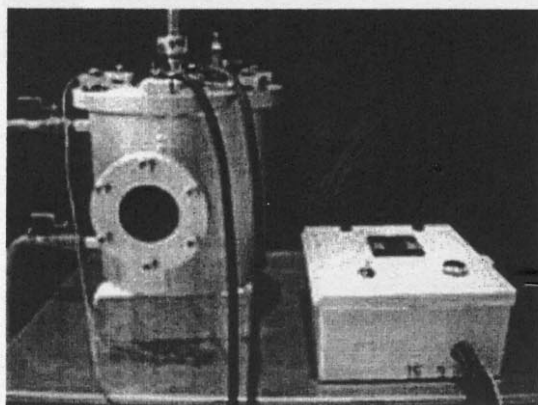


4. ผลการดำเนินโครงการและวิเคราะห์ผล

4.1 เครื่องสังเคราะห์โดยวิธีขยายด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

เครื่องสังเคราะห์โดยวิธีขยายด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูงที่ออกแบบและสร้างขึ้นจากโครงการนี้แสดงดังรูปที่ 4.1 เป็นเครื่องที่เหมาะสมสำหรับใช้ในงานวิจัย และสังเคราะห์ชิ้นงานที่มีขนาดไม่ใหญ่เกินไป โดยทำการสังเคราะห์ชิ้นงานได้ 1 ชิ้นต่อการเกิดปฏิกิริยาแต่ละครั้ง ระบบอุ่นชิ้นงานสามารถให้ความร้อนได้ไม่เกิน 350 องศาเซลเซียส แก๊สที่ใช้ในบรรยากาศภายในเตาสังเคราะห์เป็นแก๊สอาร์กอน แต่ถ้าต้องการเปลี่ยนเป็นแก๊สชนิดอื่นก็ยอมทำได้ นอกจากนั้นยังมีระบบควบคุมความดันภายในเตาไม่ให้เกิดเกิน 1 MPa และสามารถสังเกตการเกิดปฏิกิริยาในห้องสังเคราะห์ผ่าน Viewing Windows ได้อีกด้วย สำหรับรายละเอียดของชิ้นส่วนและขนาดของเครื่องสังเคราะห์สามารถศึกษาได้ในภาคผนวก



รูปที่ 4.1 เครื่องสังเคราะห์โดยวิธีขยายด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

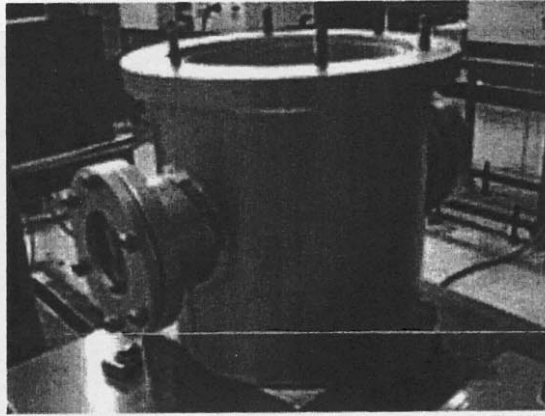
เตาสังเคราะห์

เตาสังเคราะห์ (รูปที่ 4.2) ที่ออกแบบและสร้างมีรูปร่างเป็นทรงกระบอกสองชั้น ทรงกระบอกชั้นนอกของเตาสังเคราะห์ทำจากเหล็กหนา 0.3 เซนติเมตร และเส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 28 เซนติเมตร (รูปที่ 4.3) ในขณะที่ทรงกระบอกชั้นในซึ่งทำหน้าที่รับความดันจากปฏิกิริยาทำจากเหล็กกล้าหนา 0.8 เซนติเมตร และมีขนาดความเค้นครากเท่ากับ 334 MPa ทรงกระบอกนี้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 20 เซนติเมตร จากสมการในหัวข้อ 3.1 พบว่าความดันที่วัสดุทำผนังเตาสังเคราะห์รับได้ไม่เกิน 53.5 MPa

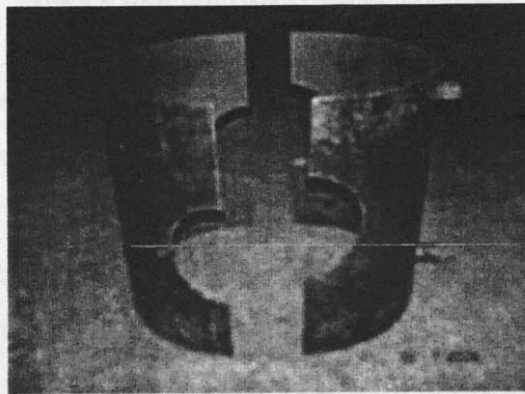
บริเวณด้านข้างทั้งสองของเตาได้ติดตั้ง Viewing windows เพื่อใช้เป็นตำแหน่งบันทึกภาพปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น และกระจกที่ใช้เป็น Tempered glass ซึ่งสามารถทนแรงดันได้ 250 psi หรือประมาณ 1.7 MPa ดังนั้นความดันที่เกิดขึ้นภายในเตาไม่ควรเกิน 1 MPa (Safety factor = 1.7)

