

## บทที่ 2

### วิธีการทดลอง

การวิจัยในครั้งนี้ได้แบ่งขั้นตอนการทดลองเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ คือ

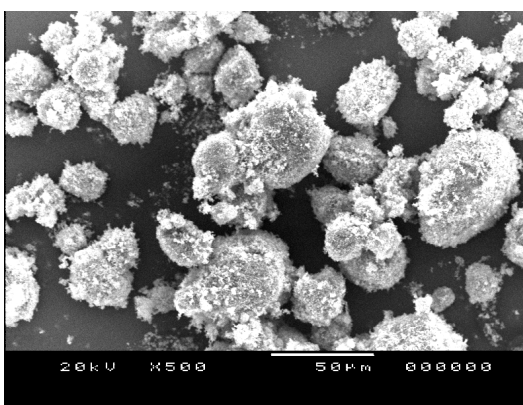
1. สารเคมีและอุปกรณ์
2. วิธีการดำเนินการทดลอง

ซึ่งแต่ละขั้นตอนยังคงมีรายละเอียดต่างๆ ดังนี้

#### 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

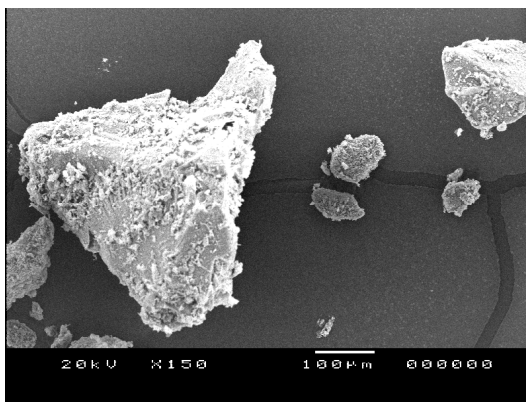
##### 2.1.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้ มีทั้งหมด 6 ชนิด นั่นคือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Mg}$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{TiB}_2$  และอะลูมิเนียมเกรด A356 มีลักษณะเป็นผง ยกเว้นอะลูมิเนียมเกรด A356 ที่มีลักษณะเป็นแท่ง (Ingot) และซื้อมาจากบริษัทต่างๆ ตามที่แสดงไว้ในรูปที่ 2.1 ถึงรูปที่ 2.6 และก่อนการนำไปใช้ในการทดลองนั้น ได้ทำการตรวจวัดขนาดอนุภาคผงสารเคมีแต่ละชนิดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (LPSA) และตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง SEM

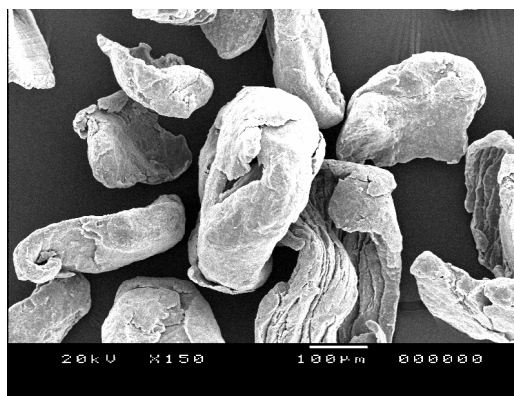


รูปที่ 2.1 แสดง ผง  $\text{TiO}_2$  ความบริสุทธิ์ 79.90% ขนาดอนุภาค 36.71  $\mu\text{m}$

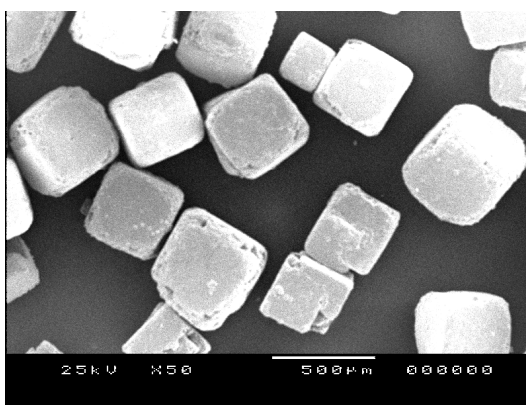
บริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals Limited



