

ผลการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของ
อลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิต

EFFECTS OF AlN ADDITION ON MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES
OF ALUMINUM TITANATE COMPOSITE



นิสาชล เล่าหกิจ

NISACHON LAOHAKIT

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2567

KMITL-2024-EN-M-217-202

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

EFFECTS OF AlN ADDITION ON MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES
OF ALUMINUM TITANATE COMPOSITE



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF ENGINEERING IN INDUSTRIAL ENGINEERING
SCHOOL OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2024
KMITL-2024-EN-M-217-202

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2024

SCHOOL OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิต
ชื่อนักศึกษา	นิสาชล เลาทกิจ
รหัสประจำตัว	62601114
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ
พ.ศ.	2567
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.พชรพล ตันตวิรุฬห์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนต (Al_2TiO_5) โดยสารตั้งต้นหลักได้แก่อลูมินา (Al_2O_3) และไททาเนีย (TiO_2) ในอัตราส่วน 1:1 โดยจำนวนโมล และเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ในปริมาณต่างๆ ได้แก่ 5 10 15 20 และ 25 mol% และฝังกลบด้วยโบรอนไนไตรด์หกเหลี่ยม (h-BN) ตัวอย่างถูกเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นตรวจสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่ ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ เคมี หรือการเปลี่ยนแปลงเฟส ด้วยเทคนิค DSC วิเคราะห์ชนิดสารประกอบโดยเทคนิค XRD ความหนาแน่นและความพรุนโดยวิธี Archimedes หาเปอร์เซ็นต์การหดตัวของเส้นของวัสดุ (Average Linear Shrinkage) ศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดย SEM การตรวจสอบองค์ประกอบธาตุด้วย SEM-EDS ทดสอบความทนต่อแรงดัดงอด้วยวิธี 3-Point Bending ทดสอบความแข็งด้วยวิธี Vickers Hardness Testing และตรวจสอบค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE โดย Dilatometer จากการศึกษา XRD พบว่าเฟสในตัวอย่างหลังเผาประกอบไปด้วย Al_2TiO_5 และ Al_2O_3 เป็นหลัก นอกจากนั้นมีการเกิดขึ้นของเฟสอลูมิเนียมโบเรต ($Al_{18}B_4O_{33}$) ในตัวอย่างที่เติม AlN 0-10 mol% และพบการเกิดเฟสไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) ในตัวอย่างที่เติม AlN 10-25 mol% และเมื่อวิเคราะห์ผล DSC พบว่าเกิด TiN ที่ช่วงอุณหภูมิ 800 - 1000 องศาเซลเซียส และเกิด AT ที่ช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 1291 - 1339 องศาเซลเซียส อีกทั้งในตัวอย่างที่เติม AlN 25 mol% มีเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นสูงสุดถึง 19.11%, มีค่าความหนาแน่นสูงสุด 3.95 g/cm³ และค่าความพรุนต่ำสุด 0.74% นอกจากนี้ยังมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้นโดยมีค่าความต้านทานการดัดงอ 329.9 MPa และความแข็ง 17.3 GPa ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคที่พบว่าเมื่อเติม AlN มากขึ้นขนาดของเกรนของอลูมิเนียมไททาเนตมีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัด และมีโครงสร้างที่สม่ำเสมอปราศจากรูพรุน แต่เนื่องจากการเกิดขึ้นของ TiN และ Al_2O_3 ซึ่งมีค่า CTE ที่ค่อนข้างสูงจึงทำให้ชิ้นงานที่มีการเติม AlN 25 mol% มีค่า CTE $9.58 \times 10^{-6} K^{-1}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Effects of AlN Addition on Mechanical and Thermal Properties of Aluminum Titanate Composite
Student Name	Nisachon Laohakit
Student ID	62601114
Degree	Master of Engineering
Program	Industrial Engineering
Year	2564
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Phacharaphon Tunthawiroon

Abstract

This research investigates the effects of incorporating aluminum nitride (AlN) on the mechanical and thermal properties of aluminum titanate (Al_2TiO_5). The primary precursors, alumina (Al_2O_3) and titania (TiO_2), were mixed in a 1:1 molar ratio. Varying amounts of aluminum nitride (AlN) (5, 10, 15, 20, and 25 mol%) were then added to the powder using boron nitride powder as an embedded powder. The samples were sintered at 1500 °C for 4 hours and examined for properties, including physical chemical or phase changes using DSC techniques, phase composition (XRD), density and porosity by Archimedes method, percentage of linear shrinkage, microstructure (SEM), bending strength (3-point bending), hardness (Vickers), and thermal expansion coefficient (CTE; dilatometer). XRD analysis revealed that the post-sintering phase consisted mainly of Al_2TiO_5 and Al_2O_3 . Samples with 0-10 mol% AlN exhibited an aluminum borate phase ($\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$), while those with 15-25 mol% AlN showed the formation of a titanium nitride (TiN) phase. The DSC examination results found that TiN was formed at a temperature range of 800 - 1000 °C, and Al_2TiO_5 was formed at a temperature range between 1291 - 1339 °C. The addition of 25 mol% showed the highest linear shrinkage percentage of 19.11%, the highest density of 3.95 g/cm³, and the lowest porosity of 0.74%. This composition also exhibited superior mechanical properties, with a flexural strength of 329.9 MPa and a hardness of 17.3 GPa. Microstructural analysis indicated that increasing AlN content resulted in a significant reduction in the grain size of aluminum titanate, accompanied by a uniform structure. However, due to the presence of TiN and Al_2O_3 , which have relatively high CTE values, the addition of 25 mol% AlN resulted in a CTE value of $9.58 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เรื่อง ผลการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ต่อคุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางความร้อนของอลูมิเนียมไททานีเดียมฉบับนี้ สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีจากความกรุณาจากอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.พชรพล ตันชวีรุฬห์ และ ผศ.ดร.เมตยา กิติวรรณ ที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำชี้แนะ ช่วยแก้ปัญหาตลอดจนให้ความรู้ และถ่ายทอดประสบการณ์ที่ดีแก่ข้าพเจ้า

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ในการปฏิบัติงาน ที่คอยช่วยเหลือและแนะนำการเข้าห้องปฏิบัติการทุกครั้ง วิทยานิพนธ์นี้ไม่สามารถสำเร็จได้ หากปราศจากความช่วยเหลือจากทุกคน

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ นักศึกษาสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกคน ที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาแลกเปลี่ยน ความคิดเห็น และให้กำลังใจระหว่างการทำวิทยานิพนธ์

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณครอบครัว เลขาหกิจ ที่ช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา คอยสนับสนุน เป็นกำลังใจ และช่วยผลักดันให้ทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วง และหวังเป็นอย่างยิ่งว่าเนื้อหาความรู้จาก วิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่ผู้อ่านไม่มากก็น้อย

นิสาชล เลขาหกิจ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VII
สารบัญรูปภาพ	VIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 สมมติฐานของการศึกษา	2
1.4 ขอบเขตงานวิจัย	2
1.5 วิธีการดำเนินงาน	3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	4
2.1.1 Aluminum Oxide (Al_2O_3)	4
2.1.2 Titanium Dioxide (TiO_2)	4
2.1.3 Aluminum Nitride (AlN)	5
2.1.4 Magnesium Oxide (MgO)	6
2.1.5 Aluminum Titanate (Al_2TiO_5)	7
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	9
2.2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ และคุณสมบัติของ อลูมิเนียมไททาเนต	9
2.2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการพัฒนาสมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกลของ AT	12
2.2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเติมสารประกอบไนไตรด์ ต่ออลูมิเนียมไททาเนต.....	23

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	27
3.1 สารตั้งต้น และอุปกรณ์ในการทดลอง	27
3.1.1 สารตั้งต้น	27
3.1.2 อุปกรณ์สำหรับการทดลอง	28
3.2 ขั้นตอนการทำวิจัย	29
3.2.1 อัตราส่วนของสารตั้งต้น	29
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง	29
3.3 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่าง	32
3.3.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อน ด้วยเทคนิค DSC	33
3.3.2 การวิเคราะห์ชนิดสารประกอบในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD	34
3.3.3 การตรวจสอบความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน โดยวิธี Archimedes	35
3.3.4 การหาเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของวัสดุ (Average Linear Shrinkage)	36
3.3.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM	37
3.3.6 การตรวจสอบองค์ประกอบธาตุด้วย SEM-EDS	38
3.3.7 ทดสอบความสามารถในการต้านทานแรงดัดงอของวัสดุ (3-Point Bending Test)	38
3.3.8 การทดสอบความแข็งแรง (Vickers Hardness)	40
3.3.9 การหาค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE (Dilatometer)	41
บทที่ 4 ผลการทดลอง	43
4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC	43
4.2 การวิเคราะห์ชนิดสารประกอบในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD	45
4.3 การวิเคราะห์ความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน โดยวิธี Archimedes	47
4.4 การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของวัสดุ (Average Linear Shrinkage)	49
4.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDS)	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้ท่านไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.6 การทดสอบสมบัติเชิงกล Flexural Strength และ Vickers Hardness	53
4.7 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Coefficient of Thermal Expansion; CTE)	54
4.8 วิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของตัวอย่าง AT Composite	55
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	57
5.1 สรุปผลการทดลอง	57
5.2 ข้อเสนอแนะ	58
เอกสารอ้างอิง	59
ภาคผนวก	64
ภาคผนวก ก. บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์	65
ประวัติผู้เขียน	72

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 คุณสมบัติทางกายภาพของ AT	8
2.2 ส่วนผสมของสารตั้งต้น Alumina – Titania	9
2.3 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (wt%)	13
2.4 ส่วนผสมของสารเติม (Mol%)	16
2.5 ส่วนผสมของสารเติม (Mol%)	17
2.6 ส่วนผสมของสารเติม (wt%)	20
2.7 ค่า Apparent Density ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส	21
2.8 องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส.....	22
2.9 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (wt%)	23
2.10 คุณสมบัติของ AT ที่มีการเติมสารประกอบ Non-Oxide	23
2.11 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (mol%)	24
3.1 สมบัติพื้นฐานของสารตั้งต้น	27
3.2 อุปกรณ์สำหรับการทดลอง	28
3.3 อัตราส่วนสารตั้งต้นในการทำวิจัย	29
3.4 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ผล	32
3.5 พารามิเตอร์สำหรับการวิเคราะห์เฟสการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	35
4.1 ผลของการเติม AlN ใน AT ที่มีต่อความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน	47
4.2 ผล EDS แสดงปริมาณธาตุที่มีอยู่ในเฟสต่างๆ ของชิ้นงาน ATN10, ATN15, ATN20 และ ATN25	52
4.3 คุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของตัวอย่าง AT Composite	55
4.4 คุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนต กับอลูมิเนียมไททาเนตที่มีการ เติมสารประกอบ Oxide และ Non-Oxide ในงานวิจัยที่เกี่ยวข้องหัวข้อที่ 2.2 และ ตัวอย่าง ATN25	56
4.5 คุณสมบัติวัสดุเชรามิกที่นำไปใช้งานวัสดุกรองเขม่าไอเสียในเครื่องยนต์ดีเซล (Diesel Particulate Filter; DPF) กับตัวอย่าง ATN25.....	56

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างผลึกของ Al_2O_3	4
2.2 โครงสร้างผลึกของ TiO_2 ; (a) Rutile, (b) Anatase และ (c) Brookite	5
2.3 โครงสร้างผลึกของ AlN	6
2.4 โครงสร้างผลึก MgO	6
2.5 โครงสร้างผลึกของ AT	7
2.6 Phase Diagram ของ Al_2O_3 - TiO_2	7
2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นรวมของตัวอย่าง AT ทั้ง 4 สูตร กับอุณหภูมิเผาผลาญ	10
2.8 ภาพ SEM ที่ Sintering ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ของตัวอย่าง AT ทั้ง 4 สูตร.....	10
2.9 BSE-SEM โครงสร้างจุลภาคของ (a) AT-Sinter และ (b) AT-Sinter ที่ถูกให้ความร้อนที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมง	11
2.10 กราฟ XRD ของ (a) AT- Sinter ที่ถูกทำให้สลายตัว โดย C คือ Corundum และ R คือ Rutile และ (b) เฟสของ AT-Self Healing โดย AT คือ Aluminum Titanate	12
2.11 ความสัมพันธ์ระหว่าง DSC กับอุณหภูมิ ของตัวอย่าง C_0 C_3 และ C_5	13
2.12 กราฟ XRD ของ C_0 C_3 และ C_5 ที่การเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส	14
2.13 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของ (a) C_0 , (b) C_3 และ (c) C_5	14
2.14 (a)-(b) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_0 ที่กำลังขยายต่ำและกำลังขยาย สูง (c)-(d) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_3 ที่กำลังขยายต่ำและกำลัง ขยายสูง และ (e)-(f) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_5 ที่กำลังขยายต่ำ และกำลังขยายสูง	15
2.15 ความสัมพันธ์ของ DTA กับอุณหภูมิตั้งแต่ 1200 ถึง 1400 องศาเซลเซียส	16
2.16 ภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส (a) ATP (b) AT25S, (c) AT50S, (d) AT100S, (e) AT25M, (f) AT50M และ (g) AT100M. .	17
2.17 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส	18
2.18 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส	18
2.19 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส	19
2.20 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส	19
2.21 ภาพ BSE-SEM ของชิ้นงาน (a) AT ที่ไม่เติม Fe_2O_3 และ AT ที่เติม Fe_2O_3 ในปริมาณ (b) 2.5 (c) 5 (d) 7.5 และ (e) 10 wt% ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส	20

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.22 ผล DSC (a) AT, AT 4M และ AT 4M 4S และ (b) AT, AT 18MT, AT 18MT 4S ..	21
2.23 ภาพ SEM ของตัวอย่าง a) AT, b) AT 4M, c) AT 4M 4S, d) AT 18MT และ e) AT 18MT 4S สั้งเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส	22
2.24 แสดง XRD ของ AT ที่เติมสารประกอบ Non-Oxide โดย X คือ β -Al ₂ TiO ₃ ● คือ Mullite ▲ คือ TiC ■ คือ TiN	24
2.25 แสดง XRD ของ AT/ATN Composites	25
2.26 แสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน AT/ATN Composites	26
3.1 แผนภาพการดำเนินงานวิจัย	30
3.2 ลูบด Zirconia สำหรับกระบวนการผสมแบบ Ball-Milling	31
3.3 การกรองผ่านตะแกรงขนาด 200 mesh (74 microns)	31
3.4 (a) แม่พิมพ์ (b) เครื่อง Hydraulic Press Machine.....	31
3.5 เตาอบแบบท่อ (Tube Furnace)	32
3.6 แผนผังเครื่อง DSC	33
3.7 เครื่อง DSC (DSC 204 F1 Phoenix, NETZSCH)	34
3.8 แผนภาพองค์ประกอบเครื่อง X-ray Diffraction	34
3.9 เครื่อง XRD (Miniflex600, Rigaku)	35
3.10 Scanning Electron Microscopy (Apreo 2 SEM, Thermofisher)	37
3.11 Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS; Hitashi SU8230 / Horiba)	38
3.12 Universal Testing Machine. (No. 8872, Instron)	39
3.13 แผนผังของเครื่องทดสอบ 3-Point Flexural Strength	40
3.14 แผนผังการทำงานของ Vickers Hardness และการวัดเส้นทแยงมุมของรอยกด	41
3.15 Vickers hardness testing machine (HM-113, Akashi Corporation)	41
3.16 Dilatometer (DIL 402 PC, NETZSCH)	42
4.1 ผลการทดสอบ DSC ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิต	44
4.2 ผลการทดสอบ DSC ช่วงอุณหภูมิ 1200–1400 องศาเซลเซียส ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิต	45
4.3 ผลการทดสอบ XRD ของตัวอย่างที่เติม และไม่เติม AlN ที่เผา ที่อุณหภูมิ 1500 องศา เซลเซียส	46
4.4 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AlN ที่มีต่อ Lattice Parameter ของ AT.....	47

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AIN ที่มีต่อความหนาแน่น และ%รูพรุน ของชิ้นงาน AT Composite	48
4.6 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AIN ที่มีต่อค่าเปอเซนต์การหด และความหนาแน่นของชิ้นงาน AT/AT Composite	49
4.7 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน AT Composite ที่กำลังขยาย 800 เท่า	50
4.8 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน AT Composite ที่กำลังขยาย 2000 เท่า	51
4.9 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน ATN10, ATN15, ATN20 และ ATN25 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS	52
4.10 แสดงผลของปริมาณ AIN ต่อความต้านทานแรงดัดงอ และความแข็งแรงของวัสดุ AT	54
4.11 ผลของ AIN ต่อค่า CTE ของ AT Composite	55

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

อลูมิเนียมไททาเนต (Al_2TiO_5) หรือ AT เป็นเซรามิกส์ที่มีศักยภาพในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนต่ำ และความต้านทานการกัดกร่อนสูง ค่าการขยายตัวทางความร้อนที่ต่ำของ AT อยู่ในช่วง $1-1.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ มีการนำความร้อนที่ต่ำ อยู่ในช่วง $0.9-1.5 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ และมีจุดหลอมเหลวสูงถึง 1860 ± 10 องศาเซลเซียส AT จึงเป็นวัสดุที่เหมาะสมในการใช้งานที่อุณหภูมิสูงและมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน ในปัจจุบันอลูมิเนียมไททาเนตได้ถูกนำไปใช้ในหลายสาขาอุตสาหกรรม เช่น ใช้เป็นวัสดุกรองเขม่าไอเสียในเครื่องยนต์ดีเซล (Diesel Particulate Filter; DPF) และเข้าหลอมในอุตสาหกรรมการหลอมโลหะ เป็นต้น แต่อย่างไรก็ตาม อลูมิเนียมไททาเนตนั้นมีโครงสร้างผลึก (Crystal Structure) เป็นโครงสร้างแบบ ซูโดบรูคไท์ (Pseudo-Brookite) และมีสมบัติการขยายตัวแบบ Anisotropy ที่ค่อนข้างสูงเป็นผลให้เกิดการแตกร้าวระดับจุลภาคที่รุนแรงซึ่งนำไปสู่คุณสมบัติเชิงกลที่แย่ง [1] และนอกจากนี้อลูมิเนียมไททาเนตยังมีการสลายแบบ Eutectoid ทำให้กลายเป็นออกไซด์ตั้งต้นคือ Al_2O_3 และ TiO_2 ในช่วงที่อุณหภูมิระหว่าง 750 ถึง 1280 องศาเซลเซียส ซึ่งนำไปสู่ความไม่เสถียรของอลูมิเนียมไททาเนต [2] ดังนั้นความแข็งแรงและปัญหาการสลายตัวของอลูมิเนียมไททาเนตจึงจำเป็นต้องได้รับการปรับปรุง

การพัฒนาคุณสมบัติทางความร้อนและคุณสมบัติเชิงกลของเซรามิกนั้นทำได้โดยการเจือสารประกอบต่างๆ เช่น Spodumene (LiAlSiO_4) Mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) Cordierite ($\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$) และ Feldspar [3],[4] การเติมสารเหล่านี้พบว่าทำให้คุณสมบัติทางความร้อนเปลี่ยนแปลง นอกจากนี้การที่เจือสารประกอบออกไซด์ต่างๆ เช่น MgO , ZrO_2 , Fe_2O_3 , SiO_2 และ ZrSiO_4 ลงในอลูมิเนียมไททาเนตแสดงให้เห็นว่ามีประสิทธิภาพในการเพิ่มความหนาแน่นและปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน อย่างไรก็ตาม ผู้วิจัยจำเป็นต้องเจอในสัดส่วนปริมาณพอดี เพื่อไม่ให้เสื่อมสภาพคุณสมบัติทางความร้อนและความมั่นคงในระยะยาว [5]

ในการศึกษาครั้งนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ในปริมาณต่างๆ เพื่อที่จะพัฒนาสมบัติของอลูมิเนียมไททาเนตให้มีผลการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และพฤติกรรมการขยายตัวทางความร้อน ดังนั้นจึงเตรียมชิ้นงานทั้งแบบที่ไม่มีการเติม และเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ แล้วนำไปเผาในอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) วิเคราะห์ และระบุชนิดสารประกอบโครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างโดยเครื่อง

X-ray Diffractometer (XRD) ตรวจสอบหาความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุนโดยวิธีเอกซเรย์เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์ใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Archimedes ตรวจสอบเปอร์เซ็นต์การหดตัวของวัสดุโดยตรวจวัดด้วย Digital Vernier Caliper และตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคโดยเครื่อง Scanning Electron Microscope ทดสอบความสามารถในการรับแรงดัดงอของวัสดุด้วยวิธี 3-Point Bending Test ด้วยเครื่อง Universal Testing ทดสอบความแข็งโดยเครื่อง Vickers Indentation Tester และสุดท้ายตรวจสอบค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE โดย Dilatometer

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีต่อการเปลี่ยนเฟสของอลูมิเนียมไททาเนต และโครงสร้างจุลภาค
2. เพื่อศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีผลต่อคุณสมบัติเชิงกล และการขยายตัวเชิงความร้อน

1.3 สมมติฐานของการศึกษา

1. อัตราส่วนที่เติมสารประกอบลงไปนั้นมีผลช่วยในการพัฒนาคุณสมบัติทางกลและคุณสมบัติทางด้านความร้อนให้ดีขึ้น
2. มีการเกิดขึ้นของเฟสอื่นๆ ที่เป็นผลดีในการช่วยพัฒนาคุณสมบัติทางกลและคุณสมบัติทางด้านความร้อน

1.4 ขอบเขตงานวิจัย

1. งานวิจัยนี้จะมีการใช้สารตั้งต้นหลักสองชนิดได้แก่ อลูมินาและไททาเนีย ในอัตราส่วน 1:1 mol โดยทำการเติมแมกนีเซียมออกไซด์ 1 mol% และเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ 5 – 25 mol%
2. อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาอยู่ที่ 1500 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการเผา 4 ชั่วโมง
3. ทดสอบคุณสมบัติทางกล และความร้อนของวัสดุ ได้แก่ ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) การวิเคราะห์และระบุชนิดสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) ตรวจสอบหาความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน โดยวิธี Archimedes หาเปอร์เซ็นต์การหดตัวของวัสดุ (Average Linear Shrinkage) การศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM (Scanning Electron Microscope) ทดสอบความสามารถในการรับแรงดัดงอของวัสดุ (Flexural Strength ด้วยวิธี 3-Point Bending Test) การทดสอบความแข็งด้วยวิธี (Vickers Hardness) และตรวจสอบค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE โดยเครื่อง Dilatometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 วิธีการดำเนินงาน

1. ศึกษาข้อมูลบทความงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง และเนื้อหาความรู้เรื่องวัสดุศาสตร์
2. ออกแบบการทดลองโดยหาอัตราส่วนผสมและสารประกอบที่นำมาเติมให้เหมาะสมและคาดว่าจะมีผลในการเพิ่มประสิทธิภาพเชิงกลและความร้อน
3. เตรียมองค์ประกอบของสารตั้งต้นอลูมินาและไททานเนียมในอัตราส่วน 1 : 1 และสารเติมแมกนีเซียมออกไซด์และอลูมิเนียมไนไตรด์
4. ผสมแต่ละองค์ประกอบเข้าด้วยกันแล้วทำการ Ball Mill ในเอทานอลเพื่อผสมสารประกอบให้เข้ากันเพื่อช่วยให้การเผาเกิดปฏิกิริยาได้ดี แล้วนำไปอบแห้ง
5. เตรียมชิ้นงานโดยนำไปอัดโดยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก โดยเตรียมชิ้นงานขนาด 35 X 6 X 3 มม. แล้วนำไปเผาที่ 1500 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศไนโตรเจน
6. ทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงความร้อนในด้านต่างๆ
7. สรุปผลการทดลองทั้งหมดที่ได้จากงานวิจัยและข้อเสนอแนะ พร้อมทั้งนำเสนอแนวทางแก้ปัญหาเพื่อนำไปพัฒนาต่อไป

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้อัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการเติมสารประกอบอลูมิเนียมไนไตรด์ของวัสดุอลูมิเนียมไททานเนียม
2. ทราบความสัมพันธ์ของอัตราส่วนผสมที่ใช้ในการเติมว่าแต่ละอัตราส่วนมีผลเป็นอย่างไรโดยการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลและความร้อน
3. เป็นความรู้พื้นฐานในการศึกษาสมบัติทางกลและความร้อนของการเติมสารประกอบอลูมิเนียมไนไตรด์
4. เป็นแนวทางในการพัฒนาวัสดุเซรามิกส์อลูมิเนียมไททานเนียมเพื่อประโยชน์ในการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

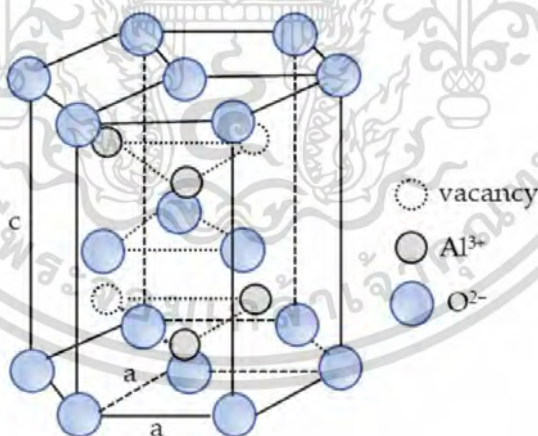
งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1.1 Aluminum Oxide (Al_2O_3)

อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) หรืออลูมินา [6],[7] เป็นสารประกอบของอลูมิเนียม และออกซิเจน มีสูตรทางเคมีคือ Al_2O_3 ซึ่งสามารถพบได้ในหลายเฟส เช่น อัลฟา (α), เบตา (β), and แกมมา (γ) โดยเฟสที่เสถียรมากที่สุดนั้นคือ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ หรือ Corundum มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal ซึ่งมีพันธะระหว่างอลูมิเนียม กับออกซิเจน ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ทำให้โครงสร้างมีความแข็งแรง และต้องใช้พลังงานสูงมากในการสลายพันธะนี้ มีความเสถียรทางเคมีสูง และมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 2,054 องศาเซลเซียส นำไปสู่การใช้งานเป็นส่วนประกอบที่มีอุณหภูมิสูง ใช้เป็นสารตั้งต้นตัวเร่งปฏิกิริยา เพิ่มความแข็งแรง และความทนทานต่อการเสียดสี

อลูมินา (Al_2O_3) ยังเป็นวัตถุดิบที่มีต้นทุนต่ำจึงเป็นหนึ่งในวัสดุเซรามิกที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในงานอุตสาหกรรมหลายประเภท สามารถใช้ Al_2O_3 สังเคราะห์เพื่อผลิตผลิตภัณฑ์ที่หลากหลาย เช่น ชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ เซมิคอนดักเตอร์ไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวน เป็นต้น



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของ Al_2O_3 [8]

