รายงานวิจัย

เรื่อง

พัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรจากวัสดุรีไซเคิลชนิดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์

Development of Nano-sized WC powder from recovery of Cemented tungsten carbide scraps

คณะผู้จัดทำวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สหรัตน์ วงษ์ศรีษะ

อาจารย์ ดร.สิงห์แก้ว ป๊อกเที่ง

รายงานวิจัยนี้เป็นการวิจัยสาขาวิชาการ กลุ่ม สาขาวิศวกรรมศาสตร์และอุตสาหกรรมวิจัย

สาขาวิชาวิศวกรรมการจัดการอุตสาหกรรมเพื่อความยั่งยืน

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร

ปีการศึกษา 2555

รายงานวิจัย

เรื่อง

พัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรจากวัสดุรีไซเคิลชนิดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์

Development of Nano-sized WC powder from recovery of Cemented tungsten carbide scraps

คณะผู้จัดทำวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สหรัตน์ วงษ์ศรีษะ

อาจารย์ ดร.สิงห์แก้ว ป๊อกเที่ง

รายงานวิจัยนี้เป็นการวิจัยสาขาวิชาการ กลุ่ม สาขาวิศวกรรมศาสตร์และอุตสาหกรรมวิจัย

สาขาวิชาวิศวกรรมการจัดการอุตสาหกรรมเพื่อความยั่งยืน

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร

ปีการศึกษา 2555

งานวิจัยเรื่อง พัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรจากวัสดุรีไซเคิลชนิดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์

หัวหน้าโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สหรัตน์ วงษ์ศรีษะ

ผู้ร่วมวิจัย อาจารย์ ดร.สิงห์แก้ว ป๊อกเที่ง

สาขาวิชาวิศวกรรมการจัดการอุตสาหกรรมเพื่อความยั่งยืน

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร

ปีการศึกษา 2555

บทคัดย่อ

จากการรีไซเคิลเศษซีเมนต์คาร์ไบด์ ได้ผลผลิตเป็นผงโลหะผสมประกอบด้วย ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) 89.17% ไทเทเนียม (Ti) 4.90% แทนทาลัม (Ta) 3.56% ไนโอเบียม (Nb) 1.31% และโมลิบดินัม (Mo) 0.93% ซึ่งมีขนาดและการกระจายอยู่ในช่วง 0.03-85.31 μm เมื่อทำการพัฒนาคุณภาพผงโลหะด้วยวิธีการบด (Ball Milling) การคัดกรองและการแยกสารประกอบ ผลปรากฏว่า ขนาดผงโลหะลดลงมาที่ 0.01-0.1 μm (10-100 nm) ขนาดอนุภาคผง (Particle sized) เฉลี่ยเท่ากับ 28 nm เป็นผงทังสเตนที่มีความสมบูรณ์ มากขึ้นถึง 95.85%

คำสำคัญ (Keywords) Nano-sized WC powder, Nanocrystalline powder, Recycling, Cemented tungsten carbide scarps, Mechanical alloying, Ball milling

Researcher title **Development of Nano-sized WC powder from recovery of Cemented tungsten carbide scraps**

Researcher by **Asst.Prof. Saharat Wongsisa**

Mr.Singkaew Pokterng

Sustainable Industrial Management Engineering (SIME)

Faculty of Engineering

Rajamangala University of Technology Phra nakhon

Abstracts

WC powder was obtained from recycling cemented carbide scraps. This metal power contained tungsten carbide (WC) at 89.17%, titanium (Ti) at 4.90%, tantalum (Ta) at 3.56%, niobium (Nb) at 1.31% and molybdenum (Mo) at 0.93%. Its particle size and distribution was in the range of 0.03-85.31 μm. After quality improvement of the metal powder by ball milling, screening and separating the compounds, the result showed that the particle size of the metal powder was decreased to 0.01-0.10 μm (10-100 nm). The average size of the powdered particle was 28 nm. The tungsten powder was in more perfect condition by 95.85%.

Key word: Nano-sized WC powder, Recycling, Cemented tungsten carbide scarps, Mechanical alloying, Ball milling

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยการสนับสนุนทุนวิจัยงบประมาณแผ่นดิน โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร และทดลองที่ห้องปฏิบัติการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) สาขาวิชาวิศวกรรม การจัดการอุตสาหกรรมเพื่อความยั่งยืน ผลจากการวิจัยพัฒนาผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร (Nano-sized WC powder) เป็นผลงานวิจัยใหม่ ได้รับความร่วมมือด้านการวิเคราะห์สมบัติของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรจากหน่วยงานต่างๆ ประกอบด้วย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ วิเคราะห์โลหะผงด้วยเทคนิค SEM, XRD และXRF สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) ช่วยวิเคราะห์ SEM, EDX และParticle size distribution วิทยาศาสตร์บริการ วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี และทดสอบ XRF และขอขอบคุณผู้ที่เกี่ยวข้องที่ไม่ได้กล่าวนาม ณ ที่นี้ ที่ได้ช่วยเหลือ สนับสนุนจนกระทั่งงานวิจัยนี้ประสบผลสำเร็จตามวัตถุประสงค์ทุกประการ

ผศ.สหรัตน์ วงษ์ศรียะ
หัวหน้าโครงการ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ
กิตติกรรมประกาศ
สารบัญ (ต่อ) รูปภาพ
สารบัญ (ต่อ) ตาราง
สัญลักษณ์

บทที่ 1 บทนำ
1.1 ความสำคัญ และที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย 1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย 7
1.3 ขอบเขตของการวิจัย 7
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย 7
1.5 สถานที่ทดลองและเก็บข้อมูล 8
1.6 ระยะเวลาการทำวิจัย 9
1.7 เครื่องมือและอุปกรณ์การวิจัย 9
1.8 ประโยชน์ที่จะได้รับ 10

บทที่ 2 แนวคิดและทฤษฎีที่สำคัญ
2.1 บทนำ 11
2.2 สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐาน 14
2.3 เทคนิคการผลิตโลหะผงเชิงกล 17
2.4 กระบวนการผลิตโลหะผงนาโนเมตร 19
2.5 โครงสร้างจุลภาคโลหะผงนาโนเมตร 20

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย
3.1 อุตสาหกรรมทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร 27
3.2 ศึกษาการผลิตโลหะผงนาโนเมตร 50

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3 การพัฒนาผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโน	55
3.4 การทดสอบสมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์	61
3.5 ออกแบบวิธีการทดลอง	67
3.6 ดำเนินการทดลอง	69
3.7 วิธีการบันทึกผลการทดลอง	78
3.8 วิธีการอภิปรายผลการทดลอง	78
3.9 วิธีการสรุปผล	79
บทที่ 4 ผลการวิจัย	
4.1 บทนำ	80
4.2 ผลทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope; SEM)	82
4.3 ผลทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)	85
4.4 ผลการทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค EDX และ XRF	91
4.5 การตรวจสอบขนาดการกระจายของอนุภาคโลหะผง	94
4.6 อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission Electron Microscope, TEM)	99
4.7 การอภิปรายผลการทดลอง	100
4.8 การวิเคราะห์ผลการทดลอง	103
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย	
5.1 ข้อเสนอแนะ	107
บรรณาณุกรม	108
ภาคภนวค ก	111
ภาคภนวค ข	116

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 1.1 คุณลักษณะโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมโครเมตร (μm) เพื่อการใช้งาน [2] 1
รูปที่ 1.2 ผลิตภัณฑ์สำหรับงานเจาะ เกรด K6UF บริษัท Konrad Friedrichs Gmbh [40] 2
รูปที่ 1.3 ผลิตภัณฑ์ซีเมนต์คาร์ไบด์ที่ผลิตด้วยโลหะผงขนาดนาโน [22] 3
รูปที่ 1.4 การบดด้วย Mechanical alloying [23] 4
รูปที่ 1.5 ทังสเตนคาร์ไบด์นำเข้าบริษัท Sichuan Western Minmetals รหัส ZK30μF: 10%Co ขนาด0.6-0.8 μm [24] 4
รูปที่ 1.6 โครงสร้างโลหะผสม 3 ชนิด ทังสเตน โคบอลต์ และคาร์บอน [3] 5
รูปที่ 1.7 Nano-sized of tungsten carbides [2] 5
รูปที่ 1.8 SEM images of the three composite powders obtained by different milling times of (a) 20 h, (b) 30 h, and (c) 40 h for the powder mixtures [4] 6
รูปที่ 2.1 สัดส่วนการบรรจุ (Ball mill) ในหม้อบดที่เหมาะสม [25] 11
รูปที่ 2.2 การเคลื่อนตัวของลูกบดในหม้อ 12
รูปที่ 2.3 แสดงมุมตกกระทบที่เหมาะสมของลูกบด [25] 13
รูปที่ 2.4 สัดส่วนของลูกบดและวัตถุดิบในหม้อบด [25] 13
รูปที่ 2.5 ตัวอย่างลักษณะเกรนชิ้นงานซีเมนต์คาร์ไบด์ของบริษัท Global Tungsten & Powders 17
รูปที่ 2.6 ลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอล [5] 18
รูปที่ 2.7 ลักษณะเครื่องบดพลังงานสูงทำการบดด้วยลูกบอลแบบแพลเนต [42] 18
รูปที่ 2.8 ชุดหม้อบดทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งประกอบด้วย หม้อบดทังสเตนคาร์ไบด์ ฝาปิด ลูกบอลและแหวนรองป้องกันการรั่วซึม [41] 19
รูปที่ 2.9 กระบวนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร [6] 19
รูปที่ 2.10 ขั้นตอนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร [10] 20
รูปที่ 2.11 W–C phase diagram [7] 20
รูปที่ 2.12 Scanning electron micrographs of powder of tungsten [8] 21
รูปที่ 2.13 TEM photographs of powders synthesized with reaction temperature: (b) 700 [9] 22
รูปที่ 2.14 XRD patterns of WC-17 wt.% Co powder particles: (a) after 10 h ball milling in shaker mill, (b) and (c) after subsequent isothermal annealing at 800 °C for 1 h and 2 h.[11] 23
รูปที่ 2.15 Particle size distribution for powders milled for 60 and 300 min. [12] 24
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย 25

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย (ต่อ) 26
รูปที่ 3.2 ผลิตภัณฑ์สำเร็จรูปผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ (Tungsten Carbide Powder) [29] 29
รูปที่ 3.3 ลักษณะอนุภาคที่ผ่านการพัฒนาด้วย gas atomizing technology [30] 30
รูปที่ 3.4 SEM image of WC powder DN 4-0 [31] 31
รูปที่ 3.5 ผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 50 นาโนเมตร [33] 35
รูปที่ 3.6 ผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 100 นาโนเมตร [33] 37
รูปที่ 3.7 ผลSEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 200 นาโนเมตร ของบริษัท Research Nanomaterials [33] 37
รูปที่ 3.8 SEM micrograph showing higher magnification of with WC grains in the order of 0.05-0.5 micron [32] 43
รูปที่ 3.9 เครื่องมือตัดทังสเตนคาร์ไบด์สำหรับงานไม้ (Tungsten Carbide Wood Cutting Tool) [35] 47
รูปที่ 3.10 ใบมีดทังสเตนคาร์ไบด์สำหรับตัดไม้ (Tungsten Carbide Wood Cutting Blade) [35] 47
รูปที่ 3.11 แสดงเครื่องมือตัดโลหะประเภทต่างๆ (Metal Cutting Tools) [36] 48
รูปที่ 3.12 แสดงเครื่องมือตัดโลหะประเภทงานกลึง (Metal Cutting Tools for turning [37] 49
รูปที่ 3.13 แสดงแผ่นมีดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์ [38] 49
รูปที่ 3.14 The flow chart of experimental procedure. [12] 50
รูปที่ 3.15 แสดงขั้นตอนการบดผงโลหะของงานวิจัยการผลิตผงทังสเตนคาร์ไบด์ และโคบอลต์ระดับโครงสร้างนาโนโดยการบดด้วยลูกบอล [2] 51
รูปที่ 3.16 แสดงขั้นตอนการบดผงโลหะของงานวิจัย ผลกระทบของคาร์บอนตัวแปรในการบดเพื่อการสังเคราะห์ผงทังสเตนคาร์ไบด์โดยการผสมทางกล [6] 52
รูปที่ 3.17 แสดงผล SEM โลหะผงเหล็กและทังสเตนบด 10 ชั่วโมงด้วยเครื่อง P-milling [17] 55
รูปที่ 3.18 Secondary electron image of the final product obtained at 1000 °C for 2 h. [18] 56
รูปที่ 3.19 TEM image (b) of the final product obtained at 1000 °C for 2 h. [18] 56
รูปที่ 3.20 SEM images of (a) WC [19] 57
รูปที่ 3.21 The particle size distribution curves of the three kinds of powder W10 [16] 58
รูปที่ 3.22 Particle size distribution for powders milled at 30 ˚C and RT. [20] 59

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.23 X-ray patterns of samples containing W and C, which were milled from 75 to 150 h. [15] 60
รูปที่ 3.24 XRD patterns of W–23 wt. % C milled for 40 h at 10:1 BPR and Milling speed of 300 rpm [6] 60
รูปที่ 3.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope) 62
รูปที่ 3.26 SEM W powders obtained by 3 h of P-milling [17] 62
รูปที่ 3.27 เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบของโลหะ (X – Ray Diffractometer) 63
รูปที่ 3.28 แสดงผล XRD pattern of WC-Co powder [21] 64
รูปที่ 3.29 เครื่องวิเคราห์ X-ray fluorescence spectrometer, Philips PW-2404, 4kW 64
รูปที่ 3.30 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer) 65
รูปที่ 3.31 เครื่องวิเคราะห์ Transmission Electron Microscope, TEM 66
รูปที่ 3.32 แสดงผล TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากเครื่องวิเคราะห์แบบ Tranmission Electron Microscorps [9] 67
รูปที่ 3.33 แผนผังแสดงขั้นตอนการบดผงโลหะ 68
รูปที่ 3.34 การตรวจสอบน้ำหนักโลหะผง 70
รูปที่ 3.35 การคัดขนาดด้วยตะแกรง 70
รูปที่ 3.36 แสดงการกรองโลหะผงด้วยผ้ากรองเพื่อคัดแยกผงโลหะก่อนการบดด้วย Ball Milling 71
รูปที่ 3.37 เตรียมวัสดุและอุปกรณ์สำหรับการบด 71
รูปที่ 3.38 การกรองผงโลหะและแยกลูกบดผ่านตะแกรงหลังทำความสะอาดด้วยเอทานอล 72
รูปที่ 3.39 การเทตะกอนโลหะผงลงในหม้อบด 72
รูปที่ 3.40 การจับยึดหม้อบดและการเตรียมเครื่องบดโลหะผง 73
รูปที่ 3.41 การเทสารละลายและลูกบดออกจากหม้อบด 74
รูปที่ 3.42 การกรองสารละลายผ่านผ้ากรอง 74
รูปที่ 3.43 การตกตะกอนของสารละลาย 75
รูปที่ 3.44 การให้ความร้อนโดยเตาไฟฟ้า 75
รูปที่ 3.45 โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการให้ความร้อนบนเตาไฟฟ้า 76

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.46 การติดตั้งถ้วยอบภายในเตาสูญญากาศ 76
รูปที่ 3.47 โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการผลิต 77
รูปที่ 3.48 โลหะผงสำหรับนำไปทดสอบสมบัติและคุณลักษณะ 77
รูปที่ 4.1 กระบวนการผลิตโลหะผงนาโนเมตร 80
รูปที่ 4.2 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 12 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า 82
รูปที่ 4.3 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 24 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 750,000 เท่า 82
รูปที่ 4.4 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 36 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า 83
รูปที่ 4.5 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า 83
รูปที่ 4.6 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 60 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า 84
รูปที่ 4.7 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 80 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า 84
รูปที่ 4.8 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 100 ชั่วโมง กำลังขยาย 100,000 เท่า 85
รูปที่ 4.9 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 12 ชั่วโมง 87
รูปที่ 4.10 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 24 ชั่วโมง 87
รูปที่ 4.11 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 36 ชั่วโมง 88
รูปที่ 4.12 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 48 ชั่วโมง 88
รูปที่ 4.13 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 60 ชั่วโมง 89

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.14 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 80 ชั่วโมง 90
รูปที่ 4.15 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบบอลมิลล์ ที่เวลา 100 ชั่วโมง 91
รูปที่ 4.16 ผลการตรวจสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค EDX 91
รูปที่ 4.17 การตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) 94
รูปที่ 4.18 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 12 ชั่วโมง 94
รูปที่ 4.19 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 24 ชั่วโมง 95
รูปที่ 4.20 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 36 ชั่วโมง 96
รูปที่ 4.21 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 48 ชั่วโมง 96
รูปที่ 4.22 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 60 ชั่วโมง 97
รูปที่ 4.23 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 80 ชั่วโมง 98
รูปที่ 4.24 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 100 ชั่วโมง 98
รูปที่ 4.25 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 60 ชั่วโมง 99
รูปที่ 4.26 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 80 ชั่วโมง 99
รูปที่ 4.27 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 100 ชั่วโมง 100
รูปที่ 4.28 Higher magnification of with WC grains in the order of 0.15-0.2 μm [32] 101
รูปที่ 4.29 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลที่ผ่านการบด 40 ชั่วโมง 102
รูปที่ 4.30 X-ray diffraction analysis showing the WC crystalline phase [32] 102
รูปที่ 4.31 XRD โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลหลังบด 40 ชั่วโมง 103
รูปที่ 4.32 แนวโน้มขนาดผลึกโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่บดด้วยเวลา 12-100 ชั่วโมง 104

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.33 แนวโน้มขนาดอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่บดด้วยเวลา 12-100 ชั่วโมง 104
รุปที่ 5.1 ขั้นตอนการผลิตโลหะผงระดับนาโนเมตร 105
รูปที่ ก.1 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 12 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า 111
รูปที่ ก.2 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 24 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า 111
รูปที่ ก.3 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 36 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า 112
รูปที่ ก.4 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า 112
รูปที่ ก.5 SEMโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า 113
รูปที่ ก.6 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า 113
รูปที่ ก.7 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า 114
รูปที่ ก.8 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง 114
รูปที่ ก.9 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง 115
รูปที่ ก.10 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง 115
รูปที่ ข.1 ผลการตรวจสอบผงโลหะด้วย X-ray Diffractrometer (XRD) ที่แรงดัน 1.0 โวลต์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N 116
รูปที่ ข.2 ผลการตรวจสอบผงโลหะด้วย X-ray Diffractrometer (XRD) ที่แรงดัน 1.4 โวลต์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N 116
รูปที่ ข.3 ผลการทดสอบขนาดและการกระจายตัวของลหะผงที่ แรงดัน 1.2 โวลต์ อุณหภูมิ 30 ˚C กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N 117
รูปที่ ข.4 แสดงผลการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของลหะผงที่ แรงดัน 1.2 โวลต์ อุณหภูมิ 30 ˚C กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 (โลหะผงหลังบด) 117

