

### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิจัยในครั้งนี้ได้แบ่งการวิจัยเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ คือ

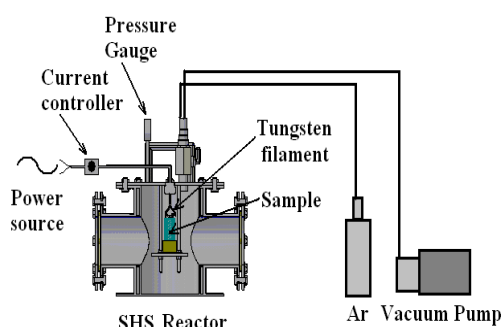
1. การสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  ระดับนาโน
  - ผลกระทบของความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS
  - ผลกระทบของเวลาบดผสมสารตั้งต้น (Milling Time)
  - ผลกระทบของความดันอัดชิ้นงานตัวอย่าง
  - ผลกระทบของการเติมสารตัวเติม NaCl
2. การหล่อผสม Al- $TiB_2$ 
  - ผลกระทบของขนาดอนุภาคผง  $TiB_2$
  - ผลกระทบของความดันอัดขึ้นรูปชิ้นงานผง  $TiB_2$

ซึ่งแต่ละขั้นตอนยังคงมีรายละเอียดต่างๆ ดังนี้

#### 3.1 การสังเคราะห์ผง $TiB_2$ ระดับนาโน

##### 3.1.1 ผลกระทบของความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS

เนื่องจากการสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  โดยใช้กระบวนการ SHS นั้น ต้องกระทำภายใต้บรรยากาศของแก๊สเฉื่อย นั่นคือ แก๊สอาร์กอน (Argon gas) ซึ่งเตาปฏิกรณ์ SHS ที่แสดงในรูปที่ 3.1 นั้นสามารถทำการบรรจุแก๊สได้สูงสุด 0.5 MPa จึงต้องทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS ผลปรากฏดังแสดงในรูปที่ 3.3



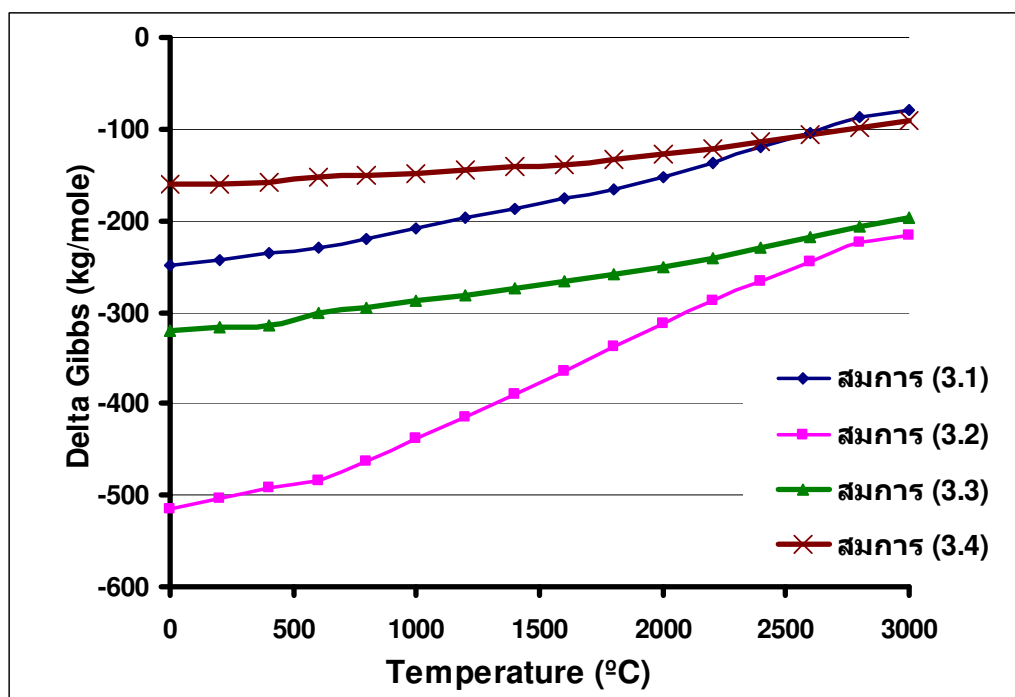
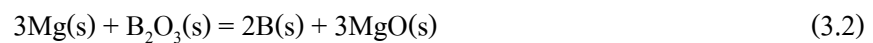
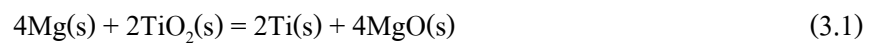
(a)



(b)

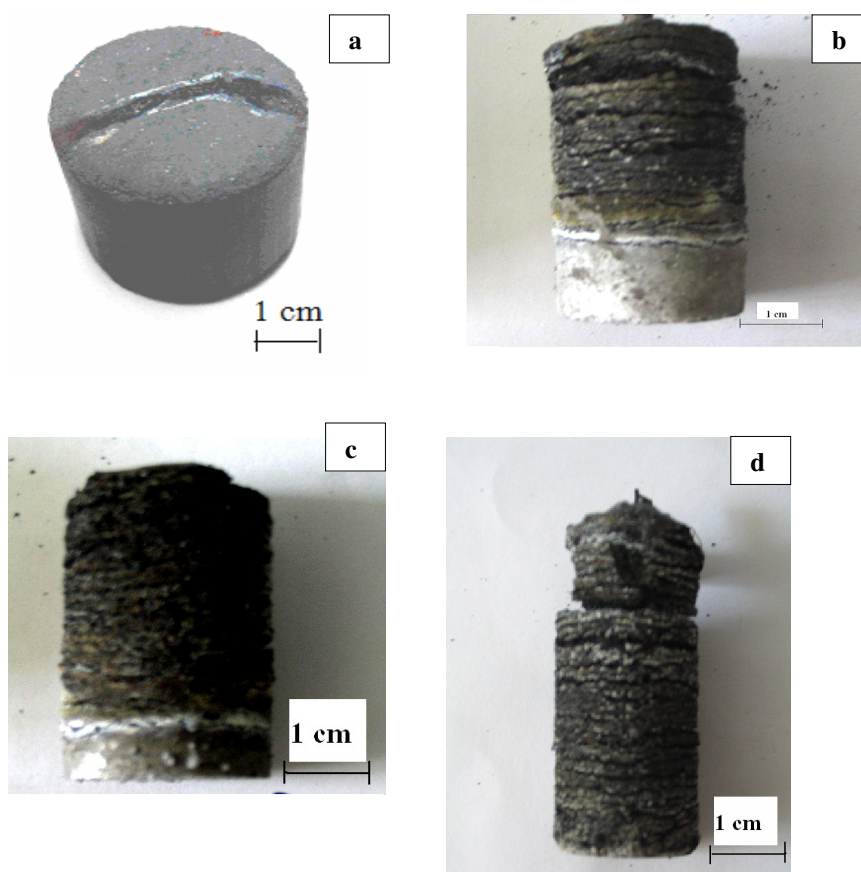
รูปที่ 3.1 แสดงภาพ (a) Drawing โครงสร้างเครื่องปฏิกรณ์ SHS (b) เครื่องปฏิกรณ์ SHS

ลักษณะชิ้นงานตัวอย่างที่เกิดการเผาไหม้แสดงดังรูปที่ 3.3 จะสังเกตเห็นว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ชิ้นงานตัวอย่างภายใต้ความดันบรรยากาศภายในเตาปฏิกรณ์ SHS ที่ความดัน 0.1 และ 0.2 MPa ชิ้นงานตัวอย่างยังคงสภาพเดิม ไม่เกิดการเผาไหม้ และที่ความดัน 0.3 และ 0.4 MPa ชิ้นงานตัวอย่างเกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ตลอดทั่วทั้งชิ้นงาน แต่ที่ความดัน 0.4 MPa ชิ้นงานตัวอย่างเกิดการเผาไหม้ได้มากกว่าที่ความดัน 0.3 MPa และเมื่อใช้ความดัน 0.5 MPa พบว่าชิ้นงานตัวอย่างเกิดการเผาไหม้ได้อย่างสมบูรณ์ตลอดทั่วทั้งชิ้นงาน ทั้งนี้เนื่องมาจาก เมื่อทำการจุดระเบิดให้กับชิ้นงานตัวอย่าง สารตั้งต้น 3 สารที่ใช้ คือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Mg}$  ทำปฏิกิริยาซึ่งกันและกัน โดยสามารถเกิดปฏิกิริยาลูกโซ่ได้ 4 ปฏิกิริยา คือ



รูปที่ 3.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาทั้ง 4 กับอุณหภูมิ

ทำการคำนวณพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาย่อยทั้ง 4 ปฏิกิริยา เพื่อคาดคะเนความเป็นไปได้ของปฏิกิริยาหลักที่จะนำไปสู่ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อเกิดการจุดระเบิดขึ้น ปฏิกิริยาแรกที่เกิดขึ้น คือ ปฏิกิริยาที่ 3.2 เพราะมีพลังงานกิบส์ต่ำที่สุด นั่นคือ Mg และ  $B_2O_3$  เกิดการทำปฏิกิริยาก่อนพร้อมทั้งคายพลังงานส่วนหนึ่งออกมา (1,113.32 kJ/mole) พลังงานส่วนนี้เองที่จะทำให้ปฏิกิริยาอื่นเกิดต่อไป ซึ่งความดันบรรยากาศภายในเตาปฏิกรณ์ SHS จะช่วยในการกดดันให้สารตั้งต้นที่เกิดปฏิกิริยาหลอมละลายไหลลงมาพร้อมกับนำความร้อนที่คายออกมาจากปฏิกิริยาแรกนั้นให้มาเผาไหม้บริเวณด้านล่างของชิ้นงานทั้งชิ้น ซึ่งเมื่อความดันภายในเตาปฏิกรณ์เพิ่มมากขึ้นก็จะยังเป็นการเพิ่มแรงกดดันให้เฟสของเหลวนำความร้อนที่คายออกมานั้นให้เผาไหม้ชิ้นงานได้อย่างทั่วถึงทั้งชิ้น ดังนั้นความดันภายในเตาปฏิกรณ์ที่ 0.5 MPa จึงเป็นความดันที่เหมาะสมที่จะทำให้ชิ้นงานเกิดการเผาไหม้ได้อย่างสมบูรณ์ทั่วทั้งชิ้น



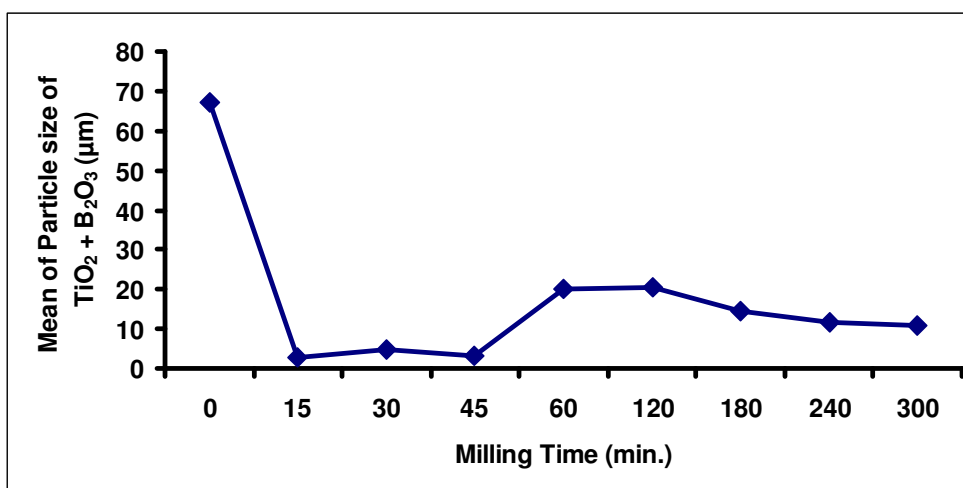
รูปที่ 3.3 แสดงภาพถ่ายชิ้นงานตัวอย่างที่สังเคราะห์แล้วที่ความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS

(a) 0, 0.1 และ 0.2 MPa (b) 0.3 MPa (c) 0.4 MPa (d) 0.5 MPa

### 3.1.2 ผลกระทบของเวลาการบดผสมสารตั้งต้น

เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้ คือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Mg}$  ซึ่งการบดผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  เพียง 2 สารก็อาจจะก่อให้เกิดเป็นผลผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ได้ ดังนั้นขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  จึงเป็นปัจจัยหนึ่งที่จะส่งผลต่อขนาดอนุภาคของผลผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ที่ทำการสังเคราะห์ได้ การศึกษาในส่วนนี้จึงแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ที่เวลาบด 0 15 30 45 60 120 180 240 และ 300 นาที ก่อนการสังเคราะห์ และขนาดอนุภาคของผลผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ที่เวลาบด 0 15 30 45 60 120 180 240 และ 300 นาที หลังการสังเคราะห์ ผลปรากฏดังแสดงในรูปที่ 3.4

#### 3.1.2.1 ขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง $\text{TiO}_2$ กับ $\text{B}_2\text{O}_3$ ก่อนการสังเคราะห์



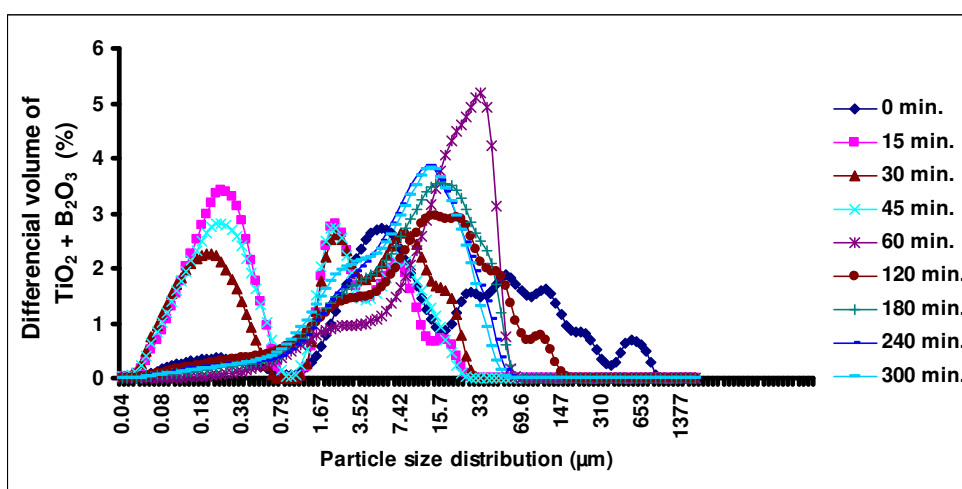
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  กับเวลาบดผสมต่างๆ ก่อนการสังเคราะห์

เมื่อทำการบดผสมสารตั้งต้นระหว่าง  $\text{TiO}_2$  และ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ที่เวลาบด 0 15 30 45 60 120 180 240 และ 300 นาที ก่อนที่จะทำการบดผสมกับ  $\text{Mg}$  ก็ได้ทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและลักษณะการกระจายตัวของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  และ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ก่อน โดยอาศัยการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (LPSA) พบว่า ขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  มีขนาดเล็กลง (3.22-67.24  $\mu\text{m}$ ) เมื่อเวลาในการบดผสมเพิ่มขึ้นระหว่าง 0-45 นาที และที่เวลาบดผสม 15 นาที จะทำให้ได้ขนาดอนุภาคของผสมเล็กที่สุด คือ 2.89  $\mu\text{m}$  แต่เมื่อเวลาบดผสม 60-300 นาที ปรากฏว่าขนาดอนุภาคของผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  กลับมีขนาดใหญ่ขึ้นและค่อนข้างคงที่ไม่ได้ลดขนาดลงมากนัก (10.83-20.62  $\mu\text{m}$ ) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 และตารางที่ 3.1 อาจเนื่องมาจากผสม

เกิดการรวมตัวกัน (agglomerate) และเกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างเม็ดอนุภาคผงแน่นยิ่งขึ้น (welding) จนไม่สามารถที่จะบดให้ผงแตกออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ ขนาดอนุภาคของผงผสมจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นและค่อนข้างที่จะคงที่นั่นเอง อีกทั้งลักษณะการกระจายตัวของผงผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ส่วนใหญ่มีการกระจายตัวอยู่ในช่วง  $1.05\text{-}101\ \mu\text{m}$  ดังแสดงในรูปที่ 3.5