แท่นวางชิ้นงาน

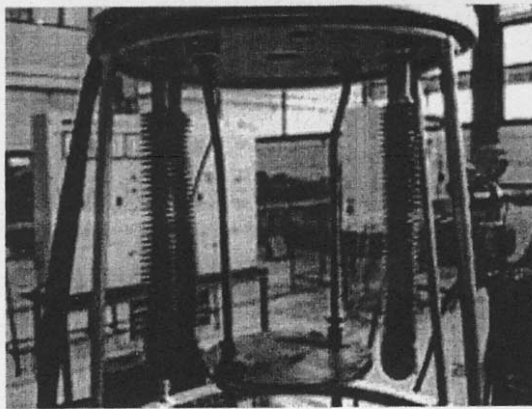
แท่นวางชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.4 ถูกติดตั้งเข้ากับฝาด้านบนของเครื่องสังเคราะห์ เพื่อความสะดวกในการวางชิ้นงานและการทำความสะอาด ขนาดของแท่นวางถูกออกแบบให้วางชิ้นงานที่มีขนาดไม่เกิน 8 เซนติเมตร



รูปที่ 4.2 เตาสังเคราะห์



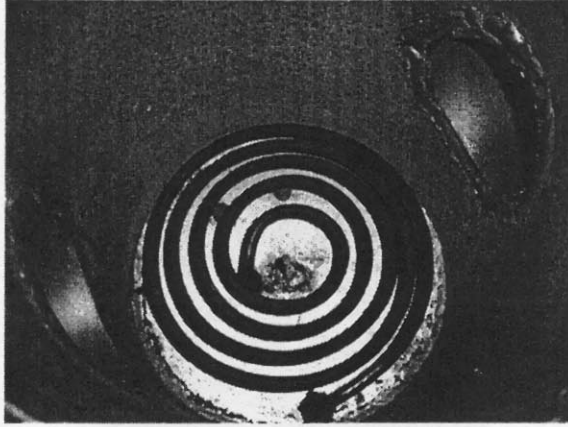
รูปที่ 4.3 เหล็กที่ประกอบเป็นทรงกระบอกชั้นนอก



รูปที่ 4.4 แท่นวางชิ้นงานและชุดลดความร้อนขนาด 500 วัตต์ 2 แห่ง

ระบบอุ่นชิ้นงาน (Heater)

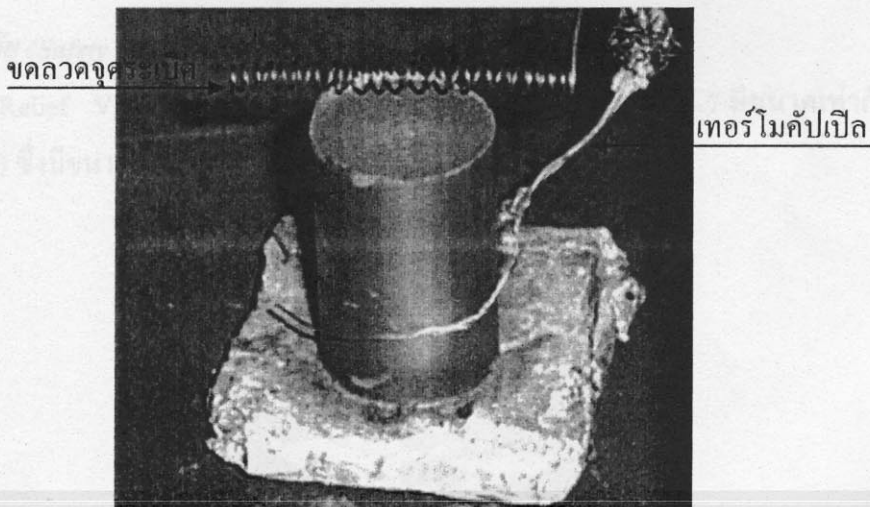
ประกอบไปด้วยขดลวดความร้อนขนาด 500 วัตต์ จำนวน 2 แท่ง วางโดยรอบชิ้นงาน (รูปที่ 4.4) และขดลวดความร้อนขนาด 2,000 วัตต์ ซึ่งวางอยู่ใต้ฐานของชิ้นงาน (รูปที่ 4.5) เหตุผลที่ติดตั้งระบบอุ่นความร้อนในลักษณะดังกล่าวก็เพื่อให้การกระจายอุณหภูมิของชิ้นงานเท่ากันทั้งชิ้น