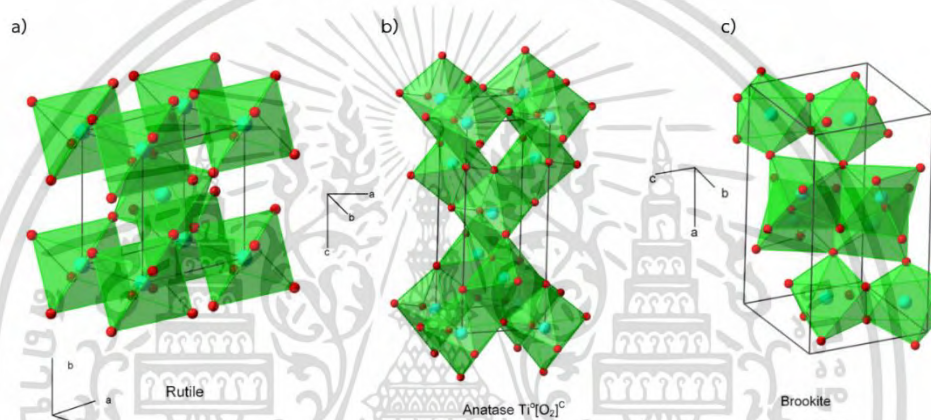
2.1.2 Titanium Dioxide (TiO_2)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หรือไททาเนีย [9],[10] มีโครงสร้างผลึกหลักอยู่สามโครงสร้าง ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ชนิดแรกคือรูไทล์ (Rutile) และชนิดที่สองคือแอนาเทส (Anatase) ทั้งสองชนิดมี

โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนัล และโครงสร้างที่สามคือบรูคไคท์ (Brookite) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธเอกซาลีนนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รวมบิกมีความเสถียรที่อุณหภูมิต่ำ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบรูไทต์ และแอนาเทส ถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 750 องศาเซลเซียส และ 915 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนเป็นแบบรูไทต์ ไทเทเนียมไดออกไซด์แบบรูไทต์นั้นเป็นโครงสร้างที่พบมากที่สุด ในธรรมชาติ เนื่องจากเป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรมาก และโครงสร้างแบบรูไทต์ยังมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 1,850 องศาเซลเซียส และมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงอีกด้วย

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารประกอบที่มีคุณสมบัติพิเศษมากมาย เช่น ทนความร้อนสูง ทนต่อการกัดกร่อนสูง มีความแข็งแรงเชิงกลสูง มีคุณสมบัติเป็นฉนวนที่ดี จึงถูกนำมาใช้ผลิตภัณฑ์หลายชนิด เช่น เซ็นเซอร์วัดความชื้น เซลล์แสงอาทิตย์ ตัวเก็บประจุ แปรงสีพื้น กระจกฝ้า เครื่องสำอาง อุปกรณ์ทางการแพทย์ และชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น [11]

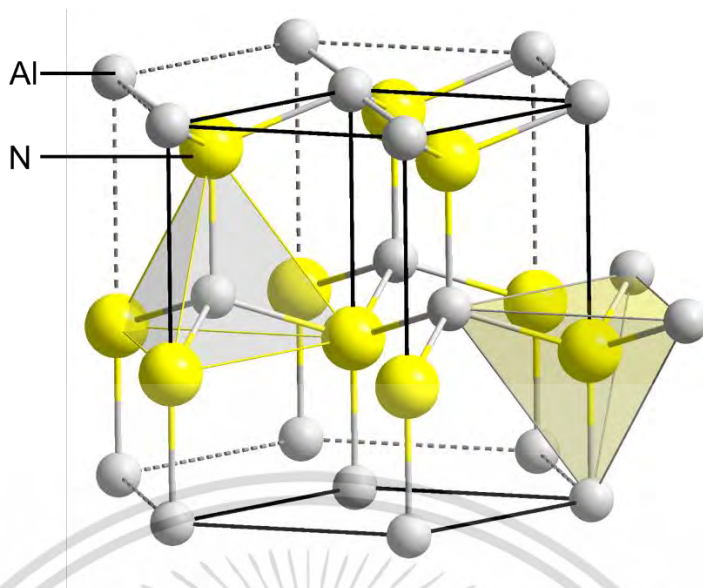


รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของ TiO_2 ; (a) Rutile, (b) Anatase, and (c) Brookite [12]

2.1.3 Aluminum Nitride (AlN)

อลูมิเนียมไนไตรด์ หรือ Aluminum Nitride (AlN) [13],[14] เป็นสารประกอบเซรามิกที่มีพันธะโควาเลนต์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลดังแสดงในรูปที่ 2.3 มีความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์ มีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 2,200 องศาเซลเซียส มีคุณสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ ความร้อน ไดอิเล็กตริก และอิเล็กทรอนิกส์ที่น่าสนใจ เช่น ความต้านทานไฟฟ้าสูงมาก ($1,014 \Omega$) ค่าการนำความร้อนสูง (320 W/m K) มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง เป็นเซรามิกมีคุณสมบัติพิเศษ เช่น การนำความร้อนสูง ความต้านทานไฟฟ้าสูง ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกต่ำปานกลาง ความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ความต้านทานการกัดกร่อนที่ดี และมีคุณสมบัติเพียโซอิเล็กตริก

อลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) จึงถูกนำมาใช้งานที่หลากหลายเช่น เป็นสารตั้งต้นสำหรับ Semiconductor Ceramic PCB และใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับชิปไดโอดเปล่งแสงกำลังสูง เป็นต้น

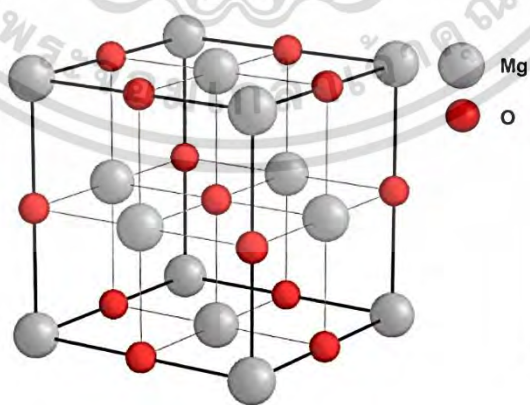


รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของ AlN [15]

2.1.4 Magnesium Oxide (MgO)

แมกนีเซียมออกไซด์ หรือ Magnesium Oxide (MgO) [16] เกิดจากการสลายตัวด้วยความร้อนของเกลือแมกนีเซียมชนิดต่างๆ เป็นสารประกอบที่เกิดจากธาตุแมกนีเซียม (Mg^{2+}) และออกซิเจน (O^{2-}) มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ที่เป็นโครงสร้างผลึกของสารประกอบไอออนิก แสดงดังรูปที่ 2.4 จึงทำให้แมกนีเซียมออกไซด์มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 2850 องศาเซลเซียส

จากคุณสมบัติที่กล่าวมาข้างต้นนั้นทำให้แมกนีเซียมออกไซด์เหมาะสมมากสำหรับการใช้งานที่หลากหลายเช่น เป็นส่วนประกอบหลักของอิฐแม็กเนเซีย, ทำเบ้าหลอม, Thermocouple Tubes, และ จอแสดงผลพลาสมา (Plasma Display Panel) เป็นต้น



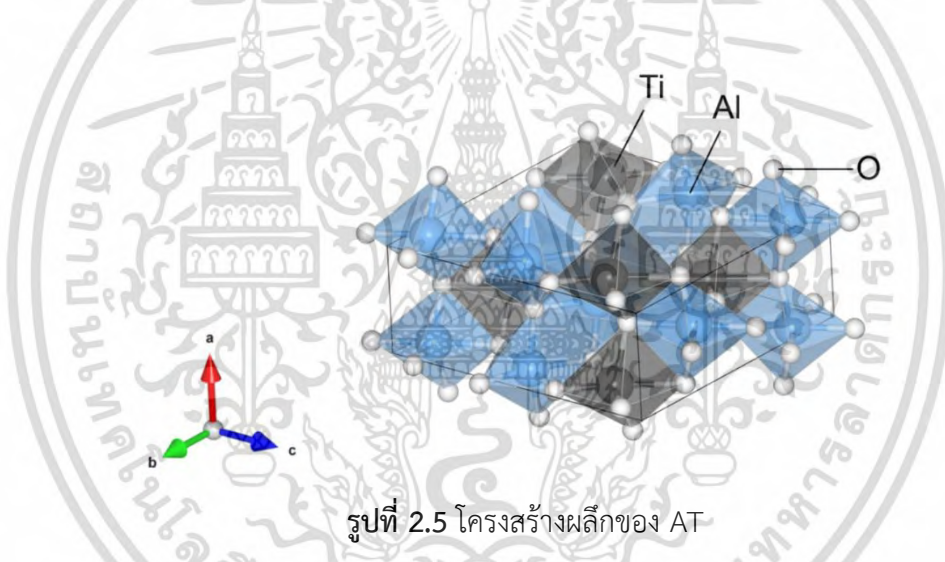
รูป 2.4 โครงสร้างผลึก MgO [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

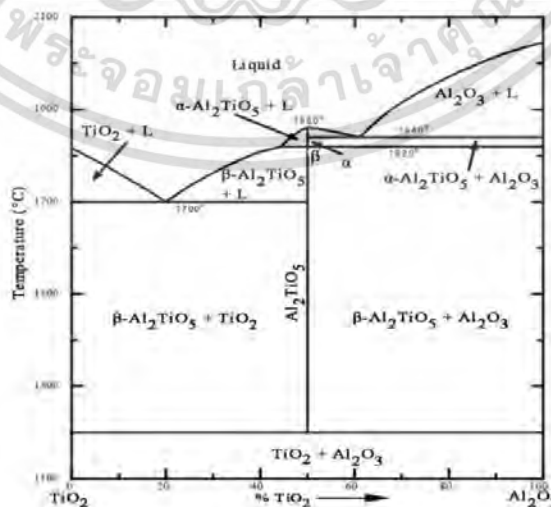
2.1.5 Aluminum Titanate (Al_2TiO_5)

อลูมิเนียมไททาเนต หรือ Aluminum Titanate (Al_2TiO_5 , AT) [18] มีโครงสร้างแบบ Pseudo-Orthorhombic ดังแสดงในรูปที่ 2.5 AT เป็นสารประกอบที่เกิดจากสารตั้งต้น Al_2O_3 และ TiO_2 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 1280 องศาเซลเซียสขึ้นไป ในอัตราส่วนโมล 1:1 ตามที่แสดงใน Phase Diagram ของ Al_2O_3 - TiO_2 ในรูปที่ 2.6

AT มีคุณสมบัติด้านการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนสูงเนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ และมีการนำความร้อนต่ำ และทนต่อการกัดกร่อนจากสารเคมี แต่ AT ก็ยังมีข้อจำกัดด้านความไม่เสถียรโดยจะสลายตัวเป็นสารตั้งต้นในช่วงอุณหภูมิ 750–1280 องศาเซลเซียส เนื่องจากจะเกิดการสลายตัวแบบ Eutectoid ด้วยเหตุนี้เซรามิก AT จึงมักถูกเจือด้วย MgO , SiO_2 และ ZrO_2 ให้เกิดการสร้างสารละลายของแข็ง (Solid Solution) เพื่อสร้างความเสถียรให้กับเฟสนั่นเอง และเนื่องจากมีโครงสร้างผลึกการมีขยายตัว Anisotropy ซึ่งส่งผลให้เกิดความเค้นภายในและเกิด Microcrack ในโครงสร้าง [19] จึงทำให้มีค่าความแข็งแรงด้านความต้านทานการดัดงอต่ำ



รูปที่ 2.5 โครงสร้างผลึกของ AT



รูปที่ 2.6 Phase diagram ของ Al_2O_3 - TiO_2 [20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อีกทั้ง AT นั้นมีจุดหลอมเหลวสูง และมีความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน ได้ดีเยี่ยม เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนและการนำความร้อนค่อนข้างต่ำ ปัจจุบัน วัสดุ AT จึงกลายเป็นเซรามิกที่มีแนวโน้มในการนำการใช้งานที่หลากหลาย เช่น ใช้เป็นฉนวนกันความร้อน ตัวกรองฝุ่นเข้ามาในเครื่องยนต์ดีเซล, วงแหวนของ Catalytic, Crucibles และ Thermocouples เป็นต้น คุณสมบัติของ AT แสดงอยู่ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติทางกายภาพของ AT [20]

Property	Al ₂ TiO ₅	Reference
Density (g/cm ³)	3.702	Holcombe (1973)
Thermal Expansion Coefficient Average (x10 ⁻⁶ °C ⁻¹) $\alpha_{a20-520} - \alpha_{a20-1000}$ $\alpha_{b20-520} - \alpha_{b20-1000}$ $\alpha_{c20-520} - \alpha_{c20-1000}$	-2.9 - -3 10.3 - 11.8 20.1 - 21.8	Wohlfrohm (1990)
Thermal Expansion Coefficient Average (x10 ⁻⁶ °C ⁻¹) Crystallographic $\alpha_{20-520} - \alpha_{20-1000}$ Macroscopic $\alpha_{20-1000}$ $\alpha_{20-1000}$ Anisotropy $\Delta\alpha_{20-520} - \Delta\alpha_{20-1000}$	9.2 - 10.2 1.0 - 1.5 1.5 - 1.7 23 - 24.8	Stingl (1986) Milosevski (1995)
Melting Point (°C)	1860	Lang (1952)
Elastic Modulus E(GPa)	12 - 18 10 - 20 13 - 15	Stingl (1986) Cleveland (1978) Milosevski (1997)
Hardness, Hv (GPa)	5	Wohlfrohm (1990)
Bending Strength, σ (MPa)	4 - 20 25 - 40	Milosevski (1995)
Thermal shock resistance (Wm ⁻¹)	500	Stingl (1986)
Thermal Conductivity, k(W/mK)	1.5 - 2.5	Stingl (1986) Milosevski (1997)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ และคุณสมบัติของอลูมิเนียมไททาเนต

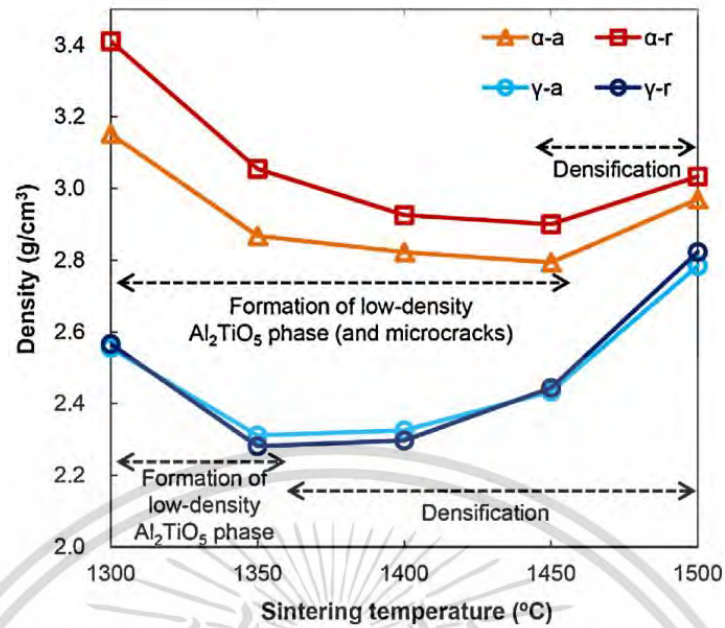
งานวิจัยของ Hono และคณะ (2013) [21] ได้ทำการศึกษาผลของสังเคราะห์ Aluminium Titanate จากสารตั้งต้นที่มีเฟสต่างกันได้แก่ α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃, TiO₂ Anatase และ TiO₂ Rutile โดยทำการผสมสารตั้งต้นดังตารางที่ 2.2 ในอัตราส่วน Al₂O₃:TiO₂ = 2:1 mol% และนำไป Sintering ที่อุณหภูมิ 1300–1500 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.2 ส่วนผสมของสารตั้งต้น Alumina – Titania

	α -Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃
TiO ₂ Anatase	α -a	γ -a
TiO ₂ Rutile	α -r	γ -r

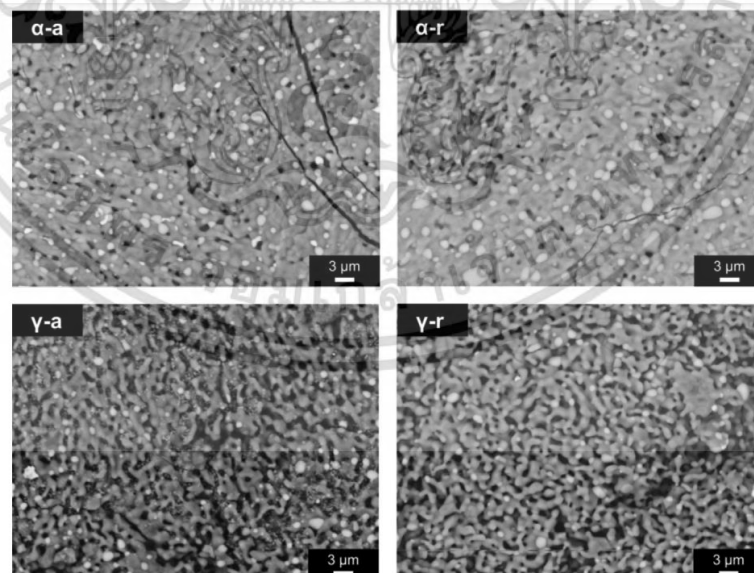
จากนั้นได้ทำการวิเคราะห์หา Bulk Density และตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคโดย SEM ได้ผลดังต่อไปนี้ รูปที่ 2.7 แสดงผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของตัวอย่างทั้ง 4 สูตร จะเห็นว่าค่าความหนาแน่นรวมของตัวอย่าง α -r นั้นมีความหนาแน่นสูงที่สุดในการเผาทุกอุณหภูมิ และรองลงมาคือตัวอย่าง α -a, γ -a และ γ -r ตามลำดับ α -r และ α -a ที่เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้นมีค่าความหนาแน่นสูงที่สุด และความหนาแน่นจะลดลงที่อุณหภูมิ 1350–1450 องศาเซลเซียส จากนั้นเริ่มเพิ่มขึ้นอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส สาเหตุเกิดจากในตัวอย่าง α -r และ α -a ที่ถูกเผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส สารตั้งต้น α -Al₂O₃ (TD = 3.99 g/cm³) เกิดปฏิกิริยา Solid State กับ TiO₂ ไม่สมบูรณ์จึงทำให้ตัวอย่าง α -r และ α -a ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นสูงกว่าตัวอย่างที่ถูกเผาด้วยอุณหภูมิสูงขึ้น และเมื่อสารตัวอย่าง α -r และ α -a ถูกเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเกิดเฟสของ AT เพิ่มขึ้นจึงมีค่าความหนาแน่นลดลง และในตัวอย่าง γ -r และ γ -a นั้นมีค่าความหนาแน่นลดลงที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นรวมของตัวอย่าง AT ทั้ง 4 สูตร กับอุณหภูมิเผาผนึก

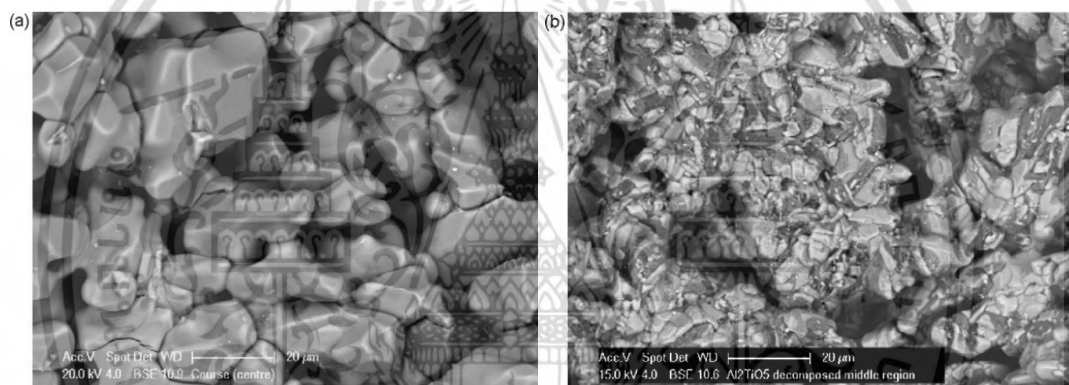
ต่อมาเป็นการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของตัวอย่างที่ถูกเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 2.8 พบว่าตัวอย่าง α -r และ α -a โครงสร้างมีความหนาแน่นสูงกว่าตัวอย่าง γ -r และ γ -a และมี Microcrack ปรากฏให้เห็นบางส่วนสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นรวม



รูปที่ 2.8 ภาพ SEM ที่ Sintering ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสของตัวอย่าง AT ทั้ง 4 สูตร

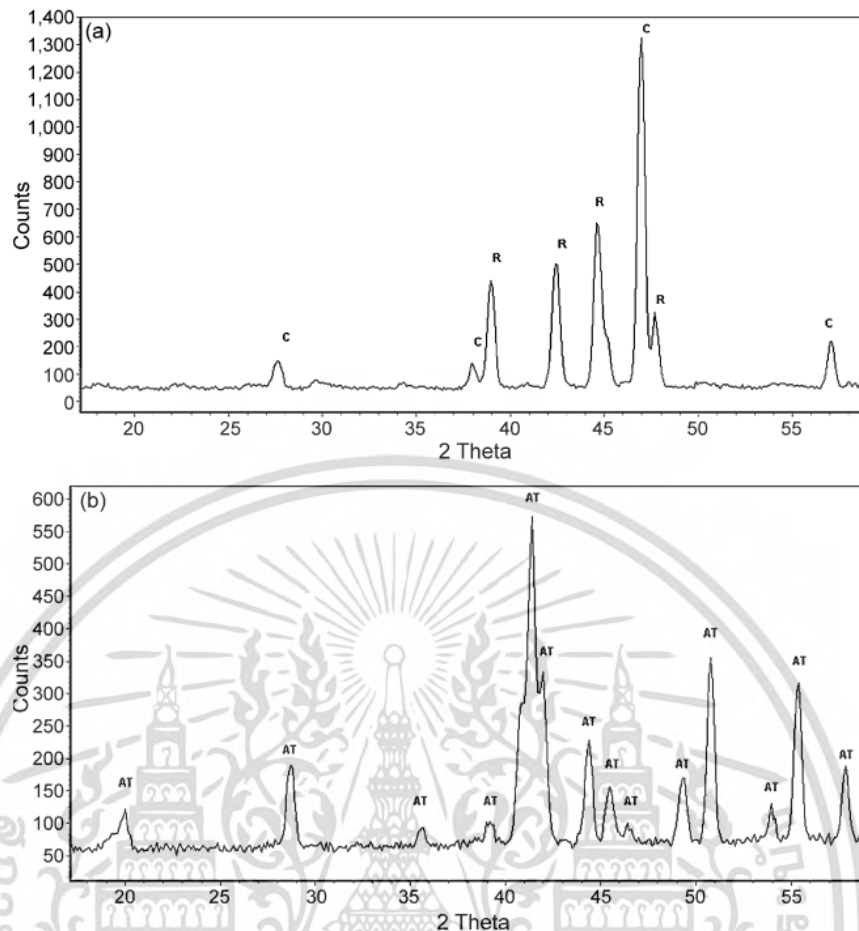
งานวิจัยของ Low และ Oo (2008) [22] ได้ทำการศึกษาการสลายตัวของ AT เป็น Oxide ตั้งต้นเพื่อศึกษาความเสถียรของเฟส AT โดยเริ่มจากการสังเคราะห์ AT-Sinter ด้วยสารประกอบตั้ง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต้น Al_2O_3 และ TiO_2 ในอัตราส่วน 1:1 mol% และเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นควบคุมที่อุณหภูมิห้องให้เย็นลงเพื่อให้ได้ชิ้นงาน AT-Sinter มาใช้ในการศึกษา ต่อมาเริ่มศึกษาการสลายตัวของ AT-Sinter ผู้วิจัยได้ให้ความร้อนซ้ำอีกครั้งจากอุณหภูมิห้องถึง 1100 องศาเซลเซียส และคงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาถึง 22 ชั่วโมง และปล่อยให้เย็นลงอีกครั้ง จากนั้นนำชิ้นงานนี้ไปให้ความร้อนอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อศึกษาผลของการรักษาตัวเอง โดยเรียกชิ้นงาน AT นี้ว่า AT-Self-Healing ได้ผลการทดลองดังต่อไปนี้ จากรูปที่ 2.9(a) โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง AT-Sinter แสดงเกรนของ AT ที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่และเรียบ และรูป 2.9(b) แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง AT-Sinter ที่ถูกทำให้สลายตัวด้วยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมง จะเห็นว่าโครงสร้างของ AT-Sinter บางส่วนสลายตัวเป็น Oxide ตั้งต้นโดยเฟสสีขาวคือ TiO_2 , สีเทาอ่อนคือ AT, สีเทาเข้มคือ Al_2O_3 และสีดำคือ รูพรุนและรอยแตกนั่นเอง



รูปที่ 2.9 BSE-SEM โครงสร้างจุลภาคของ (a) AT-Sinter และ (b) AT-Sinter ที่ถูกให้ความร้อนที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมง

รูปที่ 2.10 แสดงผลการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD โดยในรูปที่ 2.10(a) แสดง XRD Pattern ของ AT-Sinter ที่ถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าเฟส AT สลายตัวกลายเป็น Oxide ตั้งต้น Al_2O_3 และ TiO_2 และในรูป 2.1(b) แสดง XRD Pattern ของชิ้นงาน AT-Self Healing ซึ่งพบว่าหลังจากการให้ความร้อนอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงส่งผลให้มีเฟส AT เพิ่มมากถึง 98 wt% ในชิ้นงาน AT-Self Healing



รูปที่ 2.10 กราฟ XRD ของ (a) AT- Sinter ที่ถูกทำให้สลายตัว โดย C คือ Corundum และ R คือ Rutile และ (b) เฟสของ AT-Self Healing โดย AT คือ Aluminum Titanate

2.2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการพัฒนาสมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกลของ AT

งานวิจัยของ Papitha และคณะ (2013) [2] ได้ทำการศึกษาผลของการเติม Talc ($Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$) และ Clay ($2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 \cdot 2H_2O$) ใน AT โดยทำการเติม Talc ในปริมาณ 2.5 5 และ 7.5 wt% และเติม Clay 2.94 5.88 และ 8.82 wt% ดังแสดงในตารางที่ 2.3 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1500 1525 และ 1550 องศาเซลเซียส และทำการตรวจสอบสมบัติทั้งเชิงกลและความร้อน

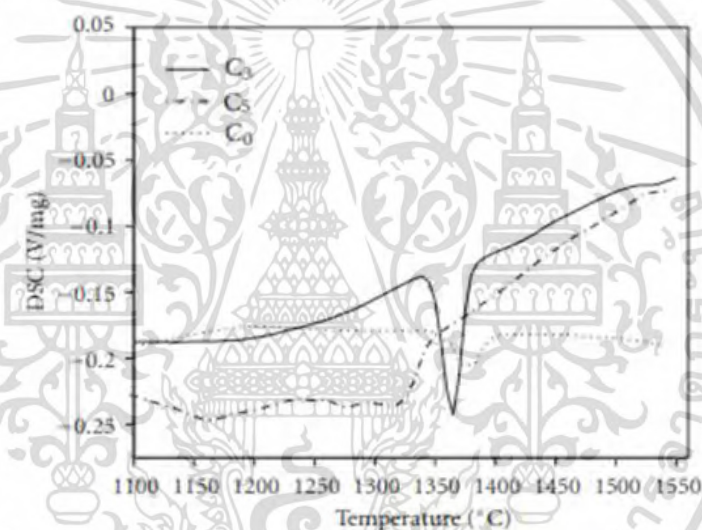
ผู้วิจัยเริ่มต้นจากการตรวจสอบค่าความหนาแน่นในชิ้นงานตัวอย่างพบว่าค่าความหนาแน่นของ AT Composite ที่เติม Clay 8.82 wt% (C₃) และ AT Composite ที่เติม Talc 5 wt% (C₅) มีความหนาแน่นมากที่สุด จากนั้นจึงนำชิ้นงานตัวอย่างทั้ง 2 สูตรมาทำการทดสอบ DSC แสดงดังรูปที่ 2.11 พบว่า AT Composite ที่เติม Talc นั้นเริ่มมีการเกิดเฟสของ AT ที่อุณหภูมิ 1274 องศาเซลเซียส และ AT Composite ที่เติม Clay เกิดเฟสของ AT ที่อุณหภูมิ 1368 องศาเซลเซียส ซึ่ง