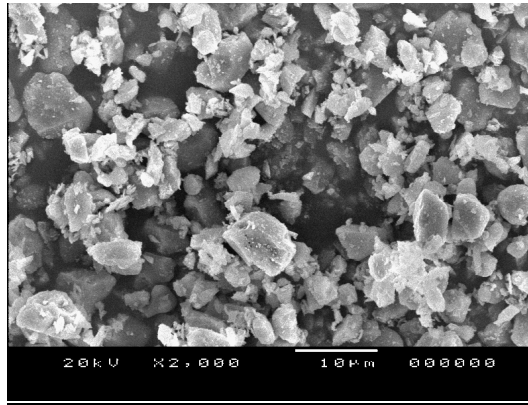
รูปที่ 2.2 แสดงผง  $B_2O_3$  ความบริสุทธิ์ 99.00% ขนาดอนุภาค 1017  $\mu m$   
บริษัท Aldrich Chemical Company, Inc.



รูปที่ 2.3 แสดงผง Mg ความบริสุทธิ์ 99.00% ขนาดอนุภาค 267  $\mu m$  บริษัท Riedel-deHaen



รูปที่ 2.4 แสดงผง NaCl ความบริสุทธิ์ 99.00% ขนาดอนุภาค 483.3  $\mu m$   
บริษัท Lab-Scan Analytical Sciences



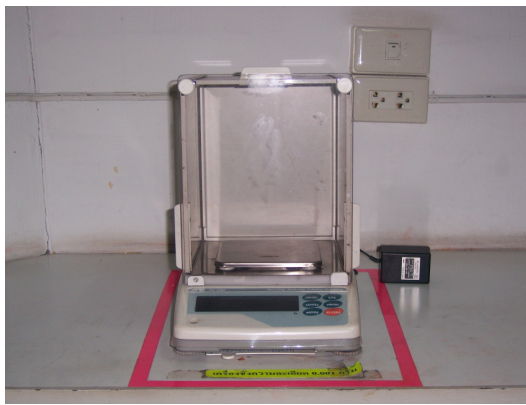
รูปที่ 2.5 แสดงผง TiB<sub>2</sub> ขนาดอนุภาค 4.761 μm บริษัท Aldrich



รูปที่ 2.6 แสดงภาพถ่ายแท่งอะลูมิเนียมเกรด A356

### 2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงตัวอย่าง TiB<sub>2</sub>

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงตัวอย่าง TiB<sub>2</sub> ทั้งในส่วนของการสังเคราะห์และการชะละลาย แสดงในรูปที่ 2.7 ถึงรูปที่ 2.11 โดยทำการบดผสมสารตั้งต้นด้วย Planetary ball mill แล้วทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Thermo press ก่อนนำไปทำการสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS ทำการชะละลายผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์และกรองสารละลายที่ไม่ต้องการออกนำไปอบให้แห้งก็จะได้ผงตัวอย่าง TiB<sub>2</sub> ตามต้องการ



รูปที่ 2.7 เครื่องชั่งสาร 3 ตำแหน่ง ยี่ห้อ AND รุ่น GF-300



รูปที่ 2.8 เครื่องบด Planetary ball mill ยี่ห้อ Retsch รุ่น PM 100/200



รูปที่ 2.9 เครื่องอัดสาร Thermo press ยี่ห้อ Jean Wirtz รุ่น Thermo press M



รูปที่ 2.10 เครื่องปฏิกรณ์ SHS



รูปที่ 2.11 กระดาษกรอง เบอร์ 5 ยี่ห้อ What man

### 2.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผงตัวอย่างทั้งก่อนและหลังการสังเคราะห์ แสดงดังรูปที่ 2.12 ถึงรูปที่ 2.15 ซึ่งโดยหลักๆ แล้วจะประกอบไปด้วยเครื่องวิเคราะห์สารประกอบ (XRD) เครื่องวัดขนาดอนุภาค (LPSA) เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค (SEM) และเครื่องวัดพื้นที่ผิวของอนุภาคผงตัวอย่าง (BET)