รูปที่ 4.5 ขดลวดความร้อนขนาด 2,000 วัตต์

ขดลวดจุดระเบิด (Igniter Coil)

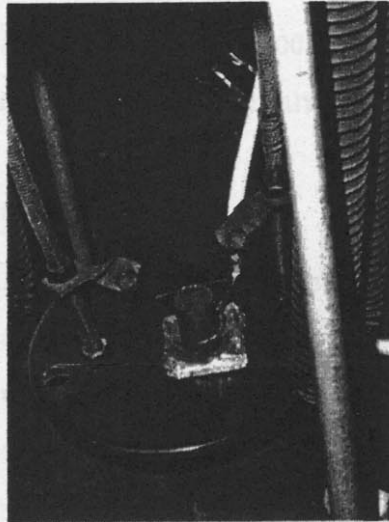
เป็นเส้นลวดทังสเตน ความบริสุทธิ์ 99.95% ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร ตัดให้ได้ความยาวประมาณ 18 เซนติเมตร นำมาขดเป็นเกลียว โดยความยาวของช่วงเกลียวประมาณ 2 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางของเกลียวประมาณ 1.5 มิลลิเมตร และระยะ pitch ประมาณ 1.0 มิลลิเมตร จากนั้นนำปลายแต่ละข้างของเส้นลวดเกี่ยวเข้ากับขดลวดซึ่งเชื่อมต่อกับระบบไฟฟ้า ทั้งนี้เส้นลวดจะถูกรักษาให้ห่างจากปลายด้านบนของชิ้นงานประมาณ 3 มิลลิเมตร ซึ่งตำแหน่งความสูงของเส้นลวดสามารถทำการปรับได้ตามขนาดความสูงของชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.6 และ 4.7



รูปที่ 4.6 การติดตั้งขดลวดจุดระเบิดและเทอร์โมคัปเปิลเข้ากับชิ้นงาน

ระบบดูดและอัดแก๊ส

การดูดอากาศภายในเตาออกทำได้โดยใช้ปั๊มสุญญากาศ และเมื่อได้ความดันภายในภาชนะตามที่ต้องการ จะทำการปิดวาล์วก่อนที่จะเปลี่ยนวาล์วไปยังท่อจ่ายก๊าซอาร์กอน แล้วทำการอัดก๊าซอาร์กอนผ่านท่อเดียวกันให้ได้ความดันที่ต้องการ



รูปที่ 4.7 การติดตั้งชิ้นงานก่อนทำการสังเคราะห์

ระบบวัดอุณหภูมิชิ้นงาน

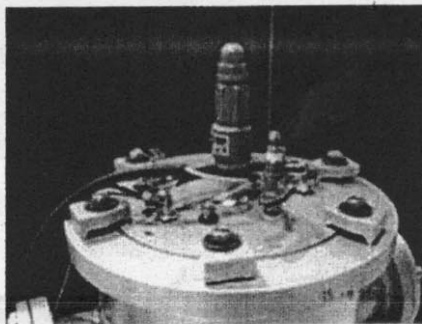
การวัดอุณหภูมิชิ้นงานขณะทำการทดลองกระทำโดยติดตั้งเทอร์โมคัปเปิล Type K ให้สัมผัสกับผิวของชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.6 ทั้งนี้ปลายของเทอร์โมคัปเปิลถูกต่อเข้ากับระบบบันทึกข้อมูล (Data acquisition module) ซึ่งสามารถแสดงผลออกมายังคอมพิวเตอร์ได้โดยตรง

ระบบหล่อเย็น (Water Cooling System)

ระบบน้ำหล่อเย็นอยู่ระหว่างผนังชั้นในและผนังชั้นนอกของเตา จากรูปที่ 4.1 ออกแบบให้ทางน้ำเข้าอยู่ด้านล่างของเตา ในขณะที่ทางน้ำออกอยู่ด้านบนของเตา

วาล์วนิรภัย (Safety Relief Valve)

Safety Relief Valve ถูกติดตั้งอยู่บนฝาด้านบนดังแสดงในรูปที่ 4.7 มีขนาดเท่ากับ 10 kg/cm^2 (ประมาณ 1 MPa) ซึ่งมีขนาดต่ำกว่าความดันสูงสุดที่คำนวณได้ในข้างต้น