ตารางที่ 3.1 แสดงขนาดอนุภาคของผงผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ก่อนการสังเคราะห์

Milling Time (min.)	Size( $\mu\text{m}$ )	Volume (%)	Mean( $\mu\text{m}$ )	S.D.( $\mu\text{m}$ )
0	0.04-1041	100	67.24	133.10
15	0.040-33.01	100	2.89	4.24
30	0.040-39.78	100	4.81	5.82
45	0.040-33.01	100	3.22	4.34
60	0.040-76.43	100	19.93	13.94
120	0.040-213.2	100	20.62	25.10
180	0.040-76.43	100	14.45	12.80
240	0.040-76.43	100	11.85	10.42
300	0.040-69.62	100	10.83	9.49

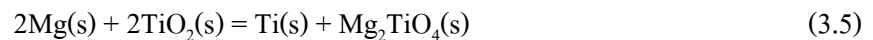


รูปที่ 3.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการกระจายตัวของอนุภาค ผงผสมระหว่าง  $\text{TiO}_2$  กับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  กับเวลาบดผสมต่างๆ ก่อนการสังเคราะห์

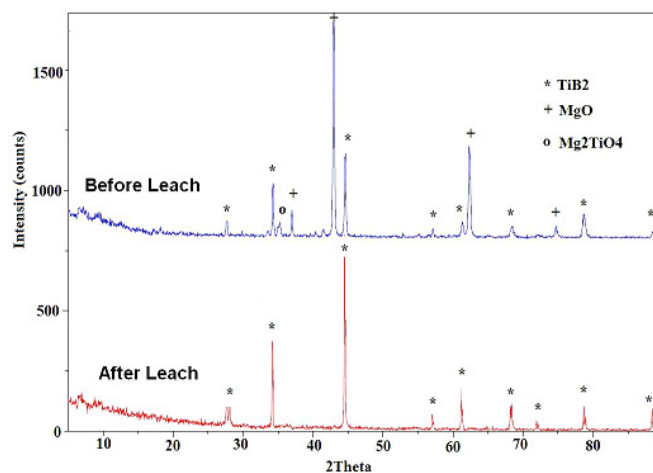
### 3.1.2.2 ขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> หลังการสังเคราะห์

เมื่อทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงผสมระหว่าง TiO<sub>2</sub> และ B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เรียบร้อยแล้ว จึงทำการบดผสมรวมผง Mg เป็นเวลา 15 นาที ทำการอัดขึ้นรูปและนำไปสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS ทำการชะละลายก็จะได้ผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ตามต้องการ โดยทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แล้วจึงนำผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่สังเคราะห์ได้นี้ไปทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและลักษณะการกระจายตัวโดยการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (LPSA) ต่อไป

ผลการวิเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ด้วยเครื่อง XRD ของผงตัวอย่างที่เวลาบด 15 นาที หลังการสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS ก่อนและหลังการชะละลาย ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และที่ทุกๆ เวลาในการบดผสม (0 15 30 45 60 120 180 240 และ 300 นาที) ก็เกิดสารประกอบเช่นเดียวกัน ซึ่งจะเห็นได้ว่าผงตัวอย่างก่อนการชะละลายนั้นจะเกิดเฟสขึ้น 3 เฟส นั่นคือ TiB<sub>2</sub> MgO และ Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> ซึ่งเฟส TiB<sub>2</sub> และ MgO เป็นเฟสสมบูรณ์ที่เกิดขึ้นจากการใช้สารตั้งต้นทั้ง 3 สาร (TiO<sub>2</sub> B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ Mg) แต่เฟส Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> เป็นเฟสที่เกิดจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ (Intermediate phase) ของสารตั้งต้น อันเนื่องมาจากปฏิกิริยาที่ 3.1 นั่นคือ

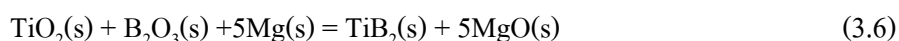


การเกิดเฟสที่ไม่สมบูรณ์ขึ้นนี้เป็นผลให้เปอร์เซ็นต์ของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่ทำการสังเคราะห์ได้ลดลง ทั้งนี้เนื่องจาก เมื่อ Mg ทำปฏิกิริยากับ TiO<sub>2</sub> ให้ Ti ปริมาณน้อยลง เพราะมี Ti บางส่วนที่ถูก MgO ดึงไปก่อให้เกิดเป็นเฟส Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> ทำให้ Ti ที่จะทำปฏิกิริยากับ B ลดน้อยลงจึงเป็นเหตุให้เปอร์เซ็นต์ของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่สังเคราะห์ได้ลดลงนั่นเอง



รูปที่ 3.6 แสดงตัวอย่าง XRD ของผงตัวอย่างหลังการสังเคราะห์ (ตัวอย่างบด 15 นาที)

พิจารณาขนาดอนุภาคและลักษณะการกระจายตัวของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 รูปที่ 3.7 และรูปที่ 3.8 พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาการบดขึ้น (15-300 นาที) ขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์ มีขนาดค่อนข้างคงที่ไม่ได้มีขนาดเล็กลงจนเห็นความแตกต่างมากนัก และที่ทุกๆ เวลาบดผสม ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์จะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าผสมระหว่าง  $TiO_2$  กับ  $B_2O_3$  ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก เมื่อทำการบดผสมผง Mg เข้ากับผสมระหว่าง  $TiO_2$  กับ  $B_2O_3$  แล้วนำไปสังเคราะห์นั้น เมื่อคำนวณอุณหภูมิอะเดียเบติกของปฏิกิริยาหลักพบว่า

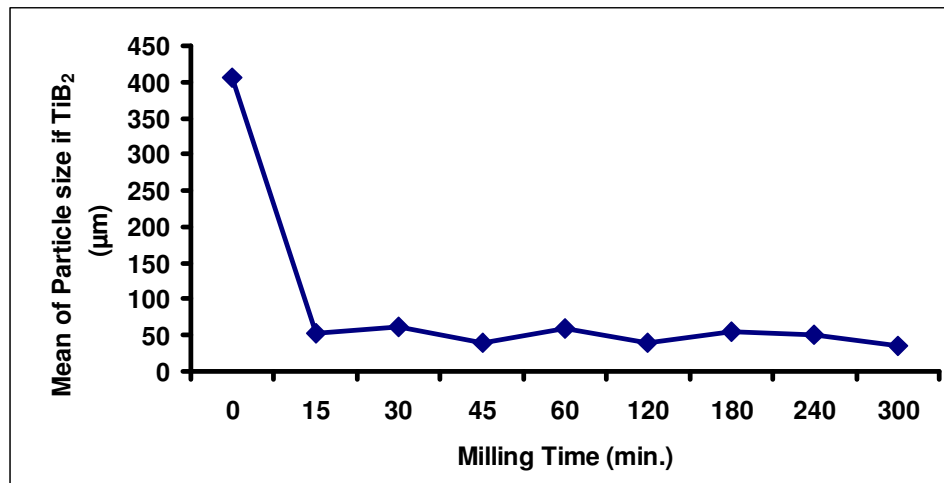


$$T_{ad} = 2831.8 \text{ } ^\circ\text{C}$$

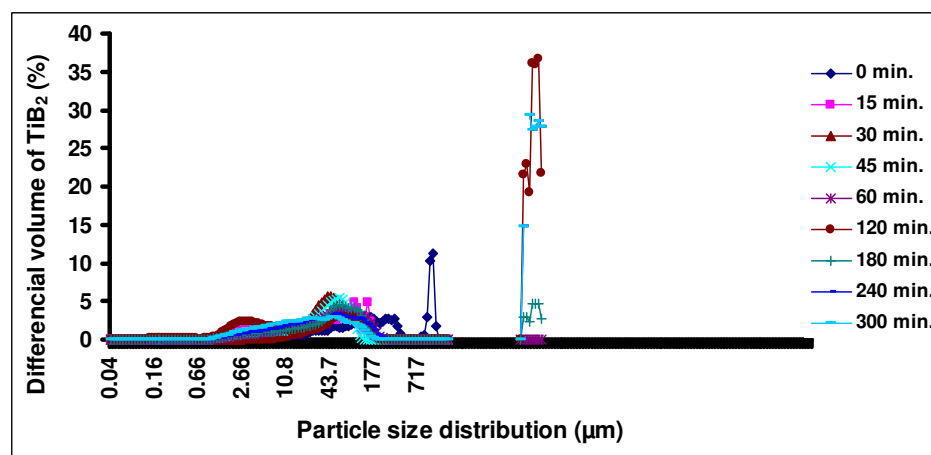
ความร้อนจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระหว่างการสังเคราะห์นั้นสูงถึง  $2831.8^\circ\text{C}$  ซึ่งส่งผลให้เกิดการเติบโตของเกรนของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ทำให้ผงผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นอยู่ในช่วงระหว่าง  $35.82-61.20 \text{ } \mu\text{m}$  อีกทั้งลักษณะการกระจายตัวของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ก็อยู่ในช่วง  $1.15-310 \text{ } \mu\text{m}$  และค่อนข้างที่จะกระจายตัวในช่วงขนาดเดียวกันในทุกๆ เวลาบดผสม

ตารางที่ 3.2 แสดงขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์

Milling Time (min.)	Size( $\mu\text{m}$ )	Volume (%)	Mean( $\mu\text{m}$ )	S.D.( $\mu\text{m}$ )
0	0.77-1377	100	406.00	454.70
15	0.952-194.2	100	52.66	48.04
30	0.412-282.1	100	61.20	43.91
45	0.04-146.8	100	40.43	28.43
60	0.598-339.9	100	59.14	51.68
120	0.04-282.1	100	39.03	43.86
180	0.545-256.9	100	54.64	42.40
240	0.545-339.9	100	50.51	48.02
300	0.598-234.1	100	35.82	36.43



รูปที่ 3.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> หลังการสังเคราะห์



รูปที่ 3.8 กราฟแสดงลักษณะการกระจายตัวของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> หลังการสังเคราะห์

พิจารณาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่ได้หลังจากการสังเคราะห์ในแต่ละเวลาบดผสม ดังแสดงในตารางที่ 3.3 และรูปที่ 3.9 พบว่า ที่เวลาบด 0-45 นาที จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่สังเคราะห์ได้เพิ่มสูงขึ้นระหว่าง 10.07-40.55% และที่เวลาบด 60 นาที จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผง TiB<sub>2</sub> ลดลงและคงที่ตลอดเวลาบด 120-300 นาที ทั้งนี้เนื่องจาก เมื่อเวลาบดผสมเพิ่มสูงขึ้นระหว่าง 0-45 นาที ทำให้พื้นที่ผิวที่จะก่อให้เกิดปฏิกิริยาสูงขึ้นสามารถดูดซับและระบายความร้อนที่คายออกมาจากปฏิกิริยาได้มากยิ่งขึ้น ระบบเย็นตัวลงได้เร็วขึ้น ทำให้ขนาดของผง TiB<sub>2</sub> ที่ได้มีขนาดเล็กลงและมีเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผง TiB<sub>2</sub> เพิ่มสูงขึ้นและเมื่อทำการบดผสมนานขึ้นอนุภาคผงผลิตภัณฑ์ก็จะเกิดการรวมตัวกันทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยลง ส่งผลให้พื้นที่ที่จะก่อให้เกิดปฏิกิริยาลดลง ความสามารถในการดูดซับความร้อนที่

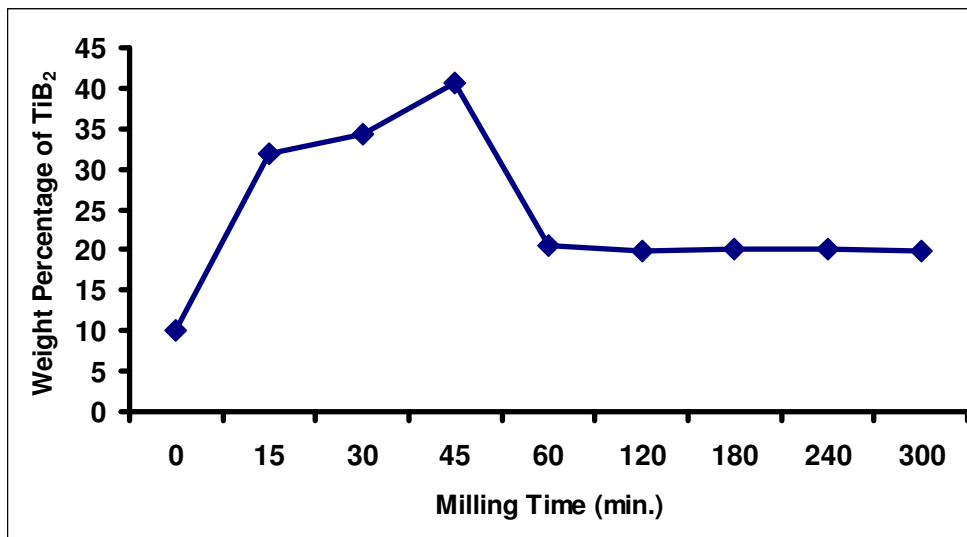


คายออกมาจากปฏิกิริยาก่ลดลง ระบบเย็นตัวช้าลง ทำให้ขนาดของผง  $TiB_2$  และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจึงลดลงและคงที่

จะสังเกตเห็นว่า เวลาในการบดผสมผงที่ 300 นาที ส่งผลให้ได้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่มีขนาดเล็กที่สุด คือ  $35.82 \mu m$  แต่ให้เปอร์เซ็นต์ผงผลิตภัณฑ์เพียง 19.18% ส่วนที่เวลาบดผสมผงที่ 15 นาที ส่งผลให้ได้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด  $52.66 \mu m$  ให้เปอร์เซ็นต์ผงผลิตภัณฑ์ 31.85% และที่เวลาบดผสมผงที่ 45 นาที ซึ่งเป็นเวลาบดผสมที่ให้เปอร์เซ็นต์ผงผลิตภัณฑ์สูงสุด คือ 40.55% และขนาดของผงผลิตภัณฑ์  $40.43 \mu m$  ดังนั้นเวลาบดผสมผงที่เหมาะสมที่สุด คือ 45 นาที เพราะสามารถทำให้ได้ขนาดและเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่ดีที่สุด

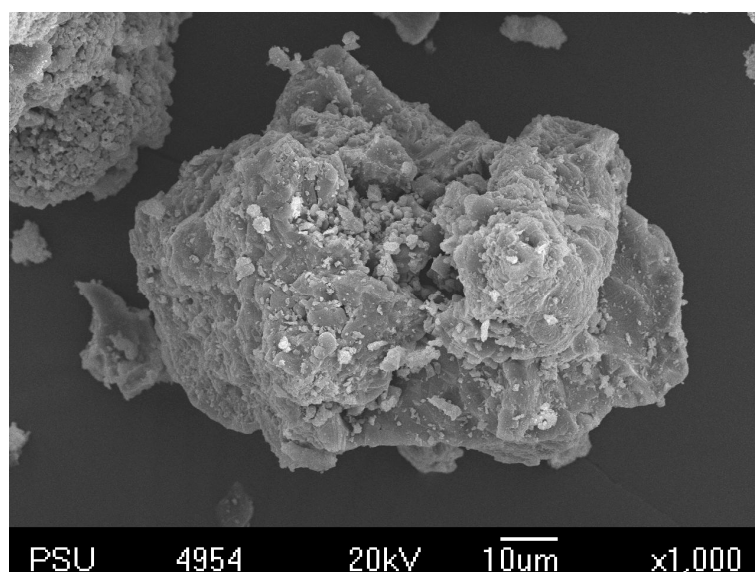
ตารางที่ 3.3 แสดงเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์

Milling Time (min.)	น้ำหนักก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	น้ำหนักหลังการ ชะละลาย (กรัม)	น้ำหนักผง $TiB_2$ (%)
0	14.75	1.49	10.07
15	9.01	2.87	31.85
30	12.01	4.13	34.36
45	12.01	4.87	40.55
60	29.25	6.01	20.56
120	27.38	5.45	19.88
180	27.85	5.62	20.19
240	28.58	5.76	20.14
300	27.68	5.49	19.85