รูปที่ 2.12 X-ray Diffractometer (XRD) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น X'Pert MP



รูปที่ 2.13 Laser Particle Size Analyzer (LPSA) ยี่ห้อ COULTER รุ่น LS 230



รูปที่ 2.14 Scanning Electro Microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV



รูปที่ 2.15 Brunauer-Emmett-Teller (BET) รุ่น SA3100

## 2.2 วิธีดำเนินการทดลอง

### 2.2.1 การเตรียมผงตัวอย่างสำหรับการสังเคราะห์ผง $TiB_2$

#### 2.2.1.1 ผลกระทบของความดันภายในเตาปฏิกรณ์ SHS

1. ใช้สารตั้งต้น 3 ชนิด คือ  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และ Mg ในอัตราเชิงโมล 1:1:5 (น้ำหนักแสดงในตาราง ก.1 ภาคผนวก ก)
2. บดผสมสารตั้งต้นระหว่างผง  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และ Mg โดยใช้ Planetary ball mill 15 นาที
3. นำผงที่ผ่านการบดมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Thermo press
4. นำไปสังเคราะห์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ SHS ที่ความดันภายในเตาปฏิกรณ์ 5 ค่า คือ 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 MPa

#### 2.2.1.2 ผลกระทบของเวลาบดผสมสารตั้งต้น (Milling Time)

1. ใช้สารตั้งต้น 3 ชนิด คือ  $TiO_2$ ,  $B_2O_3$  และ Mg ในอัตราเชิงโมล 1:1:5 (น้ำหนักแสดงในตาราง ก.1 ภาคผนวก ก)
2. บดผสมสารตั้งต้นระหว่างผง  $TiO_2$  กับ  $B_2O_3$  โดยใช้ Planetary ball mill ที่เวลา 0, 15, 30, 45, 60, 120, 180, 240 และ 300 นาที หลังจากนั้นบดผสม Mg ภายหลังเป็นเวลา 15 นาที
3. นำผงที่ผ่านการบดแต่ละเวลาการบดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Thermo press
4. นำไปสังเคราะห์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ SHS

### 2.2.1.3 ผลกระทบของความดันอัดขึ้นงาน

1. ใช้ผงสารตั้งต้น 3 ชนิด คือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  และ Mg ในอัตราเชิงโมล 1:1:5 (น้ำหนักแสดงในตาราง ก.1 ภาคผนวก ก)
2. บดผสมสารตั้งต้นทั้ง 3 ชนิด โดยใช้ Planetary ball mill เป็นเวลา 15 นาที
3. นำผงที่ผ่านการบดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วย Thermo press โดยใช้ความดัน 500 1000 1500 และ 2000 psi ต่อตัวอย่าง
4. นำไปสังเคราะห์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ SHS

### 2.2.1.4 ผลกระทบของการเติมสารตัวเติม NaCl

1. ใช้สารตั้งต้น 4 ชนิด คือ  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , Mg และ NaCl ในอัตราเชิงโมล 1:1:5:n; n=0 0.5 1.0 1.5 2.0 และ 2.4 ตามลำดับ (น้ำหนักแสดงในตารางที่ 1 ในภาคผนวก)
2. บดผสมสารตั้งต้นทั้ง 4 ชนิดโดยใช้ Planetary ball mill เป็นเวลา 15 นาที
3. นำผงที่ผ่านการบดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วย Thermo press
4. นำไปสังเคราะห์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ SHS