รูปที่ 4.8 ฝาด้านบนของเตาสังเคราะห์

4.2 ผลการทดสอบสมรรถนะของเครื่องสังเคราะห์โดยวิธีขยายด้วยตัวเองที่อุณหภูมิสูง

4.2.1 การทดสอบความสามารถในการรับแรงดัน

ผลการทดสอบพบว่าภาชนะสามารถรับแรงดัน 1 MPa ได้ โดยไม่มีการรั่วซึมแต่อย่างใด

4.2.2 การควบคุมอุณหภูมิของระบบอุณหภูมิขึ้นงาน

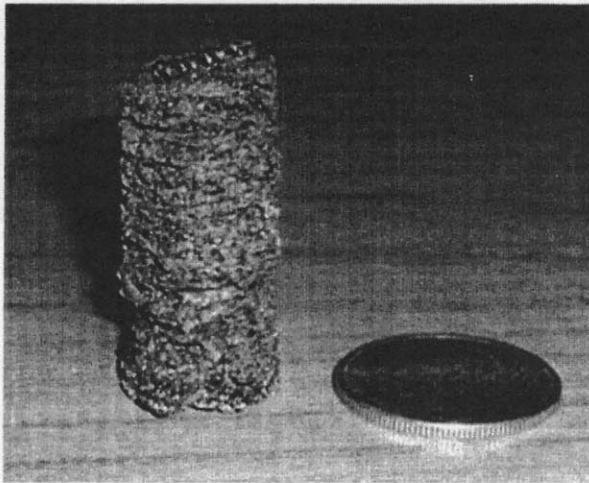
จากการทดสอบปรับระดับอุณหภูมิอุณหภูมิขึ้นงานที่ 200 250 และ 300 องศาเซลเซียส พบว่าระบบมีความเสถียรภาพดีในทุก ๆ อุณหภูมิ และอุณหภูมิสูงสุดที่ระบบทำได้โดยยังคงความเสถียรภาพอยู่ไม่ควรงเกิน 300 องศาเซลเซียส

4.2.3 ผลการการสังเคราะห์วัสดุผสม Ni-Ti

เมื่อนำผง Ni และผง Ti มาบดผสมด้วย Planetary ball mill เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ผงผสมที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 21.15 ไมครอน จากนั้นนำผงผสมดังกล่าวไปอัดขึ้นรูปด้วยความดันขนาด 8 MPa จะได้ชิ้นงานทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับ 14.2 มิลลิเมตร และสูงเท่ากับ 28 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.6 จากนั้นนำชิ้นงานมาอุ่นก่อนทำการจุกระเบิด ซึ่งการอุ่นชิ้นงานเพื่อสังเคราะห์ NiTi นั้นมีความจำเป็นมาก เพราะปฏิกิริยาการเกิด NiTi จากผง Ni และ Ti มีการคายความร้อนที่ต่ำ จึงจำเป็นต้องมีการกระตุ้นปฏิกิริยาในช่วงแรกก่อนทำการจุกระเบิดในลำดับต่อไป

4.2.3.1 ลักษณะของชิ้นงาน

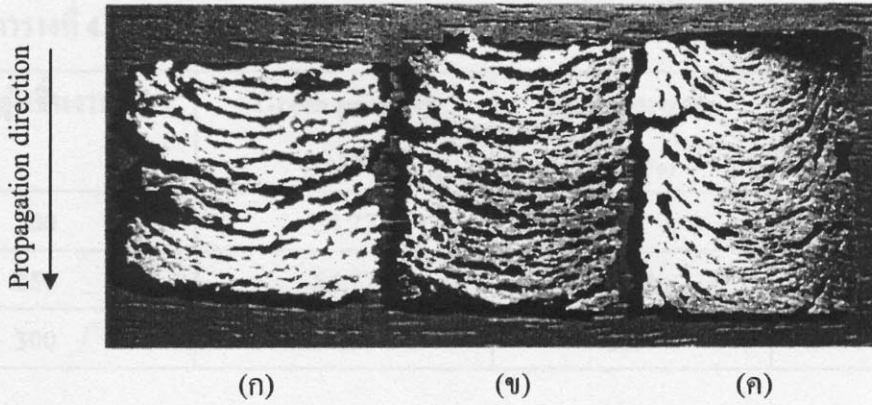
หลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS ชิ้นงานมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.9 โดยผิวภายนอกมีความขรุขระและมีความพรุนทั้งทั้งชิ้นงาน บริเวณด้านบนของชิ้นงานจะมีขดลวดทั้งสแตนเลสหุ้มติดมากับชิ้นงานด้วย ซึ่งขดลวดดังกล่าวเกิดการหลอมละลายบริเวณปลายทั้งสองข้าง และขณะเกิดปฏิกิริยาชิ้นงานเกิดการขยายตัวจนไปชนกับขดลวดดังกล่าว