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 ระยะเวลาโครงการ ประมาณ 1 ปี (ตุลาคม 2554 – กันยายน 2555) 9
ตารางที่ 2.1 สมบัติของผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท MITSUBISHI CARBIDE [26] 14
ตารางที่ 2.2 สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Global Tungsten & Powders [27] 15
ตารางที่ 3.1 ผู้ผลิตในอุตสาหกรรมโลหะผงที่เป็นสมาชิกสมาคมอุตสาหกรรมทังสเตน นานาชาติ (ITIA) [28] 27
ตารางที่ 3.1 ผู้ผลิตในอุตสาหกรรมโลหะผงสมาคมอุตสาหกรรมทังสเตนนานาชาติ (ITIA) (ต่อ) 28
ตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมทางเคมีของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท เอทีไอ (ATI) [29] 29
ตารางที่ 3.3 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมโครเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32] 32
ตารางที่ 3.3 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 100-200 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) [32] 33
ตารางที่ 3.4 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 400 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32] 33
ตารางที่ 3.5 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 600 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) [32] 34
ตารางที่ 3.6 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด ระหว่าง 40-70 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32] 35
ตารางที่ 3.7 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 30-100 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33] 36
ตารางที่ 3.8 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 40-80 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33] 37
ตารางที่ 3.9 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 55 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33] 38
ตารางที่ 3.10 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 40-80 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33] 39
ตารางที่ 3.11 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท Nanostructured & Amorphous Materials [33] 40

สารบัญตาราง (ต่อ)

หน้า

ตารางที่ 3.12 การกำหนดรหัสโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท บริษัท Inframat Corporaion [32] 41
ตารางที่ 3.13 การจำแนกประเภททังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Buffalo Tungsten [34] 42
ตารางที่ 3.14 การจำแนกประเภททังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท US Research Nonomaterial [32] 42
ตารางที่ 3.15 แสดงส่วนผสมทางเคมีของทังสเตนคาร์ไบด์สำเร็จรูป บริษัท Inframat Corporaion [32] 44
ตารางที่ 3.16 ส่วนผสมทางเคมีของบริษัท Buffalo Tungsten [34] 44
ตารางที่ 3.17 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผง รหัส US2063 ของบริษัท US Research Nanomaterials [33] 45
ตารางที่ 3.18 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผงรหัส US2065 ของบริษัท US Research Nanomaterial [33] 46
ตารางที่ 3.19 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์แบบแพลเนตด้วยลูกบอล [14] 52
ตารางที่ 3.20 แสดงข้อมูลปัจจัยที่เกี่ยวกับการบดผงโลหะ [2], [6] 53
ตารางที่ 3.21 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเมคานิคัลอัลลอยอิง (Mechanical Alloying) [15] 54
ตารางที่ 3.22 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยบอลมิลล์ [16] 54
ตารางที่ 3.23 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเมคานิคัลอัลลอยอิง [6] 54
ตารางที่ 3.24 แสดงปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการผลิตโลหะผงนาโนเมตร 58
ตารางที่ 3.25 แสดงพารามิเตอร์สำหรับบดที่ใช้ในการศึกษา 69
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบที่มีความเป็นไปได้ในโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ตัวอย่าง 86
ตารางที่ 4.2 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการสลายด้วยเครื่องสลายเศษซีเมนต์คาร์ไบด์ 92
ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลที่ผ่านการบดด้วยเวลา 40 ชั่วโมง 93
ตารางที่ 4.4 สมบัติของผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานบริษัท Inframat Corporaion และโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิล 101
ตารางที่ ข.1 แสดงผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence 118

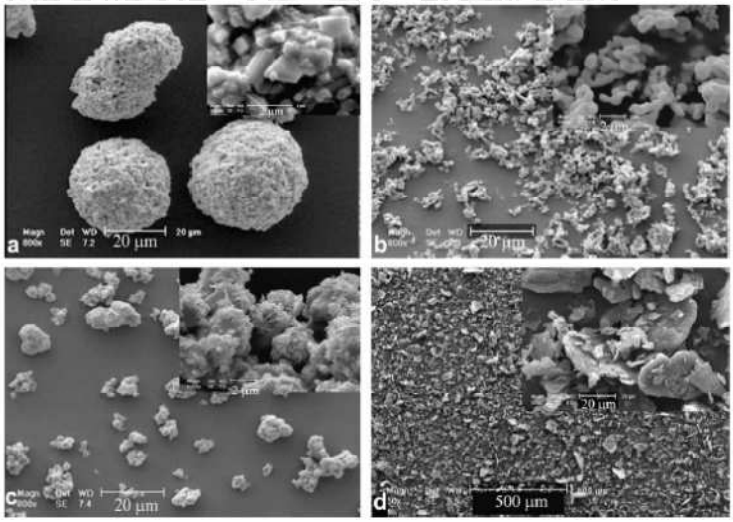
รายการสัญลักษณ์

สัญลักษณ์	คำอธิบาย
W	โลหะทังสเตน
C	โลหะคาร์บอน
Co	โลหะโคบอลต์
WC	โลหะทังสเตนคาร์ไบด์
Cr	โลหะโครเมียม
N	ความเข้มข้นของสารละลาย
V	แรงดันไฟฟ้า (โวลต์)
˚C	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
g	กรัม
kg	กิโลกรัม
ml	มิลลิกรัม
HRA (Rockwell Hardness A Scale)	ค่าความแข็ง
HV Vickers Hardness	ค่าความแข็ง
g/cm^3	น้ำหนักกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร
TiC	โลหะไททาเนียมคาร์ไบด์
SiC	โลหะซิลิกอนคาร์ไบด์
μm	ไมโครเมตร
nm	นาโนเมตร
SEM	การส่องกล้องจุลทัศน์แบบสแกน
TEM	การส่องกล้องจุลทัศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน
XRD	การวิเคราะห์ชนิดของธาตุ
EDX	การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ
Si	ซิลิคอน

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของการวิจัย

อุตสาหกรรมการผลิตในประเทศไทยมีการผลิตและนำเข้าวัสดุชนิดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง แม้ว่าเศรษฐกิจจะยังไม่มีการขยายตัวมาก (ปี2554 จีดีพีของภาคอุตสาหกรรมขยายตัวร้อยละ 1.7 เมื่อเทียบกับช่วงเดือนเดียวของปีก่อน) แต่ในอุตสาหกรรมสนับสนุน (Supporting industry) เช่น อุตสาหกรรมเหมืองแร่ อุตสาหกรรมขุดเจาะน้ำมัน อุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และอื่นๆ เป็นต้น มีความจำเป็นต่อการผลิตชิ้นส่วนและอุปกรณ์สำหรับเครื่องจักรกล ซึ่งพบว่าประเทศผู้นำทางอุตสาหกรรม เช่น สวีเดน อเมริกา จีน ญี่ปุ่น เยอรมันและอื่นๆ มีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องด้านการผลิตวัสดุขนาดนาโนเมตร (Nanosized) โดยเฉพาะอุตสาหกรรมการผลิตชิ้นส่วนโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ ชิ้นส่วนเครื่องจักรกล (Part) เครื่องมืออุตสาหกรรมพื้นฐานในงานเครื่องมือกล (Machine tools) เครื่องมือตัดปาดผิว ได้แก่ แผ่นมีดตัด (Insert tools) เอ็นมิลล์ (End mills) สว่าน (Drill) ชิ้นส่วนแม่พิมพ์ตัด (Punch & Die) สลัก (Pin) บูธ (Bush) ลูดกลิ้ง (Roller) สปริง (Spring) อุปกรณ์การแพทย์ ไส้หลอดไฟฟ้า ชิ้นส่วนทนการสึกหรอสูง (High Wear resistance part) เพื่อผลิตเครื่องจักรกล และรวมถึงการผลิตเครื่องมือทางการทหารเพื่อการป้องกันประเทศ เป็นต้น



รูปที่ 1.1 คุณลักษณะโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมโครเมตร (µm) เพื่อการใช้งาน [2]

ปัจจุบันการนำเข้าโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์และผงโลหะนาโน มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อการนำมาผลิตด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูป ฉีดขึ้นรูปและอบผนึก (Sintering) ให้เป็นชิ้นงานสำเร็จรูปซึ่งพบว่ามูลค่านำเข้าผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ในปี พ.ศ. 2552 สูงถึง 989 ล้านบาท (ที่มา: กรมศุลกากร กระทรวงการคลัง)

เศษโลหะทังสเตนคาร์ไบด์กว่าร้อยละ 94 ใช้โคบอลต์เป็นโลหะประสาน (Cobalt binder) หลังจากผลิตเป็นชิ้นงานที่ความหนาแน่นประมาณ 13-19 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร การผลิตผลิตภัณฑ์โลหะผงให้ได้ขนาดตามความต้องการ ส่วนใหญ่ใช้วิธี Mechanical alloying เพื่อลดขนาดเกรนให้เล็กลงจนถึงระดับนาโนเมตรเพื่อนำไปผลิตชิ้นงานทนทานต่อการสึกหรอ (Wear Powder) ดังนั้นการผลิตโลหะผงจากขนาดมากกว่า 15 ไมครอน (μm) ไปเป็นวัสดุขนาดนาโนเมตรจึงเป็นสิ่งจำเป็น และสำคัญต่อการผลิตชิ้นงานซีเมนต์คาร์ไบด์ของอุตสาหกรรมภายในประเทศไทย เนื่องจากการแข่งขันสูงขึ้น ผู้ผลิตโลหะผงจึงต้องพัฒนากระบวนการผลิตมากขึ้น

นอกจากไม่พบผู้ผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC Powder) ภายในประเทศแล้ว ปรากฏว่ายังไม่มีการวิจัยและพัฒนาวัสดุทังสเตนคาร์ไบด์ในระดับนาโนเมตร และไม่มีการพัฒนาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยตนเอง โดยเฉพาะผงโลหะจากการรีไซเคิล ซึ่งเป็นความลับทางอุตสาหกรรมของประเทศผู้นำทางอุตสาหกรรมทั้งหลาย ขณะเดียวกันมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนครมีความมุ่งมั่นในการพัฒนาผลงานวิจัยเพื่อผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 95.50-99.49% การเสนองานวิจัยนี้จึงเป็นการขยายผล เพื่อเริ่มต้นศึกษาและพัฒนาวัสดุทังสเตนคาร์ไบด์ให้เป็นผงโลหะนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์เข้าใกล้ 100% มากขึ้น เพื่อเป็นการพัฒนาวัตถุดิบให้มีคุณภาพสูง ทั้งยังลดขนาดด้วยวิธีการบดเพื่อผลิตผงโลหะขนาดระดับนาโนเมตร (nm) ก่อนนำไปผลิตชิ้นส่วนความแข็งสูง

การผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ในระดับนาโนเมตร จะช่วยให้สมบัติด้านความแข็งแรงและต้านทานการสึกเหรอดียิ่งขึ้น

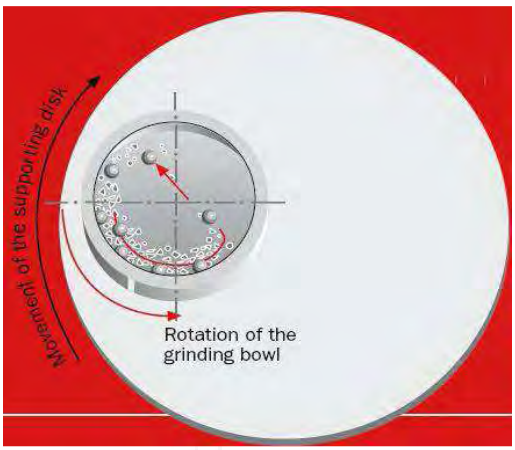
รูปที่ 1.2 ผลิตภัณฑ์สำหรับงานเจาะ เกรด K6UF บริษัท Konrad Friedrichs Gmbh [40]

จากรูปที่ 1.2 แสดงผลิตภัณฑ์ซีเมนต์คาร์ไบด์สำหรับงานเจาะ เกรด K6UF เปอร์เซ็นต์โคบอลต์6% ทังสเตนคาร์ไบด์ 94% ความหนาแน่น 14.95 g/cm^3 ขนาดโลหะผงประมาณ 0.6 μm (600 nm) ของบริษัท Konrad Friedrichs Gmbh & Co.KG

รูปที่ 1.3 ผลิตภัณฑ์ซีเมนต์คาร์ไบด์ที่ผลิตด้วยโลหะผงขนาดนาโน [22]

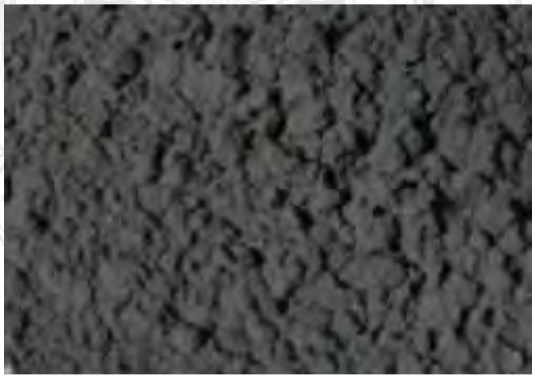
รูปที่ 1.3 แสดงผลิตภัณฑ์ซีเมนต์คาร์ไบด์ที่ผลิตด้วยผงโลหะขนาดนาโนเมตรของบริษัท Chongyi Zhangyuan Tungsten

การบดย่อยวัสดุเป็นวิธีการผลิตผงเชิงกลโดยใช้ลูกบอลที่มีความแข็งแรงสูง และเป็นวิธีที่ใช้สำหรับผลิตผงจากวัสดุเปราะ (Brittle materials) โดยการทำให้วัสดุแตกเป็นชิ้นเล็ก การบดทำในภาชนะทรงกระบอกดังแสดงในรูปที่ 1.4 ประกอบด้วยภาชนะทรงกระบอกที่บรรจุด้วยลูกบอลและวัสดุที่ต้องการทำให้เป็นผง เมื่อหมุนภาชนะทรงกระบอกจะทำให้เกิดการชนกันอย่างต่อเนื่องของลูกบอลกับวัสดุที่ต้องการบด และทำให้เกิดการบดละเอียดของวัสดุผง ความเค้นจากการกระแทก (Impact stress) ที่ส่งผลให้วัสดุแตกหักจะมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างรอยตำหนิและมีความไวต่อการขยายตัวของรอยแตกร้าว

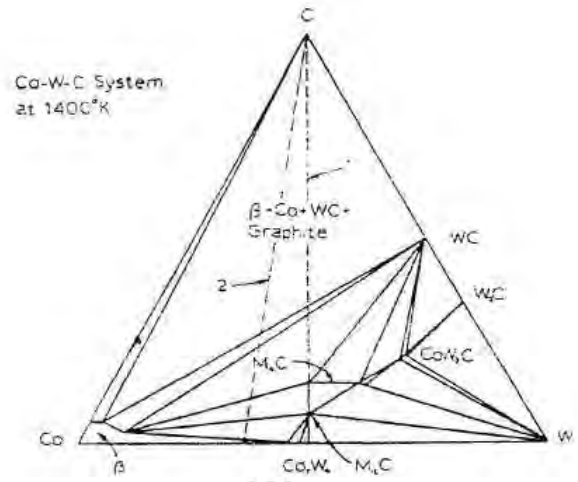


รูปที่ 1.4 การบดด้วย Mechanical alloying [23]

การออกแบบการบดเพื่อลดขนาดผงจะแปรเปลี่ยนกับการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาค ดังนั้น เวลาที่ใช้ในการบดจึงขึ้นกับวัสดุผง การเปลี่ยนขนาดอนุภาค ขนาดของตัวกลางที่ใช้บด และความเร็วในการบดมีอิทธิพลต่อการบดละเอียด สำหรับการบดที่เหมาะสมที่สุดลูกบอลที่ใช้ควรมีขนาดประมาณ 30 เท่าของวัสดุที่ต้องการบด ปริมาตรของลูกบอลประมาณครึ่งหนึ่งของปริมาตรภาชนะทรงกระบอก และควรใส่วัสดุประมาณ 25% ของปริมาตรภาชนะทรงกระบอก ดังนั้น ปริมาตรที่แท้จริงของการเติมลูกบอลและผงวัสดุรวมกันคือประมาณ 50% ของปริมาตรทรงกระบอกทำให้เกิดความเหมาะสมระหว่างลูกบอลและปริมาณการสัมผัสของลูกบอล [5]

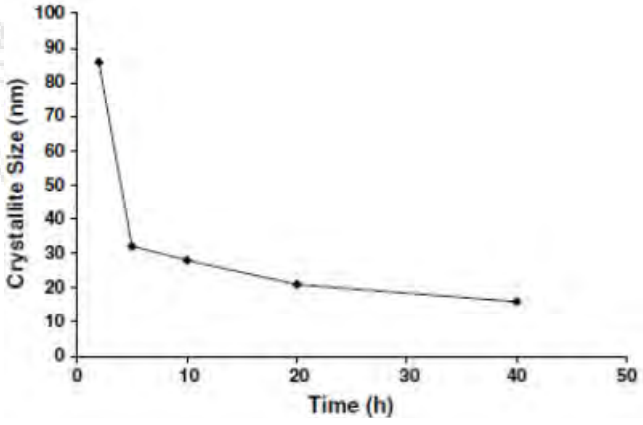


รูปที่ 1.5 ทังสเตนคาร์ไบด์นำเข้าบริษัท Sichuan Western Minmetals รหัส ZK30μF: 10%Co ขนาด 0.6-0.8 μm [24]



รูปที่ 1.6 โครงสร้างโลหะผสม 3 ชนิด ทังสเตน โคบอลต์ และคาร์บอน [3]

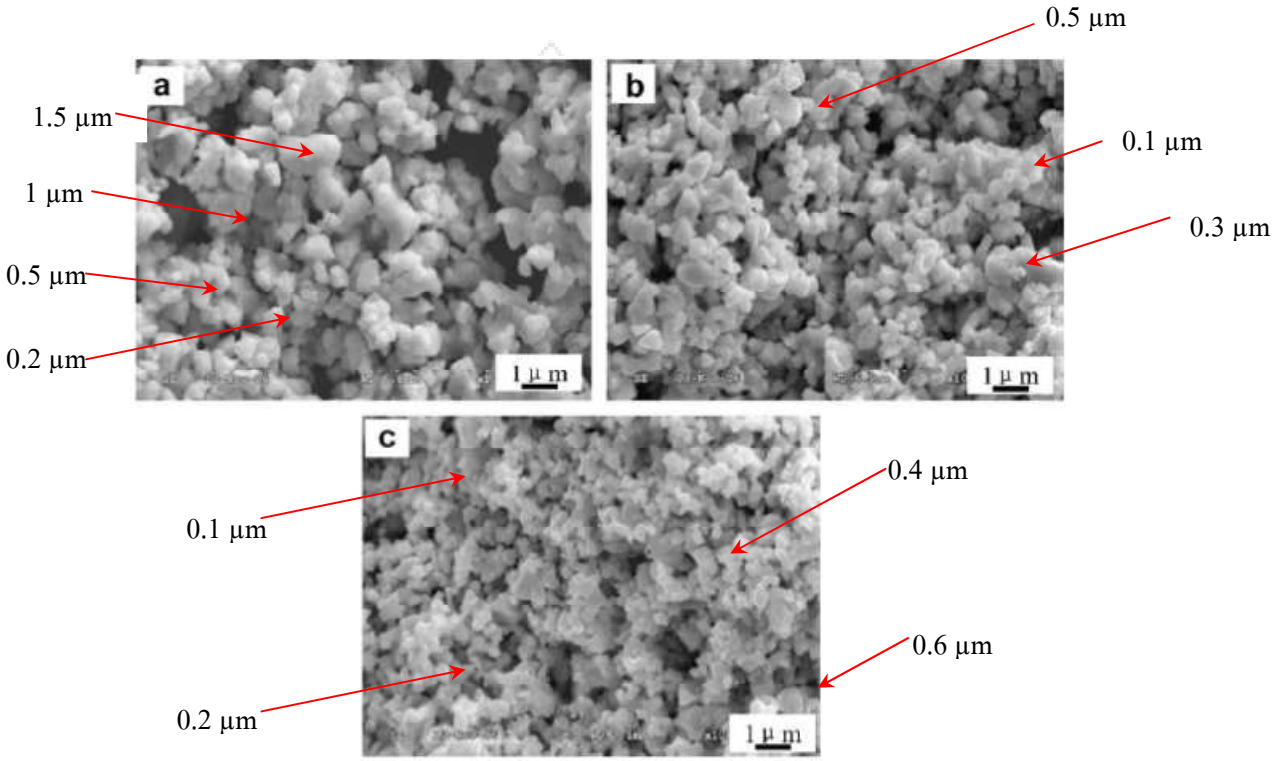
จากรูปที่ 1.6 แสดงสมดุลเฟสไดอะแกรมของ Co-W-C ที่อุณหภูมิ 1400 ˚K จากจุด β-Co+WC+Graphite มีส่วนผสมของทังสเตน (W) ประมาณ 50% คาร์บอน (C) 20% และโคบอลต์ (Co) 30% เมื่อได้รับความร้อนที่ 1400 ˚K จุด WC มีส่วนผสมมีส่วนผสมทังสเตน (W) 25% โคบอลต์ 75% คาร์บอน 35% รับอุณหภูมิที่ 1400 ˚K จุด W_2C ทังสเตน (W) 20% โคบอลต์ 80% คาร์บอน (C) 60% เมื่อรับอุณหภูมิที่ 1400 ˚K และจุด CoW_2C มีทังสเตน (W) 30% โคบอลต์ 70% และ คาร์บอน (C) 70% เมื่อได้รับอุณหภูมิที่ 1400 ˚K