## 2.2.2 การชะละลาย (leaching) ผง $\text{TiB}_2$ -MgO

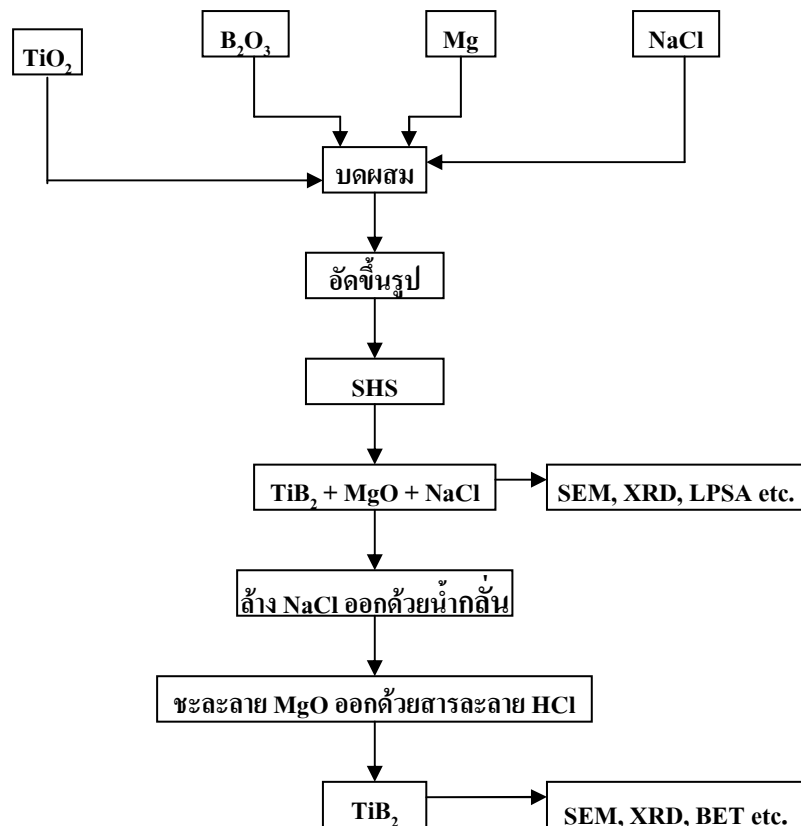
1. ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 37% กัดผงที่ผ่านการสังเคราะห์แล้ว ในอัตราส่วน HCl: ผงตัวอย่าง เป็น 5 ml: 1g ทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง
2. รินสารละลายกรดไฮโดรคลอริกออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
3. แช่ผงตัวอย่างที่ผ่านการล้างกรดในสารละลายเอทานอลเป็นเวลา 3 ชั่วโมงต่อตัวอย่าง
4. รินสารละลายเอทานอลออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
5. กรองของเหลวออกแล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ  $70^\circ\text{C}$  จนแห้งสนิท

ลำดับขั้นตอนของการเตรียมผงตัวอย่าง  $\text{TiB}_2$  แสดงดังรูปที่ 2.16 และรูปที่ 2.17 โดยทำการบดผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วนำผงที่ผ่านการบดผสมแล้วอัดขึ้นรูป นำไปสังเคราะห์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ SHS ซึ่งใช้ขดลวดทั้งสแตนเลสจากหลอดไฟฟ้าแบบกลมเป็นขนวนจุดระเบิดให้กับขึ้นงาน ขดลวดทั้งสแตนเลสจะคายความร้อนประมาณ  $3000^\circ\text{C}$  ซึ่งสูงพอที่จะจุดระเบิดให้ขึ้นงานเกิดการเผาไหม้ โดยทำการวางขดลวดให้สัมผัสกับผิวหน้าของขึ้นงานหลังจากนั้นจึงบรรจุขึ้นงานเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ ครอบอากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ออกอย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วบรรจุแก๊สอาร์กอนเข้าไปในเครื่อง เปิดระบบของเครื่อง รอประมาณ 1 นาทีจนขดลวดทั้งสแตนเลสขด จึงนำขึ้นงานที่ผ่าน



การสังเคราะห์เรียบร้อยแล้วออกจากเครื่องปฏิกรณ์ บดชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ให้ละเอียด วิเคราะห์ผงตัวอย่างก่อนที่จะทำการละลาย แล้วจึงทำการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเป็นเวลา 12 ชั่วโมง และเอทานอลอีก 3 ชั่วโมง กรองสารละลายออก อบให้แห้ง วิเคราะห์ผลก็จะได้ผงตัวอย่าง  $TiB_2$  ตามต้องการ

ผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผง  $TiB_2$



รูปที่ 2.16 ผังแสดงขั้นตอนในการสังเคราะห์ผง  $TiB_2$



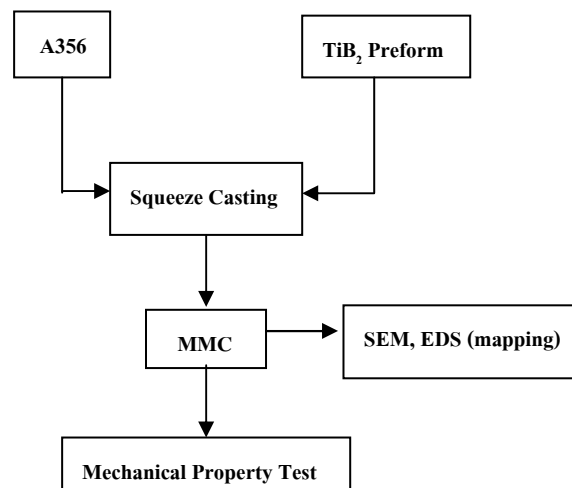
รูปที่ 2.17 แสดงภาพถ่ายขั้นตอนในการสังเคราะห์ผง  $TiB_2$  (a) ชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์ (b) การวางขวดหลอดทั้งสแตน (c) การวางชิ้นงานในเครื่องปฏิกรณ์ SHS (d) ชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ (e) การบดชิ้นงานหลังการสังเคราะห์ (f) การชะละลาย (g) ผงผลิตภัณฑ์  $TiB_2$

### 2.2.3 การหล่อผสม Al-TiB<sub>2</sub>

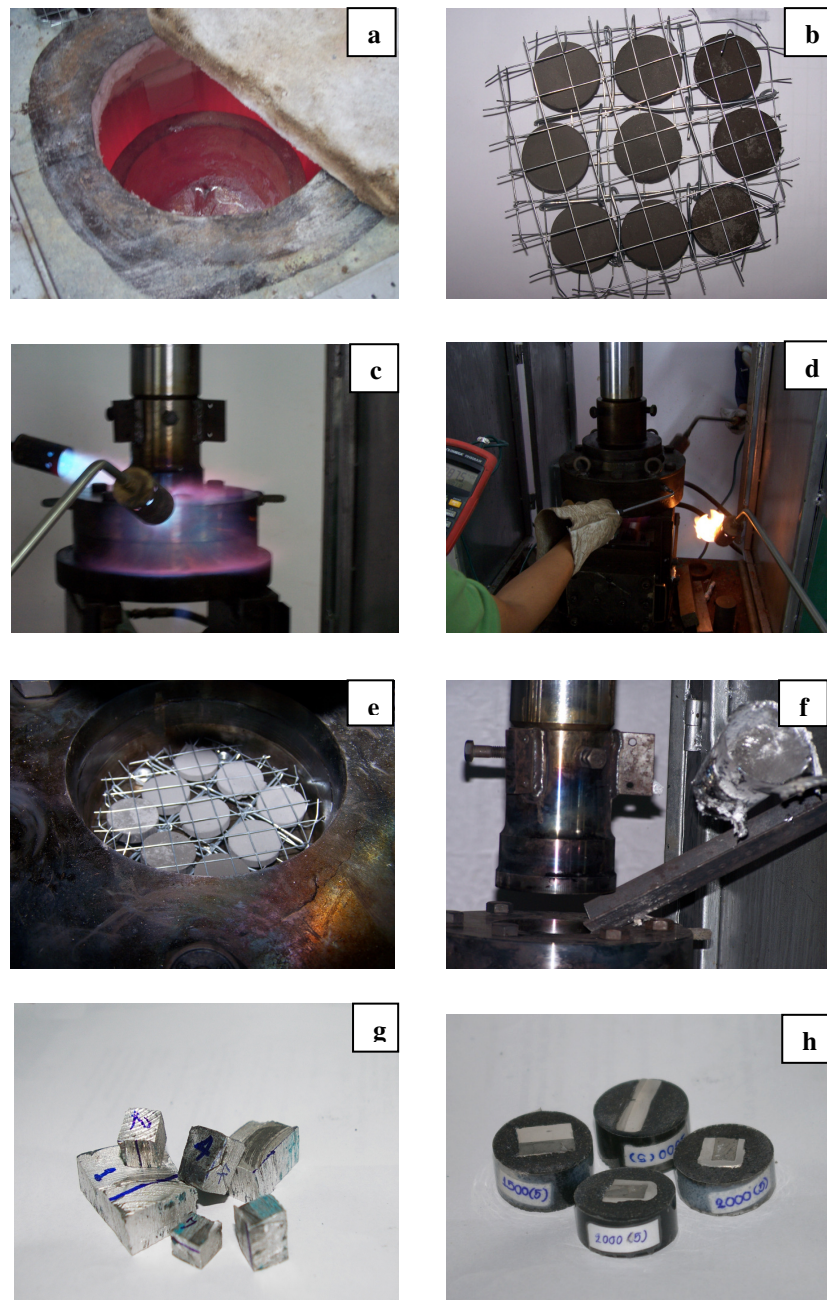
1. ใช้สารตั้งต้น 2 ชนิด คือผง TiB<sub>2</sub> และอะลูมิเนียมเกรด 356 โดยใช้ผง TiB<sub>2</sub> ที่มีขนาดอนุภาคต่างๆ กันคือ 5  $\mu\text{m}$  168 nm และ 101 nm
2. อัดขึ้นรูปชิ้นงานผง TiB<sub>2</sub> ทั้ง 3 ขนาด ที่ความดัน 1000 1500 และ 2000 psi (น้ำหนักแสดงในตาราง ก.2 ภาคผนวก ก)
3. นำชิ้นงานผง TiB<sub>2</sub> ไปทำการหล่อโลหะแบบอัดด้วยแรงกดประมาณ 25,000 kgf