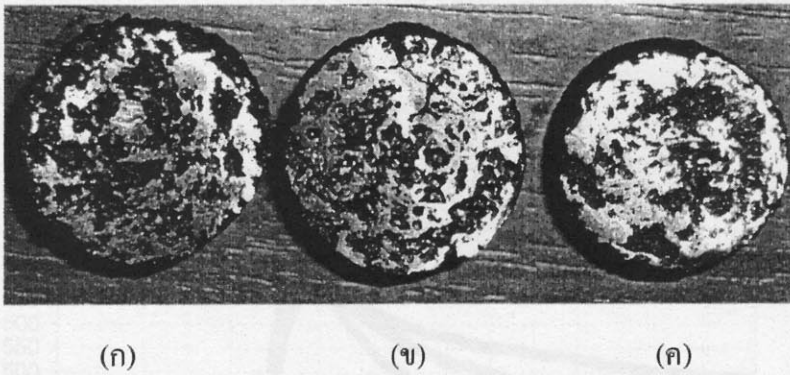
รูปที่ 4.9 ชิ้นงานหลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS

เมื่อทำการตัดบริเวณปลายทั้งสองข้างของชิ้นงานออก และตัดชิ้นงานตามแนวความยาว พบว่ารูพรุนภายในชิ้นงานมีลักษณะโค้งตามแนวคลื่นของการจุกระเบิดจากบนลงล่างดังแสดงในรูปที่ 4.10 รูพรุน

ดังกล่าวส่วนใหญ่เป็นรูพรุนที่ต่อเนื่องกัน และมีขนาดไม่เท่ากันในแต่ละทิศทาง รูปที่ 4.11 แสดงให้เห็น
 ชิ้นงานตัดขวางที่มีรูพรุนต่อเนื่องกัน ความพรุนสูงเป็นลักษณะเฉพาะของชิ้นงานที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วย
 วิธี SHS ซึ่งมีสาเหตุมาจาก (1) ความพรุนเบื้องต้นจากการอัดผสมในช่วงแรกก่อนการสังเคราะห์ SHS
 (2) การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นจากธาตุตั้งต้นไปเป็นสารประกอบใหม่ (3) การถ่ายเทความร้อนอย่าง
 รวดเร็วจากความแตกต่างของอุณหภูมิขณะเกิด SHS (4) ความแตกต่างของอัตราการแพร่ระหว่าง Ni กับ
 Ti และ (5) การเกิดก๊าซขณะเกิด SHS เช่น การกลายเป็นไอของสารปนเปื้อน



รูปที่ 4.10 ลักษณะของชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS ตัดตามแนวความยาว โดยอุ่นชิ้นงานก่อน
 การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (ก) 200 (ข) 250 และ (ค) 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.11 ภาพตัดขวางชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS โดยอุ่นชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ
 (ก) 200 (ข) 250 และ (ค) 300 องศาเซลเซียส

เมื่อพิจารณารูปที่ 4.10 พบว่าความโค้งงอของแนวคลื่นตามทิศทางการจุดระเบิดและความหนาของ
 ชิ้นงานในแต่ละแถบคลื่นเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิอุ่นชิ้นงาน ลักษณะดังกล่าวเป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของ
 อุณหภูมิจุดระเบิดเมื่อเพิ่มอุณหภูมิอุ่นชิ้นงาน (อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.3.3) ทำให้ความเร็วของคลื่นจากการ
 ระเบิดเพิ่มสูงขึ้น

4.2.3.2 ความพรุนของชิ้นงาน

ตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็น Green porosity (ϵ_g) Final porosity (ϵ_f) และ %Open porosity ของชิ้นงาน จากตารางนี้กล่าวได้ว่าความพรุนของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ SHS ส่วนใหญ่มาจากความพรุนเบื้องต้นของชิ้นงานอัด เนื่องจากความพรุนสุดท้ายที่ได้แตกต่างจากความพรุนก่อนเผาไม่มากนัก