เกิดขึ้นไวกว่า AT ปกติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง 2.3 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (wt%)

Sample ID	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Clay (%)	Talc (%)
C ₀	56	44	0	0
C ₁	55.16	43.34	2.94	0
C ₂	54.32	42.68	5.88	0
C ₃	53.48	42.02	8.82	0
C ₄	55.16	43.34	0	2.5
C ₅	54.32	42.68	0	5
C ₆	53.48	42.02	0	7.5



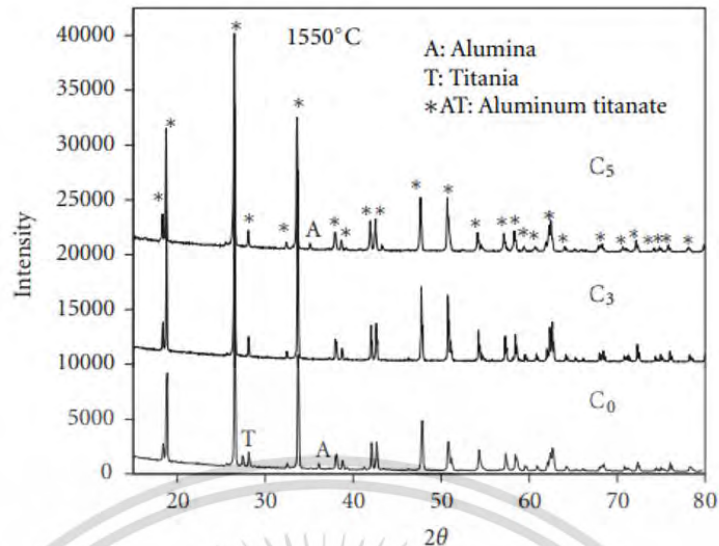
รูป 2.11 ความสัมพันธ์ระหว่าง DSC กับอุณหภูมิ ของตัวอย่าง C₀ C₃ และ C₅

จากนั้นทำการทดสอบ XRD แสดงดังรูปที่ 2.12 พบว่า AT ที่ไม่เติมสารอื่นยังคงมีอลูมินาและไททาเนียเหลืออยู่เล็กน้อย ส่วนของ AT Composite ที่เติม talc (C₅) ไม่พบไททาเนียในโครงสร้างแต่มีการเหลืออยู่ของอลูมินาเล็กน้อย และ AT Composite ที่เติม Clay (C₃) พบว่ามีเพียงเฟสของ AT โดยเฟสของ Talc และ Clay ที่หายไปนั้นสาเหตุเกิดจากที่ช่วงอุณหภูมิสูงไอออน Mg²⁺ (0.65 Å) และ Si⁴⁺ (0.41 Å) เกิดการแทนที่ Al³⁺ (0.54 Å) ในโครงสร้าง AT นั้นเอง

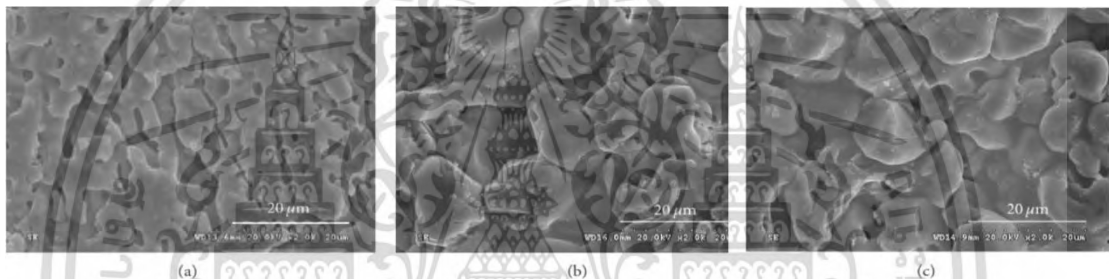
ผลการวิเคราะห์ของการทดสอบ SEM แสดงดังรูปที่ 2.13 พบว่า AT Composite ที่เติม Clay (C₃) และ Talc (C₅) เห็นได้ชัดว่ามีเพียงเฟส AT ในขณะที่ AT ที่ไม่ถูกเติม (C₀) ยังพบการมีอยู่ของสารตั้งต้น Oxide และในตัวอย่างที่เติม Clay (C₃) และ Talc (C₅) นั้นมีขนาดเกรนใหญ่กว่า AT ที่

ไม่ได้ถูกเติม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

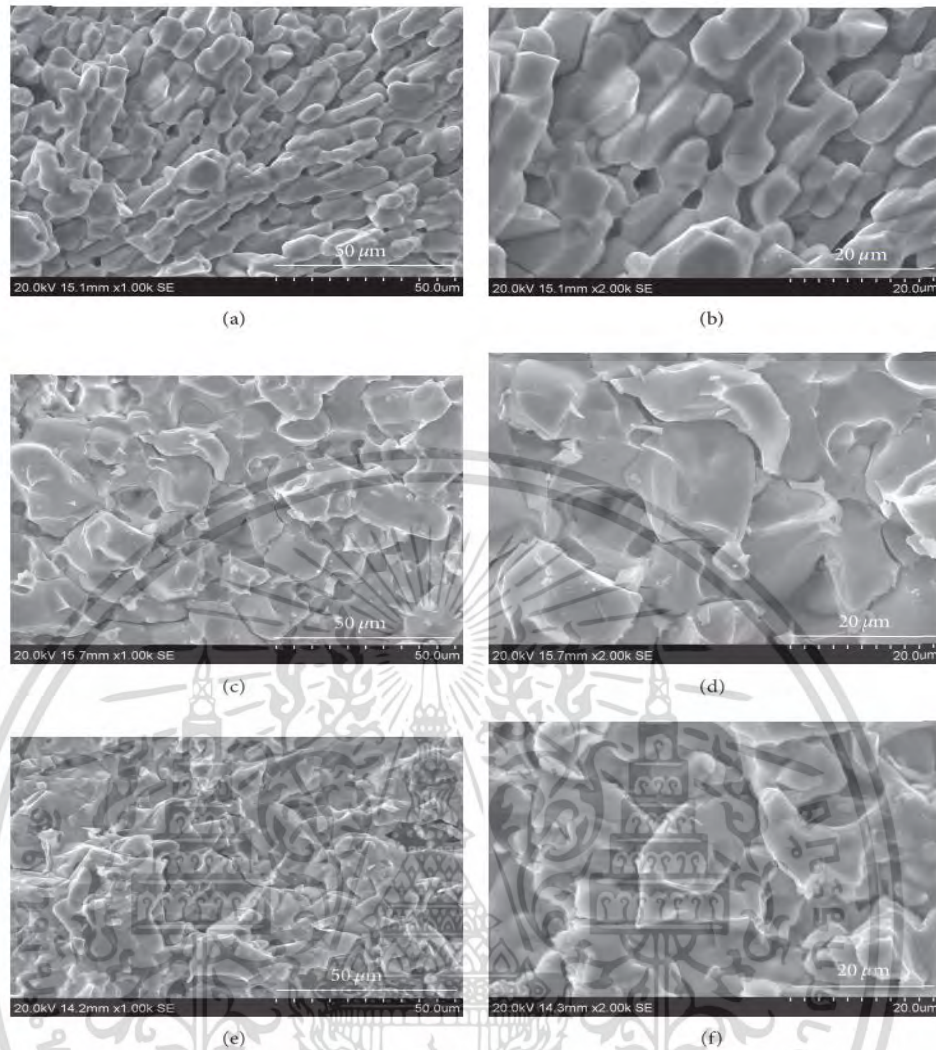


รูปที่ 2.12 กราฟ XRD ของ C_0 , C_3 และ C_5 ที่การเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.13 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของ (a) C_0 , (b) C_3 และ (c) C_5

จากนั้นการตรวจสอบค่าความต้านทานการดัดงอ (Flexural Strength) พบว่าตัวอย่าง C_5 นี้มีค่าความต้านทานแรงดัดงอมากกว่าทั้ง C_0 และ C_3 ถึง 200% และเมื่อนำชิ้นงานมาวิเคราะห์ผิวหน้าแตกหักแสดงดังรูปที่ 2.14 พบว่า AT Composite ที่เติม Talc นั้นยังมีการแตกร้าวแบบผาเกรน จึงส่งผลให้เมื่อนำไปทดสอบ 3 – Point bending แล้วพบว่า AT Composite ที่เติม Talc นี้มีค่าสูงที่สุดนั่นเอง



รูปที่ 2.14 (a)-(b) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_0 ที่กำลังขยายต่ำและกำลังขยายสูง (c)-(d) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_3 ที่กำลังขยายต่ำและกำลังขยายสูง และ (e)-(f) โครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าแตกหักของ C_5 ที่กำลังขยายต่ำและกำลังขยายสูง

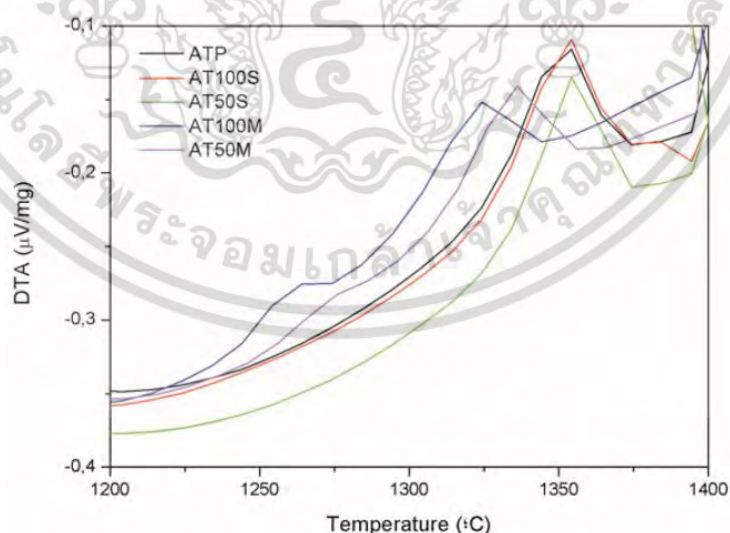
งานวิจัยของ Guedes-Silva และคณะ (2016) [23] ได้ทำการศึกษาผลของการเติม MgO และ SiO_2 ด้วยอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในตาราง 2.4 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง 2.4 ส่วนผสมของสารเติม (Mol%)

Sample ID	Silica (wt. %)	Magnesia (wt. %)
ATP	-	--
AT25S	0.25	-
AT50S	0.5	-
AT100S	1	-
AT25M	-	0.25
AT50M	--	0.5
AT100M		1

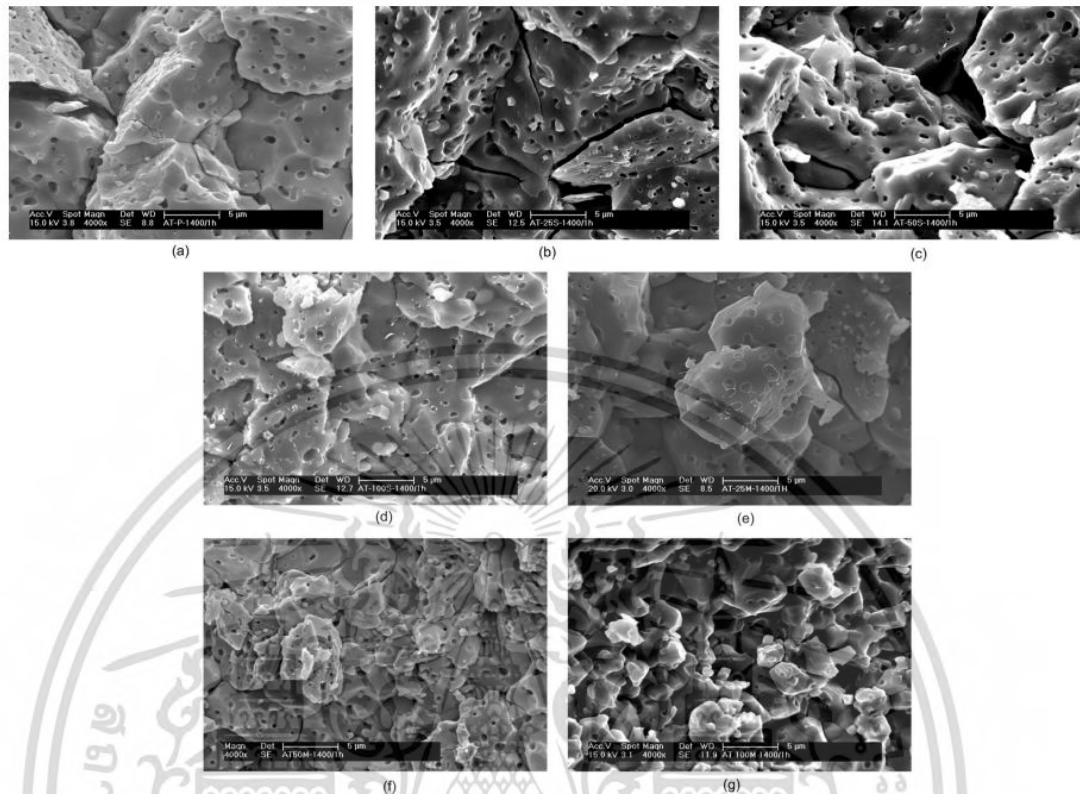
จากการตรวจสอบ DTA ของการเติม MgO และ SiO₂ ได้ข้อสรุปดังรูปที่ 2.15 ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า เกิดปฏิกิริยาการดูดความร้อนสูงสุดอยู่ที่ระหว่าง 1300 ถึง 1360 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับการเกิดปฏิกิริยา Solid Solution ของ AT และยังพบอีกว่าตัวอย่างที่เจือด้วย MgO นั้น เกิด AT ขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่าองค์ประกอบอื่นๆ ซึ่งอาจเกี่ยวข้องกับ Mg²⁺ ในองค์ประกอบ AT50M และ AT100M ส่งผลให้มีการก่อตัวของ AT เกิดขึ้นในสองระยะ ระยะแรกเกี่ยวข้องกับการก่อตัวของ AT ที่มี Mg²⁺ และระยะที่สองสัมพันธ์กับการก่อตัว AT ที่เกิดจากสารตั้งต้น Al-Ti และในทางกลับกัน การเติม SiO₂ กลับไม่แสดงผลกระทบต่ออุณหภูมิการดูดความร้อนนี้ สังเกตได้จากตัวอย่าง AT50S และ AT100S มีพีคที่ตรงกับกับพีคของตัวอย่าง ATP ที่ไม่มีสารเติมแต่ง



รูปที่ 2.15 ความสัมพันธ์ของ DTA กับอุณหภูมิตั้งแต่ 1200 ถึง 1400 องศาเซลเซียส

จากภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของตัวอย่างในรูปที่ 2.16 จะพบว่าการเติม MgO และ SiO₂ ส่งผลให้เกิดการยับยั้งการขยายตัวของเกรนของ AT และการเติม MgO ยังแสดงประสิทธิภาพ
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ขึ้นต้นการคา
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การยั้งยั้งมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีเติม SiO_2 จากผลชี้ให้เห็นว่า MgO ยังทำให้เฟส AT นั้น เสถียรได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น และเป็นผลให้ Microcrack มีปริมาณลดลง



รูปที่ 2.16 ภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส (a) ATP (b) AT25S, (c) AT50S, (d) AT100S, (e) AT25M, (f) AT50M และ (g) AT100M.

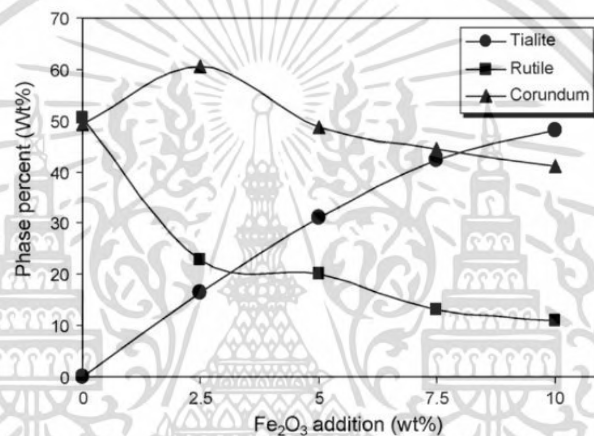
งานวิจัยของ Rezaie และคณะ (2009) [24] ได้ทำการศึกษาผลของการเติม Fe_2O_3 โดยมีอัตราส่วนอยู่ที่ 2.5 5.0 7.5 และ 10 wt% ดังแสดงในตารางที่ 2.5 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1150 1250 1350 และ 1450 องศาเซลเซียส เพื่อตรวจสอบเฟส และลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานตัวอย่าง

ตาราง 2.5 ส่วนผสมของสารเติม (Mol%)

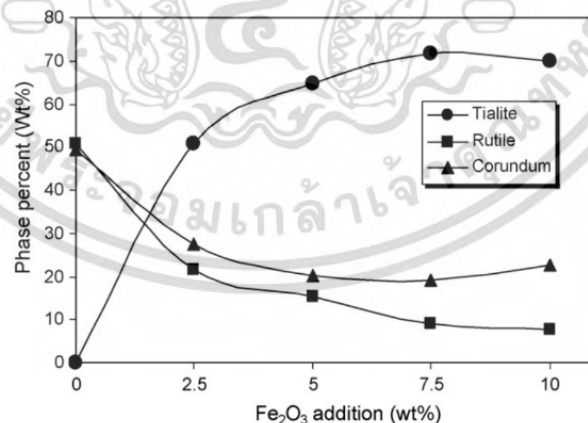
Sample ID	Fe_2O_3 (wt. %)
AT	-
AT+2.5 Fe_2O_3	2.5
AT+5 Fe_2O_3	5.0
AT+7.5 Fe_2O_3	7.5
AT+10 Fe_2O_3	10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการทดลองนี้ผู้วิจัยวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิการเผาที่มีต่อการเปลี่ยน AT ในชิ้นงานที่เติม Fe_2O_3 ในปริมาณต่างๆ แสดงดังรูปที่ 2.17 - 2.20 จากรูปที่ 2.17 ชิ้นงาน AT ที่ยังไม่มีการเติม Fe_2O_3 เผาที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสแสดงเพียงเฟสของ Rutile กับ Corundum เท่านั้น ไม่พบเฟสของ Tialite (AT) เนื่องจากอุณหภูมิการก่อตัวของ Tialite (AT) เกิดจากปฏิกิริยา Solid-State ระหว่าง TiO_2 (Rutile) และ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิที่เกิด Eutectoid (1280 องศาเซลเซียส) ต่อมาเมื่อเติม Fe_2O_3 2.5-10% พบเฟสของ Tialite (AT) ในชิ้นงานตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสจาก ผลการทดลองนี้พิสูจน์ให้เห็นว่าการเติม Fe_2O_3 ช่วยก่อตัวของเฟส Tialite (AT) เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิต่ำลง นอกจากนั้นในรูปที่ 2.18 เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ชิ้นงานที่เติม Fe_2O_3 จะทำให้มีปริมาณการเกิดเฟส Tialite (AT) เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ



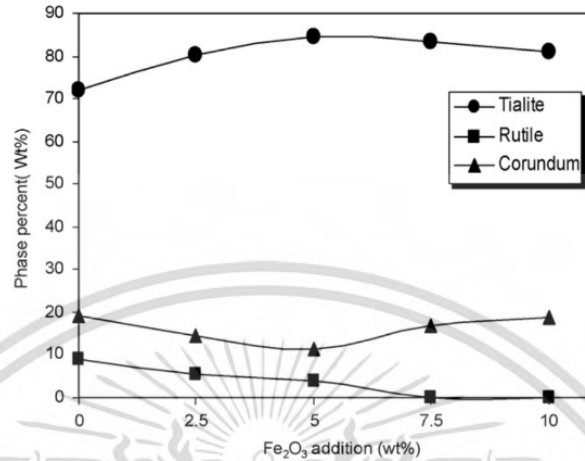
รูปที่ 2.17 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.18 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส

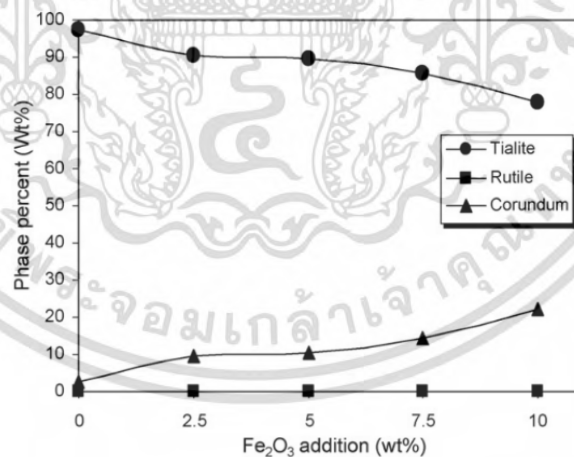
รูปที่ 2.19 แสดงปริมาณเฟสในชิ้นงานที่เผาที่ 1350 องศาเซลเซียส ซึ่งอยู่เหนืออุณหภูมิ Eutectoid (1280 องศาเซลเซียส) แสดง Tialite (AT) เป็นเฟสหลัก และมี TiO_2 (Rutile) และ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ เป็นเฟสรอง โดยการเติม Fe_2O_3 ที่ 7.5 และ 10 wt% นั้นทำให้ปริมาณของ TiO_2 (Rutile) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นศูนย์ ซึ่งแสดงถึงความสมบูรณ์ของกระบวนการก่อตัวของเฟส Tialite (AT) ส่วนการมีอยู่ของเฟส $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ นั้นอาจเป็นผลมาจากปฏิกิริยาระหว่าง Fe_2O_3 และ TiO_2 ทำให้เฟส Fe_2TiO_5 Solid Solution เกิดขึ้นก่อน จนทำให้ TiO_2 ไม่มีเหลือพอที่จะทำปฏิกิริยากับ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 2.19 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส

และในกราฟรูปสุดท้ายรูปที่ 2.20 แสดงให้เห็นว่ากระบวนการสร้าง Tialite (AT) นั้นเสร็จสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียสแม้ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง และเมื่อเติม Fe_2O_3 ปริมาณที่มากขึ้นส่งผลให้มีเฟสของ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ เหลืออยู่ด้วยเหตุผลเช่นเดียวกับที่อธิบายไปก่อนหน้านี้

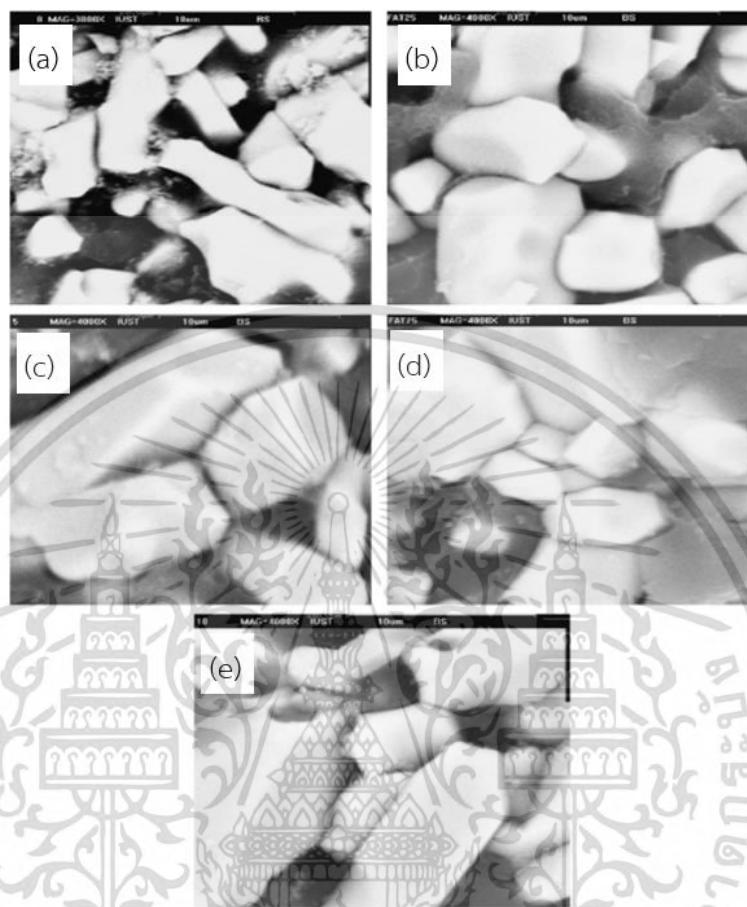


รูปที่ 2.20 ความสัมพันธ์ของปริมาณเฟสกับปริมาณ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 2.21 รูปภาพ BSE-SEM ของชิ้นงาน โดยตัวอย่างที่ไม่ได้เติม Fe_2O_3 แสดงถึงโครงสร้างแบบ Inhomogeneous และตัวอย่าง AT ที่มีการเติม Fe_2O_3 2.5, 5, 7.5 และ 10 wt% ที่เผาที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ในภาพแสดงให้เห็นเฟสของ Tialite (AT) (เกรนสีขาว) และรูพรุน (เกรนสีดำ) และเห็นได้ชัดว่าเมื่อเติมสารประกอบ Fe_2O_3 ส่งผลให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริมาณของความพรุนจะลดลง จึงสรุปได้ว่าเมื่อมีเพิ่มปริมาณ Fe_2O_3 ช่วยในการเร่งการเติบโตของเกรน และยังช่วยให้เฟสของ Tialite (AT) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำลงอีกด้วย



รูปที่ 2.21 ภาพ BSE-SEM ของชิ้นงาน (a) AT ที่ไม่เติม Fe_2O_3 และ AT ที่เติม Fe_2O_3 ในปริมาณ (b) 2.5 (c) 5 (d) 7.5 และ (e) 10 wt% ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส

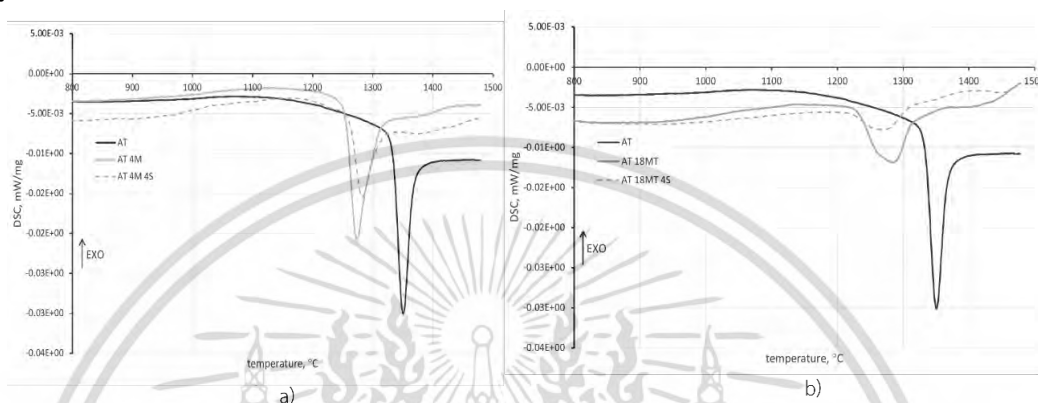
งานวิจัยของ Kornaus และคณะ (2021) [25] ได้ศึกษาผลการเติม MgO SiO_2 และ MgTi_2O_5 ใน AT โดยทำการเติมในปริมาณต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 ส่วนผสมของสารเติม (wt%)