ลำดับขั้นตอนของการหล่อผสมระหว่างอะลูมิเนียมเกรด A356 กับผงตัวอย่าง TiB<sub>2</sub> แสดงดังรูปที่ 2.18 และรูปที่ 2.19 โดยทำการหลอมอะลูมิเนียมเกรด A356 ที่อุณหภูมิ 700°C เตรียม Preform ผง TiB<sub>2</sub> ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.4 มิลลิเมตร บรรจุไว้ในตะแกรงลวดเพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานลอยสู่วิวหน้าน้ำอะลูมิเนียม Pre-heat โม่ลให้มีอุณหภูมิประมาณ 250°C แล้วนำตะแกรงลวดที่บรรจุชิ้นงานเรียบร้อยแล้ววางใน โม่ล ตักน้ำอะลูมิเนียมประมาณ 500 ml อุณหภูมิ 700°C เทลงไปใน โม่ล ใช้ไฮดรอลิกกดแม่พิมพ์ด้วยแรงกดประมาณ 25,000 kgf หรือ 5.1 MPa ค้างไว้ 5 วินาที หลังจากนั้นก็นำชิ้นงานออกมา ตัดแบ่งชิ้นงาน ชัดผิวหน้าและทำการวิเคราะห์ต่อไป

ผังแสดงขั้นตอนการหล่อผสม Al – TiB<sub>2</sub>



รูปที่ 2.18 ผังแสดงขั้นตอนในการหล่อผสม Al-TiB<sub>2</sub>



รูปที่ 2.19 แสดงภาพถ่ายขั้นตอนการหล่อผสม Al-TiB<sub>2</sub> (a) อะลูมิเนียมเหลว (b) ชิ้นงาน Preform TiB<sub>2</sub> (c) การอุ่น โมล (d) การวัดอุณหภูมิโมล (e) การวาง Preform TiB<sub>2</sub> ในโมล (f) การเทน้ำอะลูมิเนียม (g) การตัดแบ่งชิ้นงาน (h) ชิ้นงานผ่านการขัดผิวหน้า