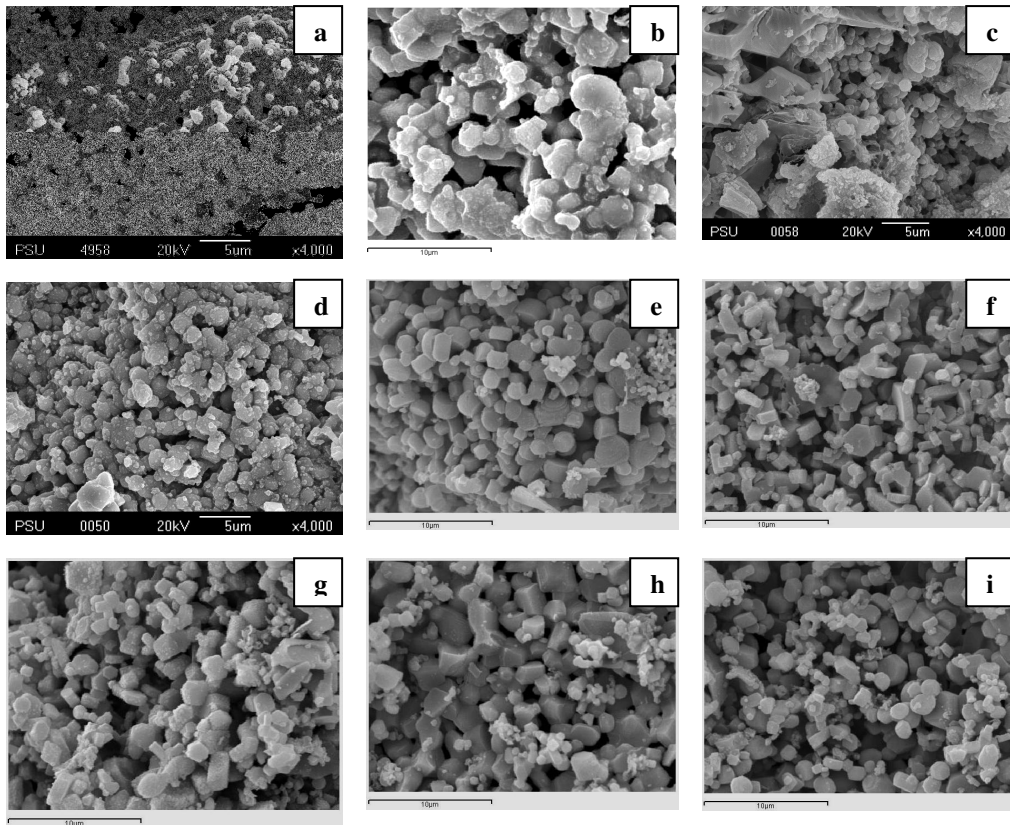


รูปที่ 3.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผง TiB<sub>2</sub> หลังการสังเคราะห์กับเวลาบดผสม

จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เวลาบดผสมต่างๆ ทั้งก่อนและหลังการชะละลาย ดังแสดงในรูปที่ 3.10 และรูปที่ 3.11 พบว่า ผงตัวอย่างก่อนการชะละลายนั้นเกิดการหลอมรวมตัวเข้าเนื้อกันเป็นอย่างดี และผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่ได้หลังการชะละลาย นั้นก็จะมีลักษณะเชื่อมติดกันเป็นโครงตาข่าย อีกทั้งยังมีลักษณะรูปร่างหกเหลี่ยม ซึ่งเป็นลักษณะรูปร่างเฉพาะของผง TiB<sub>2</sub> แต่จะสังเกตเห็นว่าขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> นั้น ค่อนข้างที่จะมีขนาดใกล้เคียงกันในทุกๆ เวลาบด



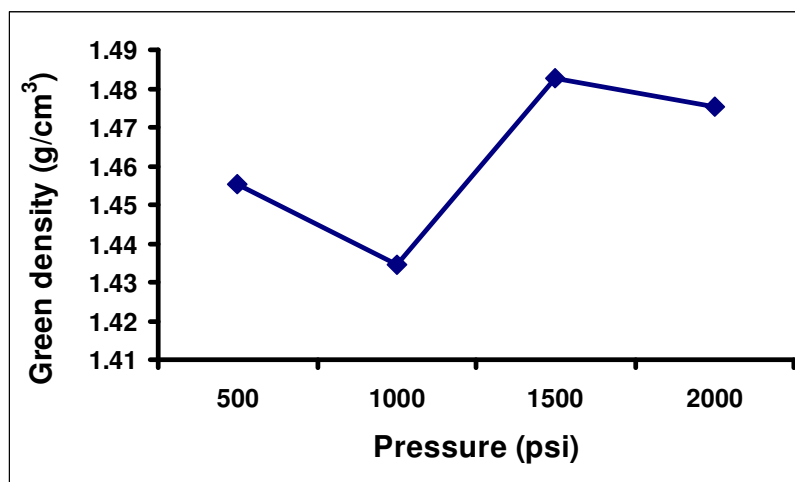
รูปที่ 3.10 แสดงตัวอย่างผงผลิตภัณฑ์ก่อนการชะละลาย (ตัวอย่างบด 15 นาที)



รูปที่ 3.11 แสดงผลผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการชะละลาย (a) 0 นาที (b) 15 นาที (c) 30 นาที (d) 45 นาที (e) 60 นาที (f) 120 นาที (g) 180 นาที (h) 240 นาที และ (i) 300 นาที

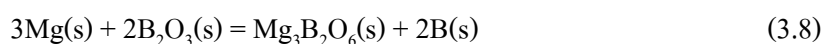
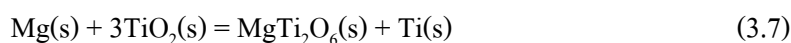
### 3.1.3 ผลกระทบของความดันอัดขึ้นงาน

เนื่องจากความดันอัดขึ้นงานก่อนการสังเคราะห์ของสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมแล้วปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลกระทบต่อขนาดของผลผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  จึงได้ทำการศึกษาความดันที่ใช้ในขณะที่ทำการอัดขึ้นรูปขึ้นงาน ที่ 500 1000 1500 และ 2000 psi ก่อนนำไปทำการสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS เพื่อหาความดันอัดขึ้นงานที่เหมาะสมที่สุดที่จะทำให้ได้ผลผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาดเล็กที่สุด ความหนาแน่นอัดขึ้นงานตัวอย่างที่ใช้ความดันอัดขนาด 500 1000 1500 และ 2000 psi แสดงดังรูปที่ 3.12 ซึ่งจะเห็นว่าขึ้นงานที่ใช้ความดันอัดขนาด 1500 psi มีความหนาแน่นสูงที่สุด ซึ่งตามหลักการแล้วนั้นเมื่อความดันอัดขึ้นงานสูงขึ้น ความหนาแน่นอัดขึ้นงานก็ควรจะเพิ่มสูงขึ้นด้วย แต่จากรูปที่ 3.12 จะเห็นว่าความหนาแน่นอัดขึ้นงานนั้นไม่ได้มีผลไปตามหลักการที่ควรจะเป็นอาจเนื่องมาจากการควบคุมอัตราการจ่ายความดันให้กับขึ้นงานโดยใช้เครื่อง Thermo press นั้นเป็นไปในลักษณะการควบคุมด้วยมือ ไม่ใช่การควบคุมแบบอัตโนมัติ จึงทำให้อัตราการจ่ายความดันให้กับขึ้นงานแต่ละระดับความดันที่ใช้กันไม่สม่ำเสมอเท่าๆ กันทุกขึ้น



รูปที่ 3.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันอัดชิ้นงานกับความหนาแน่นอัดของชิ้นงาน

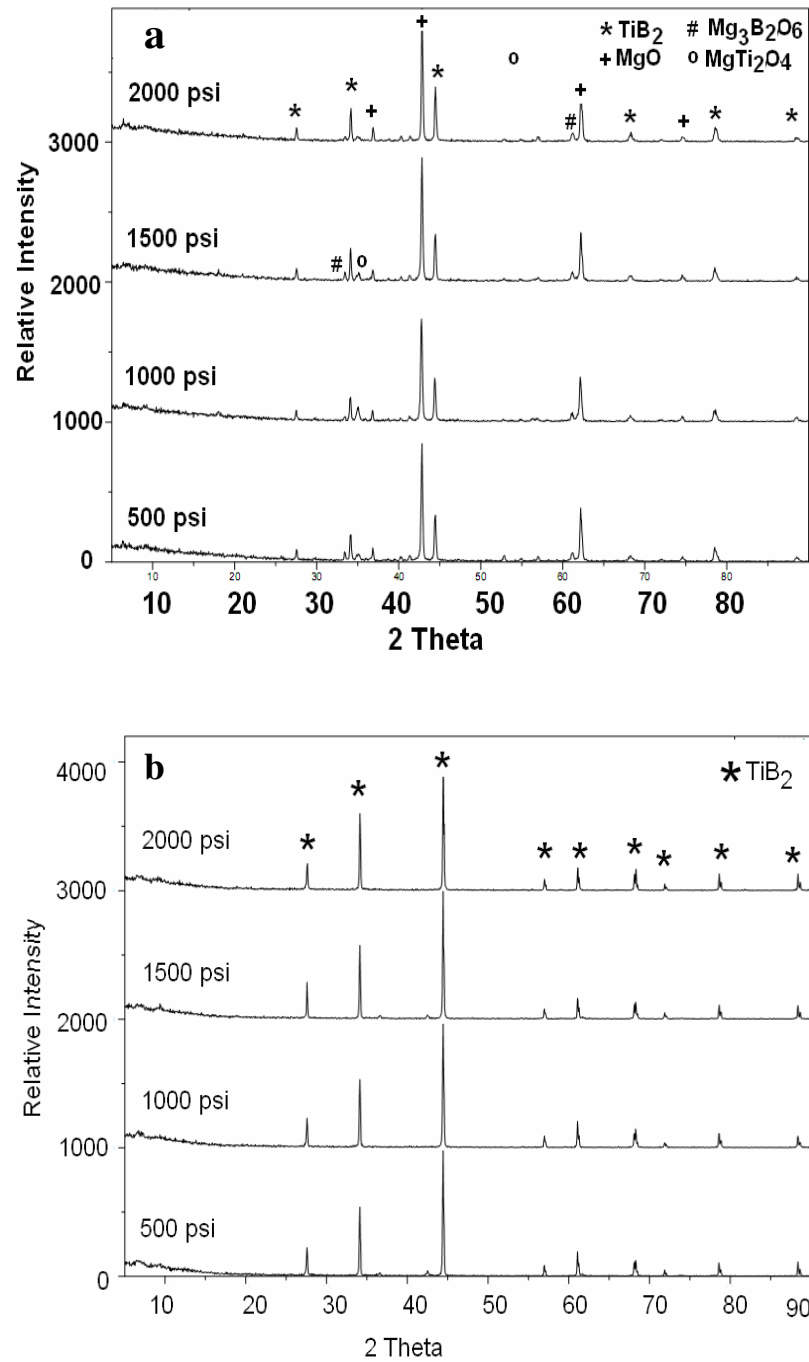
ผลการวิเคราะห์ผงตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD แสดงในรูปที่ 3.13 พบว่าสารประกอบที่เกิดขึ้นหลังการสังเคราะห์ ก่อนการชะละลายมีด้วยกัน 4 เฟส คือ  $TiB_2$ ,  $MgO$ ,  $Mg_3B_2O_6$  และ  $MgTi_2O_4$  ซึ่ง 2 เฟสหลังนั้นจัดเป็นเฟสที่เกิดจากการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ของสารตั้งต้นทั้ง 3 สาร คือ  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และ  $Mg$  จากปฏิกิริยาลด 2 ปฏิกิริยา คือ



ซึ่งเฟสที่ไม่สมบูรณ์ที่เกิดขึ้นมีการดึงเอา B และ Ti ออกมาจากปฏิกิริยาหลัก ทำให้การเกิดเฟส  $TiB_2$  ลดน้อยลง และพบว่าเมื่อทำการชะละลายแล้วก็จะเหลือเพียงเฟสเดียวเท่านั้นคือ  $TiB_2$  หลังจากนั้นจึงทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่สังเคราะห์ได้ โดยอาศัยการคำนวณด้วยสมการที่ 3.9 โดยทฤษฎีของสมการนี้จำเป็นต้องทำการสันนิษฐานว่าลักษณะผงตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์นั้น จะต้องมิลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลม และตัวแปรที่สำคัญในสมการนี้คือ A นั่นคือพื้นที่ผิวเฉพาะของผง ( $m^2/g$ ) ซึ่งได้มาจากการนำผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (BET) แล้วนำมาทำการคำนวณหาขนาดอนุภาคผงต่อไป

$$D = \frac{6}{A_p} \quad (3.9)$$

เมื่อ D คือ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงตัวอย่าง  
 A คือ พื้นที่ผิวเฉพาะของผง ( $\text{m}^2/\text{g}$ )  
 $\rho$  คือ ความหนาแน่นของผงตัวอย่าง ( $\text{TiB}_2 = 4.52 \text{ g/cm}^3$ )  
 (Tong and Reddy, 2005; Ringuede et al., 2001).

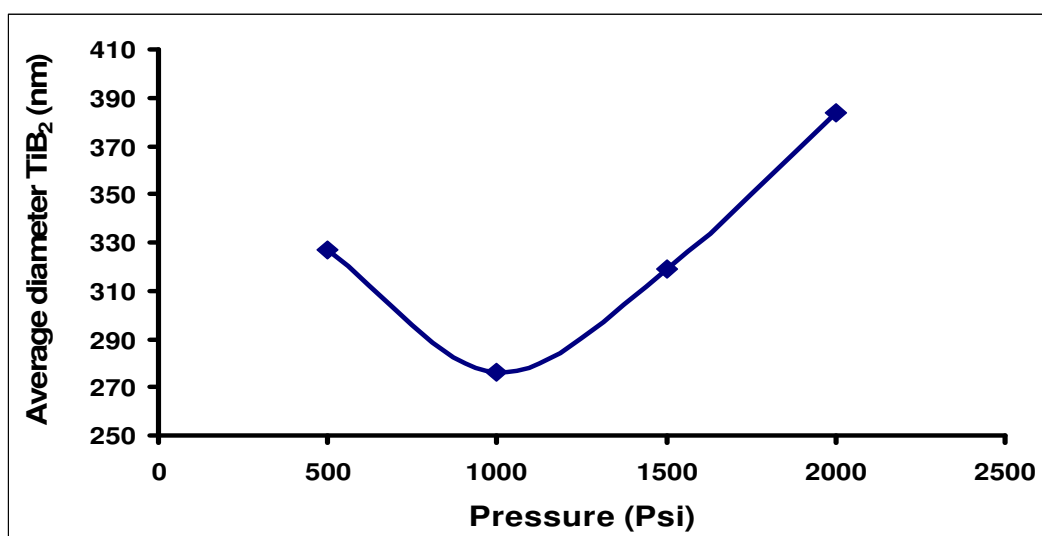


รูปที่ 3.13 แสดง XRD Pattern ของผงตัวอย่าง (a) ก่อนการชะละลาย และ (b) หลังการชะละลาย

ผลการคำนวณขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  แสดงในตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.14 พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในขณะที่ทำการอัดขึ้นรูปให้กับสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมแล้ว ซึ่งเท่ากับเป็นการเพิ่มความหนาแน่นให้แก่ชิ้นงานระหว่าง 500-2000 psi ส่งผลให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ลดลง เมื่อใช้ความดัน 500 และ 1000 psi แต่กลับมีขนาดเพิ่มขึ้นหรือใหญ่ขึ้นเมื่อใช้ความดัน 1500 และ 2000 psi โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 275.97-383.76 nm