รูปที่ 1.7 Nano-sized of tungsten carbides [2]

จากรูปที่ 1.7 แสดงความสัมพันธ์ในการลดขนาดโลหะผงกับระยะเวลาในการบด จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงขนาด ประมาณ 90 นาโนเมตร เมื่อผ่านการบดด้วยเวลา 10 ชั่วโมง

ขนาดโลหะผงจะลดลงอยู่ที่ ประมาณ 30 นาโนเมตร ที่การบดผ่านไป 20 ชั่วโมงโลหะผงจะมีขนาดลดลงมาที่ 20 นาโนเมตร และเมื่อเวลาบดผ่านไป 40 ชั่วโมง โลหะผงจะมีขนาดเล็กลงมาที่ประมาณ 18 นาโนเมตร จึงสามารถสรุปได้ว่าการบดโลหะผงระดับนาโนเมตร ด้วยเวลาประมาณ 40 ชั่วโมง สามารถผลิตโลหะผงขนาดนาโนเมตรอยู่ในช่วง 18-30 นาโนเมตร



รูปที่ 1.8 SEM images of the three composite powders obtained by different milling times of (a) 20 h, (b) 30 h and (c) 40 h for the powder mixtures [4]

รูปที่ 1.8 แสดงผล SEM การบดผสมโลหะผงโดยบอลมิลล์ ที่เวลาแตกต่างกัน จากการพิจารณาปรากฏว่า (a) ผ่านการบดเป็นเวลา 20 ชั่วโมง ขนาดใหญ่สุดประมาน 1.5 µm โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 0.2 µm ซึ่งโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 0.5-1 µm (b) ผ่านการบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง ขนาดใหญ่สุดประมาน 0.5 µm โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 0.1 µm ซึ่งโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 0.1-0.3 µm (c) ผ่านการบดเป็นเวลา 40 ชั่วโมง ขนาดใหญ่สุดประมาน 0.6 µm โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 0.1 µm ซึ่งโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.2-0.4 µm

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) บริสุทธิ์ ขนาดนาโนเมตร จากผงโลหะที่ผ่านการรีไซเคิล (Recycled)

1.2.2 ศึกษาคุณลักษณะผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรเพื่อการใช้งาน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ผลิตผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ (WC Powder) จากเศษซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์ (Cemented tungsten carbide scraps) ด้วยเทคโนโลยีการรีไซเคิลทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งพัฒนาขึ้นมาใหม่โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร

1.3.2 ออกแบบกระบวนการผลิต การกำหนดเทคโนโลยีการผลิต และการผลิต ได้แก่ เครื่องบด การใช้หม้อบด ลูกบดโลหะทนการสึกหรอสูงพิเศษ เป็นต้น

1.3.3 ทดลองผลิตภายใต้ปัจจัยที่สำคัญ ได้แก่ ขนาดและการกระจายของผงโลหะตั้งต้น อัตราส่วน Ethanol อัตราส่วนลูกบด (Ball milling) ขนาดลูกบด ความเร็วรอบ เวลาในการผลิต

1.3.4 กำหนดและคัดขนาดผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่เหมาะสมเพื่อการทดลอง

1.3.5 พัฒนาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ได้จากการรีไซเคิลให้มีขนาดเล็กลงมาเป็นระดับนาโนเมตร (Nanosized)

1.3.6 ศึกษาสมบัติโลหะบริสุทธิ์ (Purities) ขนาด (Particle sized) การกระจาย (Distribution) ลักษณะผงโลหะ (Scanning electron microscope: SEM), XRD, EDX, XRF, TEM และอื่นๆ ตามจำเป็น

1.3.7 เปรียบเทียบสมบัติต่างๆ กับโลหะผงที่เป็นมาตรฐานในอุตสาหกรรม

1.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

1.4.1 การเตรียมงานและการวิจัย

1) ผลิตโลหะผงจากเศษซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์

2) กำหนดคุณลักษณะโลหะผงตั้งต้น

3) ออกแบบวิธีการผลิตโลหะผง การตรวจสอบขนาดและโครงสร้างโลหะผง

4) ออกแบบการศึกษาสมบัติโลหะผงนาโนเมตร

5) ออกแบบวิธีการทดลองการผลิตโลหะผงนาโนเมตร อาทิ เครื่องบด Ball mill หม้อบด ความเร็วรอบ เวลาในการบด

6) การพัฒนาเทคโนโลยี การเตรียมอุปกรณ์การทดลอง การผลิตผงนาโน

7) การทดลองภายใต้ปัจจัยต่างๆ

8) กำหนดคุณลักษณะของผงโลหะด้านขนาดระดับนาโนเมตร

9) ทดลองและกำหนดสมบัติที่เหมาะสม โดยการศึกษาคุณลักษณะ ได้แก่ รูปร่าง ขนาด โครงสร้างจุลภาค เป็นต้น

10) การประเมินคุณภาพวัสดุที่ได้จากการผลิต ค้นหาจุดบกพร่องและปรับปรุง

11) ศึกษาเปรียบเทียบกับผงมาตรฐาน

12) การปรับปรุงและกำหนดความเหมาะสมในการผลิตผงโลหะ

13) กำหนดคุณลักษณะโลหะผงต้นแบบ

1.5 สถานที่ทดลองและเก็บข้อมูล

1.5.1 สาขาวิศวกรรมการจัดการอุตสาหกรรมเพื่อความยั่งยืน และสาขาวิชาเทคโนโลยีการผลิตเครื่องมือและแม่พิมพ์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร การออกแบบและผลิต (CAD) เพื่อผลิตเครื่องต้นแบบแยกสลายเศษทังสเตนคาร์ไบด์ได้แก่ การเชื่อม กลึง กัด เจาะ เจียระไน การทดลองและวิเคราะห์ผล

1.5.2 สถาบันวิจัยและพัฒนา โดยสำนักบริการเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร การเตรียมและผลิตอุปกรณ์การทดลอง เตรียมชิ้นงาน ตรวจสอบและทดสอบพื้นฐานโลหะ

1.5.3 ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ เพื่อการทดสอบวัสดุผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่พัฒนาขึ้นใหม่

1.5.4 สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย เพื่อตรวจสอบสมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

1.6 ระยะเวลาการทำวิจัย

ตารางที่ 1.1 ระยะเวลาโครงการ ประมาณ 1 ปี (ตุลาคม 2554 – กันยายน 2555)

ขั้นตอนการวิจัย	ระยะเวลา 1 ปี											
	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.
1. ศึกษาอุตสาหกรรมโลหะผงนาโนเมตร	----	----										
2.ศึกษาข้อมูลการผลิตโลหะผง		----	----									
3.ออกแบบการทดลองเพื่อผลิต WC Nano Powder			----									
4.กำหนดคุณลักษณะโลหะผงตั้งต้นเพื่อการผลิต				----	----	----						
5.การทดลองผลิตผงนาโนเมตร						----	----	----				
6.ทดสอบและเปรียบเทียบสมบัติ							----	----	----			
7.รวบรวมข้อมูลและวิเคราะห์									----	----		
8. อภิปรายผลการทดลอง										----	----	
9.กำหนดมาตรฐานการผลิตและโลหะผง											----	
10.สรุปผลและรายงายวิจัย											----	----

---- แผนงาน

——— ปฏิบัติจริง

1.7 เครื่องมือและอุปกรณ์การวิจัย

1.7.1 เครื่องผลิตผงทังสเตนคาร์ไบด์

1.7.2 เครื่องบดโลหะผงแบบ Ball Mill (P6) ขนาด 360 mm. x 480 mm. x 457 mm.

1.7.3 เตาอบแห้งโลหะผงระบบสุญญากาศ

1.7.4 เครื่องตรวจสอบสมบัติโลหะผง SEM, XRD, XRF, EDX, P&D, TEM

1.7.5 เครื่องชั่งน้ำหนัก 1/10,000 กรัม

1.7.6 XRD Measuring microscope, X-ray florescence spectrometry (XRF)

1.7.7 เครื่องตรวจสอบการขนาดการกระจายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

1.7.8 อุปกรณ์คัดขนาดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (Sieve Shaker)

1.8. ประโยชน์ที่ได้รับ

1.8.1 ผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร (nm) ประมาณ 10-100 nm ความบริสุทธิ์มากกว่า 95%

1.8.2 ผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร (nm) สมบัติเหมาะต่อการใช้งานประเภทด้านต้านทานการสึกหรอสูง และทนอุณหภูมิสูงได้ดี

1.8.3 ผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการรีไซเคิล ที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร (nm) และมีสมบัติเทียบเท่าผงโลหะนาโนเมตรมาตรฐาน

1.8.4 เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการผลิตชิ้นส่วนโลหะแข็งประเภทซีเมนต์คาร์ไบด์จากผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิล

1.8.5 ผู้ผลิตชิ้นส่วนประเภทซีเมนต์คาร์ไบด์มีโอกาสได้เลือกใช้ผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตภายในประเทศ นำไปสู่การลดต้นทุน และการนำเข้าจากต่างประเทศ

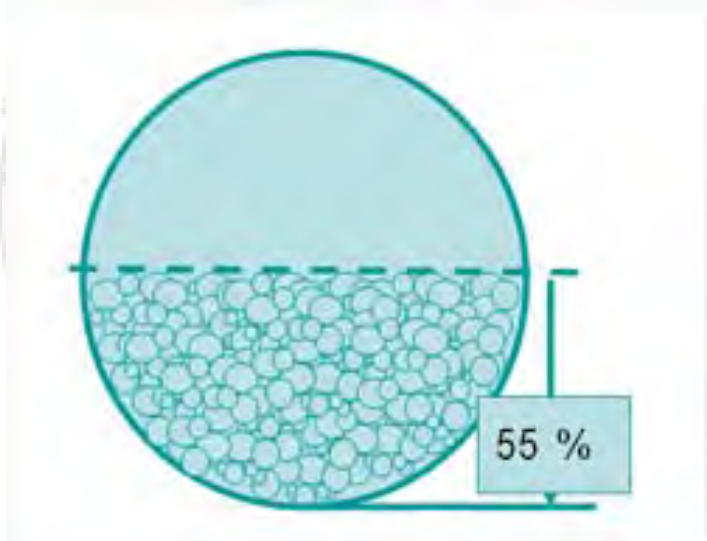
1.8.6 ผู้ผลิตชิ้นส่วนทังสเตนคาร์ไบด์สามารถเลือกซื้อสินค้าโลหะผงทังสเตนที่พัฒนาขึ้นใหม่

บทที่ 2
แนวคิดและทฤษฎีที่สำคัญ

2.1 บทนำ

การผลิตโลหะผงขนาดเล็ก ด้วยเทคนิคเชิงกลมีหลายวิธีเช่น การบดโดยใช้แรงกระแทก (Impaction) การบดโดยใช้แรงขัดสี (Attritioning) การบดโดยใช้แรงเฉือน (Shearing) และการบดโดยใช้แรงกดอัด (compression) การบดโดยการกระแทก เป็นต้น

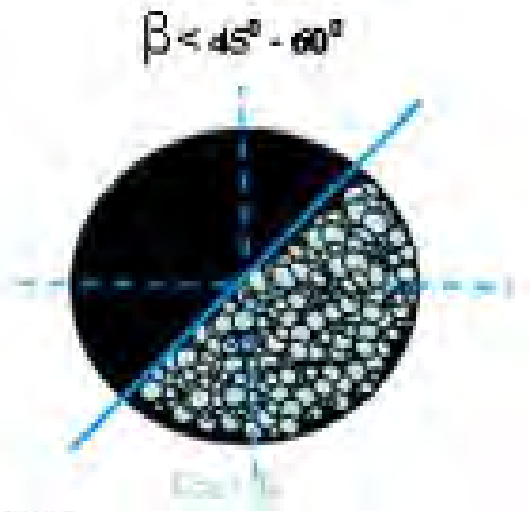
การบดละเอียด (Grinding or Milling) เป็นการบดวัตถุให้มีขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็ก ซึ่งการบดละอียด (Pulverization) โดยใช้การกระทบ, กระแทก และการเสียดสีกันระหว่างวัตถุดิบ ตัวลูกบด (Grinding Media) และตัวบุผนังของหม้อบด (Lining) ต้องคำนึงถึงสัดส่วนของวัตถุดิบที่บรรจุในหม้อบด เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพในการบดสูงสุด การเตรียมลูกบด (Ball Mill) จะเตรียมประมาณ 50-55% ของปริมาตรภายในทั้งหมด ดังรูปที่ 2.1 โดยช่วงของการเตรียมวัตถุดิบอยู่ระหว่าง 50-55% ซึ่งจะทำให้การกระจายตัวของอนุภาค (Particle Size Distribution) สม่ำเสมอขึ้น



รูปที่ 2.1 สัดส่วนการบรรจุ (Ball mill) ในหม้อบดที่เหมาะสม [25]

มุมคาราเรคติ้ง (Cataracting) คือ มุมที่เหมาะสมสำหรับความเร็วของหม้อบดเพื่อทำให้ลูกบดลอยตัวจนถึงจุดที่สมดุลกันระหว่างแรงสู่ศูนย์กลางและแรงโน้มถ่วง ทำให้ลูกบดตกลงมากระแทกกับลูกบดอื่นๆ และวัตถุดิบ มุมที่เหมาะสมนี้จะเท่ากับ 45 องศา ทำมุมกับแนวแกน Y ของหม้อบด

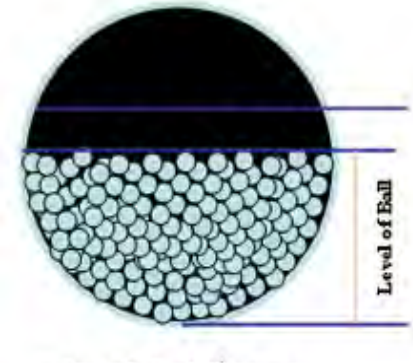
รูปที่ 2.2 แสดงการเคลื่อนตัวของลูกบดในหม้อบด



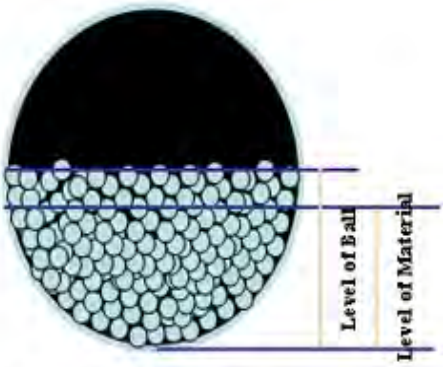
รูปที่ 2.3 แสดงมุมตกกระทบที่เหมาะสมของลูกบด

จากรูปที่ 2.2 -2.3 แสดงลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบดที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด และแสดงมุมตกกระทบที่เหมาะสมของหม้อบดโดยมีค่าประมาณ มากกว่า 45° แต่ไม่ 60°

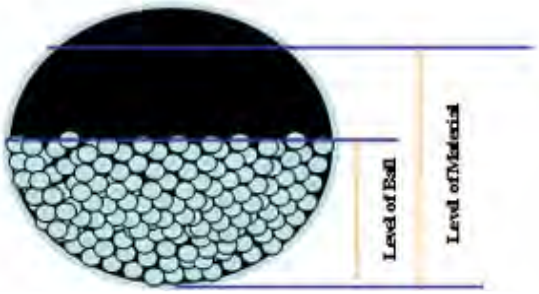
ความเร็วในการหมุนของภาชนะทรงกระบอกสามารถปรับเพื่อให้ได้ความเร็วของการกระแทกมากที่สุด ซึ่งต้องมีความเร็วเพียงพอสำหรับพาลูกบอลลอยขึ้นด้านบนสุดของภาชนะทรงกระบอกก่อนที่จะตกลงมากระทบกับวัสดุบริเวณพื้นล่างของภาชนะ โดยอัตราการหมุนที่ต่ำเกินไปจะทำให้ลูกบอลกลิ้งกลับไปมาบริเวณด้านข้างของภาชนะ ขณะที่การหมุนเร็วเกินไปทำให้เกิดแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางและทำให้ลูกบอลไม่ตกลงมา ความเร็วในการหมุนที่เหมาะสมสำหรับการบดละเอียดจะแปนผกผันกับรากที่สองของเส้นผ่านศูนย์กลางหม้อบด ปริมาณลูกบดที่เหมาะสมคือ 30 เท่าของวัสดุที่ต้องการบด และควรใส่วัสดุประมาณ 25% ของปริมาตรหม้อบด เนื่องจากผงวัสดุแทรกตัวอยู่ในช่องว่างระหว่างลูกบอลดังนั้นปริมาตรจริงของการเตรียมลูกบอลและวัสดุผงรวมกันคือประมาณ 50% ของปริมาตรหม้อบด [1]



สัดส่วนการเติมวัตถุดิบที่เหมาะสม



สัดส่วนของวัตถุดิบน้อยเกินไปทำให้ลูกบดและหม้อบดสึกหรอ



สัดส่วนของวัตถุมากเกินไปทำให้ประสิทธิภาพการบดลดลง

รูปที่ 2.4 สัดส่วนของลูกบดและวัตถุดิบในหม้อบด [25]

จากรูปที่ 2.4 แสดงปริมาณของลูกบดและวัตถุดิบสำหรับการบดละเอียด ซึ่งมีอยู่ 3 ลักษณะ คือ สัดส่วนของลูกบดและวัตถุดิบที่เหมาะสม สัดส่วนของวัตถุดิบที่น้อยเกินไป และสัดส่วนของวัตถุดิบที่มากเกินไป โดยทั้ง 3 ลักษณะนี้ส่งผลต่อคุณภาพวัตถุดิบที่ต้องการลดขนาด เช่น วัตถุดิบที่น้อยเกินไปทำให้ลูกบดและหม้อบดสึกหรอเร็ว วัตถุดิบมากเกินไปทำให้ประสิทธิภาพการบดลดลง