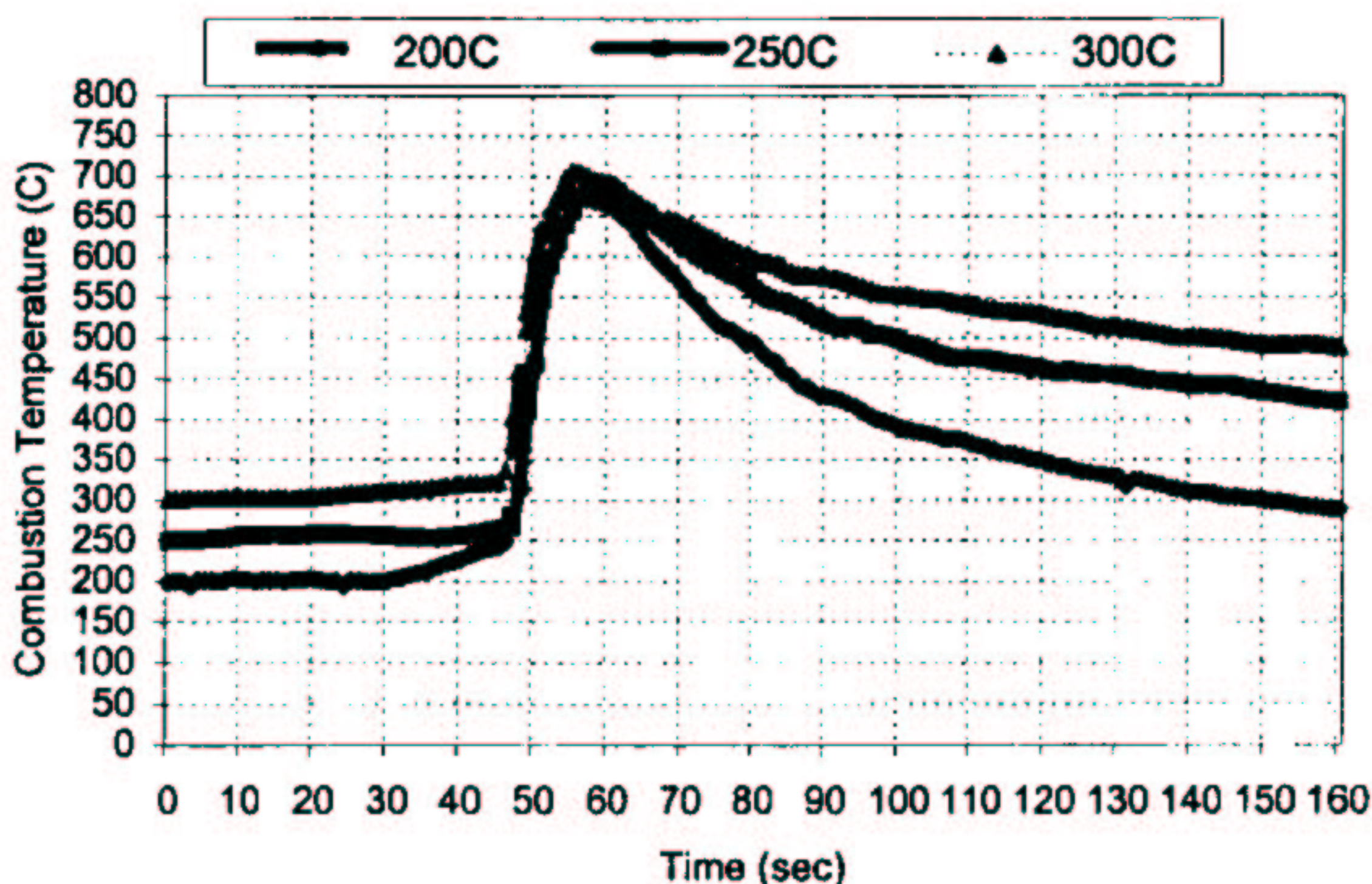
นอกจากนี้การเพิ่มอุณหภูมิอุ่นชิ้นงานทำให้ความพรุน และรูพรุนแบบเปิดลดลง เนื่องจากความเร็วของคลื่นระเบิดและอุณหภูมิจุดระเบิดสูงขึ้น ทำให้ชิ้นงานอัดตัวกันแน่นขึ้น

ตารางที่ 4.1 Green porosity และ Final porosity ของชิ้นงานที่อุณหภูมิอุ่นแตกต่างกัน

อุณหภูมิอุ่นชิ้นงาน (°C)	Green porosity (vol.%)	Final porosity (vol.%)	Open porosity (vol. %)
200	54.77	59	56.4
250	54.77	57.4	56.3
300	54.77	56.4	42.5