ตารางที่ 3.4 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการสังเคราะห์

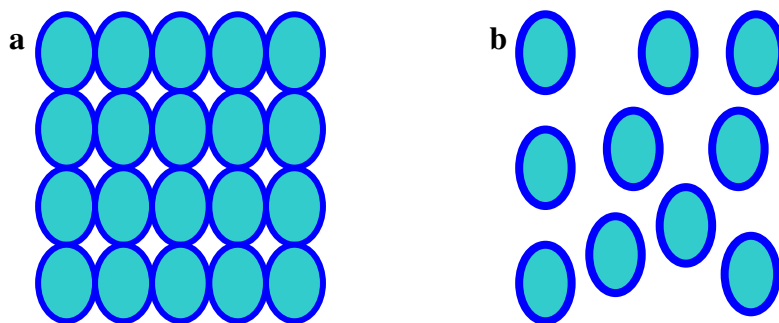
Pressure (psi)	A: Surface area ( $m^2/g$ )	r : Average radius (m)	D : Average diameter (nm)
500	4.06	1.63E-07	326.95
1000	4.81	1.38E-07	275.97
1500	4.16	1.60E-07	319.09
2000	3.459	1.92E-07	383.76



รูปที่ 3.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันอัดขึ้นรูปกับขนาดอนุภาคผงเฉลี่ย  $TiB_2$

แต่โดยหลักการแล้วเมื่อความดันในการอัดขึ้นรูปเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นอัดขึ้นรูปก็ควรจะเพิ่มสูงขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้อนุภาคผงตัวอย่างอยู่ชิดติดกันมากขึ้น ดังจะแสดงลักษณะการเรียงตัวของผงตัวอย่างเมื่อใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปต่างกัน ในรูปที่ 3.15 เมื่อ

เกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ขึ้น ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงกว่า (ชิ้นงานที่ใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปสูงกว่า) ก็จะสมารถนำความร้อนได้เร็วกว่าชิ้นงานที่มีความหนาแน่นต่ำ (ชิ้นงานที่ใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปต่ำ) ระบบสามารถเย็นตัวได้เร็ว อัตราการเกิดการเติบโตของเกรนของผง  $TiB_2$  ลดลง ขนาดอนุภาคผง  $TiB_2$  ก็ควรที่จะมีขนาดเล็กลง

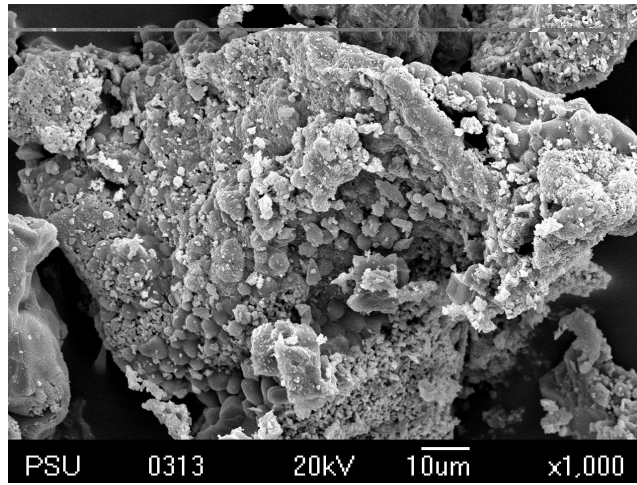


รูปที่ 3.15 แสดงลักษณะการจัดเรียงตัวของผงตัวอย่างเมื่อใช้ความดันในการอัดขึ้นงานต่างกัน  
(a) ความดันอัดขึ้นงานสูง (b) ความดันอัดขึ้นงานต่ำ

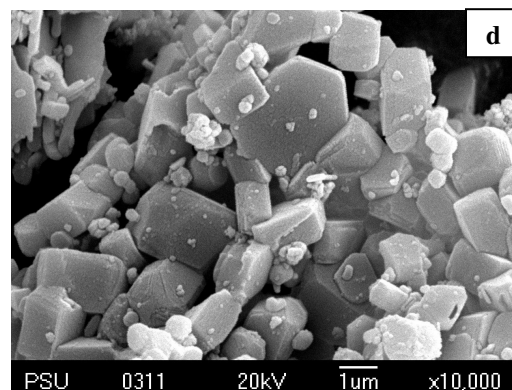
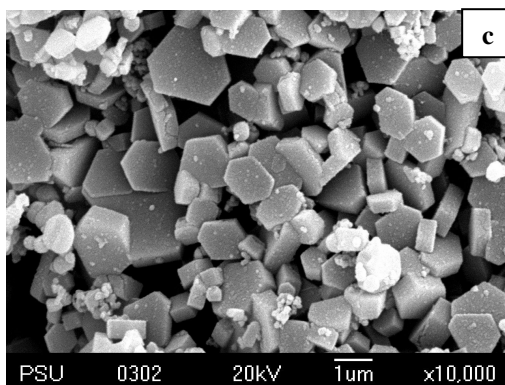
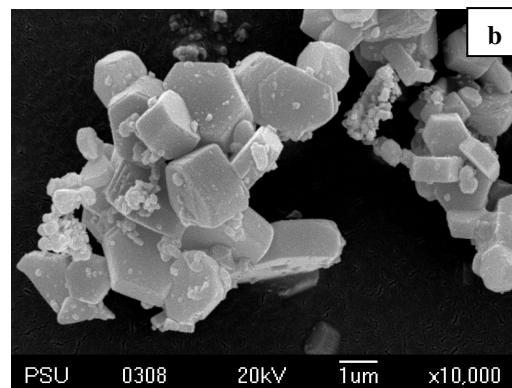
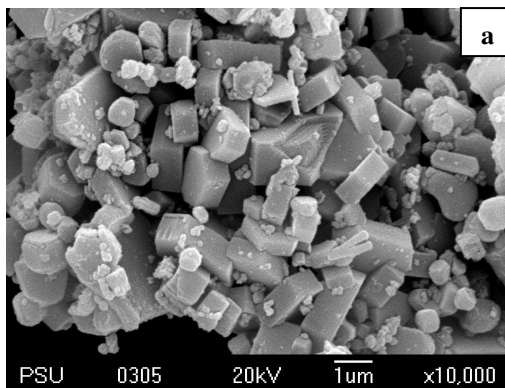
ซึ่งจากการทดลองจะเห็นได้ว่า ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ลดลง เมื่อใช้ความดันอัดขึ้นงานสูงขึ้นระหว่าง 500 และ 1000 psi แต่กลับมีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่อใช้ความดันขนาด 1500 และ 2000 psi โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 275.97-383.76 nm ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากชิ้นงานที่ใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปที่ความดันขนาด 1500 และ 2000 psi นั้น ระหว่างที่เกิดการเผาไหม้อาจมีกลไกอื่นเกิดขึ้นด้วย ซึ่งจะต้องทำการศึกษาค้นคว้าเพิ่มเติมให้ลึกกลงไปอีกเพื่อจะได้ทราบถึงกลไกที่เกิดขึ้น (ตัวผู้วิจัยนั้นไม่ได้ทำการศึกษาเพิ่มเติม)

แต่ผลที่ได้จากการทดลองภายใต้ตัวแปรความดันอัดขึ้นงานตัวอย่างในครั้งนี้นับว่า การใช้ความดันอัดขึ้นงานขนาด 1000 psi จะส่งผลให้ผง  $TiB_2$  มีขนาดเล็กที่สุด คือ 275.97 nm ดังนั้นความดันอัดขึ้นงานที่เหมาะสมสำหรับการอัดขึ้นรูปผงตั้งต้นก่อนการนำไปสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่เล็กที่สุด คือ 1000 psi นั่นเอง

ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงตัวอย่างก่อนการชะละลายแสดงในรูปที่ 3.16 จะสังเกตเห็นลักษณะการรวมตัวเข้าเนื้อกันเป็นอย่างดีของผงสารตั้งต้น และรูปที่ 3.17 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการชะละลาย ซึ่งจะเห็นทั้งด้านหน้าและด้านข้างของผงผลิตภัณฑ์ ที่มีลักษณะรูปทรงหกเหลี่ยม (Hexagonal shape) แบบแบนได้อย่างชัดเจน ขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่ 1000 psi มีขนาดเล็กที่สุด



รูปที่ 3.16 แสดงตัวอย่างผงผลิตภัณฑ์ก่อนการชะละลาย (ผงตัวอย่างที่ความดันอัด 1000 psi)

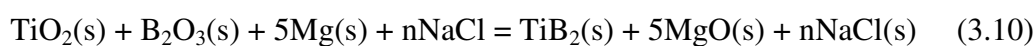


รูปที่ 3.17 แสดงตัวอย่างผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  (a) 500 psi (b) 1000 psi (c) 1500 psi  
และ (d) 2000 psi หลังการชะละลาย



### 3.1.4 ผลกระทบของการเติมสารตัวเติม NaCl

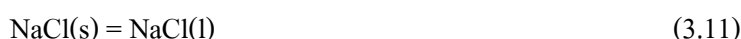
เนื่องจากตัวแปรต่างๆ ที่ได้ทำการศึกษามาแล้วนั้น (ความดันบรรยากาศภายในเตาปฏิกรณ์ เวลาบดผสมสารตั้งต้น และ ความหนาแน่นอัด) ไม่สามารถทำให้ได้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ในระดับนาโนได้ จึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติม พบว่า การเติมสารตัวเติม NaCl ในสารตั้งต้นจะช่วยให้ได้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ในระดับนาโนได้ โดยตามทฤษฎีแล้วปฏิกิริยาที่สามารถสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ SHS ได้นั้น จะต้องใช้อุณหภูมิอะเดียเบติกสูงกว่า  $1800^{\circ}C$  ผลจากการเติมสารตัวเติม NaCl จะทำให้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  มีขนาดเล็กลงได้ อีกทั้งยังส่งผลให้อุณหภูมิอะเดียเบติกของระบบลดลง ซึ่งสามารถเขียนปฏิกิริยาหลักได้ คือ



ผลจากการคำนวณอุณหภูมิของปฏิกิริยาหลักเมื่อเติม NaCl แสดงดังตารางที่ 3.5 พบว่า เมื่อทำการเติมสารตัวเติม NaCl ปริมาณ 0-3.5 โมล ส่งผลให้สามารถทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  โดยใช้กระบวนการ SHS ในการสังเคราะห์ได้

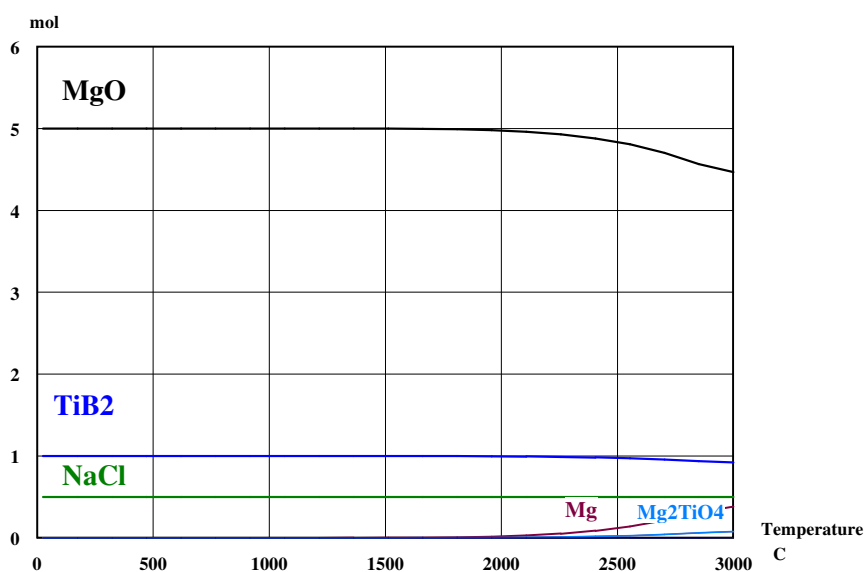
แต่จากการทดลองพบว่า เมื่อเติมสารตัวเติม NaCl ปริมาณสูงกว่า 2.5 โมล จะไม่สามารถทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ได้ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก อุณหภูมิแท้จริงที่เกิดขึ้นในการทดลองนั้นต่ำกว่าอุณหภูมิอะเดียเบติกที่ได้จากการคำนวณ ซึ่งอาจจะต่ำกว่า  $1800^{\circ}C$  (ไม่ได้ทำการวัดอุณหภูมิที่เกิดขึ้นจริงเพราะไม่มี Thermocouple ที่วัดอุณหภูมิระดับนี้ได้) จึงไม่สามารถทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ได้ ดังนั้นจึงทดลองสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่ทำการเติม NaCl ปริมาณ 2.4 โมล ( $T_{ad} = 2140.6^{\circ}C$ ) และพบว่าสามารถทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ได้ จึงทำการทดลอง โดยการเติมสารตัวเติม NaCl ปริมาณ 0 0.5 1.0 1.5 2.0 และ 2.4 โมล

เมื่อทำการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamics) เพื่อทำนายค่าผลิตภัณฑ์ที่จะมีโอกาสเกิดขึ้นได้เมื่อใช้สารตั้งต้นทั้ง 4 นั้น สามารถเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ใดได้บ้าง ดังแสดงในรูปที่ 3.18 พบว่าในช่วงอุณหภูมิระหว่าง  $0-3000^{\circ}C$  ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นและเสถียรอยู่ตลอดทุกช่วงอุณหภูมิ คือ  $TiB_2$ ,  $MgO$  และ  $NaCl$  แต่จะพบเฟสที่ไม่สมบูรณ์ขึ้นเมื่ออุณหภูมิประมาณ  $2500^{\circ}C$  นั่นคือ เฟส  $Mg_2TiO_4$  และเมื่อทำการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง XRD ก็พบเฟส  $Mg_2TiO_4$  ตามที่คาดเอาไว้ ดังแสดงในรูปที่ 3.19 (a) ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ของสารในระบบ  $TiO_2-B_2O_3-Mg-NaCl$  อาจเกิดปฏิกิริยาย่อยได้ 5 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาที่ 3.1 ถึงปฏิกิริยาที่ 3.4 และปฏิกิริยาที่ 3.11



ตารางที่ 3.5 แสดงอุณหภูมิอะเดียเบติกของปฏิกิริยาหลักเมื่อมีการเติมสารตัวเติม NaCl

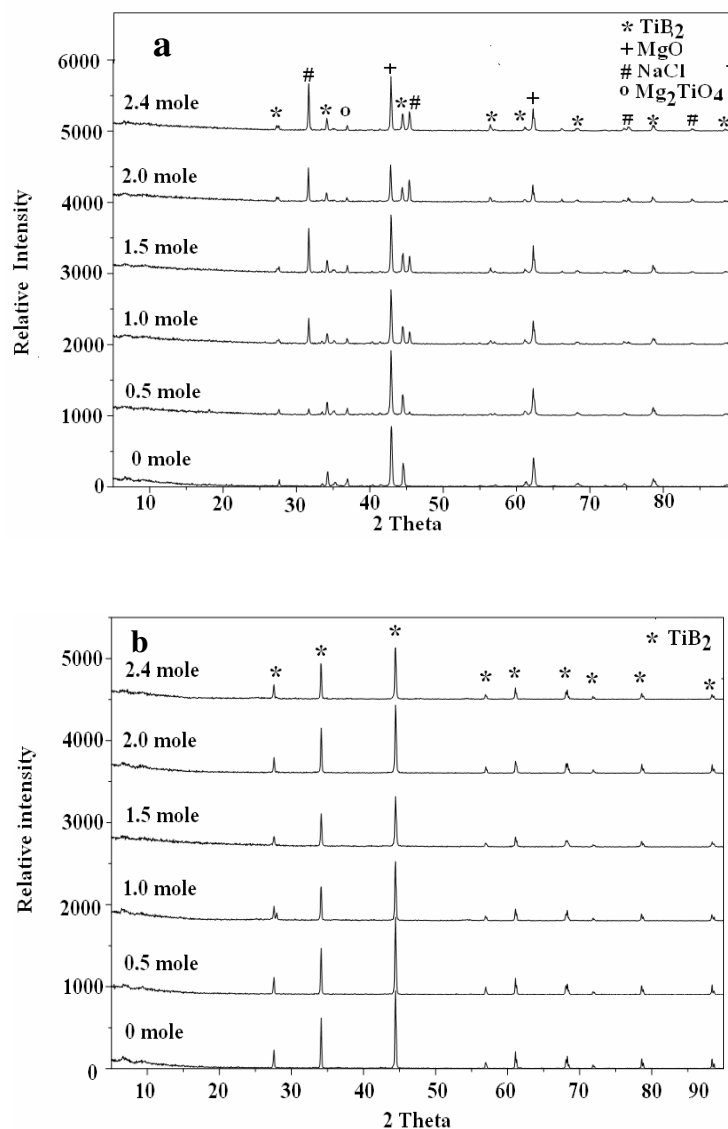
NaCl (mole)	$T_{ad}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )
0	2831.8
0.5	2831.8
1.0	2635.2
1.5	2438.6
2.0	2266.8
2.5	2108.1
3.0	1974.0
3.5	1850.1
4.0	1738.0