2.2 สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐาน

ตารางที่ 2.1 สมบัติของผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท MITSUBISHI CARBIDE [26]

เกรด	ขนาดเกรน (μm)	โคบอลต์ (%)	ความแข็ง (Hv)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
MF 07	< 0.6	7	1,930	14.7
MF 10	< 0.6	8	1,900	14.6
MF 20	< 0.6	12	1,700	14.2
MF 30	< 0.6	16	1,500	13.7
SF 10	< 0.8	6	1,830	14.9
TDA 15	< 0.8	10	1,680	14.9
TF 15	< 0.9	10	1,550	14.5
HTi 10	< 1.0	6	1,700	14.9

จากตารางที่ 2.1 แสดงเกรดของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐาน จากการพิจารณาปรากฏว่าโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

เกรด MF 07 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.6 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 7% มีความแข็งประมาณ 1,930 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.7 (g/cm^3)

เกรด MF 10 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.6 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 8% มีความแข็งประมาณ 1,900 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.6 (g/cm^3)

เกรด MF 20 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.6 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 12% มีความแข็งประมาณ 1,700 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.2 (g/cm^3)

เกรด MF 30 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.6 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 16% มีความแข็งประมาณ 1,500 Hv และความหนาแน่นประมาณ 13.7 (g/cm^3)

เกรด SF 10 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.8 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 6% มีความแข็งประมาณ 1,830 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.9 (g/cm^3)

เกรด TDA 15 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.8 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 10% มีความแข็งประมาณ 1,680 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.9 (g/cm^3)

เกรด TF 15 ขนาดเกรนน้อยกว่า 0.9 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 10% มีความแข็งประมาณ 1,550 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.5 (g/cm^3)

เกรด HTi 10 ขนาดเกรนน้อยกว่า 1.0 ไมครอน (μm) มีส่วนผสมโคบอลต์ 6% มีความแข็งประมาณ 1,700 Hv และความหนาแน่นประมาณ 14.9 (g/cm^3)

ตารางที่ 2.2 สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Global Tungsten & Powders [27]

Type	ขนาดอนุภาค (μm)	% การหดตัว	ความแข็ง (HRA)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
SC04U	0.7	20.4	93.6	14.61
SC07U	0.7-1.0	19.6	92.0	14.49
SC17S	1.1-1.4	19.0	92.2	14.95
SC20S	1.4-1.7	19.0	91.9	14.95
SC25S	1.7-2.1	18.7	91.8	14.95
SC30S	2.1-2.5	17.0	92.0	14.95
SC35S	2.5-2.9	17.0	91.7	14.95
SC37S	2.9-3.6	16.8	91.7	14.95
SC40S	3.6-4.3	16.6	91.3	14.95
SC45S	4.3-5.0	16.5	91.3	14.95
SC55S	5.0-6.0	16.3	90.9	14.95
SC60S	6.0-8.0	16.1	90.4	14.95
SC63S	8.0-10.9	16.2	89.8	14.95
SC65S	11.0-15.0	16.2	89.4	14.95
SC68S	15.0-19.9	16.2	89.9	14.95
SC70S	20.0-40.0	16.2	88.3	14.95
SC75S	20.0-40.0	15.4	87.8	14.95

จากตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Global Tungsten & Powders จากการพิจารณาปรากฏว่าโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

เกรด SC04U ขนาดอนุภาค 0.7 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 20.4% มีความแข็งประมาณ 93.6 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.61 (g/cm^3)

เกรด SC07U ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 0.7-1.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 19.6% มีความแข็งประมาณ 92.0 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.49 (g/cm^3)

เกรด SC17S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 1.1-1.4 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 19.0% มีความแข็งประมาณ 92.2 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC20S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 1.4-1.7 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 19.0% มีความแข็งประมาณ 91.9 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC25S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 1.7-2.1 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 18.7% มีความแข็งประมาณ 91.8 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC30S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 2.1-2.5 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 17.0% มีความแข็งประมาณ 92.0 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC35S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 2.5-2.9 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 17.0% มีความแข็งประมาณ 91.7 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC37S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 2.9-3.6 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.8% มีความแข็งประมาณ 91.7 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC40S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 3.6-4.3 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.6% มีความแข็งประมาณ 91.3 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC45S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 4.3-5.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.5% มีความแข็งประมาณ 91.3 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC55S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 5.0-6.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.3% มีความแข็งประมาณ 90.9 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC60S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 6.0-8.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.1% มีความแข็งประมาณ 90.4 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

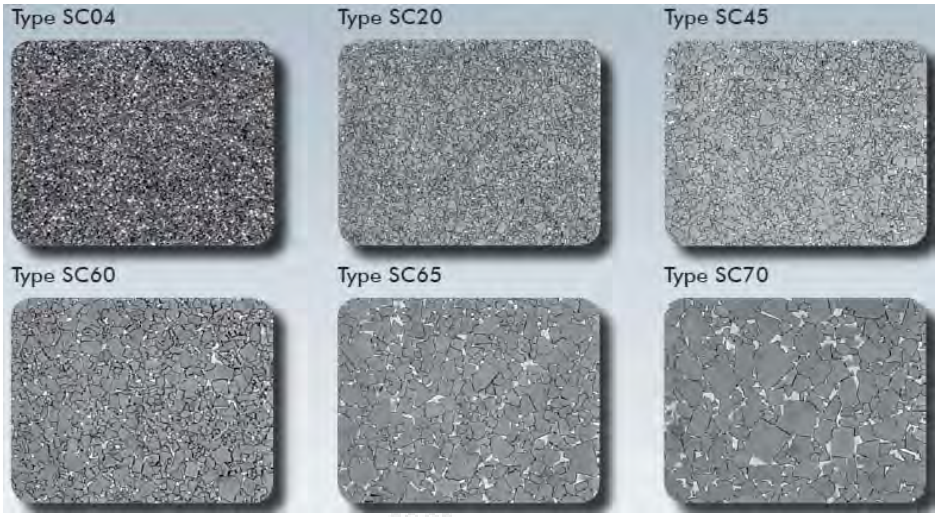
เกรด SC63S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 8.0-10.9 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.2% มีความแข็งประมาณ 89.8 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC65S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 11.0-15.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.2% มีความแข็งประมาณ 89.4 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC68S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 15.0-19.9 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.2% มีความแข็งประมาณ 89.9 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC70S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 20.0-40.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 16.2% มีความแข็งประมาณ 88.3 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)

เกรด SC75S ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 20.0-40.0 ไมครอน (μm) การหดตัวหลังอบผนึก 15.4% มีความแข็งประมาณ 87.8 HRA และมีความหนาแน่นประมาณ 14.95 (g/cm^3)



รูปที่ 2.5 ตัวอย่างลักษณะเกรนชิ้นงานซีเมนต์คาร์ไบด์ของบริษัท Global Tungsten & Powders [27]

จากรูปที่ 2.5 แสดงโครงสร้างชิ้นงานซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์ประเภท (Type) ต่างๆ ของบริษัท Global Tungsten & Powders โดยชิ้นงานแต่ละประเภทสามารถอธิบายส่วนผสมได้ดังนี้

Type sc04 มีส่วนผสมของ โครเมียม 0.1% เหล็ก 0.15% นิเกิล 0.15% คาร์บอนไม่เกิน 0.08%

Type sc20 มีส่วนผสมของโครเมียม 0.05% เหล็ก 0.5% นิเกิล 0.1% ซึ่งชิ้นงาน sc04 และ sc20 สามารถเติมธาตุอื่นเพิ่มเติมได้ เช่น Vanadium /Tantalum/Chromium เป็นต้น

Type sc45 และ Type sc60 มีส่วนผสมของโครเมียม 0.05% เหล็ก 0.5% นิเกิล 0.1%

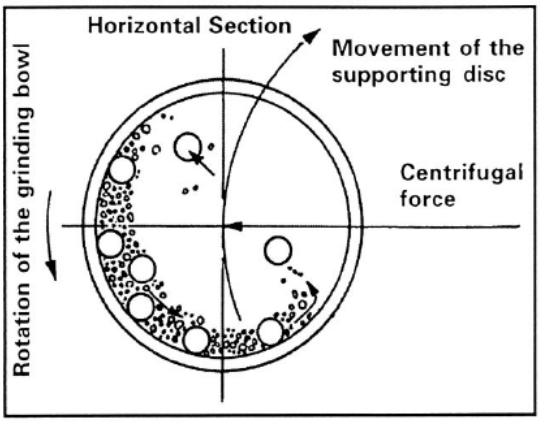
Type sc65 มีส่วนผสมของโครเมียม 0.05% เหล็ก 0.4% นิเกิล 0.1%

Type sc70 มีส่วนผสมของโครเมียม 0.75% เหล็ก 1.0% นิเกิล 0.1%

2.3 เทคนิคการผลิตโลหะผงเชิงกล

การบดด้วยลูกบอลแบบแพลเนตเป็นวิธีที่นิยมใช้มากที่สุดในการสังเคราะห์วัสดุ การเลือกใช้ตัวกลางช่วยในการบดมีความสำคัญมาก เพราะวัสดุที่ต้องการบดและลูกบอลทำให้แรงหนีศูนย์กลางมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นยี่สิบเท่าของแรงโน้มถ่วงโลก แรงหนีศูนย์กลางเกิดจากแรงหมุนของถาดรองและการหมุนของภาชนะบรรจุลูกบอล โดยวัสดุที่ต้องการบดเป็นอิสระ เนื่องจากทิศทางการหมุนถาดรองและภาชนะบรรจุลูกมีทิศทางตรงกันข้าม จึงเกิดแรงหนีศูนย์กลางขึ้นในเวลาเดียวกันและมีทิศทางตรงข้าม ดังนั้นจึงมีแรงส่งให้ตัวกลางที่ใช้บดและผงกลิ้งไปมาบนผนังของภาชนะและ

ตกลงมาอีกด้านด้วยความเร็วสูง (ประมาณ 360 รอบ/นาที) ลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอลแสดงดังรูปที่ 2.6 แสดงลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอลและวัสดุผงระหว่างการบด ข้อดีของวิธีนี้คือการใส่วัตถุดิบภายในหม้อบดทำได้ง่าย ความจุของหม้อบดที่ใช้ทั่วไป 45 ถึง 500 มิลลิลิตร [5]



รูปที่ 2.6 ลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอล [5]

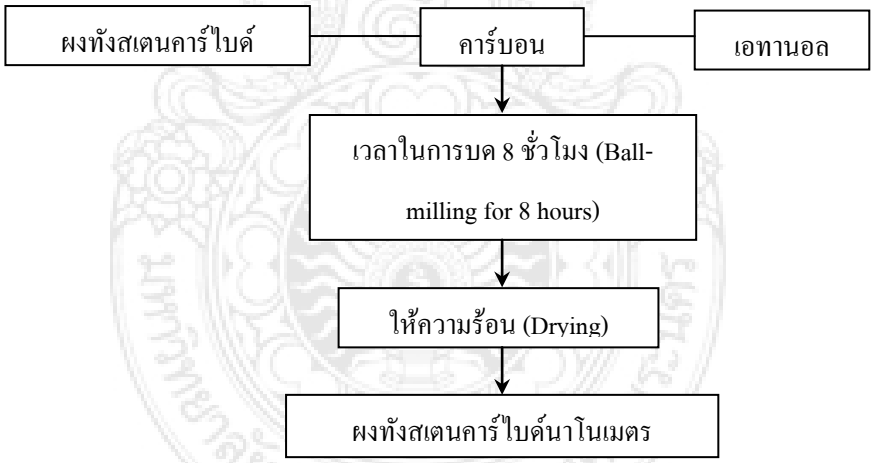
จากรูปที่ 2.6 ลักษณะการบดด้วยลูกบอลแบบแพลเนต ซึ่งประกอบด้วย แรงหนีศูนย์กลางแสดงการเคลื่อนที่ของจานรองหม้อบด การหมุนของหม้อบด ลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบดและวัสดุผง

รูปที่ 2.7 ลักษณะเครื่องบดพลังงานสูงทำการบดด้วยลูกบอลแบบแพลเนต [42]

รูปที่ 2.8 ชุดหม้อบดทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งประกอบด้วย หม้อบดทังสเตนคาร์ไบด์ ฝาปิด ลูกบอลและแหวนรองป้องกันการรั่วซึม [41]

2.4 กระบวนการผลิตโลหะผงนาโนเมตร

จากการศึกษารายงานวิจัย [6] ปรากฏว่าการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์แบบแพลเนตด้วยบอลมิลล์มีขั้นตอนการผลิตดังนี้



รูปที่ 2.9 กระบวนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร [6]

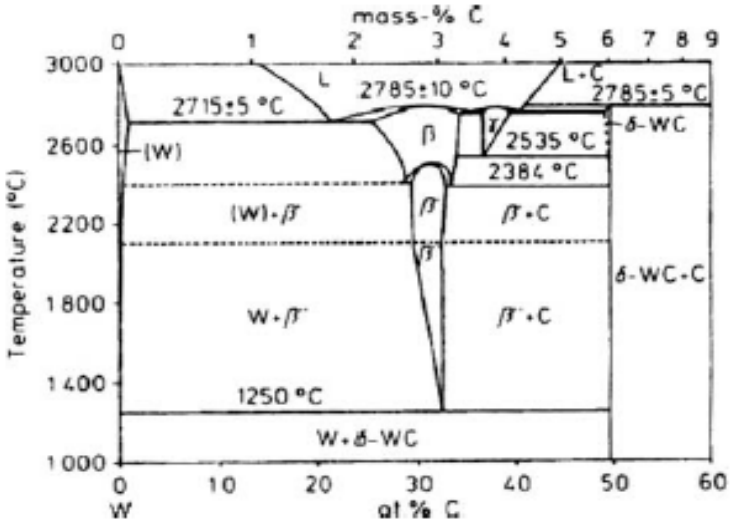
จากรูปที่ 2.9 แสดงขั้นตอนการบดและผสมโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โดยเตรียมโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ คาร์บอน และเอทานอล ดำเนินการบดแบบ Ball-milling ด้วยเวลา 8 ชั่วโมง แล้วทำให้แห้ง (Drying) จากนั้นตรวจสอบสมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการบด

รูปที่ 2.10 ขั้นตอนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร [10]

การศึกษากระบวนการผลิตโลหะผง WC-Co ขนาดนาโนเมตรโดยการบดแบบ Ball Milling มีขั้นตอนดังนี้ เตรียมโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์และโคบอลต์ ทำการคัดขนาด เตรียมลูกบดขนาด 20 mm. อัตราส่วนผสมระหว่างลูกบดกับผงโลหะคือ 10:1 กำหนดความเร็วรอบ 350 rpm ใช้เวลาบด 40 h ผลการทดลองปรากฏว่าผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์-โคบอลต์ ขนาดประมาณ 15 nm [10]

2.5 โครงสร้างจุลภาคโลหะผงนาโนเมตร

2.5.1 ลักษณะโครงสร้างโลหะผงทังสเตนและคาร์บอน

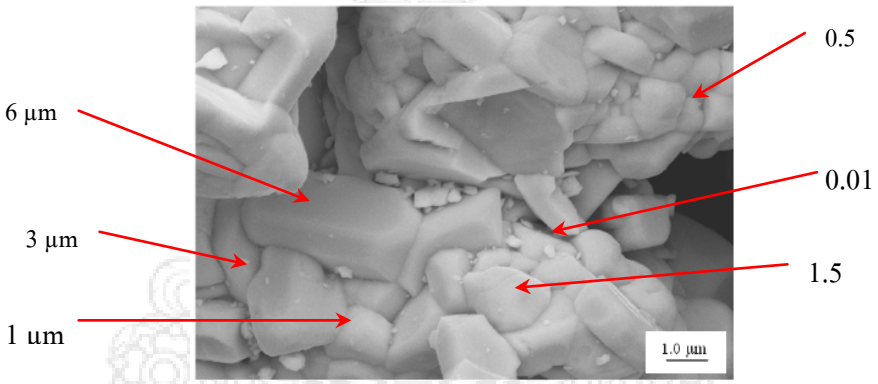


รูปที่ 2.11 W–C phase diagram [7]

จากรูปที่ 2.11 แสดงเฟสไดอะแกรม (phase diagram) ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนผสมของคาร์บอน (C) กับอุณหภูมิ (˚C) และมวล (mass) ของอัตราส่วนคาร์บอน (mass-% C) ปรากฏว่าที่ mass-% C ในช่วง 6-9% C และอุณหภูมิจาก 1000-2785±5 ˚C โครงสร้างโลหะเป็น δ-WC+C ที่ mass-% C อยู่ระหว่าง 1-3% C และอุณหภูมิจาก 2384 -2535 ˚C โครงสร้างโลหะเป็น W 100% ที่ mass % C อยู่ระหว่าง 0-3% และอุณหภูมิจาก 1400 – 2400 ˚C โครงสร้างโลหะเป็น W+β และที่อุณหภูมิ 1000-1250 ที่ Mass% C อยู่ระหว่าง 0-6% โครงสร้างเป็น W+δ-WC เป็นต้น

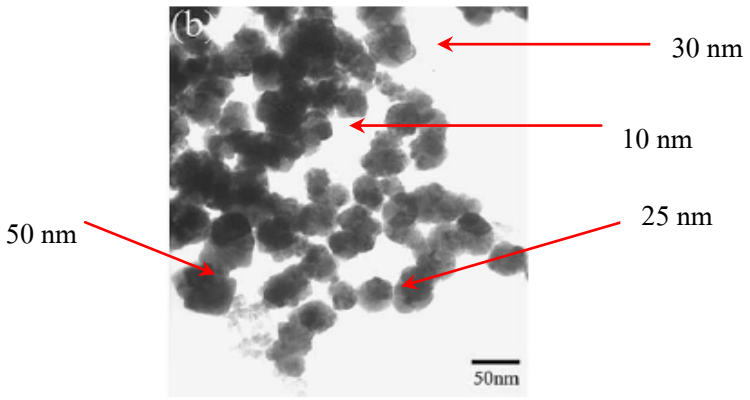
2.5.2 ลักษณะรูปร่างโลหะผงนาโนเมตร

การวิเคราะห์สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เป็นการศึกษาลักษณะรูปร่างและโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิค Scanning electron micrographs โดยสามารถแสดงผลการวิเคราะห์ได้ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.12 Scanning electron micrographs of powder of tungsten [8]

จากรูปที่ 2.12 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตด้วยกระบวนการ Ball Milling ในอัตราส่วนลูกบดต่อวัสดุผง 1:1 โดยใช้เวลาในการบดนาน 8 ชั่วโมง ซึ่งปรากฏว่าโลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 0.01µm ใหญ่สุดประมาณ 6 µm เมื่อพิจารณาแล้วส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 1.5-3 µm