4.2.3.3 อุณหภูมิของการจุดระเบิด

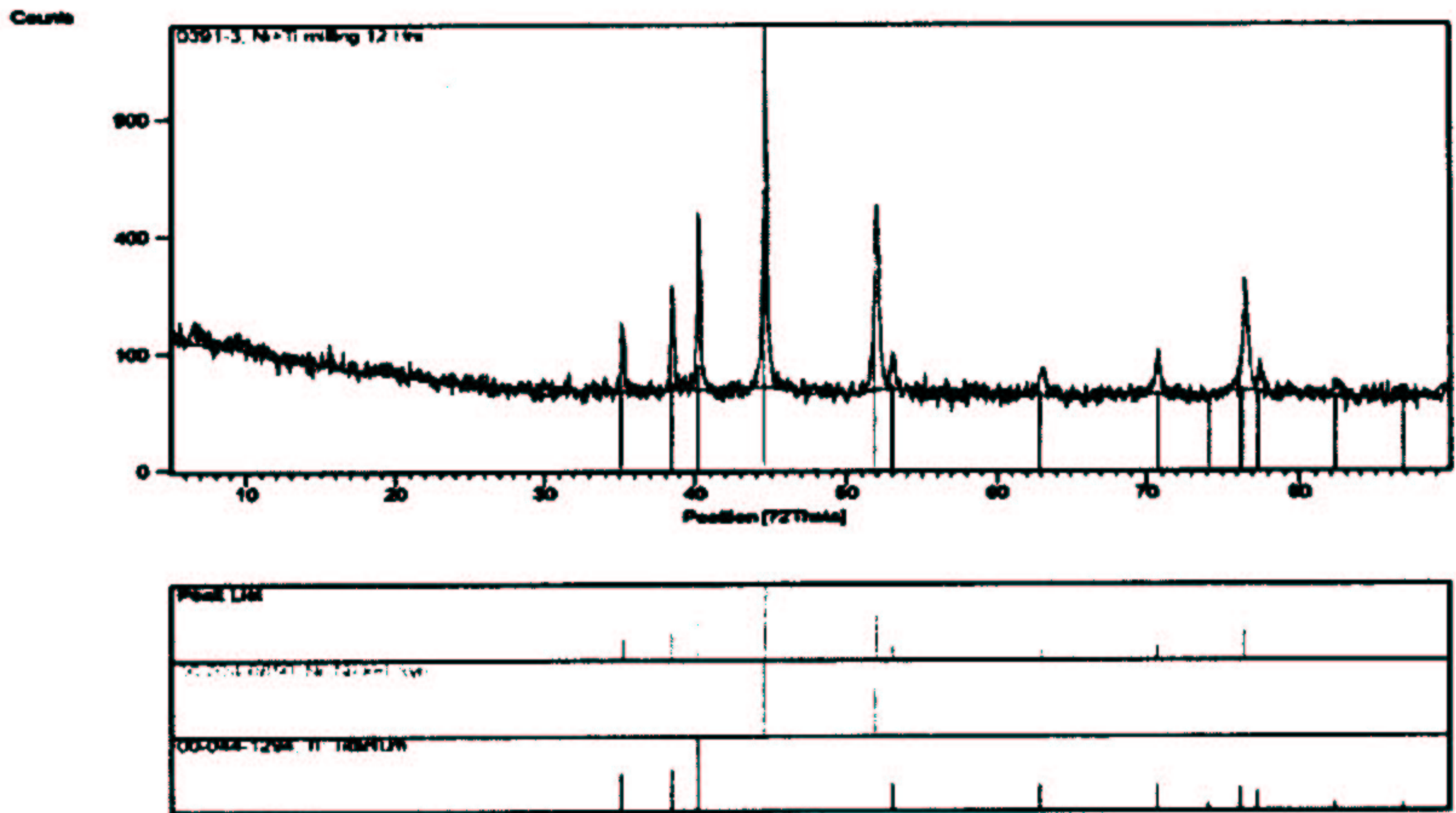
รูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นอิทธิพลของอุณหภูมิอุ่นชิ้นงานที่มีผลต่ออุณหภูมิจุดระเบิด จากรูปนี้พบว่าอุณหภูมิจุดระเบิดสูงขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิอุ่นชิ้นงาน โดยอุณหภูมิจุดระเบิดที่วัดได้เท่ากับ 675 683 และ 705 องศาเซลเซียสสำหรับอุณหภูมิอุ่นชิ้นงานเท่ากับ 200 250 และ 300 องศาเซลเซียส เพราะการเพิ่มอุณหภูมิอุ่นทำให้อุณหภูมิแอคเคิพแบติกของการเผาไหม้ของปฏิกิริยา SHS สูงขึ้น จึงส่งผลให้อุณหภูมิจุดระเบิดสูงตามดังกล่าวมาแล้วในหัวข้อ 1.1