Sample ID	MgO (wt%)	SiO_2 (wt%)	MgTi_2O_5 (wt%)
AT	-	-	-
AT 4 M	4	-	-
AT 4 M 4S	4	4	-
AT 18 M T	-	-	18
AT 18 M T 4S	-	4	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากการเตรียมตัวอย่างโดยการเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 2.22(a)-(b) ผู้วิจัยได้ทำการวิเคราะห์ DSC พบว่าในตัวอย่าง AT ที่ไม่ถูกเติมเกิดปฏิกิริยาการดูดความร้อนหรือเริ่มสังเคราะห์ AT ในช่วงอุณหภูมิ 1330-1360 องศาเซลเซียส และในตัวอย่างที่ได้รับการเติมสารประกอบที่มี Mg^{3+} จะพบปฏิกิริยาการดูดความร้อนเกิดขึ้นต่ำลงในช่วงอุณหภูมิ 1230-1330 องศาเซลเซียส จึงสามารถอธิบายการเติมค่าสารประกอบที่มี Mg^{3+} ส่งผลให้อุณหภูมิในการสังเคราะห์อลูมิเนียมนั้นลดลงได้



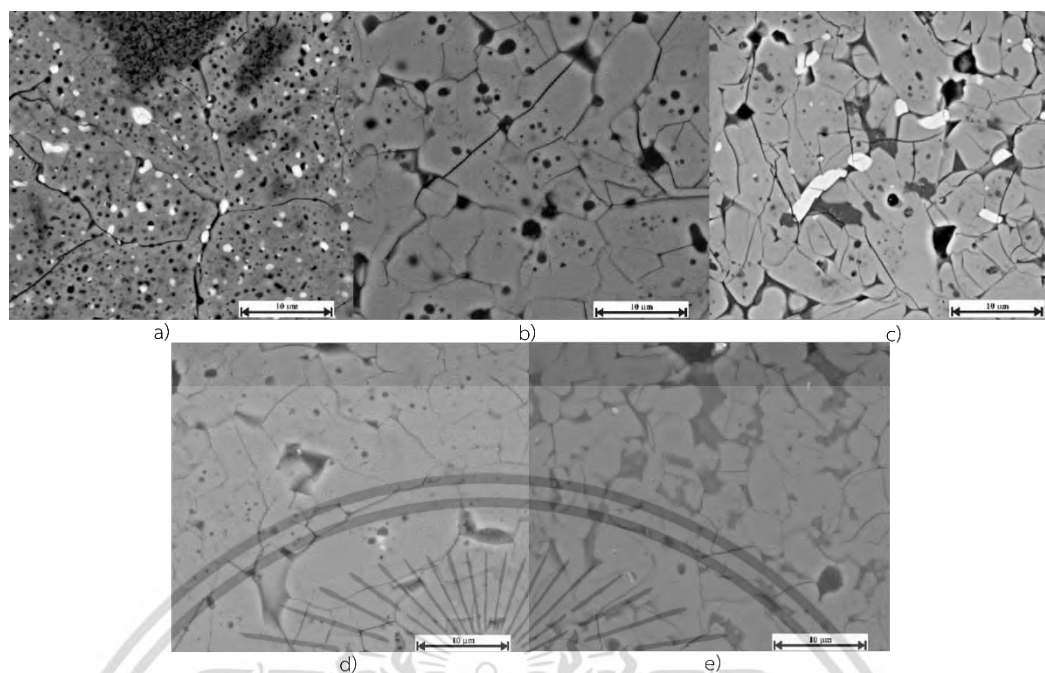
รูปที่ 2.22 ผล DSC (a) AT, AT 4M และ AT 4M 4S และ (b) AT, AT 18MT, AT 18MT 4S

การตรวจสอบ Apparent Density โดยใช้ หลักการของอาร์คิมิดีส ได้ผลดังตารางที่ 2.7 โดยค่า Apparent Density ของตัวอย่างทั้งหมดมีค่าใกล้เคียงกัน ในส่วนการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาพของตัวอย่าง ในรูปที่ 2.23 พบว่าในตัวอย่าง AT ในรูปที่ 2.22(a) ยังมีเฟสของ TiO_2 และ Al_2O_3 เหลืออยู่ในโครงสร้างโดยจากรูป TiO_2 คือ เกรนที่มีความสว่างที่สุด และ Al_2O_3 คือ เกรนที่มีสีเข้มที่สุด ส่วนพื้นที่ที่เหลือคือเกรนของ AT ต่อมาตัวอย่าง AT4M, AT4M4S, AT18MT และ AT18MT4 ดังรูปที่ 2.22(b)-(f) จะเห็นว่าโครงสร้างของชิ้นงานมีความสม่ำเสมอมากขึ้น และมีโครงสร้างที่สม่ำเสมอที่สุดมากที่สุดในตัวอย่างที่มีการเติม $MgTi_2O_5$ (รูปที่ 2.22(e) และ (f)) ซึ่งในตัวอย่างเหล่านี้จะมีปริมาณของเฟส MAT อยู่ในช่วง 93 ถึง 96 % ดังตารางที่ 2.8

ตารางที่ 2.7 ค่า Apparent Density ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส

Sample ID	Apparent Density [$g \cdot cm^{-3}$]
AT	3.50±0.06
AT 4M	3.46±0.04
AT 4M 4S	3.50±0.04
AT 18MT	3.49±0.02
AT 18MT 4S	3.73±0.02

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.23 ภาพ SEM ของตัวอย่าง a) AT, b) AT 4M, c) AT 4M 4S, d) AT 18MT และ e) AT 18MT 4S สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.8 องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส

Sample ID	Phase Composition [% mass]					
	AT	MAT	K	R	M	S
AT	67.4	-	26.6	6.0	-	-
AT 4S	79.5	-	10.2	10.3	-	-
AT 4M	-	96.4	0.7	1.0	-	1.9
AT 4M 4S	-	94.4	-	2.0	3.6	-
AT 18MT	-	94.8	5.2	-	-	-
AT 18MT 4S	-	93.2	-	1.2	5.6	-

Note: AT คือ Al_2TiO_5 , MAT คือ $Mg_xAl_{(1-x)}Ti_{(1+x)}O_5$, R คือ TiO_2 , K คือ Al_2O_3 , M คือ Mullite และ S คือ Spinel

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเติมสารประกอบไนไตรด์ต่ออลูมิเนียมไททาเนต

งานวิจัยของ Zhien และคณะ (1996) [26] ได้ทำการศึกษาผลของการเติมสารประกอบ Non-Oxide ได้แก่ $\text{Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (LAS), Si_3N_4 และ SiC โดยอัตราส่วนในการเติม และสภาวะการอัดขึ้นรูปร้อนแสดงดังตาราง 2.9

ตารางที่ 2.9 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (wt%)

Sample ID	Constitution (wt %)	Hot-Pressing Conditions
ATC-0	100AT	1300°C 17 MPa
ATC-1	9 Si_3N_4 ·1LAS·90AT	1400°C 10 MPa
ATC-1-2	4.5 Si_3N_4 ·1LAS·94.5AT	1400°C 10 MPa
ATC-3	5SiC·95AT	1400°C 10 MPa
ATC-3-2	2.5SiC·97.5AT	1400°C 8 MPa

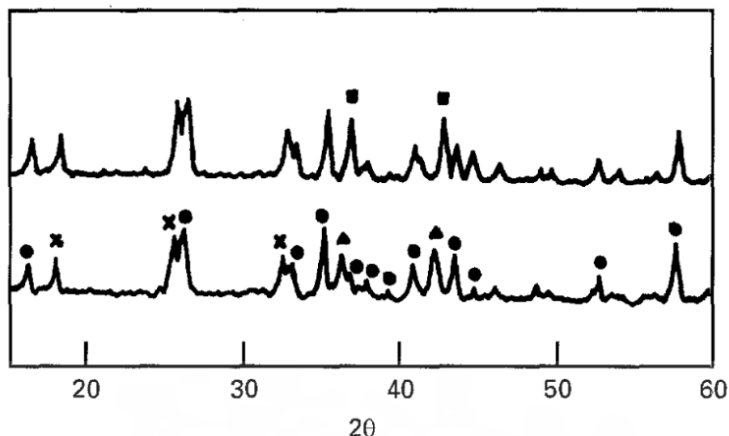
จากการตรวจสอบคุณสมบัติของ AT ที่เติมสารประกอบ Non-Oxide พบว่าค่าความต้านทานการดัดงอของตัวอย่าง ATC-1 และ ATC-2 ได้รับการปรับปรุงอย่างมากหลังจากเติม SiC และ $\text{Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (LAS)/ Si_3N_4 ตามลำดับ ในขณะที่ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนก็เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเช่นกันซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง CTE 62×10^{-7} ถึง CTE 82×10^{-7} แสดงดังตารางที่ 2.10

ตารางที่ 2.10 คุณสมบัติของ AT ที่มีการเติมสารประกอบ Non-Oxide

Sample ID	Apparent Porosity (%)	Bulk Density (g/cm^3)	Thermal Expansion Coefficient (CTE $\times 10^{-7}$)	Bending Strength (MPa)
ATC-0	0.7	3.61	12	55
ATC-1	1.0	3.55	62	215
ATC-1-2	1.1	3.27	71	200
ATC-3	3.3	3.18	70	106
ATC-3-2	4.8	3.18	82	270

จากรูปที่ 2.24 ผลการตรวจสอบองค์ประกอบ Phase โดยใช้ XRD ตรวจสอบไม่พบสารเติม Non-Oxide ในตัวอย่าง แต่พบการเกิดขึ้นของเฟสใหม่คือเฟสของ Mullite, TiC และ TiN ขึ้น ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยา Solid State โดยการเติม SiC และ Si_3N_4 ทำให้เกิดเฟสใหม่คือ TiC และ TiN ตามลำดับ และเนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่สูงของ TiN (CTE 90×10^{-7}) และ TiC (CTE 74×10^{-7}) จึงเป็นผลให้ในตัวอย่างที่เติมสารประกอบ Non-Oxide จึงมีค่า CTE สูงนั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.24 แสดง XRD ของ AT ที่เติมสารประกอบ Non-Oxide

โดย X คือ β - Al_2TiO_3 ● คือ Mullite ▲ คือ TiC ■ คือ TiN

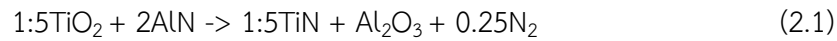
งานวิจัยของ Kitiwan และคณะ (2023) [27] ได้ทำการศึกษาผลของการเติม AlN ใน AT โดยทำการเตรียมสารตั้งต้น Al_2O_3 และ TiO_2 ในอัตราส่วน 1:1 mol% และเติม AlN ในปริมาณ 6 10 20 28 และ 36 mol% ดังแสดงในตารางที่ 2.11 จากนั้นนำไปเผาแบบ Spark Plasma Sintering ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.11 ส่วนผสมของสารตั้งต้น (mol%)

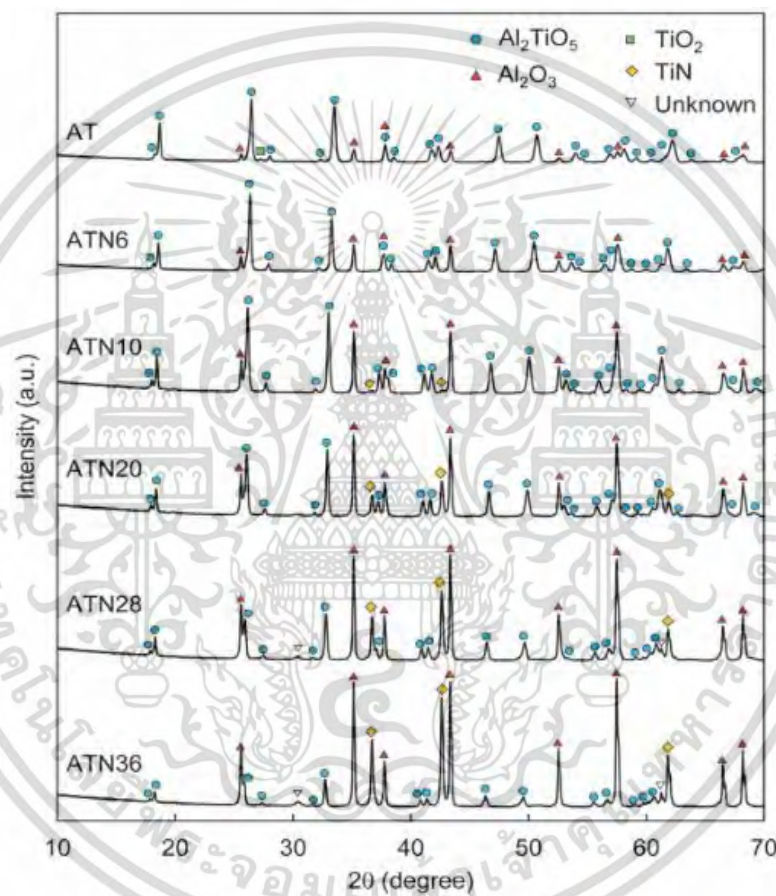
Sample ID	AlN (mol %)
AT	-
ATN6	6
ATN10	10
ATN20	20
ATN28	28
ATN36	36

จากผลการตรวจสอบองค์ประกอบ Phase โดยใช้ XRD แสดงดังรูปที่ 2.25 พบว่าในตัวอย่าง AT ที่ไม่มีการเติม AlN นั้นพบเฟส AT เป็นเฟสหลักและยังมีเฟสของสารตั้งต้น Al_2O_3 และ TiO_2 เหลืออยู่ในชิ้นงานเล็กน้อย ในขณะที่เมื่อปริมาณ AlN ในตัวอย่าง AT Composite เพิ่มขึ้น พีคของ AT จะค่อยๆ ลดลง แต่พีคของเฟส Al_2O_3 นั้นมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น และไม่พบเฟส AlN และ TiO_2 นอกจากนี้ยังพบการเกิดขึ้นของเฟส TiN ที่ตัวอย่าง ATN10 และพีคของ TiN มีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ AlN อีกด้วยซึ่งการเกิด TiN สามารถเกิดขึ้นได้จากสมการที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



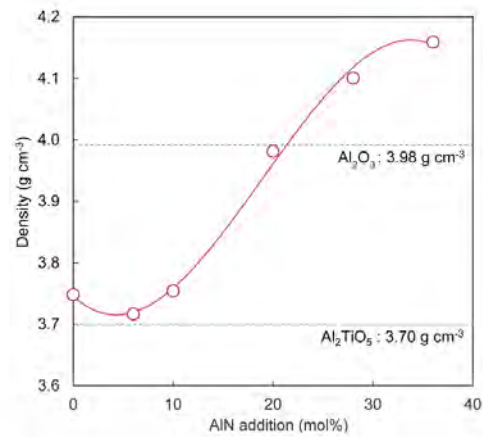
โดยผู้วิจัยได้ทำการคำนวณหาค่า Gibbs Free Energy ของการเกิด TiN ที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ -179 kJ mol^{-1} ในขณะที่ Gibbs Free Energy ของ AT ในสมการที่ 2.2 คือ $-1.319 \text{ kJ mol}^{-1}$ ดังนั้น การเกิดปฏิกิริยาระหว่าง TiO_2 และ AlN จึงเกิดขึ้นก่อนการเกิด AT เป็นผลให้ AT ถูกสร้างขึ้นด้วย TiO_2 ที่เหลือกับสารตั้งต้น Al_2O_3 และ Al_2O_3 ที่เกิดขึ้นจากสมการที่ 2.1



รูปที่ 2.25 แสดง XRD ของ AT/ATN Composites

จากรูปที่ 2.26 แสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน AT/ATN Composites โดยค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี (TD) ของ AT Al_2O_3 TiO_2 และ TiN คือ 3.70 g cm^{-3} 3.98 g cm^{-3} 4.25 g cm^{-3} และ 5.40 g cm^{-3} ตามลำดับ จะเห็นว่าค่าความหนาแน่นของสารตั้งต้น Al_2O_3 TiO_2 และ TiN มีค่าความหนาแน่นที่สูงกว่า AT จึงเป็นผลให้เมื่อเติม AlN เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเนื่องจากการเกิดการพัฒนาของเฟส Al_2O_3 และ TiN ที่มีความหนาแน่นสูงกว่านั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.26 แสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน AT/ATN Composites



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

การวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนตที่เติมอลูมิเนียมไนไตรด์ในปริมาณต่างๆ โดยการนำตัวอย่างไปเผาขึ้นรูปแบบแบบ Reactive-sintering และทดสอบผลการเปลี่ยนแปลงเฟส สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อน เพื่อให้ผู้วิจัยสามารถนำไปวิเคราะห์ผลต่อไป โดยมีสารตั้งต้น กระบวนการเตรียมชิ้นงาน และการวิเคราะห์ทดสอบ ดังต่อไปนี้

3.1 สารตั้งต้น และอุปกรณ์ในการทดลอง

3.1.1 สารตั้งต้น

วัตถุดิบตั้งต้นประกอบไปด้วยสารตั้งต้นหลักคือ อลูมินา (Al_2O_3) และ ไททาเนีย (TiO_2) ส่วนสารเติมประกอบด้วย แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ที่ใช้ในการส่งเสริมการเผาไหม้ (Sintering aid) และ (AlN) ที่ใช้เพื่อการสร้างเฟสใหม่ และการทดลองนี้ใช้ผงเฮกซะโบรอนไนไตรด์ (hBN) ในการฝังกลบเพื่อลดการสูญเสียไนโตรเจน (N) ออกจากชิ้นงานระหว่างการเผาทำปฏิกิริยา สมบัติพื้นฐานของสารที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติพื้นฐานของสารตั้งต้น

วัตถุดิบตั้งต้น		บริษัท	ความบริสุทธิ์ (%)	ขนาด
สารตั้งต้น	$\alpha-Al_2O_3$	Nippon Light Metal	99.0%	1 μm
	Rutile - TiO_2	Alfa-Aesar	95.5%	1-2 μm
สารเติม	MgO	Fujifilm Wako Chemical	99.9%	0.2 μm
	AlN	Sigma-Aldrich	>98%	<100 nm
สารฝังกลบ	$h-BN$	Tanyun Chemicals	99.0%	10 μm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เฉพาะในการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านอื่นๆ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 อุปกรณ์สำหรับการทดลอง

รายละเอียดของอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการเตรียมสารตั้งต้นและอุปกรณ์สำหรับการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 อุปกรณ์สำหรับการทดลอง

Tools and Equipment	Company	Model
Analytical Balance 4 digits	Denver Instrument	SI-234
Spatula Stainless	-	-
Beakers	-	-
Zirconia Balls	-	-
Polypropylene Bottle	-	-
Ball-Milling Machine	-	-
Hot Air Oven	Memmert	UN55
Sieve 200 mesh	Sanpo	PVC Frame Sieve
Hydraulic Pressure	ENERPAC	IPH1240
Vernier Caliper	Mitutoyo	Series 500
Alumina Crucible	-	-
High Temperature Furnace	Protherm	PTF 16/75/610
Ultrasonic Machine	Bandelin	DT 100H
Grinder and Polisher Machine	Laizhou Lyric Testing Equipment	MP-1C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 ขั้นตอนการทำวิจัย

3.2.1 อัตราส่วนของสารตั้งต้น

เริ่มต้นเตรียมสารประกอบพื้นฐานคือ Al_2O_3 และ TiO_2 โดยใช้ Al_2O_3 และ TiO_2 ในอัตราส่วน 1:1 และทุกสูตรจะมีการเติม MgO ปริมาณ 1 mol% ต่อมาทำการเติมด้วย AlN ในปริมาณ 5-25 mol% ของวัตถุดิบหลัก อัตราส่วนของสารตั้งต้นแสดงในตาราง 3.3

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนสารตั้งต้นในการทำวิจัย

เลขที่	ชื่อ	สัดส่วน (mol%)			
		Al_2O_3	TiO_2	MgO	AlN
1	AT	49.5	49.5	1	0
2	ATN5	47	47	1	5
3	ATN10	44.5	44.5	1	10
4	ATN15	42	42	1	15
5	ATN20	39.5	39.5	1	20
6	ATN25	34.5	34.5	1	25

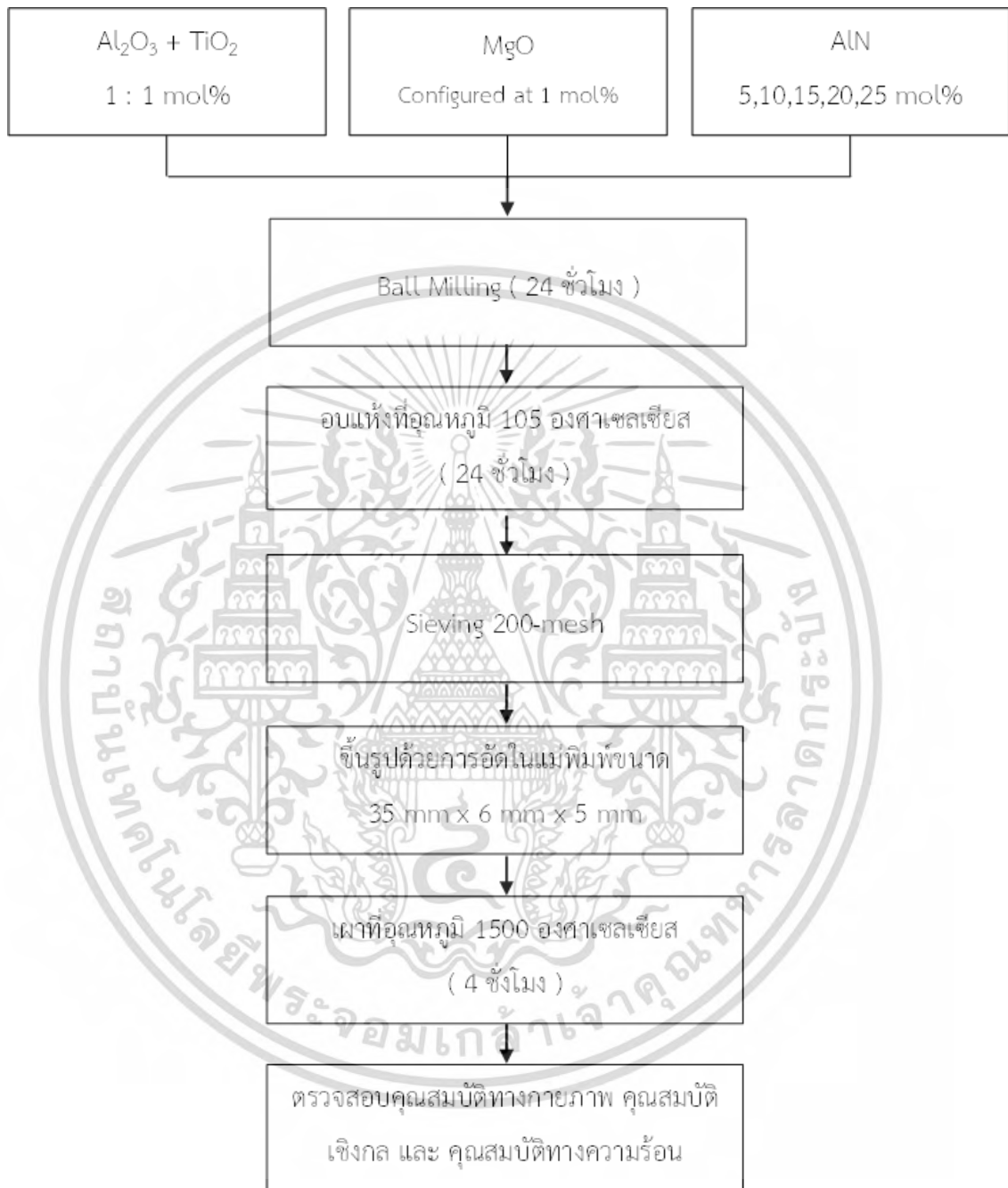
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง

ได้มีการกำหนดขั้นตอนการทำวิจัยและการดำเนินงานเพื่อให้สามารถดำเนินงานไปได้อย่างมีประสิทธิภาพ แสดงดังแผนภาพในรูปที่ 3.1 สามารถอธิบายแต่ละขั้นตอนได้ดังนี้

- 1) เตรียมสารตั้งต้นทั้งหมดตามสัดส่วนของสารแต่ละชนิดที่คำนวณไว้ ดังแสดงในตารางที่ 3.3
- 2) ใส่วัสดุตั้งต้นทั้งหมดลงในขวดโพลีโพรพิลีนสำหรับผสม ใส่ลูกบด ZrO_2 และเติมเอทานอล จากนั้นนำไปบดผสมด้วยกระบวนการ Ball Milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่ 300 รอบต่อนาที
- 3) จากนั้นแยกลูกบด ZrO_2 กรองสารละลายผสมลงในบีกเกอร์แล้วทำให้แห้งในเตาอบ เพื่อกำจัดเอทานอลที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 4) ร่อนสารประกอบผ่านตะแกรง ขนาด 200 mesh (74 microns)
- 5) นำสารประกอบไปขึ้นรูปในแม่พิมพ์สแตนเลส ทำการกดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกด้วยแรงอัด 5000 Psi เพื่อให้ได้ตัวอย่างที่มีขนาด 35 มม. x 6 มม. x 5 มม.
- 6) นำชิ้นงานวางใน Alumina Crucible และฝังกลบด้วย h-BN
- 7) จากนั้นนำไป Sintering ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส โดยเผาในบรรยากาศไนโตรเจนที่อัตราการไหล 1ลิตร/นาที่ อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที่ และใช้เวลาเผาที่อุณหภูมิสูงสุด 4 ชั่วโมง โดยเครื่อง High Temp Furnace

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 8) เมื่อเผาเสร็จแล้ว นำชิ้นงานตัวอย่างไปทำความสะอาดด้วยอัลตราโซนิกในน้ำ DI และทำอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เพื่อใช้ในการทดสอบ



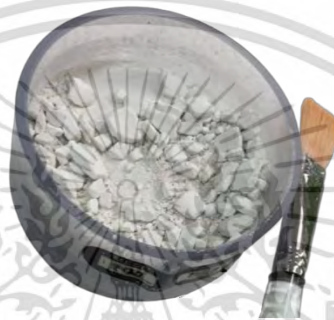
รูปที่ 3.1 แผนภาพการดำเนินงานวิจัย

จากรูปที่ 3.2 แสดงภาพของลูกบดชนิด Zirconia ที่ใช้สำหรับกระบวนการผสมแบบ Ball-Milling และรูปที่ 3.3 แสดงการร่อนสารผ่านตะแกรง ขนาด 200 mesh (74 microns)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

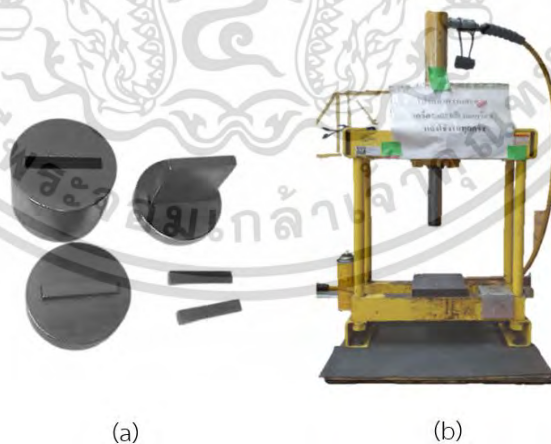


รูปที่ 3.2 ลูกบด Zirconia สำหรับกระบวนการผสมแบบ Ball-Milling



รูปที่ 3.3 การกรองผ่านตะแกรงขนาด 200 mesh (74 microns)

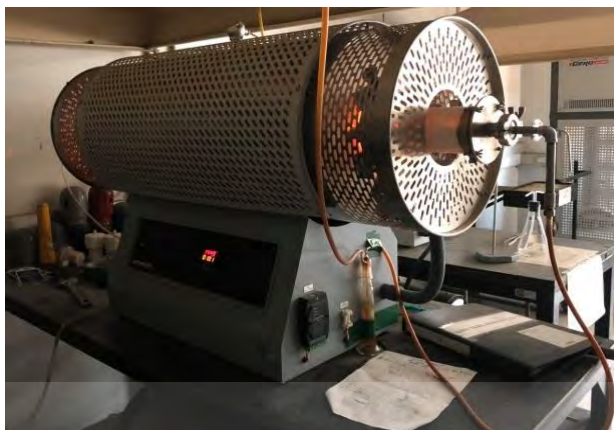
การเตรียมชิ้นงานจะใช้แม่พิมพ์แม่พิมพ์สแตนเลสดังรูปที่ 3.4(a) และกดโดยใช้เครื่อง Hydraulic Press Machine ดังรูป 3.4(b) ด้วยแรงอัด 5000 Psi เพื่อให้ได้ชิ้นงานขนาด 35 มม. x 6 มม. x 3 มม.