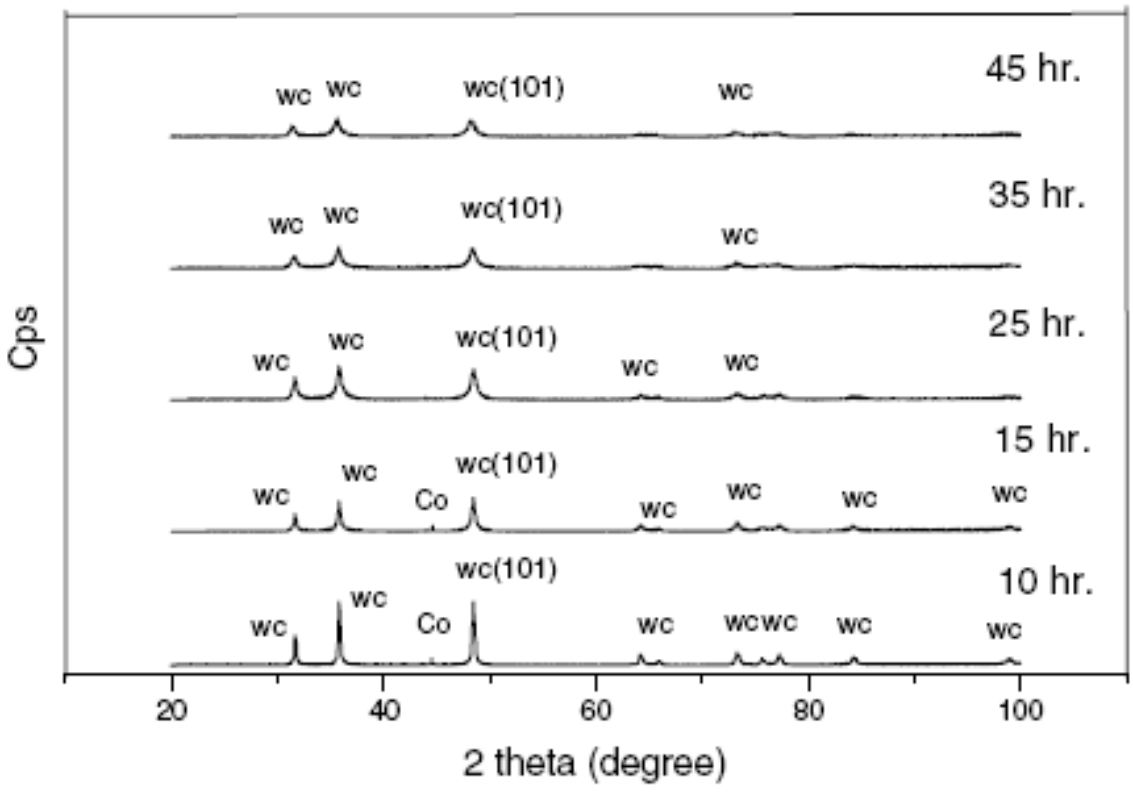


รูปที่ 2.13 TEM photographs of powders synthesized with reaction temperature: (b) 700 [9]

จากรูปที่ 2.13 ผล TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการการสังเคราะห์ ด้วยกระบวนการควบแน่นของไอ ขั้นแรกก๊าซคาร์บอนมอนออกไซด์ (CO) ที่มีความบริสุทธิ์สูงถูกป้อนผ่าน bubbling ที่มี hexacarbonyl อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นคือ (W (CO)6%) อัตราการไหลของก๊าซกำหนดไว้ที่ 1,200 Square Cubic Centimeter per Minute (SCCM) อุณหภูมิระเหยของ hexacarbonyl ถูกกำหนดให้เหมาะสมที่ 120 ºC ไอของสารตั้งต้นถูกเผาในท่อจะถูกส่งผ่านไปสู่ห้องเก็บ ไอสารตั้งต้นที่ทำปฏิกิริยาภายในเตา (Reactor) จะควบแน่นและจับตัวเป็นกลุ่ม nanopowders ภายในห้องเก็บ โดยอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 500 - 1000 ºC ทังสเตนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ภายใต้การทดลองนี้ปรากฏว่าโลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 10 nm โลหะผงขนาดใหญ่สุดประมาณ 50 nm เมื่อพิจารณาโดยส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ระหว่าง 25-30 nm

2.5.3 ชนิดและสารประกอบโลหะผงนาโนเมตร

การวิเคราะห์ชนิดและสารประกอบของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถตรวจสอบได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ ซึ่งตัวอย่างผลการตรวจสอบสามารถแสดงดังรูปที่ 2.14

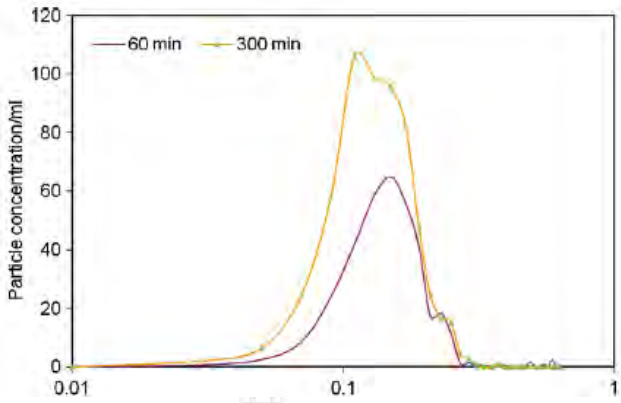


รูปที่ 2.14 XRD patterns of WC-17 wt.% Co powder particles: (a) after 10 h ball milling in shaker mill, (b) and (c) after subsequent isothermal annealing at 800 °C for 1 h and 2 h. [11]

จากรูปที่ 2.14 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ของโลหะผง WC-Co ที่ผ่านการบดละเอียดด้วยเทคนิค Ball milling อัตราส่วนลูกบดต่อน้ำหนักผง 15:1 ใช้ความเร็วรอบ 200 rpm เวลาสำหรับบด 10-45 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์พบว่า ที่ 10 -15 hr ตัวอย่างโลหะผงเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ มีโคบอลต์ผสมอยู่เล็กน้อยที่องศาอิสระประมาณ 45° และที่ชั่วโมงบดระหว่าง 25-45 hr โลหะผงที่พบเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ 100%

2.5.4 ขนาดและการกระจายของอนุภาคโลหะผงนาโนเมตร

ผลการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคโดยใช้เทคนิคการกระเจิงของแสงและการเลี้ยวเบนของแสง โดยการวิเคราะห์หาความหนืดของอนุภาคที่อยู่ในของเหลว เพื่อความเข้าใจและความสามารถในการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ที่เกี่ยวกับอนุภาคผงโลหะ เช่น ขนาด (Size) รูปร่าง (shape) พื้นที่ผิว (specific surface area) และประจุบนผิวอนุภาค (zeta potential) ดังรูปที่ 2.15



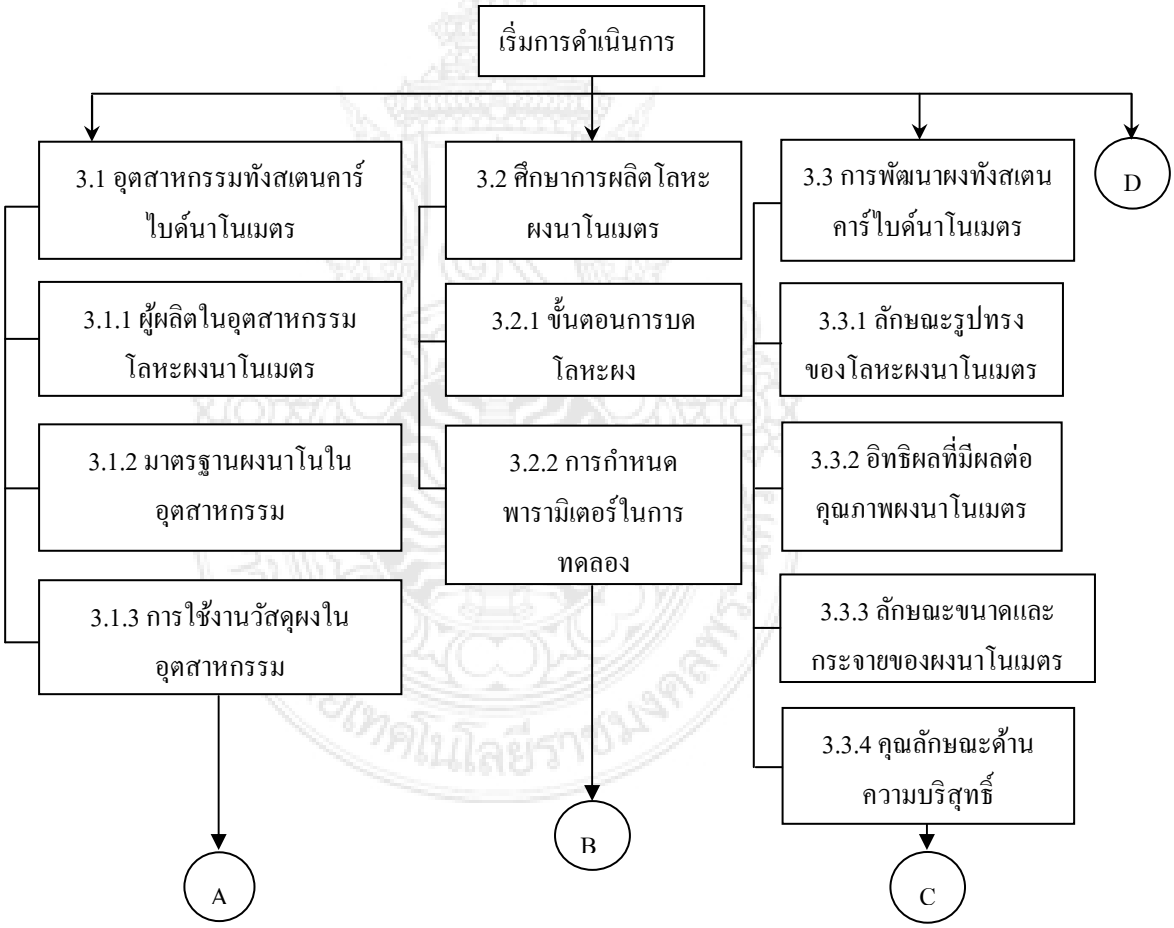
รูปที่ 2.15 Particle size distribution for powders milled for 60 and 300 min. [12]

จากรูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์ Particle size distribution (PSD) โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการบดด้วย Ball milling โดยมีเงื่อนต่างๆ ประกอบด้วย ลูกบดขนาด 5 mm อัตราส่วนผงทังสเตนคาร์ไบด์ต่อลูกบด 10:1 โดยใช้เวลาในการบดระหว่าง 60 - 300 นาที ปรากฏว่าการบด 60 นาที พบขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.05 μm ใหญ่สุดประมาณ 0.5 μm ซึ่งอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.1-0.3 μm สำหรับการบด 300 นาที ปรากฏว่าอนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.03 μm ใหญ่สุดประมาณ 0.05 μm ซึ่งอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.08-0.3 μm

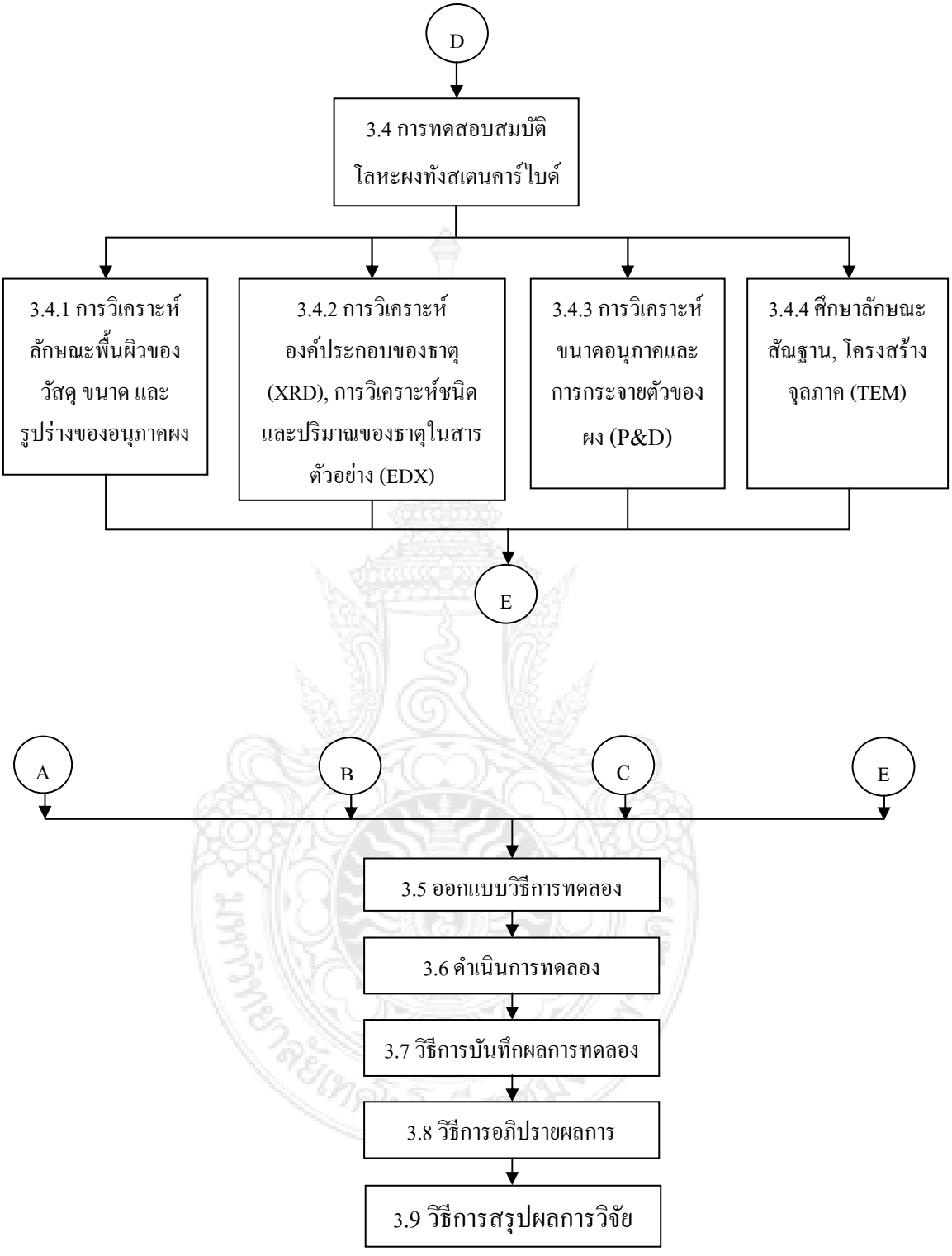
บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยเพื่อพัฒนาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ระดับนาโนเมตร ได้ทำการศึกษาข้อมูลอ้างอิงจากผลงานวิจัยและผู้ผลิต เช่น อุตสาหกรรมโลหะผงนาโนเมตร มาตรฐานโลหะผงนาโนเมตรในอุตสาหกรรม การใช้งานโลหะผงนาโนเมตร ศึกษาวิธีการผลิตผงนาโนเมตร การกำหนดพารามิเตอร์ในการผลิต การพัฒนา คุณลักษณะโลหะผงระดับนาโนเมตร การวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติโลหะผงนาโนเมตร ที่มีสมบัติเพื่อการใช้งานให้เป็นไปตามวัตถุประสงค์ ซึ่งดำเนินการวิจัย ตามรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย (ต่อ)

3.1 อุตสาหกรรมทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร

3.1.1 ผู้ผลิตอุตสาหกรรมโลหะผงนาโนเมตร

จากข้อมูลของสมาคมอุตสาหกรรมทังสเตนนานาชาติ (INTERNATIONAL TUNGSTEN INDUSTRY ASSOCIATION: ITIA) ซึ่งเป็นสมาคมการค้าที่มีวัตถุประสงค์วิจัยทางวิทยาศาสตร์เพื่อส่งเสริมการใช้ผลิตภัณฑ์ทังสเตนและการประสานความร่วมมือด้าน คณะกรรมการความปลอดภัยและสิ่งแวดล้อมรวมถึง ปัญหาเกี่ยวกับกฎข้อบังคับ การจำแนก การตรวจสอบ การออกกฎหมาย การพัฒนาข้อมูลทางวิทยาศาสตร์เกี่ยวกับ ผลกระทบของทังสเตนกับสุขภาพของมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ซึ่งมีสมาชิกประมาณ 30 บริษัท ตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ผู้ผลิตในอุตสาหกรรมโลหะผงที่เป็นสมาชิกสมาคมอุตสาหกรรมทังสเตนนานาชาติ (ITIA) [28]

ลำดับ	บริษัท (Company)	ประเทศ (Country)	เว็บไซต์
1	A & M Minerals & Metals Ltd	UK	www.amgroup.uk.com
2	Advanced Material Japan Corp	Japan	www.amjc.co.jp
3	ALMT Corp	Japan	www.allied-material.co.jp
4	ATI Tungsten Materials	USA	www.atimetals.com
5	Atlas Copco Secoroc AB	Sweden	www.atlascopco.com
6	CB-CERATIZIT CN	China	www.cbceratizit.com
7	CERATIZIT SA	Luxembourg	www.ceratizit.com
8	China Minmetals Corp	China	www.minmetals.com
9	Chongyi Zhangyuan Tungsten Co Ltd	China	www.zy-tungsten.com
10	Comsup Commodities Inc	USA	
11	Eurotungstene - Eramet Group	France	www.eurotungstene.com
12	Federal Carbide Co	USA	www.federalcarbide.com
13	Global Tungsten & Powders Corp	USA	www.globaltungsten.com
14	HC Starck GmbH	Germany	www.hcstarck.com

ตารางที่ 3.1 ผู้ผลิตในอุตสาหกรรมอุตสาหกรรมทังสเตนนานาชาติ (ITIA) (ต่อ)

ลำดับ	บริษัท (Company)	ประเทศ (Country)	เว็บไซต์
15	Japan New Metals Co Ltd	Japan	www.jnm.co.jp/eng/index.html
16	Jiangxi Rare Earth & Rare Metals Tungsten Group Corp	China	www.jxtc.com.cn
17	Jiangxi Tungsten Industry Co Ltd	China	www.jwyx.com.cn/eng/default.htm
18	Kennametal Inc	USA	www.kennametal.com
19	Martin Alloys Corp	USA	www.martinalloys.com
20	Mi-Tech Metals Inc	USA	www.mi-techmetals.com
21	Nippon Tungsten Co Ltd	Japan	www.nittan.co.jp/en/index.html
22	Sandvik Tooling AB	Sweden	www.sandvik.com
23	Seco Tools AB	Sweden	www.secotools.com
24	Specialty Metals Trading SA	Belgium	
25	Sumitomo Electric Hardmetal Corp	Japan	www.sumitool.com
26	TaeguTec Ltd	Korea Rep	www.taegutec.co.kr/main.asp?CountryID=1
27	Toshiba Materials Co Ltd	Japan	www.toshiba-tmat.co.jp/tmat/eng/index.htm
28	Umicore SA	Belgium	www.umicore.com
29	Wogen Resources Ltd	UK	www.wogen.com
30	Wolfram Bergbau-und Hutten AG	Austria	www.wolfram.at

จากข้อมูลตารางที่ 3.1 แสดงถึงบริษัทผู้ผลิตในอุตสาหกรรมโลหะผงทังสเตนจำนวน 30 บริษัท ที่เป็นสมาชิกของสมาคมอุตสาหกรรมทังสเตนนานาชาติ ประกอบด้วย จากประเทศสหรัฐอเมริกาจำนวน 7 บริษัท จากประเทศจีน จำนวน 5 บริษัท จากประเทศญี่ปุ่น จำนวน 5 บริษัท โดยประเทศที่เป็นผู้ผลิตสำคัญๆ ได้แก่ สหรัฐอเมริกา ประเทศจีน ประเทศญี่ปุ่น และประเทศสวีเดน ซึ่งผู้ผลิตแต่ละบริษัทดำเนินกิจการด้านผลิตภัณฑ์โลหะผง เช่น ผงทังสเตน ผงทังสเตนคาร์ไบด์ ผงโคบอลต์ ผงไทเทเนียม เป็นต้น จากการศึกษาปรากฏว่ามีผู้ผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรสำคัญๆ อยู่หลายบริษัท เช่น