รูปที่ 4.12 อิทธิพลของอุณหภูมิอุ่นชิ้นงานที่มีผลต่ออุณหภูมิจุดระเบิด

4.2.3.4 เฟสที่เกิดขึ้น

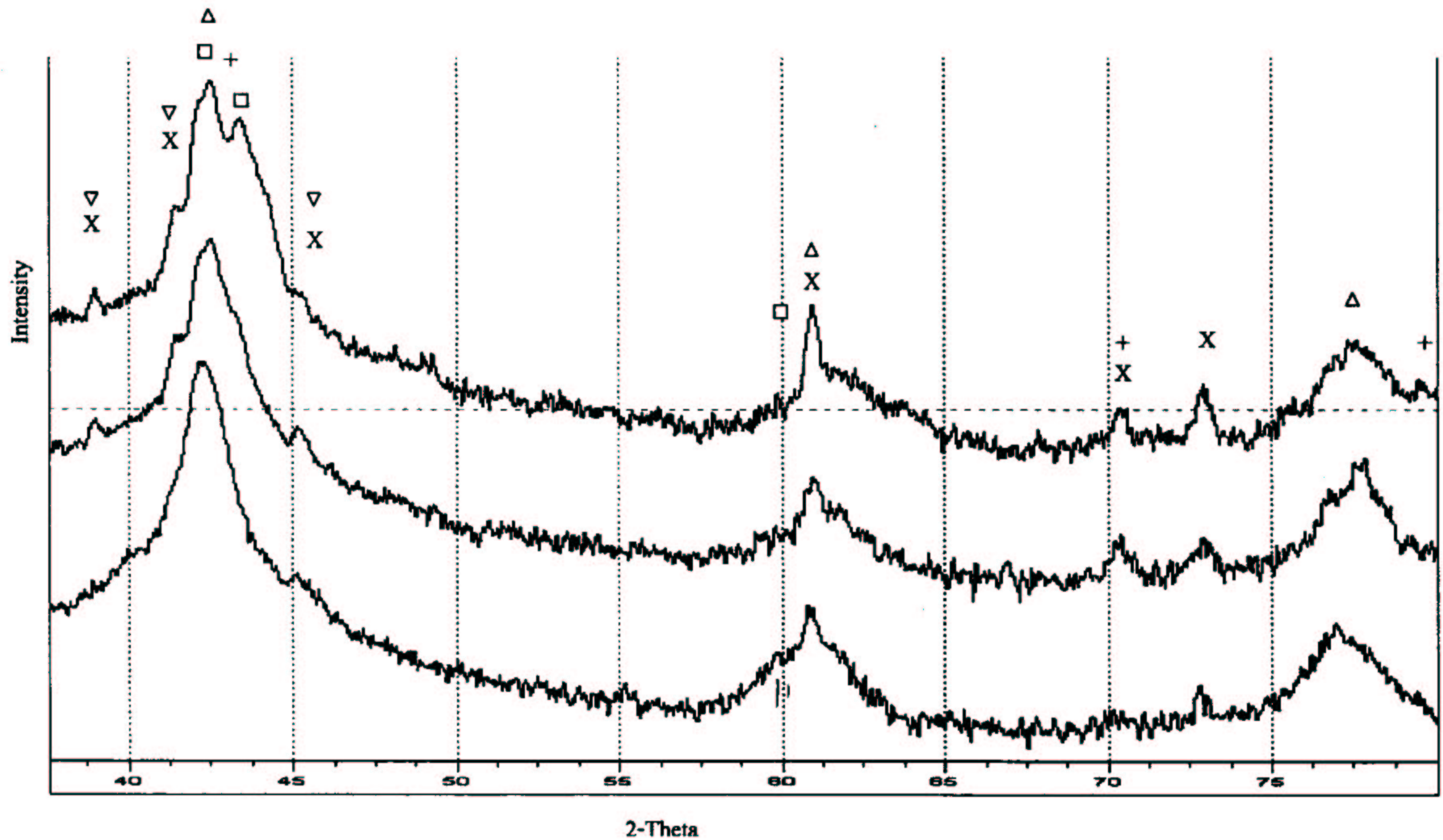
ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้น โดยใช้เทคนิค XRD ของผงที่ผ่านการผสมโดยใช้ Planetary ball mill ก่อนนำไปผ่านกระบวนการ SHS แสดงในรูปที่ 4.13 พบว่าประกอบไปด้วยเฟสของ Ni และ Ti บริสุทธิ์



รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD ของผงที่ผ่านการผสมโดยใช้ Planetary ball mill ก่อนผ่านกระบวนการ SHS

เฟสที่เกิดขึ้นหลังผ่านกระบวนการ SHS แสดงไว้ในรูปที่ 4.14 ประกอบไปด้วยเฟส NiTi, NiTi₂, Ni₃Ti และ Ni₄Ti₃ ซึ่งเป็นธรรมชาติของกระบวนการ SHS ที่มักเกิดเฟสอินเตอร์เมทัลลิกหลายๆ เฟสพร้อมกัน เนื่องจากการคลุกเคล้ากันระหว่างผงไทเทเนียมกับผงนิกเกิลไม่ได้เจอกันแบบหนึ่งต่อหนึ่งเสมอไป และขนาดของผงไม่เล็กพอ เฟสที่เกิดขึ้นจึงประกอบไปด้วยเฟสอื่นนอกเหนือจาก NiTi ซึ่งเป็นเฟสหลัก

จากรูปที่ 4.14 พบว่าอุณหภูมิที่ใช้อุ้งขึ้นงานในการทดลองนี้มีผลต่อเฟสที่เกิดขึ้นน้อยมาก เนื่องจากอุณหภูมิจุดระเบิดที่วัดได้ (รูปที่ 4.12) ต่ำกว่า 950 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เฟส NiTi₂ เริ่มละลาย ดังนั้นจึงยังคงพบเฟสทุกเฟสในทุกๆ ชิ้นงาน



รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD ของผงหลังผ่านกระบวนการ SHS [Δ = NiTi (B2), ∇ = NiTi (B19'), \square = Ni₃Ti, X = NiTi₂, + = Ni₄Ti₃]