รูปที่ 3.4 (a) แม่พิมพ์ (b) เครื่อง Hydraulic Press Machine

การเผาทำปฏิกิริยา (Reactive Sintering) เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟสและเพิ่มความหนาแน่น ดำเนินการโดยเตาอบแบบท่อ (Tube Furnace) ดังรูปที่ 3.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 เตอบแบบท่อ (Tube Furnace)

3.3 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่าง

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล ได้แก่ การทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนในงานวิจัยนี้แสดงดังตารางที่ 3.4

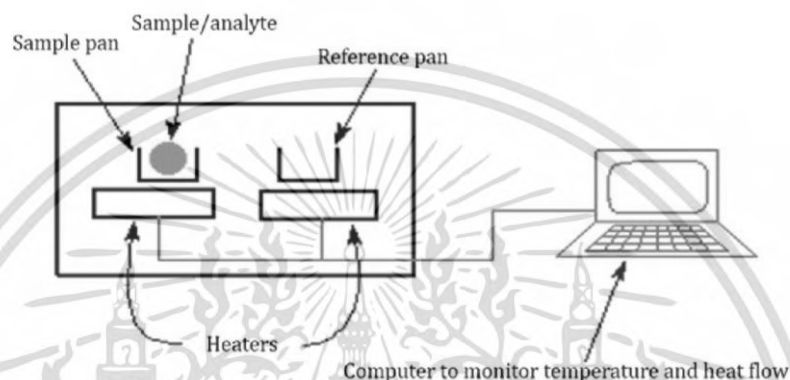
ตารางที่ 3.4 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ผล

วิเคราะห์คุณสมบัติ	เครื่องมือ	Company / Model
Differential Scanning Calorimeter	Differential Scanning Calorimeter	NETZSCH / DSC 204 F1 Phoenix
X-ray Diffractometer	X-ray Diffractometer (XRD)	Rigaku / MIniflex600
Density and Porosity	4 digit-Digital Balance	Ohaus / PX224 Pioneer
Average Shrinkage	Digital Vernia Caliper	Mitutoyo / 500-196-30
Microstructure	Scanning Electron Microscope	Thermofisher / Apreo2 , Hitashi SU8230 / Horiba
Elemental Analysis	Scanning Electron Microscope / Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy	Hitashi SU8230 / Horiba
Flexural Strength	Universal Testing Machine	Instron / No. 8872
Vicker Hardness	Microhardness Tester	Akashi Corporation / HM-113
Coefficient of Thermal Expansion	Dilatometer	NETZSCH / DIL 402 PC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) คือการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของวัสดุ เทคนิคนี้จะวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (Thermal Transition) ของสารตัวอย่าง โดยใช้วัดการเปลี่ยนแปลงพลังงาน (การดูดหรือคายพลังงาน) ของสารตัวอย่าง เมื่อถูกเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ ในบรรยากาศที่กำหนด แผนผังของเครื่อง DSC แสดงดังรูป 3.6



รูป 3.6 แผนผังเครื่อง DSC [28]

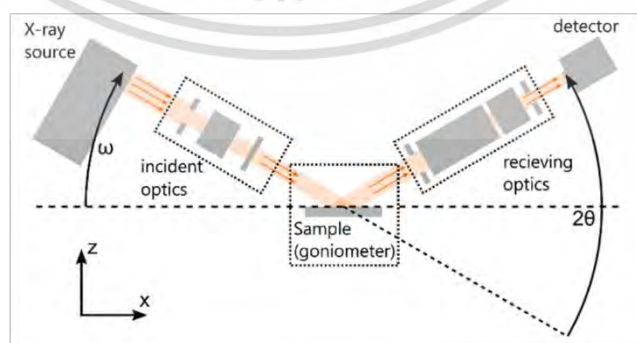
หลักการพื้นฐานของ DSC คือ การเปรียบเทียบคุณสมบัติของสารตัวอย่างกับคุณสมบัติของตัวอ้างอิง เมื่อเริ่มการทดลองอุปกรณ์ให้ความร้อนจะเริ่มให้ความร้อนแก่ถาดทั้งสอง โดยเครื่อง DSC จะควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ ในการทดลองนี้ควบคุมอยู่ที่ 5 องศาเซลเซียส/นาที โดยจะเพิ่มด้วยอัตราความร้อนที่เท่ากัน แต่ความร้อนที่ขึ้นงานของสารตัวอย่าง และที่ตัวอ้างอิงจะเพิ่มด้วยอัตราที่ไม่เท่ากัน เนื่องจากขึ้นงานตัวอย่าง (ถาดที่มีตัวอย่าง) มีสารในปริมาณจำนวนหนึ่ง แต่ตัวอ้างอิง (ถาดเปล่า) จะไม่มีสารอยู่ในนั้น นั่นหมายความว่าเราต้องให้ความร้อนแก่ขึ้นงานตัวอย่างมากกว่าที่ให้กับตัวอ้างอิง เพื่อที่จะคงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของขึ้นงานให้เท่ากัน ดังนั้นการตรวจสอบด้วยเทคนิค DSC จะนำความแตกต่างของปริมาณความร้อนนั้นมาวิเคราะห์เปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือ การเปลี่ยนแปลงทางเคมีนั่นเอง ซึ่งในการทดลองนี้ตรวจสอบด้วยเครื่อง NETZSCH รุ่น DSC 204 F1 Phoenix ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่อง DSC (DSC 204 F1 Phoenix, NETZSCH)

3.3.2 การวิเคราะห์ชนิดสารประกอบในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD

เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เป็นการนำรังสีเอ็กซ์ (X-ray) มาใช้วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบ (Crystal Structure) ที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของการยิงรังสีเอ็กซ์ไปกระทบที่ชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบน และแทรกสอดและเกิดพีคออกมาที่มุมต่างๆ กันโดยมีหัววัดสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับ ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยโครงสร้างที่แตกต่างกันของสารแต่ละชนิดจะทำให้เกิดองศาในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในมุมที่ต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ ลักษณะของสารเลี้ยวเบนแต่ละวัสดุจะแตกต่างกันออกไปขึ้นกับองค์ประกอบ และลักษณะผลึก ซึ่งผลที่ได้จึงสามารถบ่งชี้ชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ ได้ รูปที่ 3.9 เป็นเครื่อง XRD ที่ใช้ในการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส และการเปลี่ยนแปลงของตัวอย่างเผาผนึกในการศึกษานี้



รูปที่ 3.8 แผนภาพองค์ประกอบเครื่อง X-ray Diffraction [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.9 เครื่อง XRD (Miniflex600, Rigaku)

การเตรียมตัวอย่างและการทดสอบมีดังนี้

1. ตัวอย่างถูกเตรียมโดยการบรรจุผงเผาผนึกที่บดละเอียดลงในที่แผ่นใส่ตัวอย่าง จากนั้นทำให้พื้นผิวด้านบนของวัสดุเรียบ
2. วางตัวอย่างไว้ในที่ยึดตัวอย่างภายในเครื่อง XRD
3. กำหนดเงื่อนไขการตรวจสอบตามตารางที่ 3.5

ตาราง 3.5 พารามิเตอร์สำหรับการวิเคราะห์เฟสการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
X-ray Source	CuK α
Start Angle (deg.)	10
Stop Angle (deg.)	80
Step Angle	0.02

ข้อมูลผล XRD ของสารตัวอย่างได้รับการวิเคราะห์โดยการเปรียบเทียบฐานข้อมูลของ The International Center for Diffraction Data (ICDD) โดยใช้โปรแกรม PDXL2

3.3.3 การตรวจสอบความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุนโดยวิธี Archimedes

การตรวจสอบความหนาแน่นและความพรุนของตัวอย่างเผาผนึกโดยใช้วิธีอาร์คิมิดีส (หลักการแทนที่ของน้ำ) ตามมาตรฐาน ASTM C20 ขั้นตอนการเตรียมและทดสอบตัวอย่างมีดังนี้

1. ใส่ตัวอย่างในน้ำ DI และต้มให้เดือดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
2. หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง แช่ตัวอย่างไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ชั่งน้ำหนักของตัวอย่างขณะอยู่ในน้ำและบันทึกเป็น "น้ำหนักอิมมัวในน้ำ (S)"
4. ต่อมานำตัวอย่างด้วยผ้าชุบน้ำหมาดๆ ก่อนชั่งน้ำหนักในอากาศและบันทึกเป็น "น้ำหนักอิมมัวในอากาศ (W)"
5. จากนั้นอบตัวอย่างให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. จากนั้นชั่งน้ำหนักและบันทึกเป็น "น้ำหนักแห้ง (D)"
7. คำนวณปริมาตรของชิ้นงานได้จาก $V = W - S$
(ค่าความหนาแน่นของน้ำเท่ากับ 1 g/cm^3 น้ำหนักกับปริมาตรจึงมีค่าเท่ากัน)
8. คำนวณความหนาแน่นรวม หรือ Bulk Density (ρ_b) โดยสมการ 3.1
9. คำนวณความพรุน หรือ Porosity (P)” โดยสมการ 3.2

Bulk Density,
$$\rho_b = \frac{D}{V} \quad (3.1)$$

Porosity,
$$P = \left(\frac{W-D}{V} \right) \times 100\% \quad (3.2)$$

- S คือ น้ำหนักอิมมัวในน้ำ (g)
 W คือ น้ำหนักอิมมัวในอากาศ (g)
 D คือ น้ำหนักแห้ง (g)
 V คือ ปริมาตรของตัวอย่าง (cm^3)

3.3.4 หาเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของวัสดุ (Average Linear Shrinkage)

เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นเป็นการทดสอบเพื่อตรวจสอบขอบเขตของการเปลี่ยนแปลงความยาวของวัสดุหลังจากการเผา ขั้นตอนการเตรียมและทดสอบตัวอย่างมีดังนี้

1. วัดขนาดชิ้นงานก่อนเผาด้วย Vernier และบันทึกค่าเป็น " L_0 "
2. นำชิ้นงานหลังจากการเผาเสร็จสิ้นมาวัดขนาดหลังเผาอีกครั้ง และบันทึกค่าเป็น " L "
3. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของวัสดุ (LS) โดยสมการ 3.3 [30]

เปอร์เซ็นต์การหดตัวของวัสดุ
$$LS = \frac{L-L_0}{L_0} \times 100\% \quad (3.3)$$

- LS คือ เปอร์เซ็นต์การหดตัวของวัสดุ (%)
 L_0 คือ ความยาวของชิ้นงานก่อนเผา (mm)
 L คือ ความยาวของชิ้นงานหลังเผา (mm)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) [31] จะผลิตภาพโดยตรวจสอบชิ้นงานด้วยลำอิเล็กตรอนที่โฟกัสให้กราด (สแกน) ไปทั่วพื้นที่ที่เสถียรของชิ้นงาน เมื่อลำอิเล็กตรอนมีปฏิสัมพันธ์กับชิ้นงาน มันจะสูญเสียพลังงานตามความหลากหลายของกลไก พลังงานที่หายไปจะถูกแปลงเป็นรูปแบบอื่น เช่น ความร้อน การปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิพลังงานต่ำ และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับพลังงานสูง การปล่อยแสง (Cathodoluminescence) หรือการเปล่งรังสีเอกซ์ พลังงานทั้งหมดเหล่านี้เป็นสัญญาณของข้อมูลเกี่ยวกับคุณสมบัติของพื้นผิวของชิ้นงาน เช่นรูปร่างและองค์ประกอบของมัน ภาพที่แสดงโดย SEM จะแปลความเข้มที่แตกต่างใดๆ ของสัญญาณเหล่านี้ให้เป็นภาพที่อยู่ในตำแหน่งที่สอดคล้องกับตำแหน่งของลำอิเล็กตรอนบนชิ้นงานตอนที่สัญญาณถูกสร้างขึ้น ดังนั้น SEM จึงสามารถสร้างภาพสามมิติ ซึ่งมีประโยชน์มากในการทำความเข้าใจโครงสร้างพื้นผิวของ

ในงานวิจัยนี้จะแบ่งการทดสอบออกเป็นสองส่วนก็คือทดสอบที่บริเวณผิว (Surface Area) และภาคตัดขวางของชิ้นงาน (Cross-Sectional Area) และนำไปทดสอบโดยเครื่อง Scanning Electron Microscopy แสดงดังภาพที่ 3.10 โดยการเตรียมตัวอย่างและการทดสอบมีดังนี้

1. ชิ้นงานที่จะตรวจสอบภาคตัดขวาง จะถูกนำไปขัดผิวด้วยแผ่นขัดเพชรขนาดต่างๆ จนชิ้นงานมีพื้นผิวด้านบนของวัสดุเรียบ
2. จากนั้นทำความสะอาดด้วยคลื่นอัลตราโซนิก และทำให้แห้งในเตาอบเพื่อขจัดความชื้น
3. นำทั้งชิ้นงานที่ทดสอบบริเวณผิว และชิ้นงานภาคตัดขวางที่ได้เตรียมไว้ในขั้นตอนที่ 1,2 ไปเคลือบพื้นผิวด้วยทองคำ (Au) เพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้า
4. จากนั้นนำชิ้นงานไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค



รูปที่ 3.10 Scanning Electron Microscopy (Apreo 2 SEM, ThermoFisher)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้เผยแพร่ขึ้นต้นการค้นคว้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.6 การตรวจสอบองค์ประกอบธาตุด้วย SEM-EDS

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy; EDS) เป็นการวิเคราะห์ที่อาศัยความแตกต่างกันของสเปกตรัมเชิงพลังงาน โดยมีหลักการทำงานคือตัวเครื่อง EDS จะฉายอิเล็กตรอนลงบนพื้นผิวชิ้นงาน เมื่อชิ้นงานถูกชนด้วยอิเล็กตรอน จะเกิดการแตกตัวเป็นไอออนด้วยการผลัดให้อิเล็กตรอนของชิ้นงานหลุดออกจากอะตอม และเพื่อรักษาเสถียรภาพ อิเล็กตรอนที่อยู่วงโคจรชั้นถัดไปจะลงเข้ามาแทนที่ และปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์ (X-ray) โดยพลังงานของรังสีเอ็กซ์ชนิดนี้จะมีค่าเฉพาะตามชนิดของธาตุ จากนั้นเครื่องตรวจจับการกระจายพลังงานจะทำหน้าที่ตรวจจับและวิเคราะห์ด้วยการเปรียบเทียบพลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่ปล่อยออกมากับมาตรฐานเพื่อระบุองค์ประกอบที่มีอยู่ในตัวอย่างและวัดปริมาณความเข้มข้นขององค์ประกอบ เทคนิคนี้ใช้กันอย่างแพร่หลายในด้านวัสดุศาสตร์ ธรณีวิทยา ชีววิทยา นิติเวช และสาขาอื่นๆ เพื่อระบุลักษณะองค์ประกอบและโครงสร้างของวัสดุต่างๆ ในระดับจุลภาคหรือระดับนาโน โดยเครื่อง EDS ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

(SEM-EDS; Hitashi SU8230 / Horiba)

3.3.7 ทดสอบความสามารถในการต้านทานแรงดัดงอของวัสดุ (3-Point Bending Test)

ในการตรวจสอบความสามารถในการรับแรงดัด (Flexural Strength) ในงานวิจัยนี้จะทำการทดสอบเพื่อหาความเค้นโค้งงอสูงสุด ด้วยการทดสอบแบบ 3-Point Bend Test โดยใช้เครื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Universal Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.12 โดยในการทดสอบนี้จะใช้ตัวอย่างจำนวน 5 ตัวอย่างในการวัดแต่ละครั้งเพื่อหาค่าความต้านทานแรงดึงต่อเฉลี่ยของตัวอย่าง

ขั้นตอนการเตรียมและทดสอบตัวอย่างมีดังนี้

1. ตัวอย่างถูกตัดเป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาด 4 มม. x 3 มม. x 35 มม. (กว้าง x สูง x ยาว)
2. ขัดตัวอย่างด้วยกระดาษทราย ตามลำดับจากกระดาษทรายหยาบไปเป็นทรายละเอียด
3. จากนั้นตัวอย่างจะถูกทำความสะอาดด้วยอัลตราโซนิกและทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อขจัดความชื้น
4. วางตัวอย่างไว้บนจิกที่รองรับ ระยะห่างระหว่างขารองรับ (L) ตั้งไว้ที่ 20 มม. ดังแสดงในรูปที่ 3.13
5. เมื่อเริ่มต้นการทดสอบ จะค่อยๆ กดตัวอย่างด้วยหมุดโหลดด้วยความเร็วของครอสเฮดที่ 1.0 มม./นาที
6. เมื่อกดตัวอย่างที่ทดสอบจนแตกหัก ให้บันทึกแรงสูงสุดที่จุดแตกหักของชิ้นงาน (F)
7. โดยเครื่อง Universal Testing Machine จะทำการคำนวณความต้านทานการดึงของตัวอย่างโดยใช้สมการ 3.4

$$\text{สูตรการหาความเค้นของวัสดุ} \quad \sigma = \frac{3FL}{2Wh^2} \quad (3.4)$$

σ คือ ความเค้น (Pa)

F คือ แรงสูงสุดที่เกิดการแตกหัก (N)

L คือ ระยะห่างระหว่างจุดรองรับที่ปลายทั้งสองด้าน (mm)

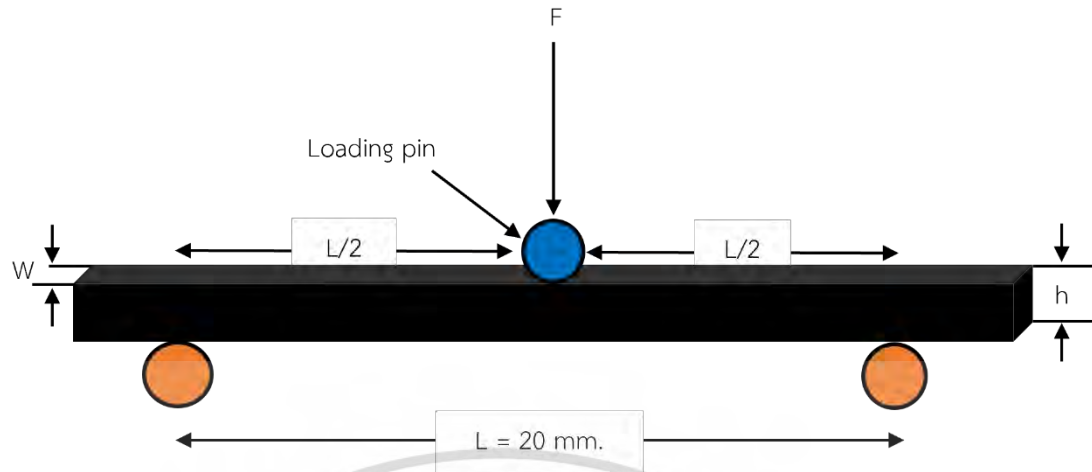
W คือ ความกว้างของตัวอย่างชิ้นงาน (mm)

h คือ ความสูงของตัวอย่างชิ้นงาน (mm)



รูปที่ 3.12 Universal Testing Machine. (No. 8872, Instron)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้ในเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นได้โปรดแจ้งไปยังฝ่ายประสานงานการดำเนินงาน
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 แผนผังของเครื่องทดสอบ 3-Point Flexural Strength

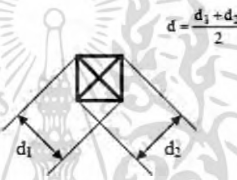
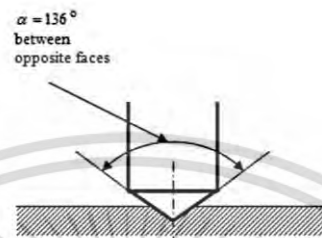
3.3.8 การทดสอบความแข็งแรง (Vickers Hardness)

ความแข็งแรง (Hardness) หมายถึง ค่าความต้านทานในการ เปลี่ยนแปลงขนาด รูปร่าง การทดสอบความแข็งแรง ของวัสดุมีหลายวิธี ในการทดลองนี้ใช้เทคนิคการทดสอบความแข็งแรงแบบ Vickers ซึ่งเป็นการทดสอบความแข็งแรงโดยใช้หัวกดเพชรที่มีลักษณะเป็นปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมแสดงในรูป 3.14 โดยที่ปลายหัวกดทำมุม 136 องศา ซึ่งเป็นมุมที่มีองศาใกล้เคียงกับหัวกดลักษณะกลมมากที่สุดค่าความแข็งแรงจะคำนวณจากแรงกดที่กระทำต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ ขั้นตอนการเตรียมและทดสอบตัวอย่างมีดังนี้

1. วางตัวอย่างผิวหน้าขัดเงาไว้บนแท่นทดสอบบนเครื่อง Vickers Hardness Testing Machine แสดงดังรูปที่ 3.15
2. ขาดังตัวอย่างถูกเลื่อนขึ้นจนกระทั่งพื้นผิวของตัวอย่างปรากฏชัดเจนบนหน้าจอกำลังจุลทรรศน์
3. หัวกดปิรามิดเพชรกดบนพื้นผิวของตัวอย่างด้วยน้ำหนัก 1 กิโลกรัมและค้างไว้ 10 วินาที
4. หลังจากผ่านไป 10 วินาที หัวกดปิรามิดเพชรจะถูกยกขึ้น จากนั้นวัดตัวอย่างสำหรับความยาวแนวทแยงของรอยกด (d_1 และ d_2) ดังแสดงในรูปที่ 3.13 และคำนวณค่าเฉลี่ย D
5. ค่าความแข็งแรงของแต่ละตัวอย่างคำนวณโดยใช้สมการ 3.5

สูตรการหาความแข็ง
$$HV = 1.854 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (3.5)$$

- HV คือ ความแข็ง (Kgf/mm²)
 F คือ น้ำหนักกด (kg)
 d คือ ความยาวเส้นทแยงมุมเฉลี่ย (mm)



รูปที่ 3.14 แผนผังการทำงานของ Vickers Hardness และการวัดเส้นทแยงมุมของรอยกด [32]



รูปที่ 3.15 Vickers Hardness Testing Machine (HM-113, Akashi Corporation)

3.3.9 การหาค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE (Dilatometer)

ค่าการขยายตัวทางความร้อน (CTE) เป็นคุณสมบัติของวัสดุที่บ่งบอกถึงขอบเขตที่วัสดุจะขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน การตรวจสอบค่าการขยายตัวทางความร้อนตรวจสอบโดยใช้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Dilatometer ดังแสดงในรูปที่ 3.16 อุณหภูมิที่ใช้ทดสอบอยู่ในช่วง 25-1000 องศาเซลเซียส ที่อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที



รูปที่ 3.16 Dilatometer (DIL 402 PC, NETZSCH)

สูตรการหาสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงเส้น

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \times \Delta T} \quad (3.6)$$

α คือ สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ΔL คือ ระยะหดตัวของชิ้นงาน

L_0 คือ ความยาวเส้นทแยงมุมเฉลี่ย (มม.)