3.1.1.1 บริษัท ATI Tungsten Materials

บริษัท ATI Tungsten Materials เป็นหนึ่งในผู้ผลิตที่มีผลิตภัณฑ์ด้านโลหะผงหลายชนิด มีรายได้ประมาณ 5 พันล้านดอลล่าร์ต่อปี กลุ่มลูกค้าหลักของบริษัทได้แก่ การบินอวกาศ การป้องกันประเทศ อุตสาหกรรมกระบวนการทางเคมี น้ำมันและก๊าซพลังงานไฟฟ้า การแพทย์ รถยนต์ อุปกรณ์อาหารเครื่องมือเครื่องใช้ในการก่อสร้าง และเหมืองแร่

ผลิตภัณฑ์ของบริษัทประกอบด้วย ผงทังสเตน (Tungsten Powder) ผงทังสเตนคาร์ไบด์ (Tungsten Carbide Powder) ผงโมลิบดีนัม (Molybdenum Powder) ผงโมลิบดีนัมผสม (Molybdenum Alloying) เป็นต้น

การผลิตและจำหน่ายผู้ผลิตจำแนกประเภทของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ออกเป็น 6 ประเภท ประกอบด้วย WC0, WCI, WCII, WCIII, WCIV, WCIVV ซึ่งประเภทที่เป็นโลหะผงขนาดนาโนเมตรคือ รหัส WC0 มีขนาดอยู่ระหว่าง 500 นาโนเมตร ถึง 990 นาโนเมตร

ตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมทางเคมีของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท เอทีไอ (ATI) [29]

ส่วนผสมทางเคมี							
คาร์บอนรวม Wt%[1]	Al Wt%	Cr Wt%	Cu Wt%	Fe Wt%	Mo Wt%	Ni Wt%	O_2 Wt%
6.10–6.16	0.004	0.005	0.003	0.01	0.01	0.005	0.28

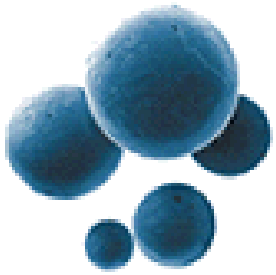
จากตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมทางเคมีของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท เอทีไอ ซึ่งประกอบด้วย ธาตุคาร์บอนรวม ประมาณ 6.10 – 6.16% อลูมิเนียม (Al) 0.004% โครเมียม (Cr) 0.005% ทองแดง (Cu) 0.003% เหล็ก (Fe) 0.01% เป็นต้น

รูปที่ 3.2 ผลิตภัณฑ์สำเร็จรูปผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ (Tungsten Carbide Powder) [29]

จากรูปที่ 3.2 แสดงผลิตภัณฑ์ทังสเตนคาร์ไบด์สำเร็จรูปของบริษัท ATI ซึ่งโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดบรรจุภัณฑ์ระหว่าง 50-250 กิโลกรัม

3.1.1.2 บริษัท Sandvik Tooling AB

บริษัท Sandvik Tooling เป็นผู้ผลิตเครื่องมือตัดประเภทซีเมนต์คาร์ไบด์และระบบ tooling โดยส่วนผสมหลักของวัสดุประเภทนี้ได้แก่ โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โลหะผงโคบอลต์ และอื่นๆ นอกจากนี้ยังสามารถพัฒนาโลหะผงด้วยกระบวนการ gas atomized powders ซึ่งเป็นกระบวนการที่สามารถผลิตโลหะผงขนาดเล็กและนำมาผลิตเป็นชิ้นงานใช้ในเชิงพาณิชย์ ได้แก่ ผงเหล็ก ทองแดง ทองเหลือง อลูมิเนียม ตะกั่ว ไทเทเนียม ทังสเตน เป็นต้น ซึ่งโลหะผงที่ผ่านกระบวนการดังกล่าวนี้ สามารถช่วยให้ลดขนาดการกระจายของอนุภาคให้แคบลงและมีความบริสุทธิ์สูงประมาณร้อยละ 99.5%

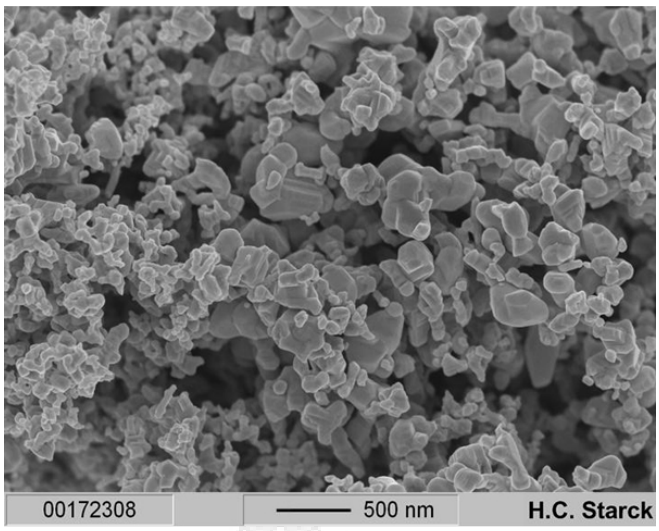


รูปที่ 3.3 ลักษณะอนุภาคที่ผ่านการพัฒนา gas atomizing technology [30]

รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ Sandvik ที่ผ่านกระบวนการผลิตด้วยกระบวนการ gas atomizing technology

3.1.1.3 บริษัท HC STARCK GMBH

ผลิตผงโลหะและเซรามิกส์สำหรับชิ้นส่วนโลหะแข็งในงานอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมเครื่องมือเพชร โลหะผสม ไส้หลอดไฟฟ้า ตัวเร่งปฏิกิริยา Electroceramics, microtechnology การรีไซเคิลผงทังสเตน ผงทังสเตนคาร์ไบด์โคบอลต์ เป็นต้น



รูปที่ 3.4 SEM image of WC powder DN 4-0 [31]

จากรูปที่ 3.4 แสดงผล SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์สำเร็จรูป เกรด DN 4-0 ของบริษัท HC STARCK GMBH เป็นโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ชนิดพิเศษที่ผลิตด้วยอุณหภูมิสูงโดยผ่านกระบวนการที่เรียนว่า carburization ซึ่งเหมาะสำหรับการผลิตชิ้นส่วนประเภท เครื่องมือการทำเหมืองแร่

บริษัทเน้นการดำเนินธุรกิจด้านโลหะผงและการวิจัยร่วมกับภาครัฐ (R&D) การประยุกต์ใช้ความรู้ในการพัฒนาผลิตภัณฑ์ใหม่ การพัฒนาด้านเทคโนโลยีงานวิศวกรรมสามารถผลิตผลิตภัณฑ์โลหะผง เช่น แอมโมเนียมพาราทังสเตจ (APT) โลหะผสมโคบอลต์ (Cobalt alloys) ทังสเตนคาร์ไบด์ (Tungsten carbide, WC), ผงโลหะทังสเตน ultra (Tungsten metal powder ultra high purity) กรดทังสเตน Tungsten acid (H_2WO^4) เป็นต้น

3.1.2 มาตรฐานผงโลหะในอุตสาหกรรม

3.1.2.1 การกำหนดราคา

จากการศึกษามาตรฐานผลิตภัณฑ์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ในอุตสาหกรรม ปรากฏว่ามีผลิตภัณฑ์ให้เลือกใช้หลายขนาด และมีราคาต่างกันไปตามขนาดของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์และขนาดบรรจุภัณฑ์ โดยได้ยกตัวอย่างการกำหนดราคาและขนาดบรรจุมาแสดงดังนี้

ตารางที่ 3.3 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมครอนของบริษัท Inframat Corporaion [32]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
WC 99.9+%, APS < 1 μm WC 99.9+%, APS 2-6 μm WC 99.9+%, APS 6-10 μm WC 99.9+%, APS 10-15 μm WC 99.9+%, APS 15-25 μm	250 g	52.00	1,601.34
	500 g	104	3,202.68
	1 kg	208	6,405.36
	2 kg	416	12,810.72
	5 kg	1,040	32,026.8
	10 kg	2,080	64,053.60
	100-1000 kg	Contact us for a quote	
	10 metric tons	Contact us for a quote	

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.3 แสดงการกำหนดราคาขายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมครอน (μm) ของบริษัท Inframat Corporaion จากการพิจารณาพบว่าทังสเตนคาร์ไบด์ 99.9 ขนาดอนุภาคระหว่าง 1 ถึง 25 μm ที่ขนาดบรรจุ 250 กรัม จำหน่ายในราคา 1,601.34 บาท ขนาดบรรจุ 500 กรัม จำหน่ายในราคา 3,202.68 บาท ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม จำหน่ายในราคา 6,405.36 บาท ขนาดบรรจุ 2 กิโลกรัม จำหน่ายในราคา 12,810.72 บาท ขนาดบรรจุ 5 กิโลกรัม จำหน่ายในราคา 32,026.8 บาท และขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม จำหน่ายในราคา 64,053.60 บาท

จากตารางที่ 3.3 (ต่อ) แสดงการกำหนดราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์อนุภาคเฉลี่ยมีขนาดระหว่าง 100-200 นาโนเมตร ของบริษัท Inframat Corporaion จากการพิจารณาพบว่า ทังสเตนคาร์ไบด์ 93.88 ± 0.05% ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายคือ 4,619.25 บาท ขนาดบรรจุ 5 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายคือ 23,096.25 บาท ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายคือ 46,192.50 บาท และขนาดบรรจุ 50 จำหน่ายคือ 230,962.5 บาท

ตารางที่ 3.3 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 100-200 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) [32]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
93.88 ± 0.05 wt% tungsten, Average particle size (APS) 0.1-0.2 µm (100-200 nm)	1 kg	150	4,619.25
	5 kg	750	23,096.25
	10 kg	1,500	46,192.50
	50 kg	7,500	230,962.5
	100 kg	Contact us for a reduced price	
	500 kg	Contact us for a price quote	
	1 metric ton	Contact us for a price quote	
	10 metric ton	Contact us for a price quote	

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

ตารางที่ 3.4 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 400 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
93.88 ± 0.05 wt% tungsten, Average particle size (APS) 0.4 µm (400 nm)	1 kg	140	4,311.3
	5 kg	700	21,556.5
	10 kg	1,400	43,113.00
	50 kg	7,000	215,565.00
	100 kg	Contact us for a reduced price	
	500 kg	Contact us for a price quote	
	1 metric ton	Contact us for a price quote	
	10 metric tons	Contact us for a price quote	

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.4 แสดงการกำหนดราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ อนุภาคเฉลี่ยมีขนาด 400 นาโนเมตร ของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) จากการพิจารณาพบว่า ทังสเตนคาร์ไบด์ 93.88 ± 0.05% ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 4,311.3 บาท ขนาดบรรจุ 5 กิโลกรัม

ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 21,556.5 บาท ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 43,113.00 บาท และขนาดบรรจุ 50 ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 215,565.00 บาท

ตารางที่ 3.5 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 600 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
93.88 ± 0.05 wt% tungsten, Average particle size (APS) 0.6 μm (600 nm)	1 kg	138	4,249.71
	5 kg	690	21,248.55
	10 kg	1,380	42,497.10
	50 kg	6,900	212,485.50
	100 kg	Contact us for a reduced price	
	500 kg	Contact us for a price quote	
	1 metric ton	Contact us for a price quote	
	10 metric tons	Contact us for a price quote	

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.5 แสดงการกำหนดราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ อนุภาคเฉลี่ยมีขนาด 600 นาโนเมตร ของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) จากการพิจารณาพบว่า ทังสเตนคาร์ไบด์ 93.88 ± 0.05% ที่ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ 4,249.71 บาท ที่ขนาดบรรจุ 5 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 21,248.55 บาท ที่ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 42,497.10 บาท ที่ขนาดบรรจุ 50 ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 212,485.50 บาท

ตารางที่ 3.6 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 40-70 นาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion [32]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
99.95+% (metal basis); grain size 40-70 nm	50 g	56	1,724.52
	100 g	112	3,449.04
	250 g	280	8,622.60
	500 g	560	17,245.20
	1 kg	1120	34,490.40
	5 kg	5,600	172,452.00
	10 kg	11,200	344,904.00
	20-50 kg	Contact us for a quote	

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.6 แสดงการกำหนดราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ อนุภาคเฉลี่ยมีขนาดระหว่าง 40-70 นาโนเมตร ของบริษัท Inframat Corporaion (ต่อ) จากการพิจารณาพบว่า ทังสเตนคาร์ไบด์ 99.95 ± 0.05% ที่ขนาดบรรจุ 50 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 1,724.52 บาท ที่ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 3,449.04 บาท ที่ขนาดบรรจุ 250 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 8,622.60 บาท ที่ขนาดบรรจุ 500 กรัมราคาจำหน่ายอยู่ที่ 17,245.20 บาท ที่ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 34,490.40 บาท ที่ขนาดบรรจุ 5 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 172,452.00บาท และที่ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 344,904.00 บาท

รูปที่ 3.5 ผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 50 นาโนเมตร [33]

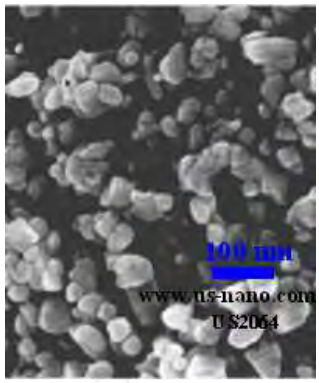
จากรูปที่ 3.5 แสดงขนาดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 50 นาโนเมตร มาตรฐานรหัส U S2065 ของบริษัท US Research Nanomaterials เป็นทังสเตนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ 99.95% ผ่านกระบวนการผลิตด้วยวิธีกระบวนการ ultrasonic treatment ซึ่งเป็นวิธีการในการสลายวัสดุนาโนและผสมด้วยผงอื่นๆ เช่น เหล็ก (Fe) คาร์บอน (C) โครเมี่ยม (Cr) เป็นต้น

ตารางที่ 3.7 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 30-100 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33]

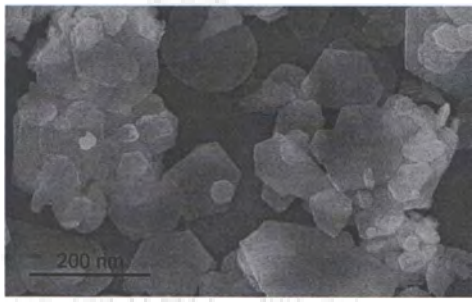
% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
WC, High purity, 99.95%, 30-100 nm black hexagonal crystals	5 g	138	4,249.71
	25 g	690	21,248.55
	50 g	1,380	42,497.10
	100 g	2,760	84,994.20
	250 g	6,900	212,485.50
	500 g	13,800	424,971.00
	1 kg	27,600	849,942.00

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.7 แสดงราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 99.95% โครงสร้างผลึกแบบ black hexagonal ขนาดอยู่ระหว่าง 30-100 นาโนเมตร ที่ขนาดบรรจุ 5 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 4,249.71 บาท ที่ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 21,248.55 บาท ที่ขนาดบรรจุ 50 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 42,497.10 บาท ที่ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 84,994.20 บาท ที่ขนาดบรรจุ 250 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 212,485.50 บาท ที่ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 424,971.00 บาท และที่ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 849,942.00 บาท



รูปที่ 3.6 ผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 100 นาโนเมตร [33]



รูปที่ 3.7 ผล SEM ผงทังสเตนคาร์ไบด์ 200 นาโนเมตร ของบริษัท Research Nanomaterials 33]

จากรูปที่ 3.6-3.7 แสดงผลการวิเคราะห์ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 100-200 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials ที่ผ่านกรรมวิธีผลิตแบบ ultrasonic treatment

ตารางที่ 3.8 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระหว่าง 40-80 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
WC, High purity, 99.95%, 40-80 nm Hexagonal	5 g	55	1,693.73
	25 g	275	8,468.65
	100 g	1,100	33,874.60
	500 g	5,500	169,373.00
	1 kg	11,000	338,746.00

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.8 แสดงราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 99.95% โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal ขนาดระหว่าง 40-80 นาโนเมตร ขนาดบรรจุ 5 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 1,693.73 บาท ที่ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 8,468.65 บาท ที่ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 33,874.60 บาท ที่ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 169,373.00 บาท และที่ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 338,746.00 บาท

ตารางที่ 3.9 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 55 นาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
WC, High purity, 99.9%, 55 nm Hexagonal	5g	39	1,201.01
	25g	275	8,468.65
	100g	1,100	33,874.60
	500g	5,500	169,373.00
	1kg	11,000	338,746.00

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.9 แสดงราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 99.9% โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal ขนาด 55 นาโนเมตร ที่ขนาดบรรจุ 5 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 1,201.01 บาท ที่ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 8,468.65 บาท ที่ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 33,874.60 บาท ที่ขนาดบรรจุ 500กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 169,373.00 บาท ที่ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 338,746.00 บาท

ตารางที่ 3.10 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials [33]

% ทังสเตนคาร์ไบด์	ขนาดบรรจุ	ดอลลาร์	บาท
WC / Co-5wt%, 99.9%, 40-80 nm Hexagonal	5g	55	1,693.73
	25g	275	8,468.65
	100g	1,100	33,874.60
	500g	5,500	169,373.00
	1kg	11,000	338,746.00

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.10 แสดงราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผสมโคบอลต์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ 99.9% โครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal ขนาด 55 นาโนเมตร ที่ขนาดบรรจุ 5 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 1,693.73 บาท ที่ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 8,468.65 บาท ที่ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 33,874.60 บาท ที่ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 169,373.00 บาท และขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาจำหน่ายอยู่ที่ 338,746.00 บาท

ตารางที่ 3.11 ราคาจำหน่ายโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรของบริษัท Nanostructured & Amorphous Materials [33]

No.	ช่วงขนาดโลหะผงนาโนเมตร (nm)	ราคา/หน่าย ดอลลาร์ /หน่วย	ราคา/หน่าย บาท /หน่วย
WC5550ZN	Tungsten Carbide Powder, 99.5% APS: 90-300 nm	70 /25g 280 /100g 1,400 /500g 2,800 /1kg 28,000 /10kg	2,155.65 /25g 8,622.60 /100g 43,113.00 /500g 86,226.00 /1kg 862,260.00 /10kg
WC/Co5560ZN8	Tungsten-Carbide/Cobalt (Co=8wt %) Powder, 99.5% APS: 60-250 nm	90 /25g 360/100g 1,800 /500g 3,600/1kg 36,000 /10kg	2,771.55 /25g 11,086.20 /100g 55,431.00 /500g 110,862.00 /1kg 1,108,620.00/10kg
WC/Co5560ZN12	Tungsten-Carbide/Cobalt (Co=12wt %) Powder, 99.5% APS: 60-250 nm	95 /25g 380 /100g 1,900 /500g 3,800 /1kg 38,000 /10kg	2,925.53 /25g 11,702.12 /100g 58,510.60 /500g 117,021.20 /1kg 1,170,212.00 /10kg

อัตราแลกเปลี่ยนเงินตราต่างประเทศ ประจำวันที่ 7 ธันวาคม 2554 อยู่ที่ 30.795 บาท/ดอลลาร์