รูปที่ 3.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างผลิตภัณฑ์ในระบบ  $\text{TiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Mg-NaCl}$  กับช่วงอุณหภูมิระหว่าง  $0\text{-}3000\text{ }^{\circ}\text{C}$

จากรูปที่ 3.2 จะเห็นได้ว่าปฏิกิริยาที่ 3.2 เป็นปฏิกิริยาแรกที่เกิดการเผาไหม้ขึ้น เพราะมีพลังงานกิบส์ต่ำที่สุด นั่นคือ Mg เริ่มทำปฏิกิริยากับ  $\text{B}_2\text{O}_3$  ให้ B แล้วจึงทำปฏิกิริยากับ  $\text{TiO}_2$  จนเกิด Ti และเมื่อทำการพิจารณาพลังงานกิบส์ระหว่างปฏิกิริยาที่ 3.3 และปฏิกิริยาที่ 3.4 พบว่าพลังงานกิบส์ของปฏิกิริยาที่ 3.3 ต่ำกว่าปฏิกิริยาที่ 3.4 แสดงว่า Ti ทำปฏิกิริยากับ B เกิดเป็นเฟส

TiB<sub>2</sub> ที่เสถียรกว่าเฟส TiB ส่วน NaCl ก็จะเกิดการหลอมละลายขึ้นแต่จะไม่เข้าไปทำปฏิกิริยากับสารตัวอื่น ดังนั้นจากปฏิกิริยาข้อยที่เกิดขึ้นนี้จึงได้ผลิตภัณฑ์ เป็น TiB<sub>2</sub> MgO และ NaCl นั้นเอง สารประกอบที่เกิดขึ้นก่อนการชะละลายมีด้วยกัน 4 เฟส ดังแสดงในรูปที่ 3.19 (a) คือ TiB<sub>2</sub> MgO NaCl และ Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> ซึ่งเฟส Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> เป็นเฟสที่ไม่สมบูรณ์ อันเนื่องมาจากปฏิกิริยาระหว่าง Mg และ TiO<sub>2</sub> ซึ่งเป็นไปตามการวิเคราะห์โดยใช้อุณหพลศาสตร์ข้างต้น อีกทั้งจะสังเกตเห็นว่า Intensity peak ของเฟส NaCl เพิ่มสูงขึ้นเมื่อเติมปริมาณ NaCl มากขึ้น และเมื่อทำการชะละลาย ผงผลิตภัณฑ์ที่เหลือมีเพียงเฟสเดียว คือ TiB<sub>2</sub> ตามที่ต้องการ ดังแสดงในรูปที่ 3.19 (b) หลังจากนั้นจึงทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์ โดยอาศัยการคำนวณจากสมการที่ 3.9

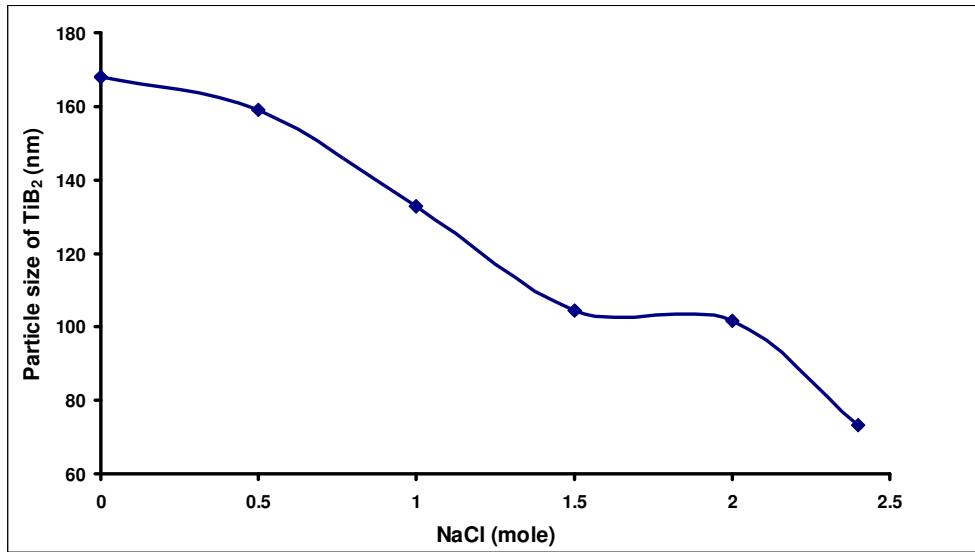


รูปที่ 3.19 แสดง XRD Pattern ของผงตัวอย่าง (a) ก่อนการชะละลาย และ (b) หลังการชะละลาย

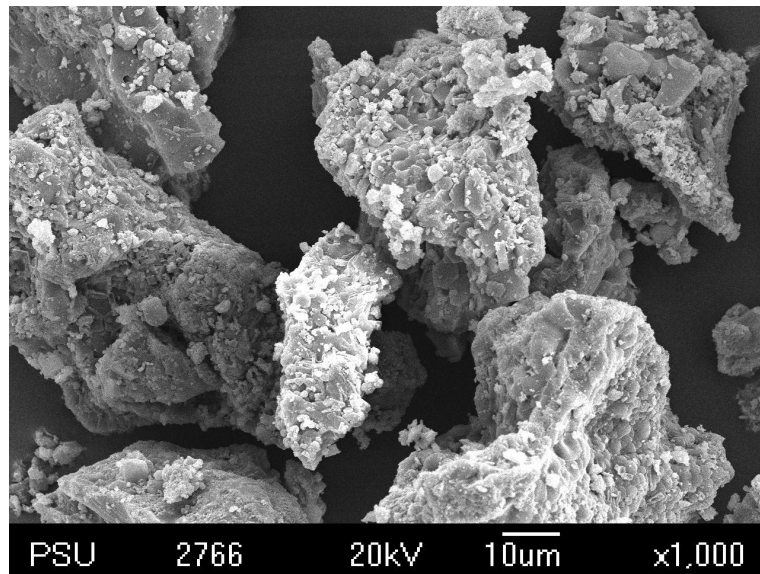
ผลการคำนวณขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  แสดงในตารางที่ 3.6 และ รูปที่ 3.20 พบว่า ขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  มีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัดเจน อยู่ในช่วงระหว่าง 73.13-167.97 nm เมื่อปริมาณ NaCl ที่เติมมีปริมาณเพิ่มขึ้นระหว่าง 0-2.4 โมล อีกทั้งจากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคก่อนการละลาย รูปที่ 3.21 สารตั้งต้นเกิดการหลอมรวมตัวกันเป็นอย่างดีและพบว่าเมื่อเติม NaCl เพิ่มขึ้น ลักษณะของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  หลังการละลายได้จะมีขนาดเล็กลง ดังแสดงในรูปที่ 3.22 โดยเมื่อไม่เติม NaCl (0 โมล) ลักษณะอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  จะมีขนาดใหญ่สม่ำเสมอ และเมื่อเติม NaCl ปริมาณ 0.5 โมล อนุภาคผงขนาดใหญ่เริ่มมีปริมาณน้อยลงและเริ่มมีอนุภาคผงขนาดเล็กเกิดขึ้น อีกทั้งยังมีลักษณะหกลีบอย่างชัดเจน ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของผง  $TiB_2$  และเมื่อเติม NaCl ปริมาณ 1.0 โมล อนุภาคผงขนาดเล็กก็ยิ่งเพิ่มจำนวนมากขึ้นในขณะเดียวกันอนุภาคผงขนาดใหญ่ก็ลดจำนวนลง จนในที่สุดเมื่อเติม NaCl ปริมาณ 1.5 2.0 และ 2.4 โมล ก็จะพบเฉพาะอนุภาคผงขนาดเล็กสม่ำเสมอเพียงอย่างเดียว ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจาก การเติม NaCl ทำให้อุณหภูมิอะเดียเบติกของระบบลดลงเพราะเมื่อเกิดปฏิกิริยาขึ้น NaCl จะเกิดการหลอมละลายกลายเป็นของเหลวก่อนสารตั้งต้นอื่น ( $T_m = 800.9^\circ C$ ) และ NaCl เหลวจะทำหน้าที่เหมือนบ่อน้ำเกลือคอยดูดซับความร้อนที่คายออกมาจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นอื่นซึ่งเกิดขึ้นภายหลังและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายหลังนั้นยังคงคายความร้อนในปริมาณคงที่เพราะอัตราส่วนเชิงโมลระหว่างสารตั้งต้น นั่นคือ  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และ Mg ยังคงเป็น 1:1:5 และเมื่อปริมาณน้ำเกลือเพิ่มมากขึ้น (เติม NaCl เพิ่มขึ้น) ก็จะสามารถดูดซับความร้อนที่คายออกจากระบบได้มากยิ่งขึ้น อุณหภูมิอะเดียเบติกของระบบจึงลดลง อัตราการเติบโตของเกรนของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ลดลง อีกทั้งน้ำเกลือจะเข้าไปเคลือบผิวผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  และไหลแทรกซึมไประหว่างอนุภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ลดการเกิดการรวมตัวของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ได้อีก จึงส่งผลให้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลงเข้าสู่ระดับนาโนเมตรนั่นเอง

ตารางที่ 3.6 แสดงขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$

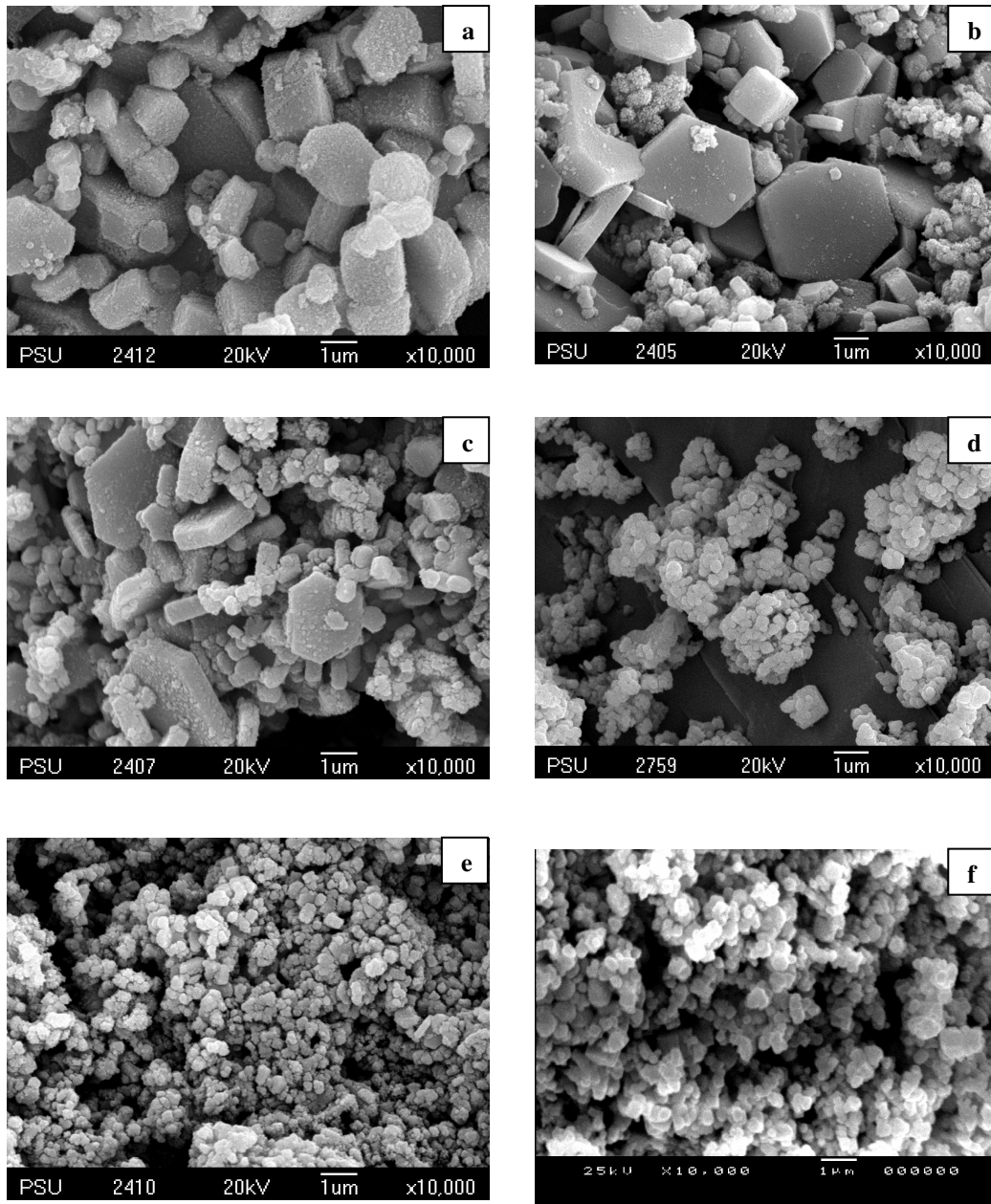
NaCl (mole)	A: Surface area ( $m^2/g$ )	r : Average radius (m)	D: Average Diameter (nm)
0	42.576	1.56E-08	167.97
0.5	8.352	7.95E-08	158.94
1.0	9.994	6.64E-08	132.82
1.5	12.727	5.22E-08	104.30
2.0	13.049	5.09E-08	101.73
2.4	18.153	3.66E-08	73.13



รูปที่ 3.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> กับปริมาณ NaCl



รูปที่ 3.21 แสดงตัวอย่างผงผลิตภัณฑ์ก่อนการชะละลาย (ผงตัวอย่างเดิม NaCl 1.0 โมล)

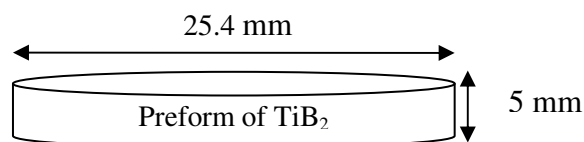


รูปที่ 3.22 แสดงตัวอย่างผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่มีการเติมสารตัวเติม NaCl (a) 0 โมล (b) 0.5 โมล (c) 1.0 โมล (d) 1.5 โมล (e) 2.0 โมล และ (f) 2.4 โมล หลังการชะละลาย

### 3.2 การหล่อผสม Al-TiB<sub>2</sub> โดยวิธีการหล่อโลหะแบบอัด (Squeeze casting)

เมื่อทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ในระดับนาโนได้แล้ว จึงทำการศึกษาถึงกระบวนการผสมระหว่างผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ระดับนาโนกับอะลูมิเนียมเพื่อทำเป็นวัสดุผสมโลหะเสริมแรงด้วยผงไทเทเนียมไดโบไรด์ (MMC) และศึกษาสมบัติเชิงกลของ MMC ที่ทำการผลิตขึ้นเอง โดยทำการขึ้นรูป MMC ด้วยวิธีการหล่อโลหะแบบอัดและเลือกใช้อะลูมิเนียมเกรด A356 เป็น