ΔT คือ ผลต่างอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลอง

เนื้อหาในบทนี้เป็นกรรายงานสมบัติของอลูมิเนียมไททาเนต (Al_2TiO_5) คอมพอสิตที่เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส โดยได้ทำการวิเคราะห์ผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ในปริมาณต่างๆ ได้แก่ 5 10 15 20 และ 25 mol% เพื่อพัฒนาสมบัติของอลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิตให้มีสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และพฤติกรรมการขยายตัวทางความร้อนที่ดีขึ้น

โดยทำการตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆ เช่น วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเทคนิค DSC วิเคราะห์และระบุชนิดสารประกอบในคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD ตรวจสอบความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์ความพรุนโดยวิธีอาร์คิมิดีส คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวขึ้นงานหลังการเผาจากสูตร Average Linear Shrinkage ศึกษารายละเอียดของลักษณะพื้นผิวโดยเครื่อง SEM ทดสอบความสามารถในการรับแรงดัดงอของวัสดุโดยวิธี 3-Points bending ด้วยเครื่อง Universal Testing ทดสอบความแข็งโดยเครื่อง Vickers Indentation Tester และสุดท้ายตรวจสอบค่าการขยายตัวทางความร้อนหรือ CTE โดยเครื่อง Dilatometer

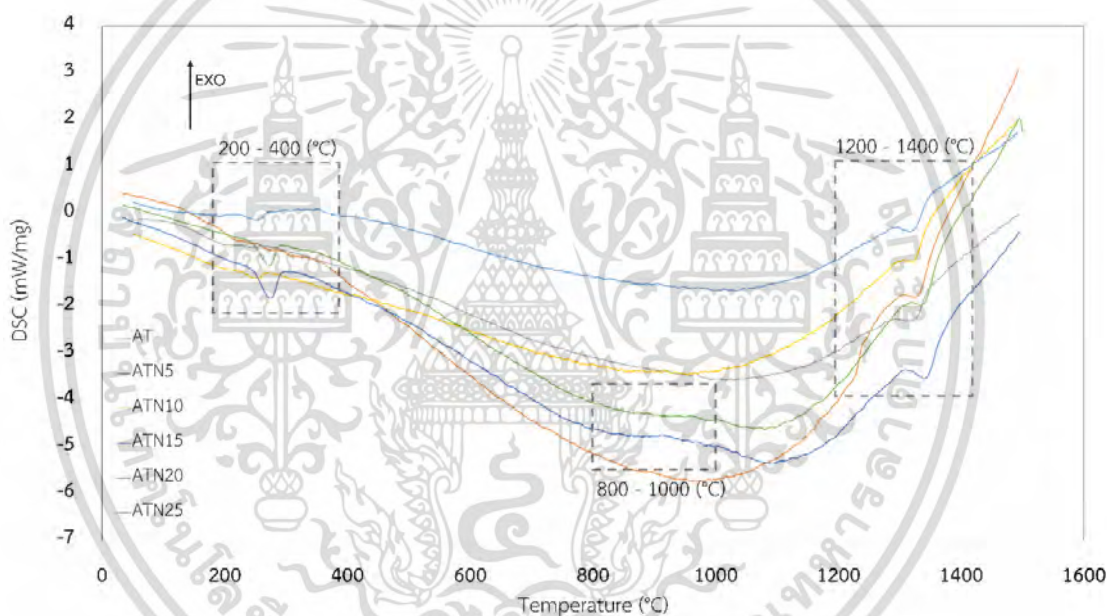
4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของพลังงานทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

การทดสอบในส่วนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ เคมี่ หรือการเปลี่ยนแปลงเฟส โดยใช้วิธีการวัดค่าพลังงานความร้อน และอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) โดยมีตรวจสอบผสมของสารตั้งต้นทั้งตัวอย่าง AT ทั้งไม่เติม AlN และตัวอย่าง AT แบบเติม AlN ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิตั้ง 25 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 1500 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.1 แสดงผลการทดสอบ DSC ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิตสูตรต่างๆ จากกราฟ DSC พบ Endothermic Peak ที่ช่วงอุณหภูมิ 200–400 องศาเซลเซียส ตัวอย่าง ATN15 ATN20 และ ATN25 ซึ่งเป็นพีคของการสลายตัวของน้ำในสารตั้งต้น [33][34] ทั้งนี้สาเหตุที่เป็นไปได้เกิดจากในตัวอย่าง 3 สูตรนี้มีอัตราส่วนการเติม AlN ค่อนข้างสูงอยู่ที่ 15-25 mol% ซึ่งผง AlN ที่ใช้ในสารตั้งต้นนั้นนั้นมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 100 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กที่สุดเมื่อเทียบกับขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นอื่นในตัวอย่างที่ทำการผสมขึ้นมา จึงทำให้มีพื้นที่ในการดูดความชื้นมากกว่าตัวอย่างที่มีการเติม AlN ในที่ปริมาณน้อย สำหรับตัวอย่าง AT ATN5 และ ATN10 การสลายตัวของน้ำในช่วงอุณหภูมิดังกล่าวจึงเกิดขึ้นน้อยและสังเกตเห็นพีคได้ไม่ชัดเจนนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

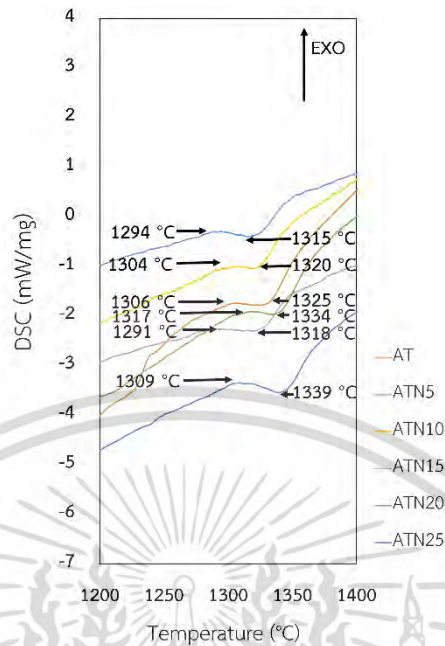
ต่อมาเมื่อสังเกตกราฟ ATN20 และ ATN25 พบว่ามีการเกิด Exothermic Peak ที่ช่วงอุณหภูมิ 800–1000 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา Solid State Reaction ของ TiN [35] จากงานวิจัยของ Kitiwan และคณะ [27] ได้มีการคำนวณค่า Gibb Free Energy ของการเกิด TiN และ AT พบว่าปฏิกิริยาการเกิด TiN มีค่า Gibb Free Energy ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเท่ากับ -179 kJ mol^{-1} ซึ่งมีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับค่า Gibb Free Energy ของปฏิกิริยาการเกิด AT ที่มีค่าเท่ากับ -1.319 mol^{-1} จึงยืนยันได้ว่าเกิดปฏิกิริยาเพื่อสร้างเฟส TiN ก่อนเฟส AT และอีกทั้งค่า Enthalpy มาตรฐานของการเกิด TiN นั้นมีค่าเท่ากับ -336 kJ/mol [36] ดังนั้นขณะที่เกิดปฏิกิริยาการสร้าง TiN จะมีการคายความร้อนเกิดขึ้นหรือเกิด Exothermic Peak ดังที่แสดงในช่วงอุณหภูมิ 800-1000 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.1 ผลการทดสอบ DSC ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิต

รูปที่ 4.2 เป็นภาพขยายของผลการทดสอบ DSC ในช่วงอุณหภูมิ 1200–1400 องศาเซลเซียส ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิต มีการสังเกตพบ Endothermic Peak ที่ช่วงอุณหภูมิดังกล่าวเกิดขึ้นในตัวอย่างทุกสูตรทั้งตัวอย่างที่ไม่เติม AlN และตัวอย่างที่เติม AlN ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าที่อุณหภูมิ 1291 - 1339 องศาเซลเซียสนั้น สารตั้งต้น Al_2O_3 และ TiO_2 เริ่มเกิดปฏิกิริยา Solid Solution เพื่อสร้างเฟส AT และทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ที่ช่วงอุณหภูมิดังกล่าว ซึ่งผลการวิเคราะห์นี้สอดคล้องกับทฤษฎีการเกิดเฟส AT ที่ได้อธิบายในหัวข้อที่ 2.1.5 และรูปที่ 2.6 Phase Diagram ของ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ [20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 ผลการทดสอบ DSC ช่วงอุณหภูมิ 1200–1400 องศาเซลเซียส
ของตัวอย่างอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิต

4.2 การวิเคราะห์ และระบุชนิดสารประกอบ โครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ใน สารตัวอย่าง (X-ray Diffraction; XRD)

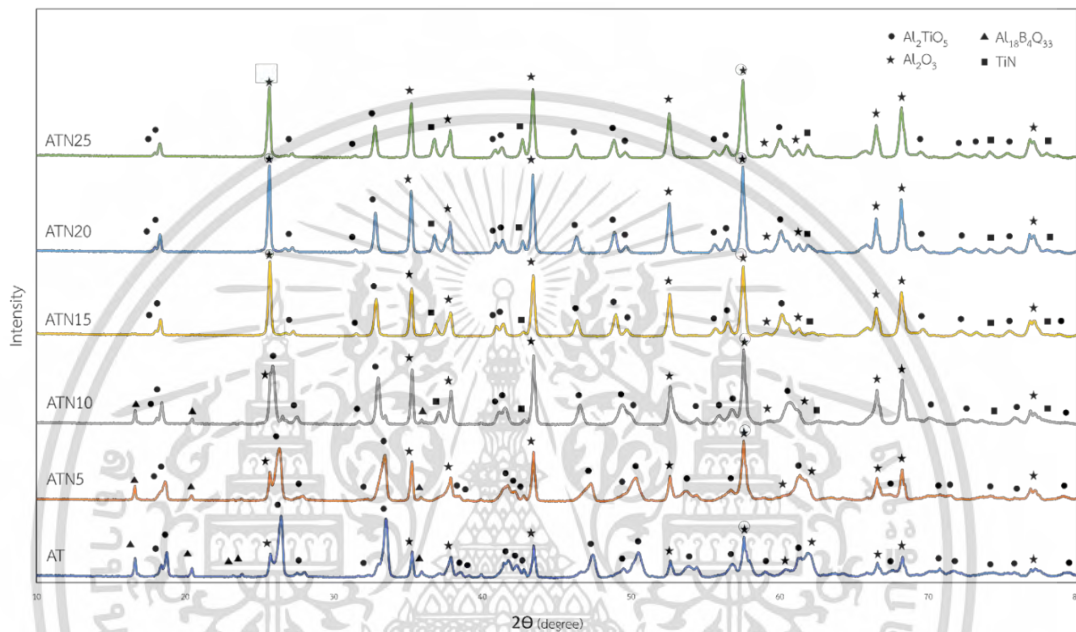
การทดสอบในส่วนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงเฟส และชนิด
สารประกอบของสารประกอบที่มีอยู่ในอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิตที่เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศา
เซลเซียสทั้งแบบไม่เติม AlN และเติม โดยเครื่อง XRD

รูปที่ 4.3 แสดงกราฟ XRD ของอลูมิเนียมไททานิคคอมพอสิตในทุกสูตรหลังผ่านการเผาที่
อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสเรียบร้อยแล้ว จากการวิเคราะห์ผลการทดสอบพบว่าองค์ประกอบของ
ชิ้นงาน AT composite หลังเผาผืนิกทุกตัวอย่างมีพีคของ XRD ที่แสดงเฟส AT และ Al_2O_3 เป็น
องค์ประกอบหลักในชิ้นงาน และไม่พบ TiO_2 และ AlN เหลืออยู่ในองค์ประกอบ นอกจากนั้นยังพบ
เฟสของ $Al_{18}B_4O_{33}$ ในชิ้นงาน AT ATN5 และ ATN10 ซึ่งเกิดจากการที่สารฝังกลบ h-BN ไปทำ
ปฏิกิริยากับ Al_2O_3 ที่เป็นสารตั้งต้นนั่นเอง อย่างไรก็ตามเมื่อเติม AlN ในปริมาณที่มากขึ้นมีแนวโน้ม
ว่าพีคของ $Al_{18}B_4O_{33}$ จะมีความสูงลดลง และไม่พบที่ชิ้นงาน ATN15 ATN20 และ ATN25

ในส่วนของพีค Al_2O_3 นั้นมีความสูงที่เพิ่มขึ้น แต่พีคของ AT นั้นจะค่อยๆ ลดลงเมื่อปริมาณ
การเติม AlN เพิ่มขึ้น สาเหตุอาจเกิดมาจากการเกิดขึ้นของเฟส TiN ที่ค่อยๆ เพิ่มขึ้นในชิ้นงาน

ATN10 ATN15 ATN20 และ ATN25 เนื่องจาก เฟส TiN นั้นเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

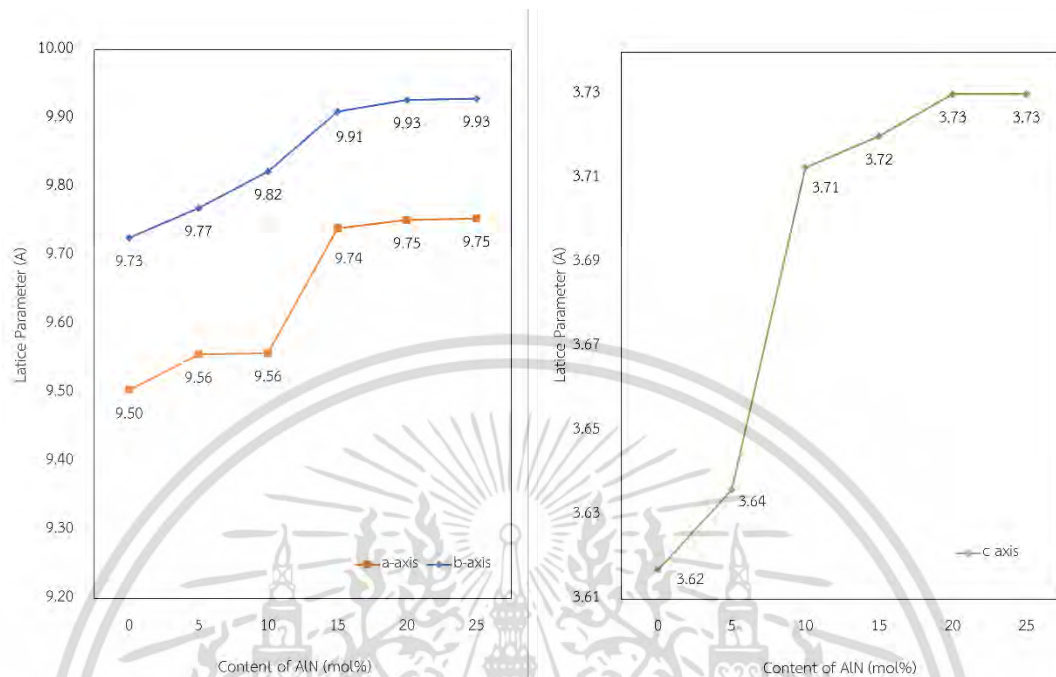
TiO₂ และ AlN ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบ TiN และ Al₂O₃ ขึ้น [37] ตามที่แสดงในสมการที่สมการที่ (2.1) นั่นเอง การเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวทำให้ TiO₂ นั้นหมดลงไปก่อนที่จะสามารถเกิดปฏิกิริยาการสร้าง AT ได้ และยังเป็นเหตุผลที่อธิบายปริมาณของเฟส Al₂O₃ ที่เพิ่มขึ้นอีกด้วย ทั้งนี้การเกิดเฟสใหม่อย่าง TiN รวมอยู่ในอลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิตจะส่งผลดีต่อการเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ชิ้นงานได้เป็นอย่างมาก เนื่องจาก TiN เป็นสารประกอบประเภทไนไตรด์ที่มีแรงยึดเหนี่ยวโควาเลนต์ระหว่างพันธะสูงมาก [38]



รูปที่ 4.3 ผลการทดสอบ XRD ของตัวอย่างที่เติม และไม่เติม AlN ที่เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

มีอีกหนึ่งข้อสังเกตเพิ่มเติมจากผลการทดสอบ XRD โดยพบว่าตำแหน่งพิกของ AT นั้นมีการเลื่อนไปทางด้านซ้ายอย่างเห็นได้ชัด บ่งชี้ถึงการเกิด Solid Solution ขึ้นในโครงสร้างของ AT เนื่องจากเมื่อเติม AlN ลงไปนั้นอาจส่งผลให้ N ไอออน เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของ O ไอออน บางส่วน ซึ่ง Ionic Radius ของ N ไอออน (Ionic Radius = 1.71 Å) นั้นมีขนาดใหญ่กว่าของ O ไอออน (Ionic Radius = 1.40 Å) เมื่อเกิดการแทนที่แล้วจึงทำให้ค่า Lattice Constant มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งสมมติฐานนี้ได้รับการยืนยันโดยการตรวจสอบขนาดของ Lattice Parameter ของ AT ดังรูปที่ 4.4 จากกราฟจะแสดงการเปลี่ยนแปลงของ Lattice Parameter a b และ c ของ AT เมื่อการเติม AlN เพิ่มขึ้นจาก 0-15 mol% ค่าคงที่ของแลตทิซจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ในขณะที่เมื่อปริมาณ AlN เพิ่มขึ้น 20 - 25 mol% Lattice Parameter a b และ c จะแสดงเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น สันนิษฐานว่า ปฏิกิริยา Solid Solution ของ N ไอออน ใน AT สามารถเกิดขึ้นได้ด้วยการเติม AlN ที่

5 และ 10 mol% หลังจากนั้นที่ 15–25 mol% ปฏิบัติการ Solid Solution ของ N ไอออนใน AT เกือบถึงขีดจำกัด



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AlN ที่มีต่อ Lattice Parameter ของ AT

4.3 การวิเคราะห์ความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน โดยวิธี Archimedes

หลังจากกระบวนการเผาขึ้นตัวอย่างเซรามิกคอมโพสิต AT Composite ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้ทำการตรวจสอบความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน โดยใช้วิธีอาร์คิมิดีส ตามมาตรฐาน ASTM C20 ขั้นตอนนี้จะต้องนำชิ้นงานใส่ไว้ในน้ำเดือนเป็นเวลา 6 ชั่วโมง และจากนั้นปล่อยให้แช่ต่อไปอีก 24 ชั่วโมงก่อนที่จะชั่งน้ำหนักต่าง และนำมาคำนวณ โดยได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของการเติม AlN ใน AT ที่มีต่อความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุน

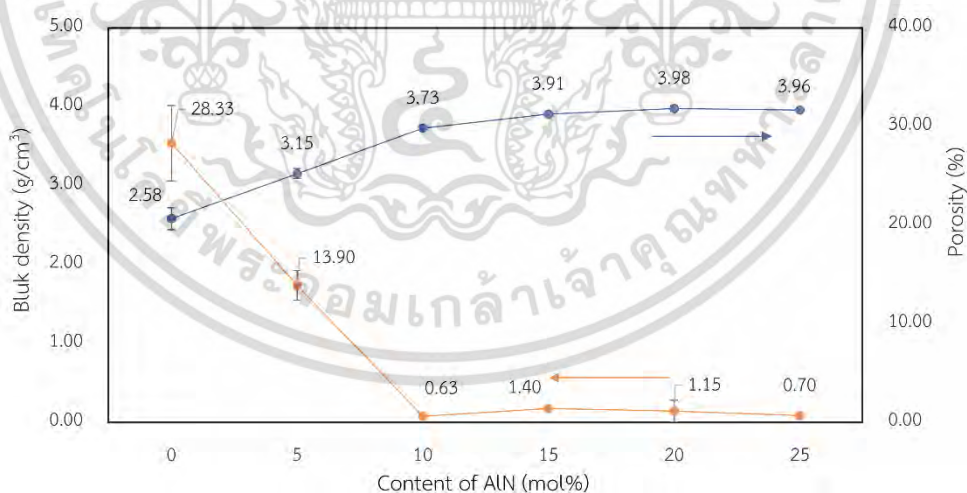
Content of AlN (mol%)	Bulk Density (g/cm ³)	S.D.	%Porosity	S.D.
0	2.58	0.14	28.33	3.82
5	3.15	0.06	13.90	1.52
10	3.73	0.02	0.63	0.11
15	3.91	0.01	1.40	0.18
20	3.98	0.04	1.15	1.11
25	3.96	0.01	0.70	0.15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AlN ที่มีต่อความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชิ้นงาน AT Composite หลังจากผ่านการเผาแบบ Reaction Sintering สำหรับชิ้นงาน AT ที่ไม่มีการเติม AlN จะมีความหนาแน่นเพียงแค่ 2.58 g/cm^3 หลังจากนั้นเมื่อเติม AlN ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ค่า Bulk Density นั้นจะสูงขึ้นตามไปด้วย ส่วนชิ้นงานที่มีการเติม AlN 5 mol% 10 mol% 15 mol% 20 mol% และ 25 mol% จะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 3.15 g/cm^3 , 3.73 g/cm^3 , 3.91 g/cm^3 , 3.98 g/cm^3 และ 3.96 g/cm^3 ตามลำดับ

สำหรับค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนในชิ้นงาน AT มีค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนสูงถึง 28.34% และเมื่อเติม AlN ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้รูพรุนลดลงเป็นอย่างมาก โดยชิ้นงาน ATN5 มีเปอร์เซ็นต์ความพรุนลดลงมาที่ 13.90% ส่วนชิ้นงาน ATN10 ATN15 ATN20 และ ATN25 นั้นมีเปอร์เซ็นต์ความพรุนต่ำมากซึ่งมีค่าเป็น 0.60% 1.40% 1.15% และ 0.70% ตามลำดับ

จากค่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้น และเปอร์เซ็นต์ความพรุนที่ลดลงในการศึกษานี้สามารถยืนยันได้ว่าการเติม AlN นั้นช่วยในการส่งเสริมการเพิ่มความหนาแน่นของคอมโพสิต ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อปริมาณ AlN เพิ่มขึ้น ทำให้เกิดเฟสใหม่ก็คือ TiN และทำให้เกิดการคายความร้อนออกมาเนื่องจากมาจากปฏิกิริยา Exothermic ส่งผลให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นมากขึ้น นอกจากนี้ความหนาแน่นของชิ้นงานยังเกิดจากการลดลงของรูพรุนระหว่างการเผาแบบ Reaction Sintering อีกด้วย

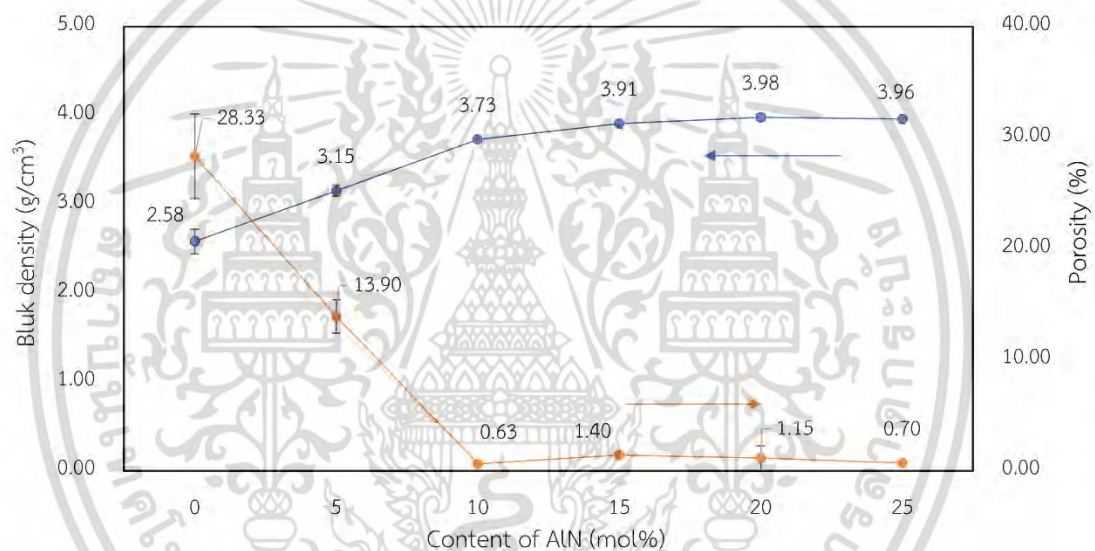


รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AlN ที่มีต่อความหนาแน่น และ%รูพรุน ของชิ้นงาน AT Composite

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของวัสดุ Average Linear Shrinkage

การตรวจสอบค่าการหดตัวเชิงเส้นในชิ้นงาน AT Composite สามารถบอกถึงประสิทธิภาพของการเผาผนึกได้ จากภาพที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าพฤติกรรมการหดตัวเชิงเส้นของ AT/AT Composite นั้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความหนาแน่น สำหรับชิ้นงาน AT ที่ไม่ได้เติม AlN มีค่าการหดตัวที่ค่อนข้างต่ำเพียง 4.55% เมื่อมีการเติม AlN ที่ 5, 10 และ 15 mol% ทำให้ค่าการหดตัวเชิงเส้นมีเปอร์เซ็นต์ที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดโดยมีค่า 11.60%, 15.71% และ 17.12% ตามลำดับ และการเติม AlN ที่ 20 และ 25 mol% การหดตัวเชิงเส้นนั้นเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เป็น 18.54% และ 19.11% ซึ่งค่าการหดตัวเชิงเส้นดังกล่าวมีผลที่สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ได้วิเคราะห์ก่อนหน้านี้ในหัวข้อที่ 4.3



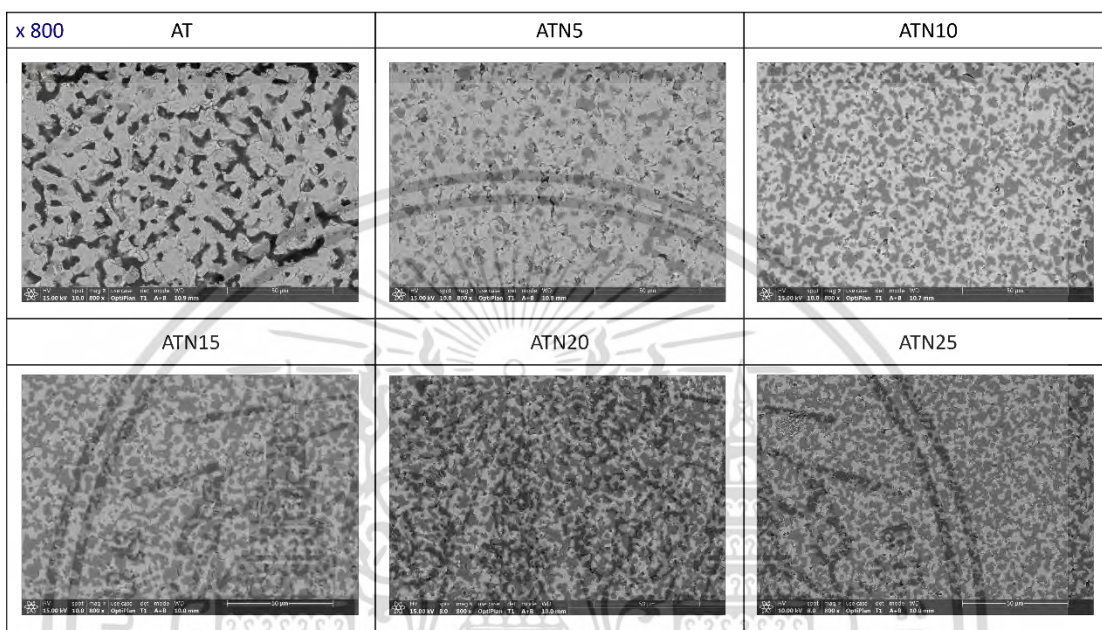
รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ของปริมาณการเติม AlN ที่มีต่อค่าเปอร์เซ็นต์การหด และความหนาแน่นของชิ้นงาน AT/AT Composite

4.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDS)

การทดสอบในส่วนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน AT Composite ที่เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ทั้งแบบไม่เติม และเติม AlN โดยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

รูปที่ 4.7 แสดงภาพ SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน AT Composite ที่ผ่านการขัดเงา โดยทำการถ่ายภาพที่กำลังขยายต่ำที่ 800 เท่า จากภาพ SEM พบว่าชิ้นงาน AT ที่ไม่ได้เติม AlN นั้น เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

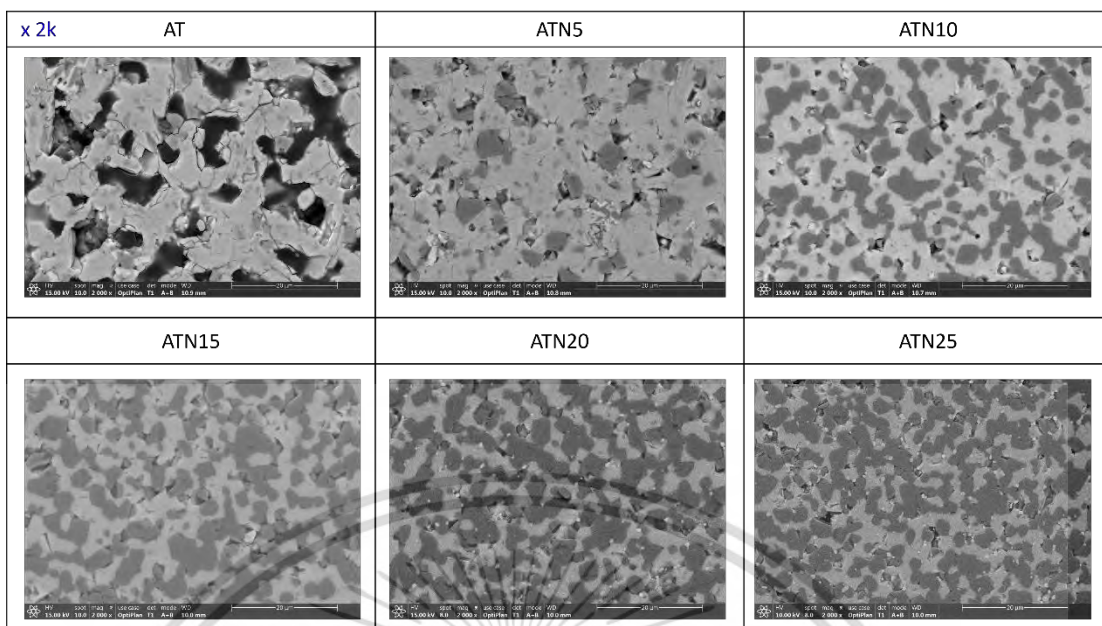
แสดงให้เห็นรูพรุนเป็นจำนวนมาก สอดคล้องกับผลการวัดค่าความหนาแน่นที่ต่ำ (2.58 g/cm^3) และค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนที่สูง (28.34%) ที่วัดด้วยวิธีอาร์คิมิดีส ส่วนชิ้นงาน ATN ที่มีการเติม AlN จะช่วยให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และพื้นที่ที่เป็นรูพรุนลดลงอย่างชัดเจน นอกจากนี้การเติม AlN ยังช่วยทำให้โครงสร้างจุลภาคมีขนาดเกรนที่เล็กลง



รูปที่ 4.7 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน AT Composite ที่กำลังขยาย 800 เท่า