จากตารางที่ 3.11 แสดงราคาโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เบอร์ WC5550ZN โลหะทังสเตนคาร์ไบด์ผสมโคบอลต์เบอร์ WC/Co5560ZN8 โลหะทังสเตนคาร์ไบด์ผสมโคบอลต์เบอร์ WC/Co 5560ZN12 ของบริษัท Nanostructured & Amorphous Materials พิจารณาแล้วพบว่า

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เบอร์ WC5550ZN ขนาดอนุภาคระหว่าง 90-300 นาโนเมตร ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาอยู่ที่ 2,155.65 บาท ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาอยู่ที่ 8,622.60 บาท ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาอยู่ที่ 43,113.00 บาท ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 86,226.00 บาท ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 862,260.00 บาท

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เรด WC/Co5560ZN8 ขนาดอนุภาคระหว่าง 60-250 นาโนเมตร ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาอยู่ที่ 2,771.55 บาทขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาอยู่ที่ 11,702.12 บาท ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาอยู่ที่ 55,431.00 บาท ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 110,862.00 บาท ขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 1,108,620.00 บาท

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เบอร์ WC/Co5560ZN12 ขนาดอนุภาคระหว่าง 60-250 นาโนเมตร ขนาดบรรจุ 25 กรัม ราคาอยู่ที่ 2,925.53 บาท ขนาดบรรจุ 100 กรัม ราคาอยู่ที่ 11,702.12 บาท ขนาดบรรจุ 500 กรัม ราคาอยู่ที่ 58,510.60 บาท ขนาดบรรจุ 1 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 117,021.20 บาท และขนาดบรรจุ 10 กิโลกรัม ราคาอยู่ที่ 120,100.50 บาท

3.1.2.2 การกำหนดรหัสของผลิตภัณฑ์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.12 การกำหนดรหัสโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท บริษัท Inframat Corporaion [32]

เกรด	ขนาดผงโลหะ (Average particle size) (APS)	ความบริสุทธิ์
74R-0601	APS < 1 μm	99.9+%
74R-0602	APS 1-2 μm	99.9+%
74R-0603	APS 2-6 μm	99.9+%
74R-0605	APS 6-10 μm	99.9+%
74R-0606	APS 15-25 μm	99.9+%
Infralloy™ 7400-1	0.1-0.2 μm	99.9%
Infralloy™ 7400-4	0.4 μm	99.9%
Infralloy™ 7400-6	0.6 μm	99.9%
74N-0601	40-70 nm	99.95+%
74N-062705	40-80 nm	99.9%

จากตารางที่ 3.12 แสดงการกำหนดเกรดของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์บริษัท Inframat Corporaion จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ แบ่งออกเป็น 10 เกรด เป็นโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดไมครอน 8 เกรด มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยระหว่าง 0.1 - 25 μm และเกรดโลหะ

ผงขนาดนาโนเมตร 2 เกรด มีขนาดอนุภาคระหว่าง 40-80 นาโนเมตร โลหะผงทั้งขนาดไมครอน และขนาดนาโนเมตร มีความบริสุธิ์ ประมาณ 99.9 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 3.13 การจำแนกประเภททังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Buffalo Tungsten [34]

การจำแนกประเภทโลหะผง (PARTICLE SIZE CLASSIFICATION)	
ประเภท (Type)	ไมครอน (μm)
WC O	0.80 - 0.99
WC I	1.00 - 1.99
WC II	2.00 - 5.99
WC III	6.00 - 8.99
WC IV	9.00 - 13.99

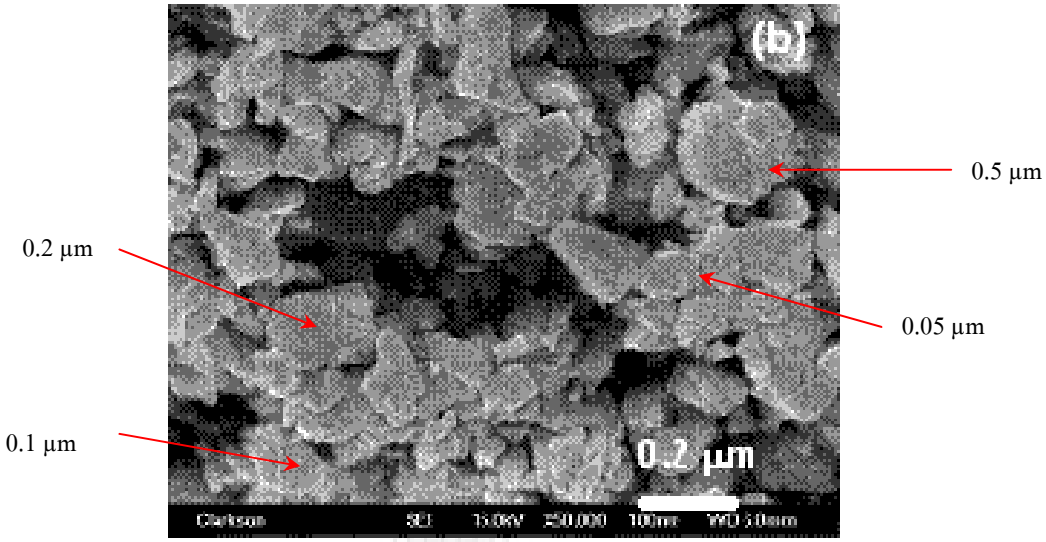
จากตารางที่ 3.13 แสดงการแยกประเภทโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท Buffalo Tungsten จากการพิจารณาพบว่า บริษัท Buffalo Tungsten แยกประเภทโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ออกเป็น 5 ประเภท ได้แก่ WC O ขนาดอนุภาคระหว่าง 0.80 - 0.99 μm (800-990 นาโนเมตร) WC I ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 1.00-1.99 μm WC II ขนาดอนุภาคระหว่าง 2.00-5.99 μm WC IIIขนาดอนุภาคระหว่าง 6.00-8.99 μm และWC IV ขนาดอนุภาคระหว่าง 9.00-13.99 μm

ตารางที่ 3.14 การจำแนกประเภททังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท US Research Nonomaterial [32]

รหัส	Average particle size (APS)	ความบริสุทธิ์
US2063	55 nm	99.9%
US2064	40-80	WC / Co-5wt%, 99.9%
US2065	30-100 nm	99.95%

จากตารางที่ 3.14 แสดงการจำแนกประเภทโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า บริษัท US Research Nanomaterials แบ่งประเภทโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ออกเป็น 5 ประเภท ได้แก่ US2063 ขนาดอนุภาคอยู่ที่ 55 นาโนเมตร มีความบริสุทธิ์ 99.9% รหัส US2064 ขนาดอนุภาคระหว่าง 40-80 nm มีความบริสุทธิ์ 99.9 รหัส US2065ขนาดอนุภาคระหว่าง 30-100 nm มีความบริสุทธิ์ 99.95%

3.1.2.3 การกำหนดส่วนผสมโหะผงทังสเตนคาร์ไบด์



รูปที่ 3.8 SEM micrograph showing higher magnification of with WC grains in the order of 0.05-0.5 micron [32]

จากรูปที่ 3.8 แสดงผลการตรวจ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานขนาดนาโนเมตรของบริษัท Inframat Corporaion จากการพิจารณาปรากฏว่า โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.05 ไมครอน (50 นาโนเมตร) โลหะผงขนาดใหญ่สุดประมาณ 0.5 µm เมื่อพิจารณาแล้วส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.05-0.2 µm

ตารางที่ 3.15 แสดงส่วนผสมทางเคมีของทังสเตนคาร์ไบด์สำเร็จรูป บริษัท Inframat Corporaion [32]

รหัส	ขนาดอนุภาค	% คาร์บอน	ความหนาแน่น
Infralloy™ 7400-1	0.1-0.2 μm	6.12 ± 0.05wt%C,	15.63 g/cm^3
Infralloy™ 7400-4	0.4 μm	6.12 ± 0.05wt%C,	15.63 g/cm^3
Infralloy™ 7400-6	0.6 μm	6.12 ± 0.05wt%C,	15.63

จากรูปที่ 3.15 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์สำเร็จรูปของบริษัท InframatCorporaion ปรากฏว่าทังสเตนคาร์ไบด์รหัส Infralloy™ 7400-1 ถึงInfralloy™ 7400-6 ขนาดอนุภาคระหว่าง 0.1-0.6 μm ประกอบด้วยส่วนผสม คาร์บอน 6.12 ± 0.05% นอกนั้นเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ มีความหนาแน่นประมาณ 15.63 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร (g/cm^3)

ตารางที่ 3.16 ส่วนผสมทางเคมีของบริษัท Buffalo Tungsten [34]

การวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี (CHEMICAL ANALYSIS)		
Tungsten	93.5% minimum	93.77% typical
Carbon (total)	6.10 - 6.18%	6.14% typical
ธาตุอื่นๆ (LIMIT OF IMPURITIES)		
Element	Max	Typical
Free Carbon	0.07%	0.03%
Fe	0.08%	0.03%
Mo	0.05%	0.02%

จากตารางที่ 3.16 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์บริษัท Buffalo Tungsten จากการพิจารณาพบว่า ส่วนผสมหลักของทังสเตนคาร์ไบด์ประกอบด้วย ทังสเตน ประมาณ 93.50-93.77 % คาร์บอน ประมาณ 6.10-6.50% นอกนั้นเป็นธาตุอื่นๆ เช่น เหล็ก (Fe) โมลิบดินัม (Mo) เป็นต้น

ตารางที่ 3.17 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผง รหัส US2063 ของบริษัท US Research Nanomaterials [33]

รหัส US2063 WC 99.9%, 40-70 nm, Hexagonal	Total Carbon	6.16 ± 0.1%	ความหนาแน่น 15.63 g/cm^3
	Free Carbon	<0.08%	
	Average Crystalline Size	40-70 nm (XRD line broadening)	
	Average Particle Size	150-200 nm	
	Surface Area	1.3-2.0 m^2/g	
	Al	50 mg	
	Ca	50 mg	
	Cr	50 mg	
	Fe	200 mg	
	Mo	50 mg	
	Si	50 mg	
	O	0.3%	

จากตารางที่ 3.17 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผง รหัส US2063 ของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนค์ไบด์ รหัส US2063 ประกอบด้วยธาตุทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดอนุภาคระหว่าง 150-200 นาโนเมตร (nm) (WC) 99.9% อลูมิเนียม (Al) 50 มิลลิกรัม แคลเซียม (Ca) 50 มิลลิกรัม โครเมียม (Cr) 50 มิลลิกรัม เหล็ก (Fe) 200 มิลลิกรัม เป็นต้น

ตารางที่ 3.18 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผงรหัส US2065 ของบริษัท US Research Nanomaterial [33]

รหัส US2065								
High purity, 99.95%, 30-100 nm, black hexagonal crystals ความหนาแน่น 15.63 g/cm^3								
Tungsten carbide Nanoparticles (WC) Certificate of Analysis-%								
WC	Molecular Weight	Total Carbon	Free Carbon	O	As	Bi	Ca	Cd
99.95	195.86	6.13-6.18	0.05	0.05	0.001	0.0003	0.0015	0.0005
Cr	Cu	Fe	K	Mn	Na	Mo	P	Pb
0.005	0.0003	0.015	0.002	0.001	0.002	0.003	0.001	0.0003
Sb	Si	Sn	Ti	V	Ni	Co	S	Al
0.0005	0.0015	0.0003	0.001	0.001	0.005	0.01	0.001	0.001

จากตารางที่ 3.18 แสดงส่วนผสมทางเคมีโลหะผง รหัส US2065 ของบริษัท US Research Nanomaterials จากการพิจารณาพบว่า โลหะผงทังสเตนค์ไบด์ รหัส US2065 ประกอบด้วยธาตุทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 30-100 นาโนเมตร (nm) (WC) 99.95% อลูมิเนียม (Al) 0.001% แคลเซียม (Ca) 0.0015% โครเมียม (Cr) 0.005% เหล็ก (Fe) 0.015% เป็นต้น

3.1.3 การใช้งานวัสดุผงในอุตสาหกรรม [39]

การประยุกต์ใช้งานโลหะผงทังสเตนหรือทังสเตนคาร์ไบด์ สามารถนำไปใช้งานขึ้นรูปชิ้นส่วนสำหรับงานด้านต่างๆ เช่น

1) เครื่องมือประเภทงานไม้ ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ใช้ประมาณ 0.55-1.98 μm และมีค่าความแข็งประมาณ 1,600-2,300 HV เทียบตามมาตรฐานค่าความแข็ง HV 30 โดยมีขนาดอนุภาคบางส่วนสามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ แบบงานปั๊มโลหะ เครื่องมือตัดโลหะและเครื่องมือสำหรับประกอบเครื่องจักร

รูปที่ 3.9 เครื่องมือตัดทังสเตนคาร์ไบด์สำหรับงานไม้ (Tungsten Carbide Wood Cutting Tool) [35]

รูปที่ 3.10 ใบมีดทังสเตนคาร์ไบด์สำหรับตัดไม้ (Tungsten Carbide Wood Cutting Blade) [35]

2) เครื่องมือประเภทตัดแต่งขึ้นรูปโลหะ (Metal Cutting Tools) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ระ 0.55-1.90 μm มีค่าความแข็งประมาณ 1,300–1,950 HV โดยมีขนาดอนุภาคบางส่วนสามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ แบบงานปั๊มโลหะ เครื่องมืองานไม้และเครื่องมือสำหรับประกอบเครื่องจักร

รูปที่ 3.11 แสดงเครื่องมือตัดโลหะประเภทต่างๆ (Metal Cutting Tools) [36]

3) เครื่องมือประเภทขึ้นรูปเย็น (Cold Forming Tools) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ใช้มีขนาดอนุภาคระหว่าง 1.98-3.2 μm มีความแข็งระหว่าง 810-1,300 HV โดยขนาดอนุภาคกลุ่มนี้สามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ เครื่องมือสำหรับงาน รีดร้อนและเครื่องมือตัดโลหะ

4) เครื่องมือสำหรับงานรีดร้อน (Roll for Hot Rolling) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ใช้ขนาดอนุภาคประมาณ 3-5 μm มีความแข็งประมาณ 790-1,590 HV เทียบตามมาตรฐานความแข็ง HV 30 โดยมีขนาดอนุภาคกลุ่มนี้สามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ เครื่องมือขึ้นรูปเย็นและเครื่องมืองานเหมืองแร่

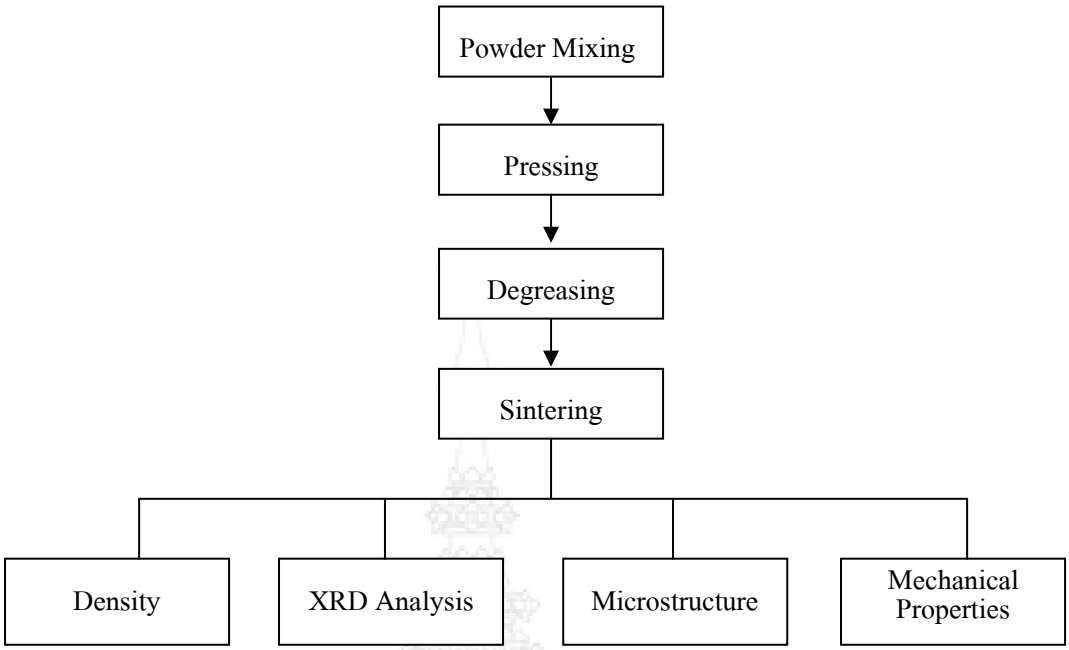
5) เครื่องมือประเภทสำหรับประกอบเครื่องจักร (Tools for Composite Machining) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดระหว่าง 400-980 nm มีความแข็งระหว่าง 1,550-2,100 HV เทียบตามมาตรฐานค่าความแข็ง HV 30 โดยมีขนาดอนุภาคกลุ่มนี้สามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นๆ ได้คือ เครื่องมือตัดโลหะ แบบงานปั๊มโลหะและ เครื่องมืองานไม้

รูปที่ 3.12 แสดงเครื่องมือตัดโลหะประเภทงานกลึง (Metal Cutting Tools for turning [37]

รูปที่ 3.13 แสดงแผ่นมีดซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์ [38]

6) ประเภทแบบงานปั๊มโลหะ (Drawing Dies) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดระหว่าง 0.4-2 μm มีความแข็งระหว่าง 1,390 2,300 HV เทียบตามมาตรฐานค่าความแข็ง HV 30 โดยขนาดอนุภาคกลุ่มนี้สามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ เครื่องมืองานไม้ เครื่องมือสำหรับประกอบเครื่องจักรและเครื่องมือตัดโลหะ

7) เครื่องมืองานเหมืองแร่ (Perussive Mining Tools), เครื่องมือวิศวกรรมโยธา (Civil Engineering Tools), เครื่องมือในการตัดเก็บ (Masonry and Store Cutting Tools) ขนาดอนุภาคของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดระหว่าง 3-7 μm มีความแข็งระหว่าง 1,100-1,600 HV เทียบตามมาตรฐานค่าความแข็ง HV 30 โดยขนาดอนุภาคกลุ่มนี้สามารถนำไปใช้ร่วมกับงานประเภทอื่นได้คือ เครื่องมือสำหรับงานรีดร้อนเครื่องมือตัดโลหะและแบบงานปั๊มโลหะ



รูปที่ 3.14 The flow chart of experimental procedure. [12]