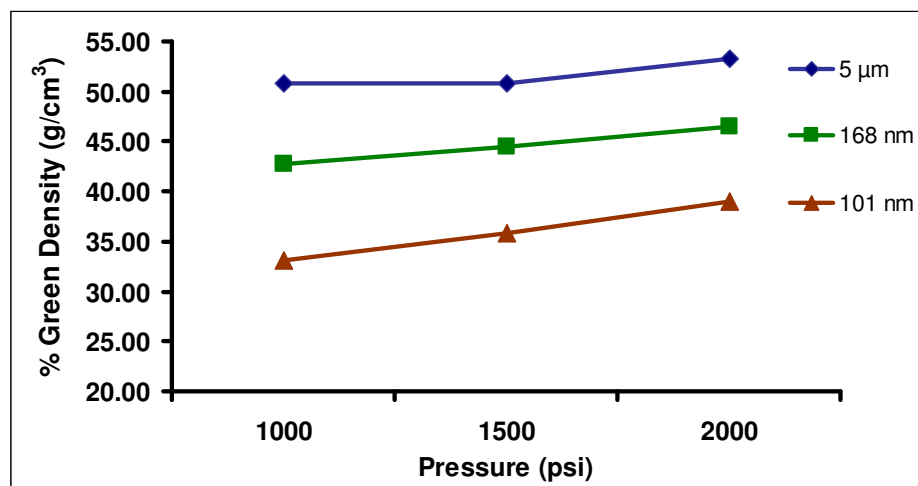
เนื้อ (Matrix) เนื่องจากมีการใช้อะลูมิเนียมเกรดนี้ในอุตสาหกรรมยานยนต์อย่างแพร่หลายและเลือกใช้ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  3 ขนาด คือ 5  $\mu m$  (commercial) 168 nm และ 101 nm ซึ่ง 2 ขนาดหลังนั้นได้ทำการสังเคราะห์ขึ้นเอง สมบัติเชิงกลที่ทำการศึกษาคือ ความแข็ง (Hardness) โดยใช้วิธีการวัดด้วยเครื่องทดสอบความแข็งชนิด Vickers's Micro hardness ยี่ห้อ Highwood Model HWDM-3, แบ่งตัวแปรในการทดลองออกเป็น 2 ส่วน คือ ขนาดของผงตัวอย่าง  $TiB_2$  และความหนาแน่นอัดขึ้นงานผง  $TiB_2$  โดยก่อนทำการหล่อโลหะแบบอัดนั้นได้ทำการอัดขึ้นรูปผง  $TiB_2$  ทั้ง 3 ขนาด ด้วยความดัน 3 ค่า คือ 1000 1500 และ 2000 psi (น้ำหนักและส่วนสูงของชิ้นงานผง  $TiB_2$  แสดงในตาราง ก.4 ภาคผนวก ก) รูปร่างชิ้นงานผง  $TiB_2$  ดังแสดงในรูปที่ 3.23 ก่อนแล้วจึงนำชิ้นงานผง  $TiB_2$  แต่ละชิ้นไปทำการหล่อโลหะแบบอัดต่อไป



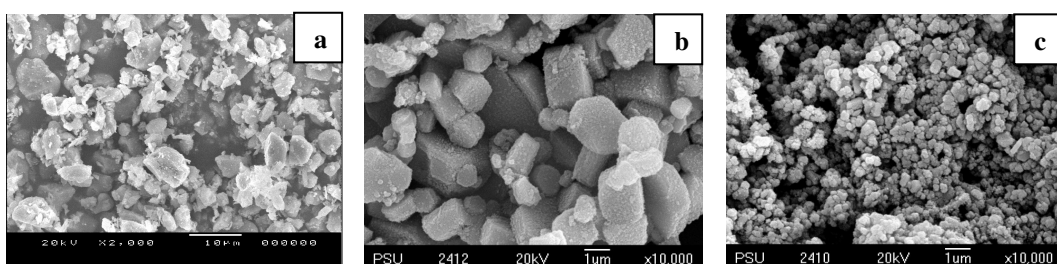
รูปที่ 3.23 แสดงลักษณะรูปร่างของชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$

เมื่อทำการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่ความดัน 1000 1500 และ 2000 psi พบว่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นอัดของชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด 5  $\mu m$  สูงที่สุดในทุกๆ ขนาดความดันที่ใช้อัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  รองลงมาคือ 168 nm และ 101 nm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.24 ทั้งนี้เมื่อพิจารณาลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค ดังแสดงในรูปที่ 3.25 ของผงขนาด 5  $\mu m$  พบว่าอนุภาคมีลักษณะแตกหักรูปร่างไม่แน่นอนอีกทั้งขนาดอนุภาคมีทั้งขนาดใหญ่และขนาดเล็กผสมกัน เมื่อทำการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ผงจึงเกิดการอัดตัวหรือแทรกตัวระหว่างกันอย่างหนาแน่นผงขนาดเล็กจะเข้าไปแทรกอยู่ในช่องว่างระหว่างผงขนาดใหญ่หรืออาจเกิดการเกี่ยวยึดกันระหว่างอนุภาคผงได้ (Interlocking) ส่วนผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด 168 nm และ 101 nm นั้นมีลักษณะรูปร่างที่แน่นอน แต่จะสังเกตเห็นว่าผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด 168 nm มีทั้งอนุภาคขนาดใหญ่และขนาดเล็กผสมกันแต่ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาดอนุภาค 101 nm นั้นประกอบไปด้วยอนุภาคผงขนาดเล็กใกล้เคียงกันทั้งหมด ดังนั้น เมื่อทำการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด 168 nm อนุภาคผงก็จะแทรกตัวยึดกันอีกทั้งผงขนาดเล็กจะเข้าไปแทรกในช่องว่างระหว่างผงขนาดใหญ่ได้อย่างทั่วถึงแต่ไม่เกิดการเกี่ยวยึดกันระหว่างอนุภาคผง และในขณะเดียวกันอนุภาคผง  $TiB_2$  ขนาด 101 nm ซึ่งมี

อนุภาคขนาดเล็กเท่าๆ กัน จะไม่สามารถเข้าไปแทรกในช่องว่างระหว่างอนุภาคผงได้ อนุภาคผงเพียงแต่แน่นชิดติดกัน อีกทั้งผงที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิว (Surface area) สูงกว่าผงอนุภาคขนาดใหญ่ เมื่อทำการกดอัดผงที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวในการเกิดอันตรกิริยาระหว่างอนุภาคได้มากกว่าส่งผลให้เกิดพลังงานพื้นผิวสูง (Surface energy) ซึ่งพลังงานพื้นผิวนี้เองที่คอยต้านการแน่นตัวของผง นั่นคือ ผงอนุภาคขนาดเล็กจะมีพลังงานพื้นผิวสูงกว่าผงอนุภาคขนาดใหญ่ จึงเป็นเหตุให้เปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นอัดของชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด  $5\ \mu m$  สูงที่สุด รองลงมาคือ ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ขนาด  $168\ nm$  และ  $101\ nm$  ตามลำดับ



รูปที่ 3.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นอัดของชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์ ทั้ง 3 ขนาดอนุภาคกับความดันในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานผง  $TiB_2$

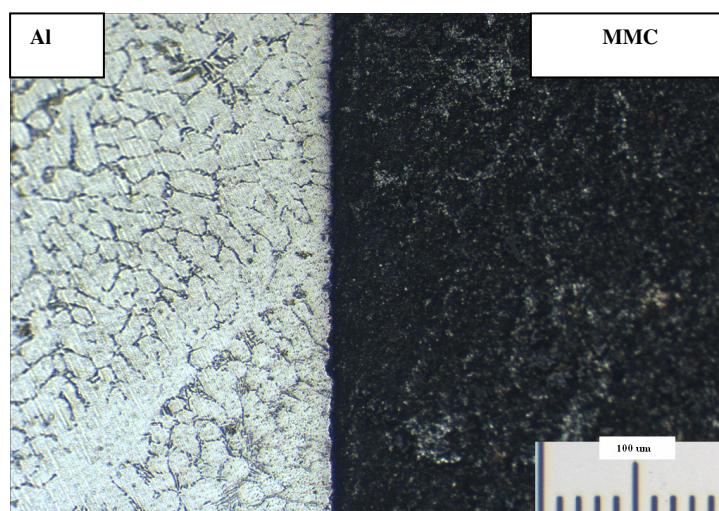


รูปที่ 3.25 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  (a)  $5\ \mu m$  (b)  $168\ nm$  และ (c)  $101\ nm$

เมื่อทำการอัดขึ้นรูปชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ทั้ง 3 ขนาดเรียบร้อยแล้ว จึงนำไปทำการหล่อโลหะแบบอัดด้วยอะลูมิเนียมเกรด A356 เป็น MMC ที่มีอะลูมิเนียมเป็นเนื้อ และมีผง  $TiB_2$  เป็นตัวเสริมแรงอยู่ หลังจากนั้นทำการวิเคราะห์หลักขณะโครงสร้างทางจุลภาคพร้อม Elemental mapping



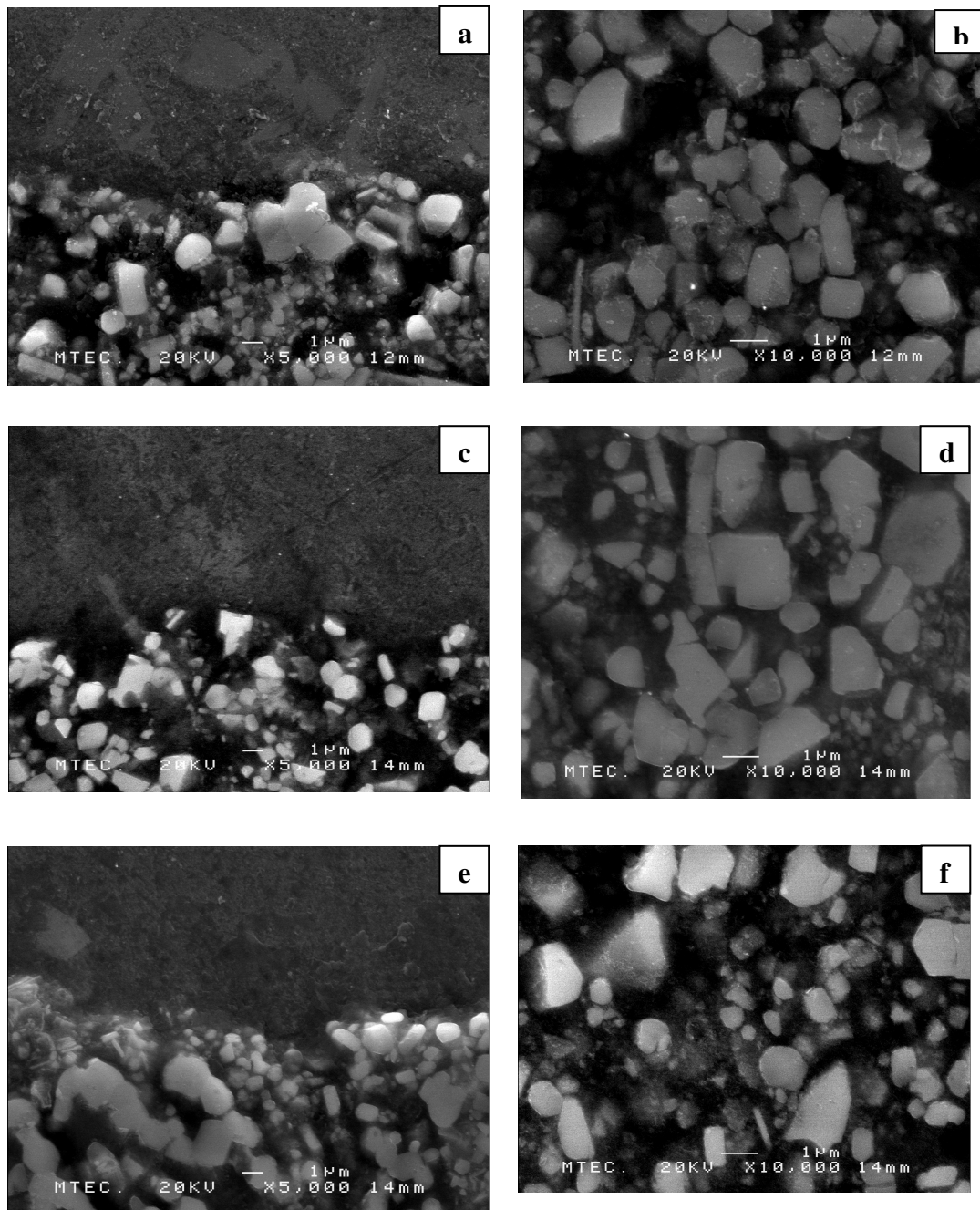
และวัดความแข็งของชิ้นงาน MMC ที่ได้ทำการหล่อโลหะแบบอัดไว้ ดังแสดงในรูปที่ 3.26 และ รูปที่ 3.27 พบว่าอะลูมิเนียมสามารถแทรกตัวระหว่างอนุภาคผง  $TiB_2$  ได้เป็นอย่างดี และระหว่างรอยต่อของทั้ง 2 บริเวณ คือ บริเวณที่เป็น MMC และ บริเวณที่เป็นอะลูมิเนียมไม่เกิดรอยบกพร่อง (Defect) และจะสังเกตเห็นลักษณะโครงสร้างแบบกิ่ง (Dendrite) บริเวณเนื้ออะลูมิเนียม แต่จะไม่พบในบริเวณ MMC ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคผง  $TiB_2$  คอยแทรกตัวอยู่อย่างสม่ำเสมอทิศทางการแผ่ขยายของโครงสร้างแบบกิ่งทั้งแบบปฐมภูมิ (Primary dendrite) และทุติยภูมิ (Secondary dendrite) อีกทั้งอนุภาคผง  $TiB_2$  มีขนาดเล็กกว่า Secondary dendrite ของอะลูมิเนียม



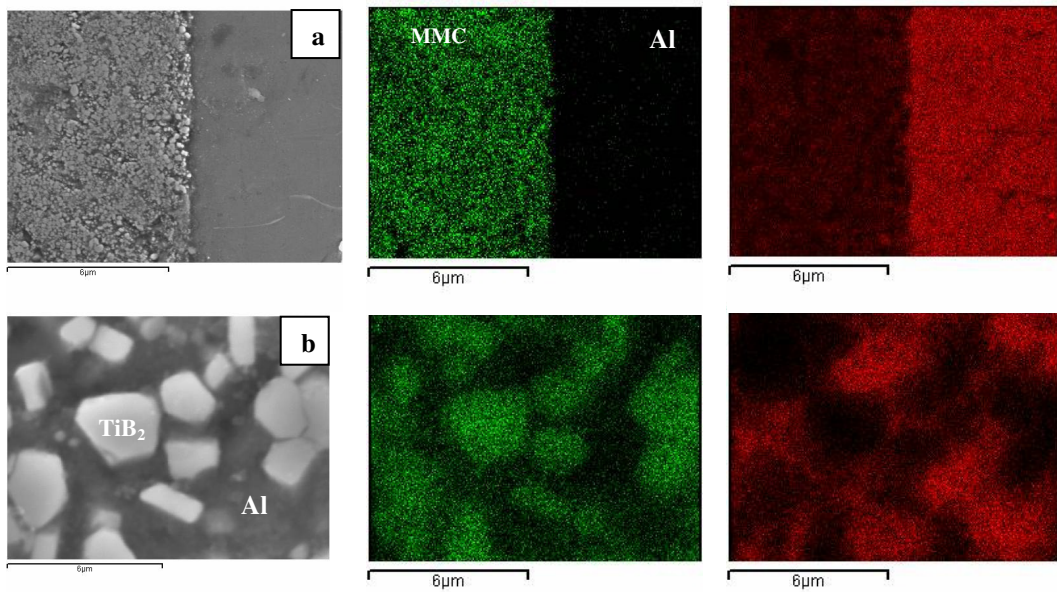
รูปที่ 3.26 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical microscope) กำลังขยาย 20X ของตัวอย่างชิ้นงาน MMC

ผลการวิเคราะห์ลักษณะการกระจายของธาตุ (Elemental mapping) ดังแสดงในรูปที่ 3.28 ถึงรูปที่ 3.30 จะเห็นว่าอะลูมิเนียมและผง  $TiB_2$  สามารถเข้ากันได้เป็นอย่างดี และมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และจากภาพถ่าย SEM บริเวณที่เป็นสีขาว (สว่าง) นั่นก็คือผง  $TiB_2$  และ บริเวณที่เป็นสีดำ (มืด) ก็คือ อะลูมิเนียม เมื่อทำการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคเรียบร้อยแล้วจึงทำการวัดความแข็งของชิ้นงาน MMC ต่อไป โดยแบ่งแนวในการวัดความแข็งเป็น 3 แนว ดังแสดงในรูปที่ 3.31