โดยในรูปที่ 4.8 แสดงภาพ AT Composite ที่กำลังขยายสูงขึ้นไป 2000 เท่า โดยสังเกตพบว่าเมื่อปริมาณการเติม AlN เพิ่มมากขึ้น พื้นที่ที่เป็นเฟสสีเทาอ่อนลดลง และในทางตรงกันข้ามพื้นที่ที่เป็นเฟสสีเทาเข้มจะเพิ่มขึ้น พื้นที่ที่มีสีที่ต่างกันแสดงถึงแต่ละเฟสที่มีอยู่ใน AT composite โดยพื้นที่สีเทาอ่อนคือเฟส AT ส่วนพื้นที่สีเทาเข้มคือเฟส Al_2O_3 [27] การเติม AlN ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้เฟส AT ลดลง และเฟส Al_2O_3 เพิ่มขึ้น ลักษณะที่สังเกตได้นี้ตรงกับผลการตรวจสอบเฟสด้วย XRD ตามที่อธิบายในหัวข้อ 4.2 นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าในชิ้นงาน ATN20 และ ATN25 มีการเกิดขึ้นของเฟสสีขาวเล็กๆ แทรกอยู่ตามขอบเกรน โดยเฟสดังกล่าวคือ TiN นั่นเอง [27]

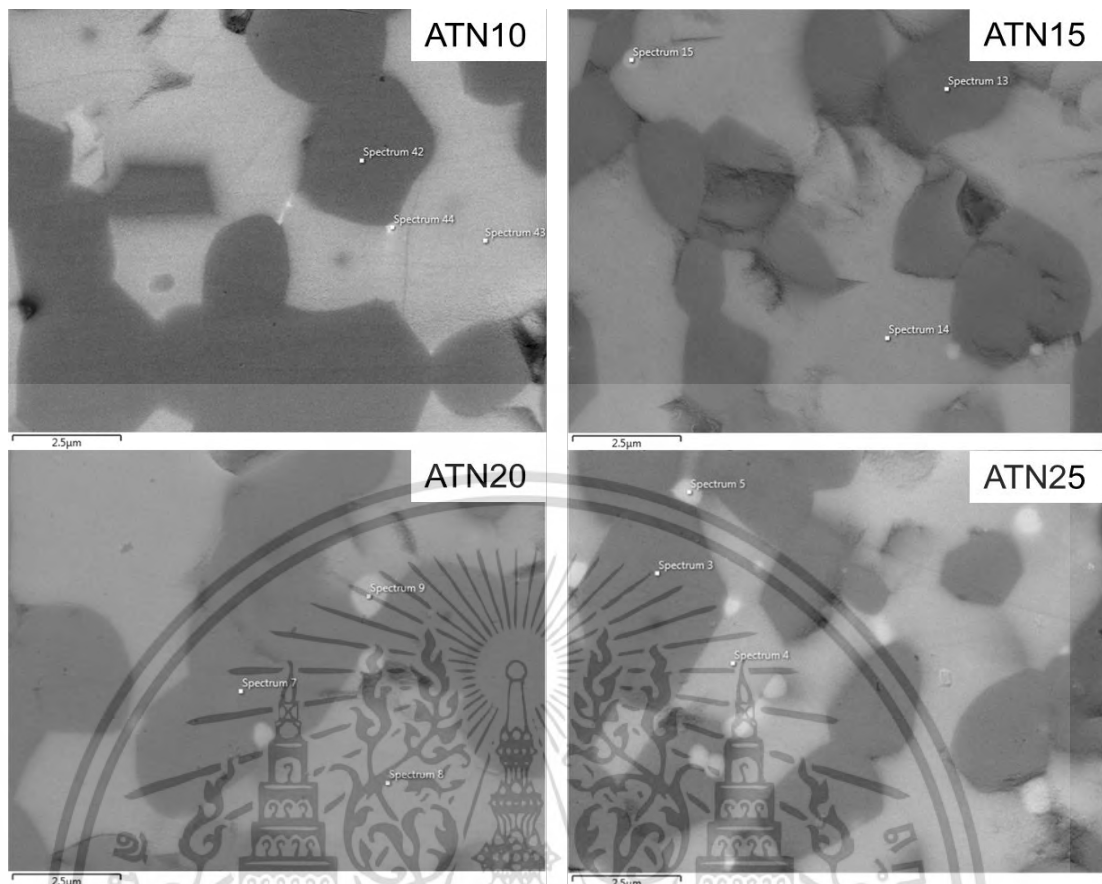
จากการพิจารณาโครงสร้างจุลภาคยังพบว่าการเติม AlN ส่งผลให้ปริมาณ Microcrack ของชิ้นงาน AT ลดลงเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่มีการเติมโดยสังเกตได้จากชิ้นงาน AT พบ Microcrack กระจายอยู่ทั่วบริเวณของชิ้นงาน ต่อมาเมื่อเติม AlN ปริมาณ 5 mol% โครงสร้างของชิ้นงานมี Microcrack ลดลงอย่างเห็นได้ชัดอีกทั้งปริมาณของรูพรุนยังลดลงอย่างมาก และเมื่อเพิ่มการเติม AlN เป็น 10-25 mol% ไม่พบ Microcrack ในโครงสร้าง อีกทั้งชิ้นงานยัง Homogeneous อีกด้วย



รูปที่ 4.8 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน AT Composite ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

รูปที่ 4.9 แสดงภาพ SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน ATN10, ATN15, ATN20 และ ATN25 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS และตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณธาตุที่มีอยู่ในเฟสต่างๆ ของชิ้นงาน ATN10 ATN15 ATN20 และ ATN25 โดยในทุกตัวอย่างได้ผลการวิเคราะห์ออกมาคล้ายกัน โดยเฟสสีเทาเข้มจะประกอบด้วย Al และ O เป็นหลัก บ่งชี้ว่าเป็นเฟส Al_2O_3 ส่วนปริมาณธาตุที่วิเคราะห์ได้ในเฟสสีเทาอ่อนประกอบด้วย Ti และ Al เป็นหลัก และพบ O ในสัดส่วนที่รองลงมา ซึ่งบ่งชี้ว่าอาจเป็นเฟส Al_2TiO_5 ทั้งนี้อัตราส่วน Atomic Percent (At%) ของธาตุต่างๆ นั้นคาดเคลื่อนจาก Stoichiometric ratio ของสารประกอบ Al_2TiO_5 เนื่องจากสัญญาณของธาตุ O และ Ti นั้นซ้อนทับกันจึงอาจเกิดความคาดเคลื่อนในการประเมินผลข้อมูลได้ ทั้งนี้ไม่พบธาตุ N ที่คาดว่าเกิดการ Solid Solution ใน AT ตามผล XRD เนื่องจาก Detection Limit ของ EDS ที่จะไม่สามารถตรวจสอบธาตุที่มีมวลอะตอมน้อยได้อย่างแม่นยำนั่นเอง ส่วนตำแหน่งที่เป็นเฟสสีขาวขนาดเล็ก พบทั้งธาตุ Ti Al และ O นอกจากนั้นยังพบ N ในปริมาณเล็กน้อย ซึ่งบ่งชี้ว่าอาจเป็น TiN ที่ปริมาณ N ตรวจพบได้น้อยเนื่องจาก Detection Limit ของ EDS และการพบธาตุ Al หรือ O ปะปนมาด้วยเนื่องจากเกรนของเฟสสีขาวนั้นมีขนาดเล็กมาก จึงทำให้สัญญาณของธาตุจากเฟสข้างเคียงปนมานั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 SEM ของภาคตัดขวางของชิ้นงาน ATN10, ATN15, ATN20 และ ATN25 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และตำแหน่งในการวิเคราะห์ EDS

ตารางที่ 4.2 ผล EDS แสดงปริมาณธาตุที่มีอยู่ในเฟสต่างๆ ของชิ้นงาน ATN10, ATN15, ATN20 และ ATN25

Sample	Position	Phase color	Wt%				At%			
			Ti	Al	O	N	Ti	Al	O	N
ATN10	Spectrum 42	เทาเข้ม	2.1	48.4	49.5	0	0.90	36.4	62.7	0
	Spectrum 43	เทาอ่อน	44.0	11.6	44.4	0	22.2	10.4	67.4	0
	Spectrum 44	ขาว	24.8	23.0	52.2	0	11.1	18.3	70.4	0
ATN15	Spectrum 13	เทาเข้ม	3.6	48.0	48.4	0	0.2	37.0	62.8	0
	Spectrum 14	เทาอ่อน	54.3	7.0	38.7	0	29.8	6.8	63.4	0
	Spectrum 15	ขาว	41.4	17.0	37.3	4.2	21.7	15.8	58.7	3.8
ATN20	Spectrum 7	เทาเข้ม	7.5	40.2	52.3	0	0.3	31.2	68.5	0
	Spectrum 8	เทาอ่อน	47.2	7.6	45.1	0	24.1	6.9	69.0	0
	Spectrum 9	ขาว	44.9	9.3	34.3	11.5	22.0	8.1	50.6	19.3

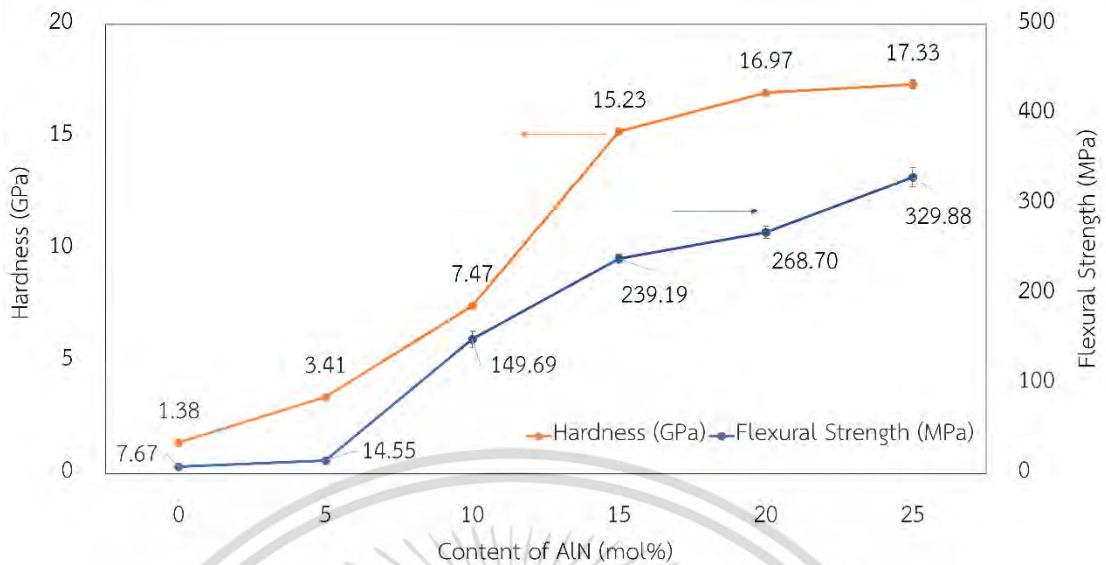
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ATN25	Spectrum 3	เทาเข้ม	1.8	48.4	49.8	0	0.76	36.28	62.96	0
	Spectrum 4	เทาอ่อน	44.7	10	45.3	0	22.6	9.00	68.42	0
	Spectrum 5	ขาว	41.7	27.1	23.3	7.9	22.33	25.78	37.43	14.46

4.6 การทดสอบสมบัติเชิงกล Flexural Strength และ Vickers Hardness

จากการตรวจสอบความแข็งแรงเชิงกลด้วยการทดสอบ ความสามารถในการรับแรงดัดของวัสดุ (Flexural Strength Using 3-Point Bending Test) และทดสอบความแข็งแรง (Vickers Hardness) ผลการทดสอบที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.10 จากการวิเคราะห์ผลของปริมาณ AlN ที่เพิ่มขึ้นต่อค่าความต้านทานแรงดัดงอ และค่าความแข็งแรง ของ AT Composite ได้ผลลัพธ์ที่ได้บ่งชี้ว่าค่าความต้านทานแรงดัดงอของ AT Composite เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อปริมาณของ AlN เพิ่มขึ้น โดยความต้านทานแรงดัดงอของตัวอย่าง AT ที่ไม่ถูกเติมนั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดงออยู่ที่ 7.67 MPa และค่าความแข็งแรงอยู่ที่ 1.38 GPa และเมื่อเพิ่มปริมาณ AlN ขึ้นค่าความต้านทานแรงดัดงอ และค่าความแข็งแรงก็เพิ่มขึ้นด้วย โดยที่การเติม AlN 25 mol% นั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดงอ และค่าความแข็งแรงสูงที่สุดอยู่ที่ 329.88 MPa และ 17.33 GPa ตามลำดับ

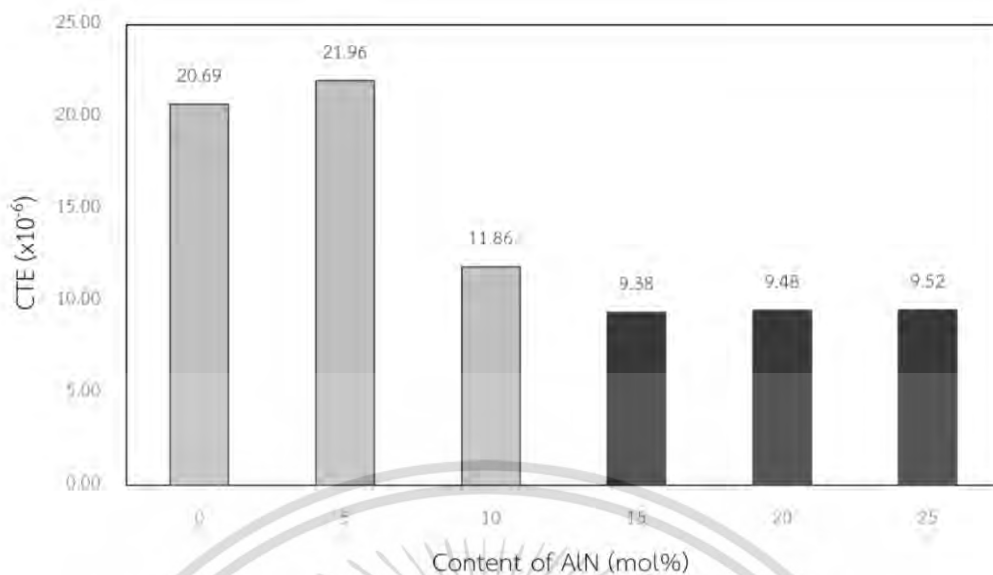
ผลลัพธ์ของการเพิ่มขึ้นของสมบัติทางกลดังกล่าวนี้สอดคล้องกับผลการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพ ที่มีค่าความหนาแน่นรวมที่เพิ่มขึ้น และความพรุนลดลงเมื่อปริมาณของ AlN เพิ่มขึ้น เนื่องจากโครงสร้างของคอมพอสิตที่มีความหนาแน่นสูงจะทำให้มีความแข็งแรงสูงตามไปด้วย นอกจากนี้การเติม AlN ยังส่งผลให้เกิดโครงสร้างจุลภาคที่มีเกรนขนาดเล็กและมีช่องการกระจายตัวของเฟสที่มีความสม่ำเสมอ ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการปรับปรุงคุณสมบัติทางกลของ AT Composite นั้นเอง ทั้งนี้การเติม AlN ที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลให้มีปริมาณของ Al_2O_3 และ TiN เพิ่มมากขึ้นซึ่งทั้งสองเฟสนี้มีความแข็งแรงสูงอยู่แล้ว จึงส่งผลให้สมบัติเชิงกลของชิ้นงานตัวอย่างมีความแข็งแรงโดยรวมเพิ่มขึ้นตามไปด้วย



รูปที่ 4.10 แสดงผลของปริมาณ AlN ต่อความต้านทานแรงดัดงอ และความแข็งแรงของวัสดุ AT

4.7 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Coefficient of Thermal Expansion; CTE)

ในการตรวจสอบค่า CTE หรือ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของตัวอย่าง AT/AT composite แสดงดังรูปที่ 4.11 พบว่าตัวอย่าง AT ATN5 และ ATN10 ขึ้นงานมีสารประกอบ $Al_{18}B_4O_{33}$ หรือเฟสที่มีความคล้ายแก้วอยู่เป็นผลให้ตัวขึ้นงานนั้นมีค่า CTE สูง ต่อมาในตัวอย่าง ATN15 ATN20 และ ATN25 สามารถวิเคราะห์ได้ว่าค่า CTE ของตัวอย่าง AT Composite เพิ่มขึ้นเมื่อเติม AlN ในปริมาณเพิ่มมากขึ้น ซึ่งจากผลที่ได้ค่า CTE ของตัวอย่าง ATN15 ATN20 และ ATN25 คือ $9.38 \times 10^{-6} K^{-1}$ $9.48 \times 10^{-6} K^{-1}$ และ $9.58 \times 10^{-6} K^{-1}$ ตามลำดับ การเพิ่มขึ้นของค่า CTE คาดว่าเป็นผลมาจากการเกิดขึ้นของ TiN และ Al_2O_3 ใน AT Composite เนื่องจากค่า CTE ของ AT นั้นอยู่ที่ 1.0×10^{-6} [2] ส่วนค่า CTE ของ TiN และ Al_2O_3 มีค่าค่อนข้างสูงอยู่ที่ $11.1 \times 10^{-6} K^{-1}$ [38] และ $9.8 \times 10^{-6} K^{-1}$ [39] ตามลำดับ



รูปที่ 4.11 ผลของ AlN ต่อค่า CTE ของ AT Composite

4.8 วิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของตัวอย่าง AT Composite

จากตารางที่ 4.3 แสดงคุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของตัวอย่าง AT Composite จะเห็นว่าตัวอย่าง ATN25 หรือตัวอย่างที่มีการเติม AlN ในปริมาณ 25 mol% นั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดงอ (Flexural Strength) สูงที่สุด และอีกทั้งยังมีค่าความหนาแน่น (Density) ความแข็ง (Hardness) และค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (CTE) สูงอีกด้วย

ตารางที่ 4.3 คุณสมบัติเชิงกล และความร้อนของตัวอย่าง AT Composite

Sample	Density (g/cm^3)	Hardness (GPa)	Strength (MPa)	CTE ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
AT	2.58	1.38	7.67	20.69
ATN5	3.15	3.41	14.55	21.96
ATN10	3.73	7.47	149.69	11.86
ATN15	3.91	15.23	239.19	9.38
ATN20	3.98	16.97	268.70	9.48
ATN25	3.96	17.33	329.88	9.52

ต่อมาในตารางที่ 4.4 เป็นตารางเปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกล และคุณสมบัติทางความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนต กับอลูมิเนียมไททาเนตที่มีการเติมสารประกอบ Oxide และ Non-Oxide ในหัวข้อที่ 2.2 และตัวอย่าง ATN25 ของงานวิจัยนี้ จะเห็นว่าในการเติมสารประกอบ Oxide และ Non-Oxide เข้าไปนั้นช่วยให้ค่าความแข็งแรงเชิงกลเพิ่มขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อเทียบกับตัวอย่างที่มีการ

เติม AlN 25 mol% ในงานวิจัยนี้พบว่า ATN25 นั้นมีการพัฒนาความแข็งแรงเชิงกลขึ้นอย่างมาก เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนเวลาสำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับผูกมัดเห็นไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 คุณสมบัติเชิงกล และคุณสมบัติทางความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนต กับอลูมิเนียมไททาเนตที่มีการเติมสารประกอบ Oxide และ Non-Oxide ในงานวิจัยที่เกี่ยวข้องหัวข้อที่ 2.2 และตัวอย่าง ATN25

	Density (g/cm ³)	Hardness (GPa)	Strength (MPa)	CTE (x10 ⁻⁶ /°C)
AT				
AT [20]	3.70	5	4-20	1-1.5
Reference				
Papitha et al (2013) [2]	3.4-3.7	1.9	25.9	0.4
Zhien et al (1996) [26]	3.2	-	270	8.2
Kitiwan et al (2023) [27]	5.4	16.3	-	-
This study				
ATN25	3.9	17.3	329.9	9.5

สุดท้ายตารางที่ 4.5 แสดงคุณสมบัติวัสดุเซรามิกที่นำไปใช้งานวัสดุกรองเขม่าไอเสียในเครื่องยนต์ดีเซล (Diesel Particulate Filter; DPF) กับตัวอย่าง ATN25 พบว่ามีค่าความหนาแน่นและความแข็งแรงเชิงกลที่ค่าที่ใกล้เคียงกับวัสดุเซรามิกที่ใช้เป็น DPF ปัจจุบัน แต่อย่างไรก็ตามค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (CTE) ของ ATN25 ก็ยังมีค่าที่สูงกว่ามากเนื่องจากมีเฟสของอลูมินา และไททาเนียมไนไตรด์อยู่นั่นเอง

ตารางที่ 4.5 คุณสมบัติวัสดุเซรามิกที่นำไปใช้งานวัสดุกรองเขม่าไอเสียในเครื่องยนต์ดีเซล (Diesel Particulate Filter; DPF) กับตัวอย่าง ATN25

	Density (g/cm ³)	Hardness (GPa)	Strength (MPa)	CTE (x10 ⁻⁶ /°C)
DPF materials				
SiC [40]	2.5-3.2	19.61-29.42	250-400	4-5
Cordierite [41]	2.1-2.3	-	50-150	1-2
This study				
ATN25	3.96	17.33	329.88	9.52

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีต่อคุณสมบัติทางกายภาพ เชิงกล และความร้อนของอลูมิเนียมไททาเนต สามารถสรุปผลการศึกษาได้ดังนี้

การเติม AlN ที่ปริมาณ 0-25 mol% ในอุณหภูมิการเผาแบบ Reaction Sintering ที่ 1500 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสหลักของชิ้นงาน AT Composite คือ Aluminum titanate (Al_2TiO_5 ; AT) และ Alumina (Al_2O_3) โดยปริมาณปริมาณของ AT จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ AlN และพบการเกิด Solid Solution ของ N atom ในโครงสร้างของ AT ทำให้ค่า Lattice Constant ของ AT มีค่าเพิ่มขึ้น และมีการตรวจพบเฟส Titanium Nitride (TiN) ซึ่งเห็นได้ชัดในผลการทดสอบ XRD ในชิ้นงาน ATN10 ATN15 ATN20 และ ATN25

การเกิดเฟส TiN ยังทำให้เกิดปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นจึงมีส่วนช่วยให้กระบวนการ Sintering มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้นยืนยันได้จากเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นที่สูงขึ้นสอดคล้องกับค่า Bulk Density ของชิ้นงานที่มีค่ามากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเติม AlN โดยมีค่า Bulk Density ของตัวอย่าง ATN25 มีค่ามากที่สุดอยู่ที่ 3.96 g/cm^3 และมีปริมาณรูพรุนเพียง 0.70% เท่านั้น

นอกจากนั้นโครงสร้างจุลภาคของ AT Composite มีรูพรุนลดลง มีขนาดเกรนที่ลดลงและการกระจายตัวของเฟสมีความสม่ำเสมอเพิ่มขึ้น อีกทั้งยังส่งผลให้มีความแข็งแรงเชิงกลเพิ่มขึ้น โดยที่การเติม AlN 25 mol% นั้นมีค่าความต้านทานแรงดัดงอ 329.88 MPa และค่าความแข็งแรงสูงสุด 17.33 GPa อย่างไรก็ตามเนื่องจาก TiN และ Al_2O_3 มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (CTE) ที่สูง จึงทำให้ค่า CTE เพิ่มขึ้นถึง 9.58×10^{-6} ในตัวอย่าง ATN25 ซึ่งอาจจะต้องปรับปรุงในการศึกษาเพิ่มเติมในอัตราส่วนเฟสที่เหมาะสมต่อไป

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในตัวอย่าง AT, ATN5 และ ATN10 มีเฟสของ $Al_{18}B_4O_{33}$ ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น Al_2O_3 และสารฝังกลบ h-BN ทำให้ชิ้นงานทั้ง 3 สูตรดังกล่าวมีคุณสมบัติความเป็นแก้วสูงเป็นผลให้ชิ้นงานไม่เหมาะสมสำหรับนำมาวิเคราะห์ผล CTE ดังนั้นควรมีการศึกษาเพิ่มเติมโดยการใช้สารฝังกลบอื่นทดแทนเช่น Al_2O_3 เป็นต้น
2. จากผลการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้พบว่าการเติม AlN ส่งผลทำให้เกิดสารประกอบ TiN ขึ้นเมื่อปริมาณ TiN เพิ่มมากขึ้นปริมาณสารตั้งต้น Al_2O_3 ในงานตัวอย่างก็เพิ่มขึ้นด้วยอธิบายดังสมการที่ 2.1 ซึ่ง Al_2O_3 มีค่า CTE ค่อนข้างสูงจึงเป็นอีกหนึ่งเหตุผลที่ทำให้ตัวอย่างในสูตรหลังๆมีค่า CTE สูง ดังนั้นควรศึกษาสารตั้งต้นในอัตราส่วนอื่น ๆ เพิ่มเติมเพื่อพัฒนาคุณสมบัติของ AT Composite ต่อไป



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] R. D. Skala, D. Li, and I. M. Low, “Diffraction, structure and phase stability studies on aluminium titanate,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 29, no. 1, pp. 67–75, 2009, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.05.037.
- [2] R. Papitha, M. Buchi Suresh, D. Das, and R. Johnson, “Mineral-Oxide-Doped Aluminum Titanate Ceramics with Improved Thermomechanical Properties,” *J. Ceram.*, vol. 2013, pp. 1–9, 2013, doi: 10.1155/2013/214974.
- [3] C. G. Shi and I. M. Low, “Use of spodumene for liquid-phase-sintering of aluminium titanate,” *Mater. Lett.*, vol. 36, no. 1–4, pp. 118–122, 1998, doi: 10.1016/S0167-577X(98)00013-5.
- [4] P. Oikonomou, C. Dedeloudis, C. J. Stouraras, and C. Ftikos, “Stabilized tialite-mullite composites with low thermal expansion and high strength for catalytic converters,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 27, no. 12, pp. 3475–3482, 2007, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2006.07.020.
- [5] V. Buscaglia, P. Nanni, G. Battilana, G. Aliprandi, and C. Carry, “Reaction sintering of aluminium titanate: I-Effect of MgO addition,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 13, no. 5, pp. 411–417, 1994, doi: 10.1016/0955-2219(94)90018-3.
- [6] *Ceramic and Glass Materials*. 2008. doi: 10.1007/978-0-387-73362-3.
- [7] R. Armas Merino, “Objetivos generales para una reforma de la salud en Chile.,” *Rev. Med. Chil.*, vol. 129, no. 5, pp. 581–582, 2001, doi: 10.4067/s0034-98872001000500017.
- [8] M. A. Ceramics, “Statistical Optimisation of Chemical Stability of Hybrid,” 2022.
- [9] T. A. Kandiel, L. Robben, A. Alkaim, and D. Bahnemann, “Brookite versus anatase TiO₂ photocatalysts: Phase transformations and photocatalytic activities,” *Photochem. Photobiol. Sci.*, vol. 12, no. 4, pp. 602–609, 2013, doi: 10.1039/c2pp25217a.
- [10] N. S. Allen, N. Mahdjoub, V. Vishnyakov, P. J. Kelly, and R. J. Kriek, “The effect of crystalline phase (anatase, brookite and rutile) and size on the photocatalytic

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- activity of calcined polymorphic titanium dioxide (TiO₂),” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 150, pp. 31–36, 2018, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2018.02.008.
- [11] U. Diebold, “The surface science of titanium dioxide,” *Surf. Sci. Rep.*, vol. 48, no. 1, pp. 53–229, 2002.
- [12] Z. Yang *et al.*, “Nanostructures and lithium electrochemical reactivity of lithium titanites and titanium oxides: A review,” *J. Power Sources*, vol. 192, no. 2, pp. 588–598, 2009, doi: 10.1016/j.jpowsour.2009.02.038.
- [13] J. Xue, M. Dong, J. Li, G. Zhou, and S. Wang, “Gelcasting of aluminum nitride ceramics,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 93, no. 4, pp. 928–930, 2010, doi: 10.1111/j.1551-2916.2009.03489.x.
- [14] H. S. Choi, H. N. Im, Y. M. Kim, A. Chavan, and S. J. Song, “Structural, thermal and mechanical properties of aluminum nitride ceramics with CeO₂ as a sintering aid,” *Ceram. Int.*, vol. 42, no. 10, pp. 11519–11524, 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.04.028.
- [15] A. M. Alsaad *et al.*, “Measurement and ab initio Investigation of Structural, Electronic, Optical, and Mechanical Properties of Sputtered Aluminum Nitride Thin Films,” *Front. Phys.*, vol. 8, 2020, doi: 10.3389/fphy.2020.00115.
- [16] M. A. Rajab, S. A. Salman, and M. N. Abdullah, “Effect of nanoparticles and fibers types on hybrid blend composite materials behavior of epoxy and phenol-formaldehyde,” *Int. J. Nanoelectron. Mater.*, vol. 13, no. 1, pp. 91–100, 2020.
- [17] L. Grenet, “Injection de spins dans les semi-conducteurs,” no. January, 2010.
- [18] C. Hongzhi, X. Guogang, G. Chuanliang, J. Lin, and Z. Wenlong, “Synthesis of porous Al₂TiO₅ ceramic by reaction sintering method,” *J. Ceram. Soc. Japan*, vol. 120, no. 1406, pp. 413–416, 2012, doi: 10.2109/jcersj2.120.413.
- [19] I. J. Kim and L. G. Gauckler, “Formation, decomposition and thermal stability of Al₂TiO₅ ceramics,” *J. Ceram. Sci. Technol.*, vol. 3, no. 2, pp. 49–60, 2012, doi: 10.4416/JCST2011-00049.
- [20] S. Islak *et al.*, “Effect on microstructure of TiO₂ rate in Al₂O₃-TiO₂ composite coating produced using plasma spray method,” *Optoelectron. Adv. Mater. Rapid*

Commun., vol. 6, no. 9–10, pp. 844–849, 2012.

