้ทราบว่า ผง  $TiB_2$  ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างเป็น Hexagonal (lattice constant  $a = 3.027 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.228 \text{ \AA}$ ) และมีขนาดอนุภาค 15-40 nm

L. Chen และคณะ (2003) ได้ทำการศึกษาสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโนโดยการบดผสมและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ สารตั้งต้นที่ใช้ คือ  $TiCl_4$  และ  $NaBH_4$  ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาเป็น



เผาอุณหภูมิระหว่าง  $500 \leq T (^{\circ}\text{C}) \leq 700$  เป็นเวลา 12 ชั่วโมง วิเคราะห์ผลด้วย XRD TGA DTA และ TEM ซึ่งจากการวิจัยในครั้งนี้ทำให้ทราบว่าผง  $\text{TiB}_2$  ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างเป็น Hexagonal (lattice constant  $a = 3.032 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.229 \text{ \AA}$ ) และมีขนาดอนุภาคประมาณ 15 nm ที่อุณหภูมิ  $600^{\circ}\text{C}$

Y. Hwang และ J. K. Lee (2001) ได้ทำการสังเคราะห์ผง  $\text{TiB}_2$  ระดับไมโครเมตร โดยใช้กระบวนการบดผสมเชิงกล สารตั้งต้นที่ใช้คือ ผงไทเทเนียมและผงโบรอน ทำการบดผสมที่เวลาต่างๆ กัน คือ 70h 140h 180h 210h และ 280h พบว่าเกิดผง  $\text{TiB}_2$  ระดับไมโครเมตรเมื่อใช้เวลาในการบด 280h

A.K. Khanra และคณะ (2003) ได้ทำการสังเคราะห์ผง  $\text{TiB}_2$  ขนาดอนุภาคระดับไมโครเมตร โดยใช้วิธี SHS ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้ คือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , Mg และมีการเติม NaCl ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาเป็น



เผาอุณหภูมิ  $\sim 680^{\circ}\text{C}$  ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน วิเคราะห์ผลด้วย XRD SEM/EDS และ TEM/EDS ซึ่งจากการวิจัยในครั้งนี้ทำให้ทราบว่า เมื่อปริมาณ NaCl เพิ่มขึ้น ก็จะทำให้ผง  $\text{TiB}_2$  มีขนาดอนุภาคเล็กลง

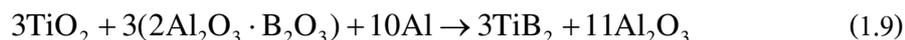
Z. Xinghong และคณะ (2002) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบระหว่าง TiB/Ti โดยใช้กระบวนการ SHS ร่วมกับกระบวนการ Pseudo Hot Isostatic Pressing (PHIP) ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาเป็น



โดยทำการผสม Ti ที่อัตราส่วนต่างๆ กันออกไป ( $x = 0, 20, 30, 40, 50, 60\%$ ) ซึ่งพบว่าการเผาใหม่ของปฏิกิริยาข้างลงเมื่อปริมาณของ Ti เพิ่มขึ้นและในการสังเคราะห์ก็จะเกิดเฟสผสมระหว่าง TiB กับ Ti โดยอาจจะพบเฟสของ  $\text{TiB}_2$  ได้บ้างในกรณีที่มีการผสม Ti ปริมาณน้อยๆ และขนาดอนุภาคของ TiB จะมีขนาดเล็กลงเมื่อปริมาณ Ti เพิ่มขึ้นอีกทั้งสมบัติเชิงกลของสารประกอบระหว่าง TiB/Ti ที่

TiB-40wt%Ti นั้นจะส่งผลให้มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด (Bending strength Tensile strength Compression strength และ Fracture toughness)

R.H. Plovnick และ E.A. Richards (2001) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบระหว่าง TiB<sub>2</sub> กับ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้วิธี SHS ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาดังนี้