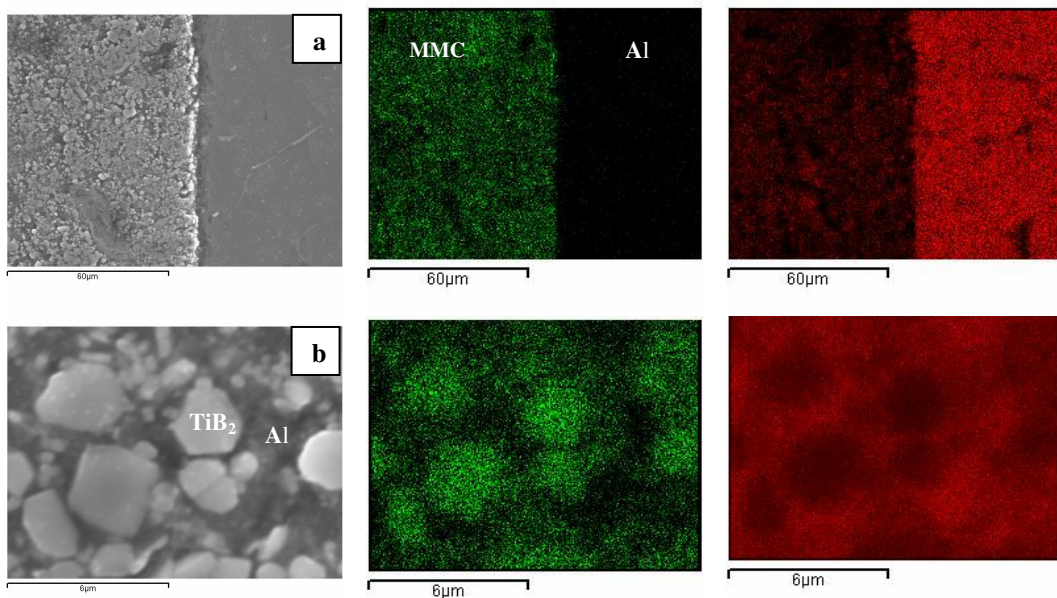
หมายเหตุ      สีเขียว แทน Ti  
                         สีแดง แทน Al



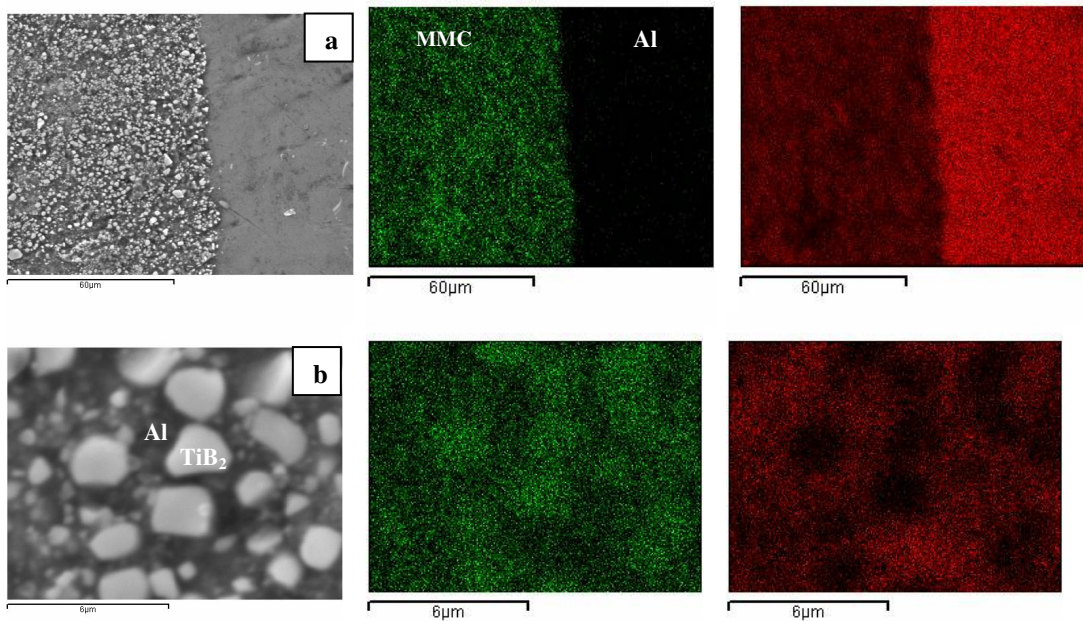
รูปที่ 3.27 แสดงรอยต่อระหว่างบริเวณอะลูมิเนียมและบริเวณ MMC ที่ความดัน 1500 psi ขนาดอนุภาคผลึกทังซ์  $TiB_2$  (a), (b)  $5\ \mu m$  (c), (d)  $168\ nm$  และ (e), (f)  $101\ nm$



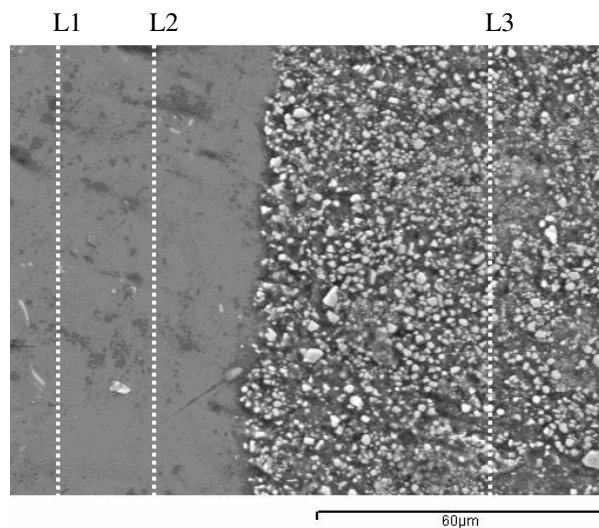
รูปที่ 3.28 แสดง Elemental mapping (a) รอยต่อระหว่างบริเวณอะลูมิเนียม และบริเวณ MMC และ (b) บริเวณ MMC ที่ความดัน 1500 psi และขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  5  $\mu\text{m}$



รูปที่ 3.29 แสดง Elemental mapping (a) รอยต่อระหว่างบริเวณอะลูมิเนียม และบริเวณ MMC และ (b) บริเวณ MMC ที่ความดัน 1500 psi และขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  168 nm



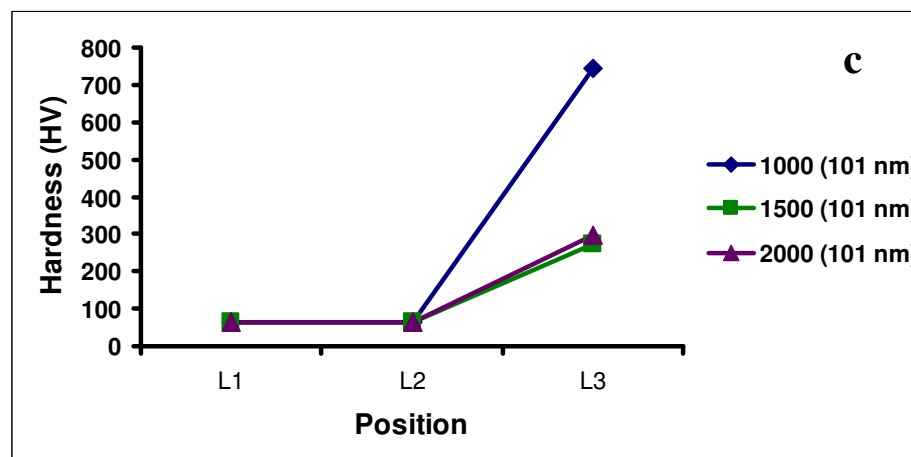
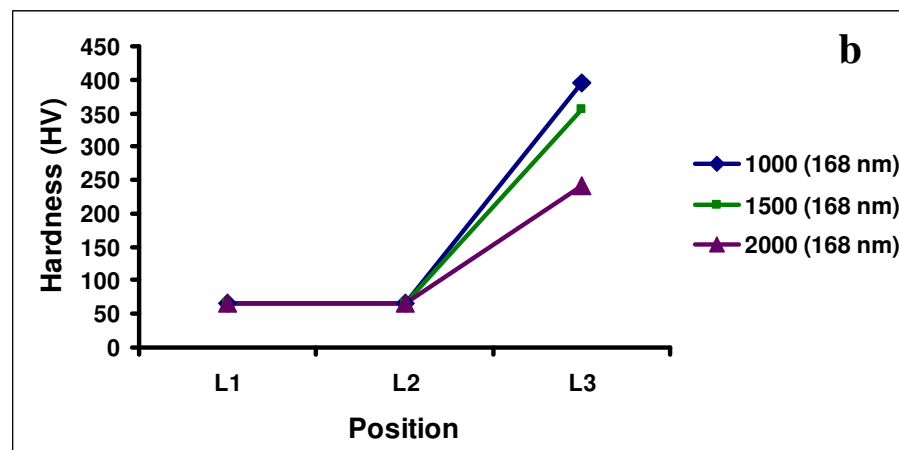
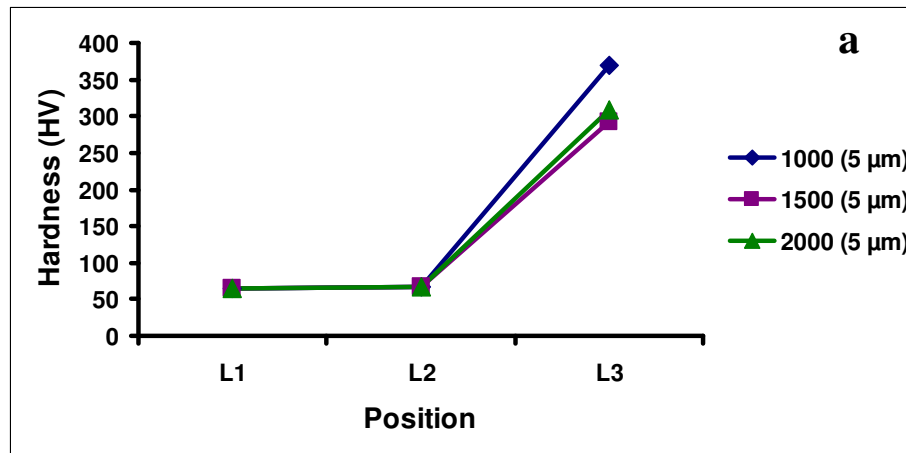
รูปที่ 3.30 แสดง Elemental mapping (a) รอยต่อระหว่างบริเวณอะลูมิเนียมและบริเวณ MMC และ (b) บริเวณ MMC ที่ความดัน 1500 psi และขนาดอนุภาคผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  101 nm



รูปที่ 3.31 แสดง Profile บนชิ้นงาน MMC ที่ทำการวัดความแข็งทั้ง 3 แนว

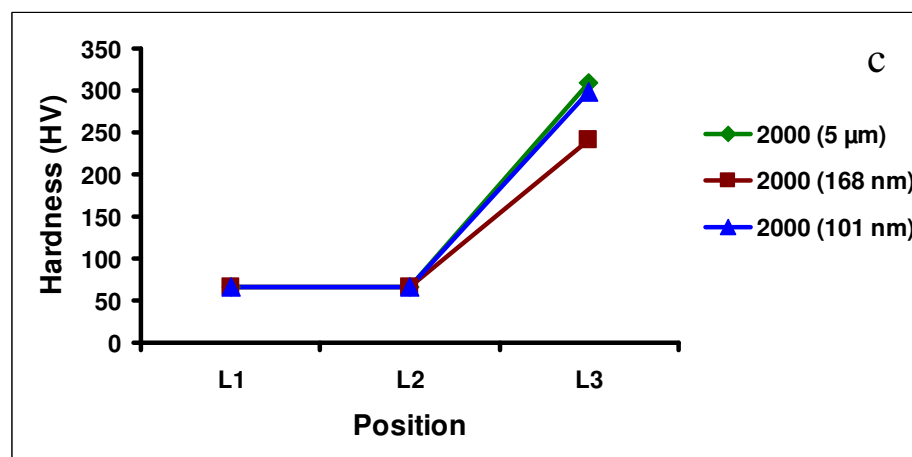
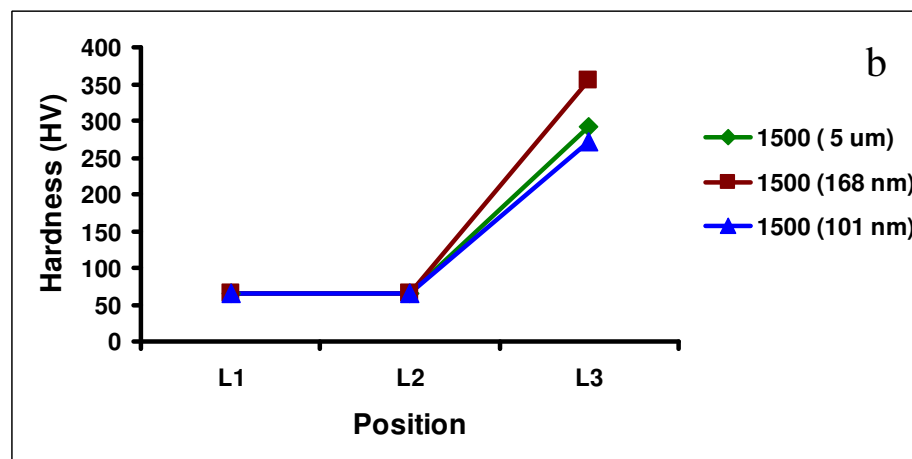
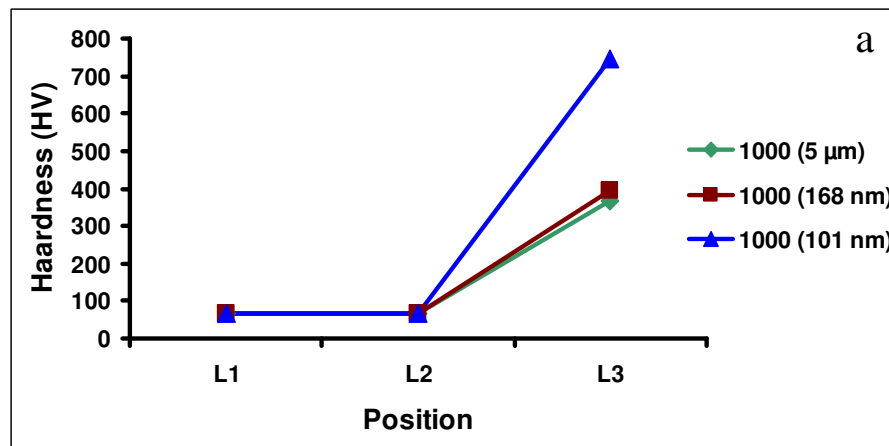
เมื่อทำการวัดความแข็งของชิ้นงาน พบว่าชิ้นงานบริเวณ MMC เป็นบริเวณที่มีค่าความแข็งสูง ประมาณ 240-744 HV ในขณะที่บริเวณอะลูมิเนียมมีค่าความแข็งเพียง 40-50 HV เท่านั้น ซึ่งบริเวณ MMC แข็งกว่าประมาณ 6-12 เท่า และจะสังเกตเห็นว่าชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$  ที่อัดขึ้นรูปด้วย