- [21] T. Hono, N. Inoue, M. Morimoto, and Y. Suzuki, “Reactive sintering and microstructure of uniform, openly porous Al₂TiO₅,” *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 1, no. 2, pp. 178–183, 2013, doi: 10.1016/j.jascer.2013.05.004.
- [22] I. M. Low and Z. Oo, “Reformation of phase composition in decomposed aluminium titanate,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 111, no. 1, pp. 9–12, 2008, doi: 10.1016/j.matchemphys.2008.03.017.
- [23] C. C. Guedes-Silva, F. M. De Souza Carvalho, T. Dos Santos Ferreira, and L. A. Genova, “Formation of Aluminum Titanate with Small Additions of MgO and SiO₂,” *Mater. Res.*, vol. 19, no. 2, pp. 384–388, 2016, doi: 10.1590/1980-5373-MR-2015-0498.
- [24] H. R. Rezaie, R. Naghizadeh, N. Farrokhnia, S. Arabi, and M. sobhani, “The effect of Fe₂O₃ addition on tialite formation,” *Ceram. Int.*, vol. 35, no. 2, pp. 679–684, 2009, doi: 10.1016/j.ceramint.2008.02.009.
- [25] K. Kornaus, R. Lach, M. Szumera, K. Świerczek, and A. Gubernat, “Synthesis of aluminium titanate by means of isostructural heterogeneous nucleation,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 39, no. 7, pp. 2535–2544, 2019, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2019.02.021.
- [26] L. Zhien, Z. Qingmin, and Y. Jianjun, “The effects of additives on the properties and structure of hot-pressed aluminium titanate ceramics,” *J. Mater. Sci.*, vol. 31, no. 1, pp. 90–94, 1996, doi: 10.1007/BF00355131.
- [27] M. Kitiwan, D. Atong, F. Endo, and T. Goto, “Effect of AlN addition on the reaction sintering of Al₂TiO₅ composites fabricated by spark plasma sintering,” *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 11, no. 2, pp. 225–231, 2023, doi: 10.1080/21870764.2023.2186008.
- [28] M. S. H. Akash and K. Rehman, *Essentials of pharmaceutical analysis*. 2019. doi: 10.1007/978-981-15-1547-7.
- [29] G. F. Harrington and J. Santiso, “Back-to-Basics tutorial: X-ray diffraction of thin films,” *J. Electroceramics*, vol. 47, no. 4, pp. 141–163, 2021, doi: 10.1007/s10832-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

021-00263-6.

- [30] Department of Sustainable Natural Resources, “Soil Survey Standard Test Method Linear Shrinkage,” pp. 1–4, [Online]. Available: file:///R:/LITERATURE/Chris/10.1.1.164.7761.pdf
- [31] A. Mukhopadhyay, “MEASUREMENT OF MAGNETIC HYSTERESIS LOOPS IN CONTINUOUS AND PATTERNED FERROMAGNETIC NANOSTRUCTURES BY STATIC MAGNETO- OPTICAL KERR EFFECT MAGNETOMETER Ankan Mukhopadhyay Department of Physics Indian Institute of Technology , Guwahati Prof . Anjan Barman Co,” no. August, p. 37, 2015.
- [32] A. S. Darmawan *et al.*, “The influences of ion implantation doses to commercially pure titanium surface hardness,” *Simp. Nas. RAPI XI FT UMS*, no. December, 2012.
- [33] B. Aldawoodi, S. Sabri, and A. A. Wis, “Optimum Calcination Condition of Waste Stabilized Adobe for Alkali Activated High Volume Adobe-Slag Binder Cured at Room Temperature,” *J. Renew. Mater.*, vol. 10, no. 5, pp. 1269–1285, 2022, doi: 10.32604/jrm.2022.017445.
- [34] M. Ben M’barek Jemaï *et al.*, “Characterization of the Ain Khemouda halloysite (western Tunisia) for ceramic industry,” *J. African Earth Sci.*, vol. 111, no. August 2016, pp. 194–201, 2015, doi: 10.1016/j.jafrearsci.2015.07.014.
- [35] A. S. Bolokang and M. J. Phasha, “Formation of titanium nitride produced from nanocrystalline titanium powder under nitrogen atmosphere,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 28, no. 5, pp. 610–615, 2010, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2010.05.008.
- [36] W. E. Wang, “Partial thermodynamic properties of the Ti-N system,” *J. Alloys Compd.*, vol. 233, no. 1–2, pp. 89–95, 1996, doi: 10.1016/0925-8388(96)80039-9.
- [37] T. Sperisen and A. Mocellin, “Investigation of the displacement reaction in mixed AlN + TiO₂ powders - Part I Microstructural changes at 1 atm N₂,” *J. Mater. Sci.*, vol. 27, no. 4, pp. 1121–1128, 1992, doi: 10.1007/BF01197668.
- [38] C. Saringer, C. Kicking, F. Munnik, C. Mitterer, N. Schalk, and M. Tkadletz,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

“Thermal expansion of magnetron sputtered TiC_xN_{1-x} coatings studied by high-temperature X-ray diffraction,” *Thin Solid Films*, vol. 688, no. May, p. 137307, 2019, doi: 10.1016/j.tsf.2019.05.026.

- [39] A. M. Huntz, L. Maréchal, B. Lesage, and R. Molins, “Thermal expansion coefficient of alumina films developed by oxidation of a FeCrAl alloy determined by a deflection technique,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 252, no. 22, pp. 7781–7787, 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2005.08.116.
- [40] N. Rajalakshmi, T. Senthil Kumar, V. R. Prabhakaran, S. Saravanan, R. Ravikumar, and M. Selvam, "Review on materials, microstructures, and properties of silicon carbide-based Diesel particulate filters: A guide for researchers," in *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, no. 10, pt. 3, pp. 23091-23100, 2018. doi: 10.1016/j.matpr.2018.07.086.
- [41] Zhang, Jun et al. "Advanced Materials for Diesel Particulate Filters - A Review." *Journal of Industrial Ecology*, vol. 19, no. 3, 2015, pp. 469-478. Wiley Online Library, doi:10.1111/jiec.12231.



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ก

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานประชุมวิชาการชายงานวิศวกรรมอุตสาหกรรม ครั้งที่ 38 ประจำปี 2563 (IE Network 2020)
วันที่ 7-8 พฤษภาคม 2563 ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี กรุงเทพมหานคร

ผลการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ต่อการเปลี่ยนเฟสและโครงสร้างจุลภาคของ อลูมิเนียมไททาเนตคอมพอสิต

Effect of AlN addition on phase transition and microstructure of
 Al_2TiO_5 composites

นิสาชล เลหาภิชา¹ พชรพล ตันทวีรุหะ^{1*} เมตตา กิติวรรณ²
Nisachon Laohakit¹ Phacharaphon Tunthawirun^{2,1*} Mettaya Kitwan²
62601114@kmitl.ac.th¹ phacharaphon.tu@kmitl.ac.th^{2,1*} mettaya.ki@kmitl.ac.th²

บทคัดย่อ

บทความนี้ศึกษาการเปลี่ยนเฟสและโครงสร้างจุลภาคของอลูมิเนียมไททาเนต (Al_2TiO_5) คอมพอสิตที่เตรียมจากอลูมินา (Al_2O_3) และไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดยมีการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ในปริมาณ 0, 5 และ 10 mol% และเจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ในปริมาณ 1 mol% ขึ้นานจากมีโกลบคัมพองโบรอนไนไตรด์ (hBN) และแผ่นนิกที่ 1500 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆ ได้แก่ ความหนาแน่น และ ความพรุนด้วยวิธีการ วิเคราะห์องค์ประกอบโดย XRD และ ศึกษาสัณฐานวิทยาของพื้นผิวโดย SEM จากผลการทดลองพบว่าชิ้นงานที่เติม 10 mol% AlN จะมีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นคือ 3.73 g/cm³ และความพรุนตัวลดลงเหลือ 0.63% ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบพบว่า Al_2TiO_5 และ Al_2O_3 เป็นเฟสหลักในชิ้นงาน และมีการพบเฟสของอลูมิเนียมโบรไรด์ ($Al_6B_4O_{13}$) ในชิ้นงานทุกสูตร นอกจากนี้ยังพบการเกิดไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ขึ้นในชิ้นงานที่เติม 10 mol% AlN โครงสร้างจุลภาคแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานมีขนาดเกรนที่เล็กลงและมีจำนวนรูพรุนลดลงอย่างชัดเจน

คำสำคัญ : อลูมิเนียมไททาเนต, อลูมิเนียมไนไตรด์, ไทเทเนียมไนไตรด์, การเผาผนึกแบบเกิดปฏิกิริยา, การเปลี่ยนเฟส

Abstract

This research studied the phase transition and microstructure of aluminum titanate (Al_2TiO_5) composites prepared from alumina (Al_2O_3) and titanium dioxide (TiO_2) with the addition of aluminum nitride (AlN) for 0, 5 and 10 mol%. The 1 mol% magnesium oxide (MgO) was used as the additive. The specimens were embedded in boron nitride (hBN) powder and then reaction sintering was carried out at 1500°C for 4 h in a nitrogen atmosphere. The properties of sintered Al_2TiO_5 composites were investigated, i.e., bulk density and porosity by Archimedes method, phase compositions by XRD, and surface morphology by SEM. Al_2TiO_5 specimens with 10 mol% AlN showed the maximum bulk density of 3.73 g/cm³ and the porosity decreased to 0.63%. The phase composition analysis showed that the composites mainly consisted of Al_2TiO_5 and Al_2O_3 . The peaks of aluminum borate ($Al_6B_4O_{13}$) phase were found in all specimens. In addition, the formation of titanium nitride (TiN) in the specimen with 10 mol% AlN addition was detected. The microstructure observation showed that the grain size of Al_2TiO_5 and the number of pores obviously decreased which are in accordance with the density results.

Keywords : Aluminum titanate, Aluminum nitride, Titanium nitride, Reaction sintering, Phase transition

^{1,2} ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

³ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

* Corresponding author

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



1. บทนำ

อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$) เป็นวัสดุเซรามิกที่มีศักยภาพในการใช้งานที่อุณหภูมิสูงเนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนต่ำและความต้านทานการกัดกร่อนสูง โดยมีค่าการขยายตัวทางความร้อนประมาณ $1.5 \times 10^{-6} K^{-1}$ มีค่านำความร้อนอยู่ในช่วง $0.9-1.5 W m^{-1}K^{-1}$ และมีจุดหลอมเหลวที่สูงถึง $1860^\circ C$ [1] อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เป็นวัสดุที่เหมาะสมในการใช้งานที่อุณหภูมิสูงและโดยเฉพาะอย่างยิ่งในสภาวะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน ในปัจจุบันอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ถูกนำไปใช้ในหลายสาขาอุตสาหกรรม เช่น ใช้เป็นวัสดุกรองของแข็งไอเสียในเครื่องยนต์ดีเซล (Diesel particulate filter, DPF) และเข้าทำลอมโบอุตสาหกรรมการหลอมโลหะ เป็นต้น [2,3] แต่อย่างไรก็ตามอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีโครงสร้างผลึก (crystal structure) เป็นโครงสร้างแบบคูโรโครไฟต์ (pseudo-brookite) และมีสมบัติการขยายตัวแบบ anisotropy ส่งผลให้เกิดการแตกร้าวระดับจุลภาคที่รุนแรงซึ่งนำไปสู่คุณสมบัติเชิงกลที่ลดลง [4] และนอกจากนี้อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ยังมีการสลายแบบ eutectoid ทำให้กลายเป็นออกไซด์ที่เสถียรคือ Al_2O_3 และ TiO_2 ในช่วงที่อุณหภูมิระหว่าง 750 ถึง $1280^\circ C$ ซึ่งนำไปสู่ความไม่เสถียรภาพของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ดังนั้นความแข็งแรงและปัญหาการสลายตัวของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จำเป็นต้องได้รับการปรับปรุง

การพัฒนาคุณสมบัติทางความร้อนและคุณสมบัติเชิงกลของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สามารถทำได้โดยการเจือสารบางอย่างลงไป เช่น สารประกอบออกไซด์ต่างๆ ได้แก่ MgO , ZrO_2 , Fe_2O_3 , SiO_2 และ $ZrSiO_4$ หรือสารประกอบ เช่น spodumene ($LiAlSi_2O_6$), mullite ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), corundum ($MgAl_2Si_2O_8$) และ feldspar การเจือสารเหล่านี้ส่งผลให้อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีส่วนช่วยในการเพิ่มความหนาแน่นและปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน [5,7] นอกจากนี้การเจือด้วย SiO_2 [8] ทำให้เกิดการปรับปรุงอย่างมีนัยสำคัญในความเสถียรและสมบัติเชิงกล อย่างไรก็ตาม ชูวีจันจาเป็นที่ยอมรับคือเจือในสัดส่วนปริมาณที่สูง เพื่อให้ผลการเสื่อมสภาพของสมบัติทางความร้อน และเพิ่มความเสถียรในการใช้งานในระยะยาว [9,10]

อย่างไรก็ตามการเจือสารประกอบในกลุ่มไฮดรอกไซด์นั้นยังไม่มีการศึกษาที่มากนัก ทั้งสารประกอบไฮดรอกไซด์ที่มีความแข็งแรงสูงจึงมีแนวโน้มที่จะช่วยพัฒนาสมบัติเชิงกลของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ในการศึกษาคำนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะศึกษาผลของการเติมอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$) ในปริมาณต่างๆ ที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ รวมถึงโครงสร้างจุลภาคอีกด้วย

2. วิธีการดำเนินงานทดลอง

2.1 วัสดุและการเตรียมชิ้นงานทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองนี้ประกอบด้วย สารตั้งต้นคืออลูมินา (Al_2O_3) และ ไทเทเนียม (TiO_2) สารเติมคือแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และ

อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$) และสารฝังกลบคือเซรามิกไฮดรอกไซด์โบรอนไนไตรด์ (hBN) สำหรับสมบัติของสารเคมีได้แสดงดังตารางที่ 1

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยแสดงดังรูปที่ 1 ในขั้นตอนแรกทำการผสมสารตั้งต้นโดยผสม Al_2O_3 และ TiO_2 ในอัตราส่วนโมล 1:1 และเจือ MgO ปริมาณ 1 mol% เท่ากับทุกสูตร ต่อมาทำการเติมอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณ 5 และ 10 mol% สำหรับชื่อและส่วนผสมของแต่ละตัวอย่างแสดงในตารางที่ 2 สารตั้งต้นทั้งหมดจะถูกนำไปผสมด้วยวิธี ball-milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้ลูกบอลเซรามิกไฮดรอกไซด์และใช้เอทานอลเป็นตัวกลางในการผสม จากนั้นอบแห้งในตู้อบอุณหภูมิ $105^\circ C$ และคัดกรองผ่านตะแกรงขนาด 200 mesh สารตั้งต้นแต่ละสูตรจะถูกใส่ในแม่พิมพ์รูปร่างและนำไปอัดด้วยเครื่อง Hydraulic press machine โดยใช้แรงอัด 20 MPa เพื่อให้ได้ชิ้นงานขนาด $35 mm \times 6 mm \times 3 mm$ จากนั้นฝังกลบด้วย hBN แล้วนำไปเผาไหม้ (sintering) ที่อุณหภูมิ $1500^\circ C$ โดยทำการเผาไหม้ในบรรยากาศไนโตรเจนที่อัตราการไหล 1 ลิตร/นาที อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที และใช้เวลานำที่อุณหภูมิสูงสุดคือ 4 ชั่วโมง

2.2 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ผล

เมื่อเผาขึ้นรูปเสร็จแล้วทำการตรวจสอบความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์ความพรุนโดยวิธีอาร์คิมิดีส ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบผลด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD; MiniFlex-300, Rigaku, Japan) และหาค่า lattice parameter โดยใช้โปรแกรม POWL (และใช้ Scanning electron microscope (SEM) ในการตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาค

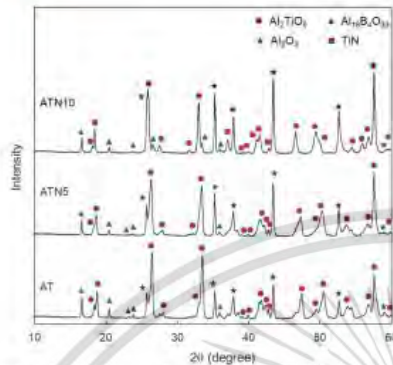
ตารางที่ 1 สมบัติพื้นฐานของสารเคมีที่ใช้

สารเคมี	บริษัท	ความบริสุทธิ์	ขนาด
สารตั้งต้น	Al_2O_3	Nippon light metal	>99%
	TiO_2	Alfa-Aesar	95.5%
สารเติม	MgO	Fujifilm wako chemical	99.9%
	AlN	Sigma-Aldrich	>98%
สารฝังกลบ	hBN	Tanyun chemicals	99%

ตารางที่ 2 อัตราส่วนสารตั้งต้นและสารเคมี (mol%)

ตัวอย่าง	Al_2O_3	TiO_2	MgO	AlN
AT	49.5	49.5	1	-
ATN5	47.025	47.025	0.95	5
ATN10	44.55	44.55	0.90	10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

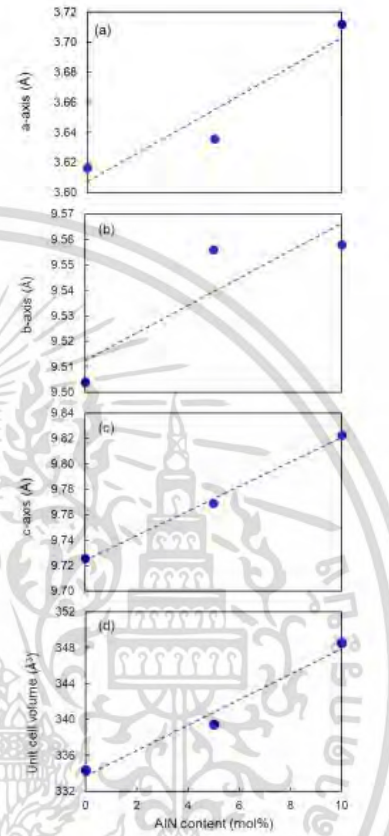


รูปที่ 3 : ผลการทดสอบ XRD ของชิ้นงาน Al_2TiO_5 composites ที่เติม AlN ในปริมาณ 0, 5 และ 10 mol%

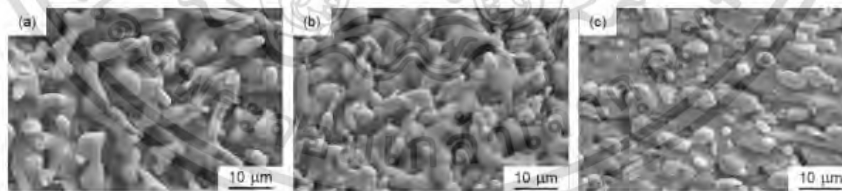
3.3 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

รูปที่ 5 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน Al_2TiO_5 composites เมื่อมีการเติม AlN เข้าไปเกรนของชิ้นงานมีขนาดเล็กลง โครงสร้างมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และความพรุนตัวของชิ้นงานก็ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในชิ้นงานที่เติม AlN นั้นมีขนาดเกรนที่เล็กลงอาจเนื่องมาจากขนาดของสารตั้งต้น AlN นั้นมีขนาดเล็ก 100 nm เมื่อเกิดปฏิกิริยากับ TiO_2 จึงทำให้เกิดผล Al_2O_3 ใหม่ (secondary Al_2O_3) ที่มีขนาดเกรนเล็กลงเมื่อเทียบกับ Al_2O_3 ที่เป็นสารตั้งต้น (primary Al_2O_3) เมื่อ secondary Al_2O_3 นี้ทำปฏิกิริยากับ TiO_2 จึงเกิดการสร้าง Al_2TiO_5 ที่มีขนาดเล็กนั่นเอง

ในงานวิจัยชี้ให้เห็นว่าการเผาชิ้นงาน Al_2TiO_5 ที่มีการเติม AlN จะช่วยให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ความพรุนตัวลดลง และยังช่วยทำให้เกิดผลใหม่ที่มีความแข็งแรงนั่นคือ TiN ดังนั้นจึงมีแนวโน้มที่ชิ้นงาน Al_2TiO_5 นี้จะมีความแข็งแรงเชิงกลเพิ่มขึ้น [12] ทั้งนี้จะต้องทำการตรวจสอบสมบัติอื่นๆ อันได้แก่ สมบัติเชิงกล การขยายตัวเชิงความร้อน และเสถียรภาพทางความร้อนในงานวิจัยต่อเนื่องในอนาคต



รูปที่ 4 : ค่า unit cell parameter parameters (a) a-axis, (b) b-axis, (c) c-axis, และ (d) unit cell volume ของ Al_2TiO_5 composites



รูปที่ 5 : รูปโครงสร้างพื้นผิวโดย SEM: (a) AT, (b) ATN5, และ (c) ATN10



งานประชุมวิชาการชาวจีนวิศวกรรมอุตสาหกรรม ครั้งที่ 38 ประจำปี 2563 (IE Network 2020)
วันที่ 7-8 พฤษภาคม 2563 ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี กรุงเทพมหานคร

4. สรุปผลการทดลอง

ชิ้นงาน Al_2TiO_5 composites ได้ถูกสร้างขึ้นโดยการนำผงที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน และจากการศึกษาของสารเติม AlN ในชิ้นงานที่ปริมาณ 0, 5, 10 mol% พบว่า

1) เมื่อเติม AlN ในปริมาณที่มากขึ้น มีผลในการเพิ่ม Bulk density และลดลงของ porosity ของ Al_2TiO_5 composites

2) มีการเกิดชั้นของเฟส Al_2SiO_5 และ Al_2O_3 ในทุกตัวอย่าง โดยปริมาณของ Al_2O_3 มากขึ้นเมื่อเติม AlN ในปริมาณที่มากขึ้น และพบการเกิดเฟส TiN ขึ้นในชิ้นงาน ATN10

3) ลักษณะโครงสร้างจุลภาคแสดงให้เห็นว่าการเติม AlN ทำให้รูพรุนลดลง ชิ้นงานมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นมีขนาดของรูพรุนที่เล็กลงอีกด้วย

[5] R. Papitha, M. Buchi Suresh, D. Das, R. Johnson, Mineral-Oxide-Doped Aluminum Titanate Ceramics with Improved Thermomechanical Properties, *J. Ceram.* 2013 (2013) 1-9.

[6] C.G. Shi, M. Low, Use of spodumene for liquid-phase-sintering of aluminium titanate, *Mater. Lett.* 36 (1998) 118-122.

[7] P. Dikononou, C. Dedelbouris, C.J. Stoumaras, E. Pfkos, Stabilized talite-mullite composites with low thermal expansion and high strength for catalytic converters, *J. Eur. Ceram. Soc.* 27 (2007) 3475-3482.

[8] A. Yoleva, S. Djambazov, D. Arsenov, V. Hristov, Effect of SiO_2 addition on thermal hysteresis of aluminium titanate, *Chem. Technol.* 3 (2010) 267-274.

[9] M. Mizuno, K. Katou, Y. Nunshiro, M. Hashibata, O. Sakurada, D. Mizuno, T. Onob, T. Shinada, Aluminum zirconia composite with low thermal expansion and high strength simultaneously, 103 (1997) 1127-1133.

[10] V. Buscaletta, P. Nanni, G. Battilana, G. Alicandri, C. Carry, Reaction sintering of aluminium titanate: I-Effect of MgO addition, *J. Eur. Ceram. Soc.* 13 (1994) 411-417.

[11] T. Szeisen, A. Mocellin, Investigation of the displacement reaction in mixed AlN+TiO₂ powders - Part I: Microstructural changes at 1 atm N₂, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 1121-1128.

[12] Rice, R. (2000). *Mechanical Properties of Ceramics and Composites*. Boca Raton: CRC Press, <https://doi.org/10.1201/9780203908471>

เอกสารอ้างอิง

[1] N. Sarkar, J.G. Park, S. Mazumder, A. Pokhrel, C.G. Anzinas, I.J. Kim, Al_2TiO_5 -mullite porous ceramics from particle-stabilized wet foam, *Ceram. Int.* 41 (2015) 6306-6311.

[2] Y.H. Wang, G. Chen, Z.S. Wang, J.W. Liu, P.F. Luo, Improvement of microcracks resistance of porous aluminium titanate ceramic membrane support using attapulgite clay as additive, *Ceram. Int.* 44 (2018) 2077-2084.

[3] C. Hongzhi, X. Guogang, G. Chuanliang, J. Lin, Z. Wenlong, Synthesis of porous Al_2TiO_5 ceramic by reaction sintering method, *J. Ceram. Soc. Japan.* 120 (2012) 413-416.

[4] R.D. Skala, D. Li, M. Low, Diffraction, structure and phase stability studies on aluminium titanate, 29 (2009) 67-75.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวนิสาชล เลাহกิจ
วัน เดือน ปีเกิด	16 ตุลาคม 2539
ที่อยู่	50/151 หมู่บ้าน เพอเพคเพลส2 ซอย รามคำแหง174 เขตมีนบุรี แขวงมีนบุรี จังหวัดกรุงเทพมหานคร 10510 โทร. 097-103-5589
ประวัติการศึกษา	2561 วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผลงานวิชาการ	นิสาชล เลাহกิจและคณะ, “ผลการเติมอลูมิเนียมไนไตรด์ต่อการเปลี่ยนเฟสและโครงสร้างจุลภาคของอลูมิเนียมไททานีตคอมพอสิต”, งานประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรม อุตสาหกรรม, ปีที่ 38, ฉบับที่ 1, หน้าที่ 322-326, 2563.
สถานที่ทำงาน	บริษัท ไทยโรคะฮุส จำกัด
ตำแหน่ง	หัวหน้าแผนกวางแผนการผลิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้