ทำการผสมสารตั้งต้นและนำไปเผาที่อุณหภูมิ ~700-750°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สเฉื่อย วิเคราะห์ผลด้วย XRD และ SEM โดยจากการศึกษาในครั้งนี้พบเฟสผสมระหว่าง TiB<sub>2</sub> กับ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Zhao Min และคณะ (2005) ได้ทำการศึกษาสมบัติการทนการเสียดสีและการทนความสึกหรอของอะลูมิเนียมเกรด A2024 ที่มีการเติมผง TiB<sub>2</sub> ปริมาณ 30 vol% และการเติมผง SiC โดยทำการขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อโลหะแบบอัด ที่ความดัน 75 MPa เป็นเวลา 180 วินาที เพื่ออัดนำอะลูมิเนียมให้แทรกซึมเข้าสู่ช่องว่างระหว่างอนุภาคของผง TiB<sub>2</sub> และ SiC พบว่า ชิ้นงานที่เติมผง TiB<sub>2</sub> มีสัมประสิทธิ์การเสียดสีต่ำกว่าชิ้นงานที่เติมผง SiC ประมาณ 3 เท่า และชิ้นงานที่เติมผง TiB<sub>2</sub> สามารถทนทานการสึกหรอได้ดีกว่าชิ้นงานที่เติมผง SiC อีกทั้งในกระบวนการหล่อแบบอัดนี้ก็ไม่พบเฟส Al<sub>3</sub>Ti ซึ่งเป็นเฟสที่มีความเปราะอีกด้วย

A. Mandal และคณะ (2006) ได้ทำการศึกษาผลจากการเติมผง TiB<sub>2</sub> ในโลหะผสม Al-4Cu ต่อดัชนีการสึกหรอของโลหะผสม Al-4Cu โดยการทำให้ปฏิกิริยาระหว่างเกลือ K<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub> และ KBF<sub>4</sub> เพื่อให้ได้เป็น TiB<sub>2</sub> ที่ปริมาณต่าง ๆ กัน คือ 0 2.5 5 7.5 และ 10 wt% แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการทดสอบสมบัติการทนการสึกหรอ พบว่า การทนการสึกหรอของชิ้นงานเพิ่มขึ้นเมื่อเติม TiB<sub>2</sub> ปริมาณสูงขึ้น

จากการสำรวจข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่าการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดโบไรด์สามารถทำได้หลายวิธี อีกทั้งจะเห็นได้ว่าการผสมผงไทเทเนียมไดโบไรด์ในวัสดุอื่น จะส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุเหล่านั้นดีขึ้น เช่น สมบัติการทนต่อการสึกหรอ (Wear resistance) ความแข็งแรงดึง (Tensile strength) หรือความแข็งแรงกด (Compressive strength) อีกทั้งขนาดอนุภาคของผงผสมที่ใช้เติมก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่จะส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นๆ โดยจะเห็นได้ว่ายิ่งผงผสมมีขนาดอนุภาคเล็กลงก็ยิ่งส่งผลให้สมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นๆ ดีขึ้น เนื่องจากปัจจุบันมีการใช้อะลูมิเนียมในด้านอุตสาหกรรมยานยนต์อย่างแพร่หลายหากทำการผสมผงไทเทเนียมไดโบไรด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนก็น่าจะช่วยให้สมบัติเชิงกลของอะลูมิเนียมยิ่งดีขึ้นอีก จึงเป็นแรงจูงใจในการศึกษาผลกระทบต่อการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดโบไรด์ระดับนา

โนด้วยกระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงซึ่งเป็นกระบวนการที่มีข้อดีหลายอย่างดังได้กล่าวไว้แล้วข้างต้นและการผสมผงไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนกับอะลูมิเนียมด้วยการหล่อโลหะแบบอัด เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รวมถึงการเพิ่มสมบัติเชิงกลของอะลูมิเนียมต่อไป

#### 1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.4.1 สังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนโดยกระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง
- 1.4.2 ศึกษาผลกระทบของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ที่มีต่อสมบัติของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโน
- 1.4.3 ศึกษาผลกระทบของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อสมบัติเชิงกลของอะลูมิเนียม

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 ทราบถึงกระบวนการของกระบวนการปฏิกิริยาก้าวหน้าด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง
- 1.5.2 ทราบถึงอัตราส่วนที่เหมาะสมของสารตั้งต้นและทราบสถานะเหมาะสมของตัวแปรต่างๆ ที่ทำการปรับเปลี่ยน
- 1.5.3 ได้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเมตร

#### 1.6 ขอบเขตของการวิจัย

- 1.6.1 สารตั้งต้น คือ ผง  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Mg}$  และการออกแบบการทดลองโดยการปรับเปลี่ยนค่าตัวแปรต่างๆ คือ ขนาดผงของสารตั้งต้น ความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS (SHS Reactor) ความดันอัดชิ้นงานตัวอย่างและปริมาณสารตัวเติม  $\text{NaCl}$  ต่อผงผสมของสารตั้งต้น
- 1.6.2 ทำการทดลองตามสถานะที่ได้ออกแบบไว้ในข้อ 1.6.1
- 1.6.3 วิเคราะห์ผลและเสนอแนวทางที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโน

#### 1.7 สถานที่ทำการวิจัย

ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์  
 ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์  
 ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์