ความดัน 1000 psi จะให้ค่าความแข็งของชิ้นงานบริเวณ MMC สูงที่สุดในทุกๆ ขนาดอนุภาคผง (5  $\mu\text{m}$  168 nm และ 101 nm) โดยเฉพาะบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ใช้ผง  $\text{TiB}_2$  ขนาด 101 nm จะให้ค่าความแข็งสูงถึง 744 HV ดังแสดงในรูปที่ 3.32 (a) (b) และ (c) และชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ที่อัดขึ้นรูปด้วยความดัน 1500 และ 2000 psi จะให้ค่าความแข็งของชิ้นงานบริเวณ MMC ใกล้เคียงกันประมาณ 298 HV ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการใช้ความดัน 1000 psi อัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  จะมีระยะห่างหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคผง  $\text{TiB}_2$  อยู่มากพอที่จะให้อะลูมิเนียมเหลวที่ใช้ในการหล่อโลหะแบบอัดนั้นแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างอนุภาคผง  $\text{TiB}_2$  ได้อย่างทั่วถึง เมื่ออะลูมิเนียมเหลวเกิดการแข็งตัวก็จะจับยึดล้อมรอบอนุภาคผง  $\text{TiB}_2$  ทุกๆ อนุภาคได้อย่างทั่วถึงตลอดทั้งชิ้นงาน ส่งผลให้ค่าความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงาน จึงสูงกว่าเมื่อเทียบกับการใช้ความดัน 1500 และ 2000 psi ในการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ซึ่งที่ความดัน 2 ค่าหลังนี้จะส่งผลให้ระยะห่างหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคของผง  $\text{TiB}_2$  มีน้อยหรืออยู่ชิดกันเกินไป เมื่อทำการหล่อโลหะแบบอัดจึงทำให้อะลูมิเนียมเหลวเข้าไปแทรกตัวในช่องว่างระหว่างอนุภาคผง  $\text{TiB}_2$  ได้อย่างไม่ทั่วถึง เมื่ออะลูมิเนียมแข็งตัวก็จะจับยึดล้อมรอบอนุภาคผง  $\text{TiB}_2$  ได้ไม่ทั่วทุกๆ อนุภาคผงในชิ้นงาน จึงทำให้ค่าความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ด้วยความดัน 1500 และ 2000 psi ต่ำกว่าบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์  $\text{TiB}_2$  ด้วยความดัน 1000 psi



รูปที่ 3.32 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชิ้นงาน

(a) ผง  $\text{TiB}_2$  ขนาด 5  $\mu\text{m}$     (b) ผง  $\text{TiB}_2$  ขนาด 168 nm    (c) ผง  $\text{TiB}_2$  ขนาด 101 nm



รูปที่ 3.33 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างตำแหน่งบนชิ้นงานและค่าความแข็งของชิ้นงาน

(a) ความดัน 1000 psi    (b) ความดัน 1500 psi    (c) ความดัน 2000 psi

จากการพิจารณาความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงานข้างต้น โดยทำการเปรียบเทียบความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์ทั้ง 3 ค่า คือ 1000 1500 และ 2000 psi ทำให้ทราบว่าชิ้นงานผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> ที่ผ่านการอัดด้วยความดัน 1000 psi จะส่งผลให้ความแข็งบริเวณ MMC แข็งที่สุดในทุกๆ ขนาดอนุภาคผง TiB<sub>2</sub> (5  $\mu$ m 168 nm และ 101 nm) และเมื่อทำการพิจารณาถึงผลกระทบของขนาดอนุภาคผง TiB<sub>2</sub> ที่ใช้ความดัน 1000 psi ในการอัดขึ้นรูปผงผลิตภัณฑ์ TiB<sub>2</sub> พบว่าบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ใช้ผงขนาด 101 nm จะมีความแข็งสูงที่สุด คือ 744 HV รองลงมา คือ บริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ใช้ผงขนาด 168 nm มีค่าความแข็ง 395 HV สุดท้าย คือ บริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ใช้ผงขนาด 5  $\mu$ m มีค่าความแข็งน้อยที่สุด คือ 369 HV ดังแสดงในรูปที่ 3.33 (a) ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากผงที่มีขนาดเล็กสามารถอยู่ชิดกันได้มากกว่าผงที่มีขนาดใหญ่ช่องว่างระหว่างอนุภาคแต่ละอนุภาคก็จะน้อยกว่า มีความแน่นตัวอย่างสม่ำเสมอและผงขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิว (Surface area) มากกว่าผงขนาดใหญ่ ทำให้มีพื้นที่ในการเกาะยึดกับอะลูมิเนียมได้มากกว่า เมื่อทำการทดสอบความแข็งของชิ้นงานด้วยวิธี Vickers's Micro hardness ซึ่งวิธีการนี้จะอาศัยการใช้หัวกดกดลงไปบนชิ้นงาน เมื่อทำการกดหัวกดของเครื่องลงไปบนชิ้นงานที่มีผงขนาดเล็กเป็นตัวเสริมแรงอยู่นั้น โอกาสที่หัวกดจะกดลงบนอนุภาคผงจะสูงกว่าเมื่อเทียบกับการกดหัวกดลงบนชิ้นงานที่มีผงอนุภาคขนาดใหญ่เป็นตัวเสริมแรงอยู่ เพราะช่องว่างระหว่างอนุภาคผงขนาดใหญ่มีมากกว่าผงขนาดเล็กและพื้นที่ในการเกาะยึดกับอะลูมิเนียมของผงขนาดใหญ่ก็มีพื้นที่น้อยกว่า เวลากดหัวกดลงมา โอกาสที่หัวกดจะกดลงบนอนุภาคผงก็น้อยลงแต่โอกาสที่จะกดลงบนเนื้ออะลูมิเนียมจะสูงขึ้นทำให้ค่าความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ใช้ผงขนาดใหญ่ (5  $\mu$ m) เป็นตัวเสริมแรงจึงต่ำที่สุด อีกทั้งชิ้นงานที่ผสมผงอนุภาคขนาดเล็กจะมีโอกาสเกิดรอยแตก (Crack) ภายในชิ้นงานได้น้อยกว่าเมื่อผสมอนุภาคขนาดใหญ่ จึงเป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ชิ้นงานที่ผสมผงอนุภาคขนาด 101 nm แข็งที่สุด

จากการวิเคราะห์และเปรียบเทียบความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงานที่ผลิตขึ้นเอง กับวัสดุชนิดอื่นทั้งที่เป็นวัสดุแบบ MMC ที่มีอะลูมิเนียมเป็นเนื้อเหมือนกันแต่ผสมสารตัวอื่นและวัสดุกลุ่มเหล็ก โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนหน่วยความแข็งจากหน่วย HV ไปเป็นหน่วย GPa ซึ่งเป็นหน่วยในระบบ SI ตามมาตรฐานสากล ด้วยสมการการแปลงค่าที่ 3.12 และค่าความแข็งบริเวณ MMC ของชิ้นงาน ที่ผลิตขึ้นเองแสดงในตารางที่ 3.7 ซึ่งจะมีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 2.368-7.299 GPa และโดยสมบัติพื้นฐานของผง TiB<sub>2</sub> นั้นจะมีค่าความแข็ง 25 GPa (N. Chaichana et al., 2008)

$$\text{Hardness (HV)} \times 9.807 = \text{Hardness (MPa)} \quad (3.12)$$

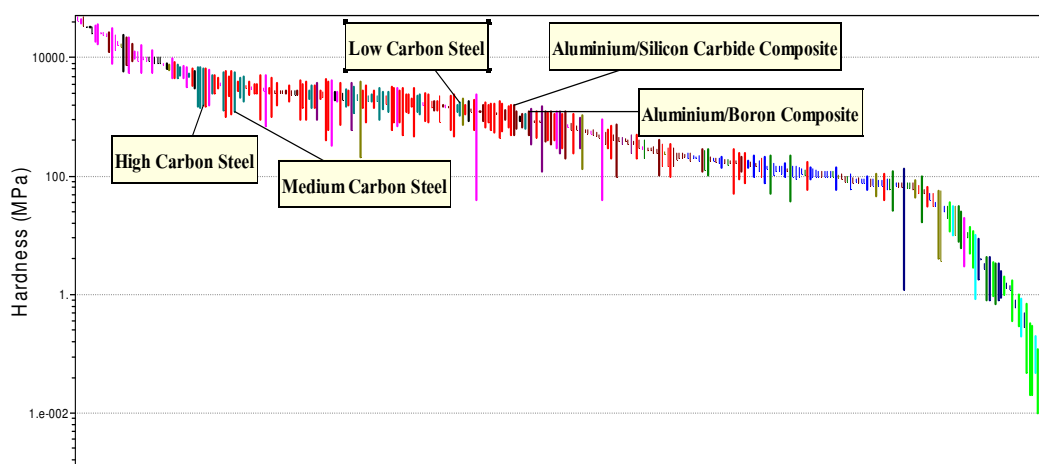
(<http://www.gordonengland.co.uk/hardness/hvconv.htm>, สืบค้นเมื่อ 21 มีนาคม 2551)



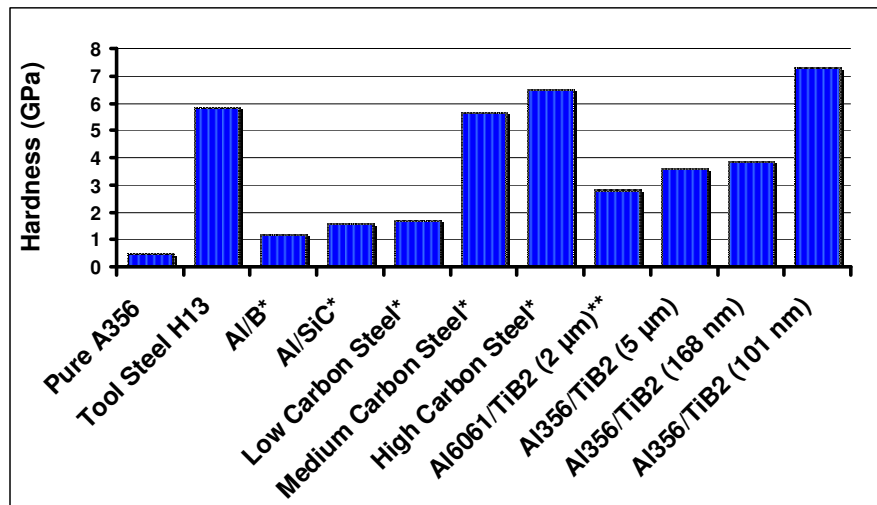
ตารางที่ 3.7 แสดงความแข็งชั้นงาน MMC ที่ผลิตเอง

TiB <sub>2</sub> Size	5 $\mu$ m		168 nm		101 nm	
Hardness	HV	GPa	HV	GPa	HV	GPa
Pressure (psi)						
1000	368.7	3.616	395.4	3.878	744.3	7.299
1500	292.8	2.872	355.8	3.490	271.6	2.664
2000	309	3.031	241.4	2.368	298.1	2.923

จากการวิเคราะห์ความแข็งของวัสดุชนิดอื่นซึ่งสามารถแสดงดังรูปที่ 3.34 และรูปที่ 3.35 ทั้งที่เป็นวัสดุผสม (MMC) ที่มีอะลูมิเนียมเป็นเนื้อและมีการเติมสารตัวเติมโบรอน (B) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และผงไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB<sub>2</sub>) วัสดุกลุ่มเหล็ก ประกอบด้วย เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ (Low carbon steel) เหล็กกล้าคาร์บอนปานกลาง (Medium carbon steel) และเหล็กกล้าคาร์บอนสูง (High carbon steel) รวมถึงเหล็กเครื่องมือ (Tool steel) โดยอาศัยโปรแกรม Cambridge Engineering Selector Version 3.0 และการอ้างอิงจากงานวิจัยอื่น (Zhao M. et al., 2003) พบว่าวัสดุผสมที่ทำการผลิตขึ้นเอง ที่เติมผงไทเทเนียมไดโบไรด์ที่มีขนาดอนุภาค 5  $\mu$ m 168 nm และ 101 nm จะมีความแข็งสูงกว่าเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำและวัสดุผสมที่มีการเติมโบรอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ และผงไทเทเนียมไดโบไรด์ที่มีขนาดอนุภาค 2  $\mu$ m อีกทั้งวัสดุผสมที่เติมผงไทเทเนียมไดโบไรด์ขนาด 101 nm นั้นจะมีความแข็งสูงกว่าเหล็กกล้าคาร์บอนปานกลางและเหล็กกล้าคาร์บอนสูง รวมถึงเหล็กเครื่องมือ H13



รูปที่ 3.34 แสดงความแข็งของวัสดุโดยการใช้โปรแกรม Cambridge Engineering Selector V. 3.0



รูปที่ 3.35 กราฟแสดงการเปรียบเทียบความแข็งของวัสดุชนิดต่างๆ

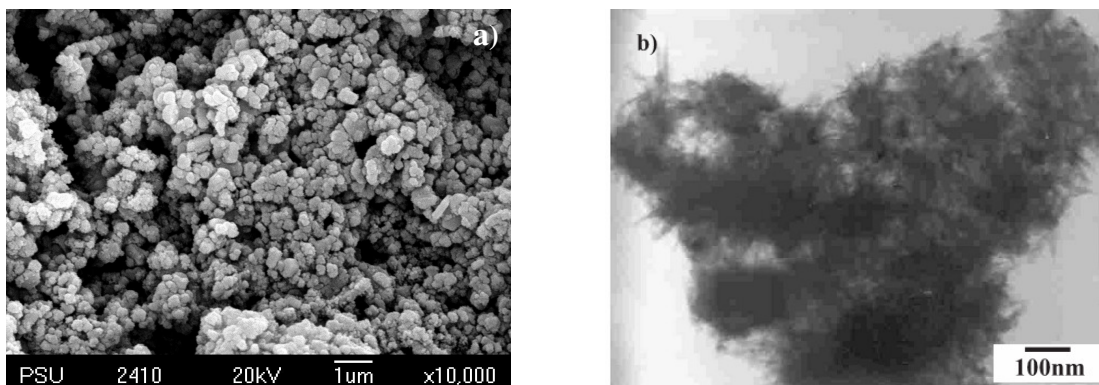
หมายเหตุ จากรูปที่ 3.35 ที่มาของข้อมูลเมื่อใช้สัญลักษณ์ \* \*\* นั้นคือ

\* อ้างอิงจาก โปรแกรม Cambridge Engineering Selector V. 3.0

\*\* อ้างอิงจาก Zhao M. et al., (2004)

จากผลการวิจัยในครั้งนี้ทั้งในส่วนของการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดโบไรด์ระดับนาโนและการหล่อผสมระหว่างอะลูมิเนียมและผงไทเทเนียมไดโบไรด์ระดับนาโนนั้น เมื่อทำการเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นที่ใช้อ้างอิงในครั้งนี้ พบว่ามีผลการวิจัยที่เป็นไปในทางเดียวกัน โดยเฉพาะงานวิจัยของ A.K Khanra et al., (2004) ซึ่งเป็นงานวิจัยที่ได้ทำการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยวิธี SHS และมีการเติมสารตัวเติมเกลือเช่นเดียวกัน แต่พบว่างานวิจัยของข้าพเจ้าในครั้งนี้มีความแตกต่างจากงานวิจัยของ A.K Khanra นั้นคือ ผง  $TiB_2$  ที่ A.K Khanra ทำการสังเคราะห์ขึ้นมีการรวมตัวกันจนทำให้ขนาดอนุภาค (Particle size) อยู่ในระดับไมโครเมตร แต่วิเคราะห์ขนาดผลึก (Crystal size) มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรที่มีการเกาะตัวกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.36 (b) อีกทั้งต้องทำการเผาสารตัวอย่างโดยใช้เตาเผาภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอนก่อนที่จะใช้วิธี SHS สังเคราะห์สารต่อไป ซึ่งทำให้ระยะเวลาในการเติบโตของเกรนผง  $TiB_2$  ยาวนานขึ้นส่งผลให้ผงมีขนาดใหญ่และสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการใช้เตาเผาเพิ่มขึ้น ซึ่งงานวิจัยของข้าพเจ้ามีข้อดีกว่าตรงที่สามารถทำการสังเคราะห์สารด้วยวิธี SHS ที่อุณหภูมิห้องได้เลย ไม่ต้องเผาสารตัวอย่าง อีกทั้งอนุภาคผงเกิดการรวมตัวกันน้อยมากจนทำให้ได้อนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร และในส่วนของการหล่อผสมกับอะลูมิเนียมด้วยวิธีหล่อโลหะแบบอัดนั้น ก็ส่งผลให้ความแข็งของ

ชิ้นงานที่ทำการผสมผง  $TiB_2$  ขนาดเล็ก ( 5  $\mu m$ , 168 nm, 101 nm) สูงกว่าเมื่อผสมผง  $TiB_2$  ขนาด 2  $\mu m$  ซึ่งเป็นงานวิจัยของ Zhao M. et al., (2004)



รูปที่ 3.36 (a) ภาพถ่าย SEM แสดงอนุภาคผง  $TiB_2$  (b) ภาพถ่าย TEM แสดงผลึกผง  $TiB_2$  จากงานวิจัยของ A.K Khanra