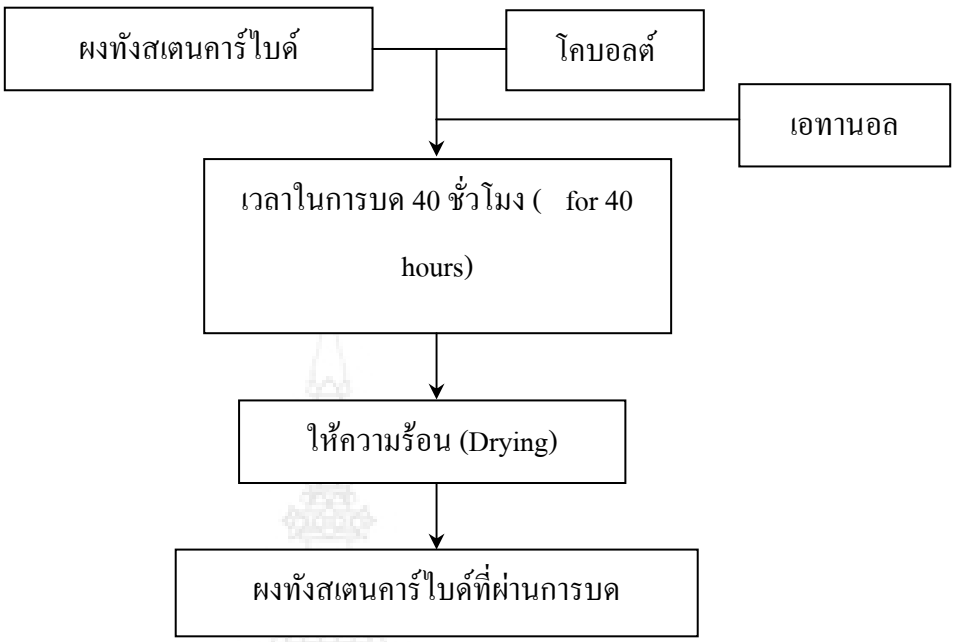
จากรูปที่ 3.14 แสดงผังการไหลของกระบวนการผลิตชิ้นงานซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

เริ่มต้นด้วยโลหะผงสำเร็จรูปที่ผสมแล้ว นำมาผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูป (Pressing) และขจัดสิ่งปนเปื้อน นำชิ้นงานซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์เข้าสู่กระบวนการอบ (Sintering) จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติชิ้นงานซีเมนต์คาร์ไบด์ เช่น ความหนาแน่น การตรวจสอบ XRD การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค การทดสอบสมบัติเชิงกล และอื่นๆ

3.2 ศึกษาการผลิตโลหะผงนาโนเมตร

3.2.1 ศึกษาขั้นตอนการบดโลหะผง

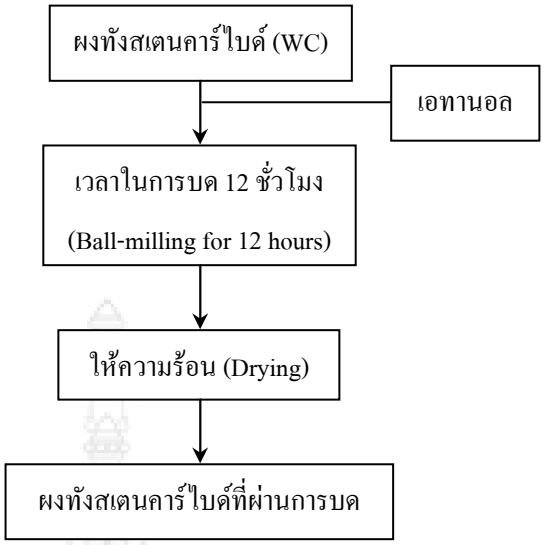
จากงานวิจัยการผลิตผงทังสเตนคาร์ไบด์และโคบอลต์ระดับโครงสร้างนาโนโดยการบดด้วยลูกบอล (Production of Nanostructured WC–Co Powder by Ball Milling) มีขั้นตอนดังรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 แสดงขั้นตอนการบดผงโลหะจากงานวิจัยเรื่องการผลิตผงทังสเตนคาร์ไบด์ และโคบอลต์ โครงสร้างระดับนาโนเมตรโดยวิธี Ball Milling [2]

จากรูปที่ 3.15 แสดงขั้นตอนการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากงานวิจัย ใช้เวลาในการบด 40 ชั่วโมง แล้วใช้เอทานอลเป็นสารช่วยในการบด และอัตราส่วนลูกบดต่อผง 5:1 ใช้ลูกบดขนาด 12 มิลลิเมตร ผงที่ได้มีขนาด 15 นาโนเมตร

การศึกษาข้อมูลการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการ Mechanical Alloying จากงานวิจัย ผลกระทบของคาร์บอนตัวแปรในการบดเพื่อการสังเคราะห์ผงทังสเตนคาร์ไบด์โดยการผสมทางกล (Effect of C and Milling Parameters on the Synthesis of WC Powders by Mechanical Alloying) ซึ่งมีขั้นตอนดังรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 แสดงขั้นตอนการบดผงโลหะของงานวิจัย ผลกระทบของคาร์บอนตัวแปรในการบดเพื่อการสังเคราะห์ผงทังสเตนคาร์ไบด์โดยการผสมทางกล [6]

จากรูปที่ 3.16 แสดงขั้นตอนการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากงานวิจัยโดยใช้เวลาในการบด 12 ชั่วโมง ผสมเอทานอลเป็นสารช่วยในการบด โดยใช้อัตราส่วนลูกบดต่อผง 10:1 ลูกบดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ที่ความเร็วรอบในการบด 250-300 รอบต่อนาที ผงที่ได้มีขนาด 11 นาโนเมตร

3.2.2 การกำหนดพารามิเตอร์ในการทดลอง

ตารางที่ 3.19 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์แบบแพลเนตด้วยลูกบอล [14]

ปัจจัย	A	B	C	D	E
	อัตราส่วนลูกบด	ขนาดลูกบด (mm)	ตัวกลางในการช่วยบด	ปริมาณของสารช่วยบด (ml)	ความเร็วในการหมุน (RPM)
1	5:1	6	น้ำกลั่น	0	100
2	10:1	6+8	เอทานอล	4	150
3	15:1	8+12	อาซิโตน	8	200
4	20:1	12+18	75% เอทานอล	12	250

จากตารางที่ 3.19 แสดงปัจจัยที่ใช้ในการบดผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์จากการพิจารณาปรากฏว่า ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการบดโลหะผงอธิบายถึง อัตราส่วนของน้ำหนักโลหะผงและลูกบด ขนาดของลูกบด ปริมาณสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลาง และความเร็วรอบในการบด โดยมีรายละเอียดดังนี้

ปัจจัยที่ 1 ใช้อัตราส่วนน้ำหนักระ หว่างลูกบดและผงโลหะ 5 ต่อ 1 ขนาดของลูกบด 6 mm ประเภทสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดละเอียดคือ น้ำกลั่น ความเร็วรอบที่ใช้ คือ 100 RPM

ปัจจัยที่ 2 ใช้อัตราส่วนน้ำหนักระหว่างลูกบดและโลหะผง 10 ต่อ 1 ขนาดของลูกบด 6 และ 8 mm ประเภทสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดละเอียดคือ เอทานอลใช้ปริมาณ 4 ml ความเร็วรอบที่ใช้ 150 RPM

ปัจจัยที่ 3 ใช้อัตราส่วนน้ำหนักระหว่างลูกบดและโลหะผง 15 ต่อ 1 ขนาดของลูกบด 8 และ 12 mm ประเภทสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดละเอียดคือ อะซิโตน ใช้ปริมาณ 8 ml ความเร็วรอบที่ใช้คือ 200 RPM

ปัจจัยที่ 4 ใช้อัตราส่วนน้ำหนักระหว่างลูกบดและผงโลหะ 20 ต่อ 1 ขนาดของลูกบด 12 และ 18 mm ประเภทสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดละเอียดคือ สารละลายเอทานอล 75% และน้ำใช้ปริมาณ 12 ml ความเร็วรอบที่ใช้ในการบดละเอียดคือ 250 RPM

ตารางที่ 3.20 แสดงข้อมูลปัจจัยที่เกี่ยวกับการบดผงโลหะ [2], [6]

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	รอบต่อนาที (rpm)	เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบอล (mm)	อัตราส่วนลูกบอลต่อผง	ขนาดอนุภาค (μm)
12	250-300	10	10:1	0.011
40	750	12	5:1	0.015

จากตารางที่ 3.20 แสดงปัจจัยการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยลูกบอล จากงานวิจัย [2], [6] พิจารณาแล้วปรากฏว่า เวลาในการบด 12 ชั่วโมง ใช้ความเร็วรอบ 250-300 รอบต่อนาที อัตราส่วนลูกบดต่อผง 10:1 ขนาดอนุภาคอยู่ที่ 0.011 μm และ ที่ชั่วโมงบด 40 ชั่วโมง ใช้ความเร็วรอบ 750 รอบต่อนาที อัตราส่วนของลูกบดต่อผง 5:1

ตารางที่ 3.21 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเมคานิคัลอัลลอยอิง (Mechanical Alloying) [15]

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	รอบต่อนาที (rpm)	เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบอล (mm)	อัตราส่วนลูกบอลต่อผง	ขนาดอนุภาค (nm)
75-150	410 และ 700	10,16,21	10:1	8-69

จากตารางที่ 3.21 แสดงปัจจัยการบดโลหะผงแบบเมคานิคัลอัลลอยอิง จากงานวิจัย [15] ปรากฏว่า จากผลการทดลองใช้เวลาในการบด 75- 150 ชั่วโมง ควมเร็วรอบ 410 และ 700 ต่อนาที ใช้อัตราส่วนลูกบดต่อผง 10:1

ตารางที่ 3.22 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยบอลมิลล์ [16]

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	รอบต่อนาที (rpm)	เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบอล (mm)	อัตราส่วนลูกบอลต่อผง	ขนาดอนุภาค (μm)
5-10	200	6+8	2:1	0.4-10

จากตารางที่ 3.22 แสดงปัจจัยการบดโลหะผงด้วยบอลมิลล์ จากงานวิจัย [32] ปรากฏว่า ใช้เวลาในการบด 5-10 ชั่วโมง ที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที อัตราส่วนลูกบดต่อผง 2:1 สามารถบดโลหะผงที่มีขนาดอย่ระหว่าง 0.4-10 ไมครอน

ตารางที่ 3.23 ปัจจัยในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเมคานิคัลอัลลอยอิง [6]

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	รอบต่อนาที (rpm)	เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบอล (mm)	อัตราส่วนลูกบอลต่อผง	ขนาดอนุภาค (nm)
30-50	300	10	10:1	11

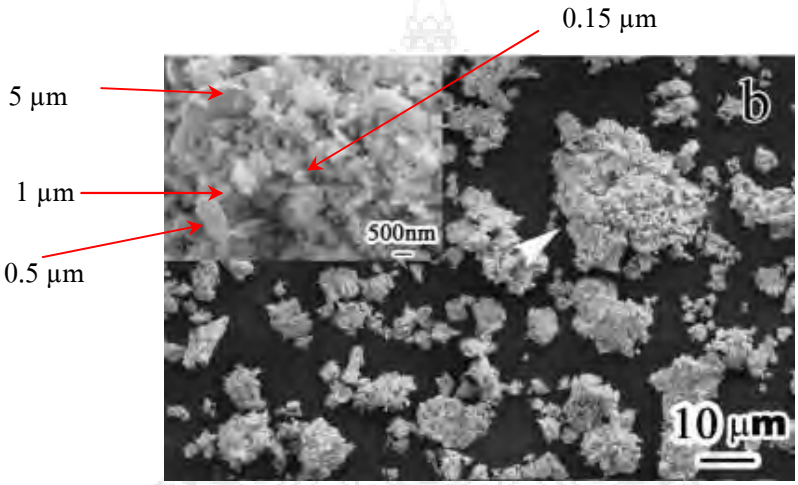
จากตารางที่ 3.23 แสดงปัจจัยการบดโลหะผงด้วยบอลมิลล์ จากงานวิจัย Effect of C and milling parameters on the synthesis of WC powders by ปรากฏว่า ใช้เวลาในการบด 12 ชั่วโมง

ด้วยความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที อัตราส่วนลูกบดต่อผง 10:1 สามารถบดโลหะผงได้ขนาดระหว่าง 11 นาโนเมตร

3.3 การพัฒนาผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร

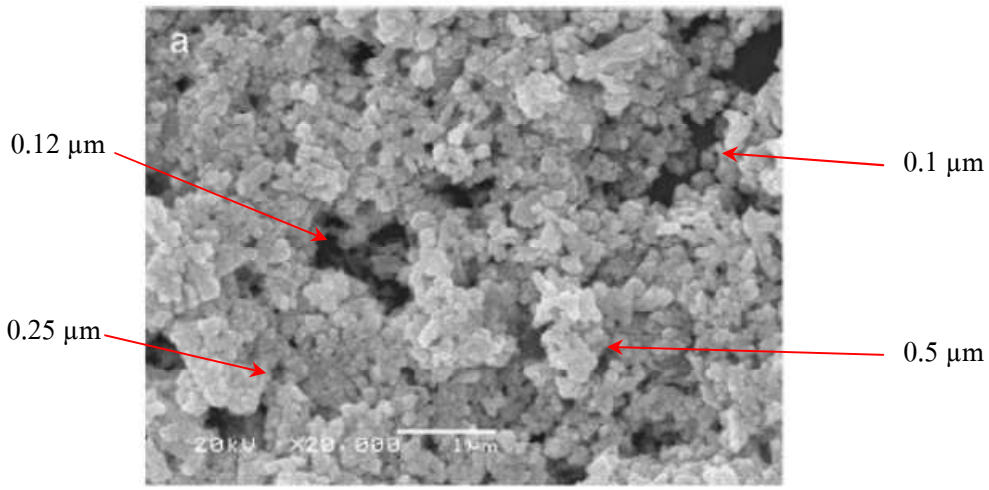
3.3.1 ลักษณะรูปทรงของโลหะผงนาโนเมตร

การวิเคราะห์ทางกายภาพโลหะผงด้วยเทคนิคการส่องด้วยกล่องกำลังขยายสูงเป็นเทคนิคการวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาค ลักษณะรูปร่างและการจัดเรียงตัวของอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ จากการศึกษาสามารถอธิบายได้ดังนี้



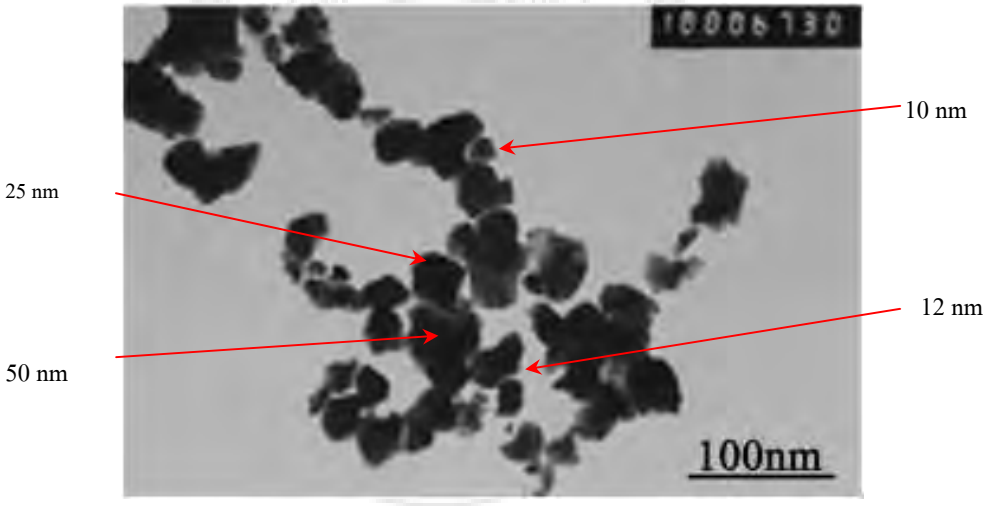
รูปที่ 3.17 SEM W powders obtained by 3 h of Plasma Millnng (P-milling) [17]

รูปที่ 3.17 แสดงผลการตรวจสอบ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดด้วยเครื่อง P-milling เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าโลหะผงขนาดใหญ่สุดประมาณ 5 µm ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.15 µm (150 nm) และโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-5 µm ซึ่งเป็นโลหะผงที่ผ่านกระบวนการผลิตแบบ plasma assisted milling โดยมีหลักการทำงานดังนี้ set up of P-milling บดวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ในภาชนะทรงกระบอก และปล่อยความถี่ผ่านอิเล็คโทรดควบคุมบรรยากาศด้วยอาร์กอน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นวิเคราะห์สมบัติโลหะผง



รูปที่ 3.18 Secondary electron image of the final product obtained at 1000 °C for 2 h. [18]

จากรูปที่ 3.18 แสดงผลการตรวจสอบ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าโลหะผงขนาดใหญ่สุดประมาน 0.1 µm โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 0.5 µm และโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.25-0.1 µm

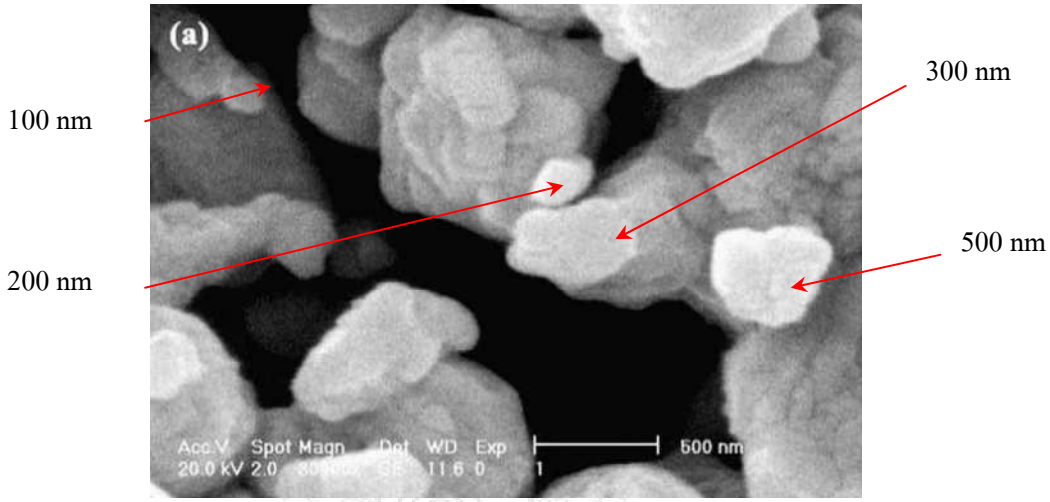


รูปที่ 3.19 TEM image of WC powders obtained at 1000 °C for 2 h. [18]

จากรูปที่ 3.19 แสดงผลการตรวจสอบ TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าโลหะผงขนาดใหญ่ประมาน 50 nm โลหะผงขนาดเล็กประมาณ 10 nm และโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 12-25 nm

ซึ่งผลการวิเคราะห์จากรูปที่ 3.18 และ 3.19 พบว่าเป็นโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการ ammonium metatungstate glucose ที่ให้ความบริสุทธิ์กว่า 99% ซึ่งเป็นกระบวนการสังเคราะห์ผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรโดยให้ความร้อนผ่านสารตั้งต้น



รูปที่ 3.20 SEM images of (a) WC [19]

จากรูปที่ 3.20 แสดงผลการตรวจสอบ TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าโลหะผงขนาดใหญ่ประมาน 500 nm โลหะผงขนาดเล็กประมาณ 100 nm และโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 200-300 nm

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นี้เป็นโลหะผงที่ผ่านกระบวนการสกัดเป็นเวลา 10 ชั่วโมงโดยการบดแบบ planetary ball mill หลังจากนั้นเผาด้วยเตาสูญญากาศที่อุณหภูมิ 100 ºC เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำไปเผาภายในภาชนะทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 mm. ที่ความดัน 200 Mpa ควบคุมอยู่ระหว่าง 1370-1450 ° C อุณหภูมิเป็นเวลา 1 ชั่วโมงในบรรยากาศไฮโดรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง

3.3.2 อิทธิผลที่มีผลต่อคุณภาพผงขนาดนาโนเมตร

จากการศึกษางานวิจัยโลหะผงขนาดนาโนเมตรสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.24

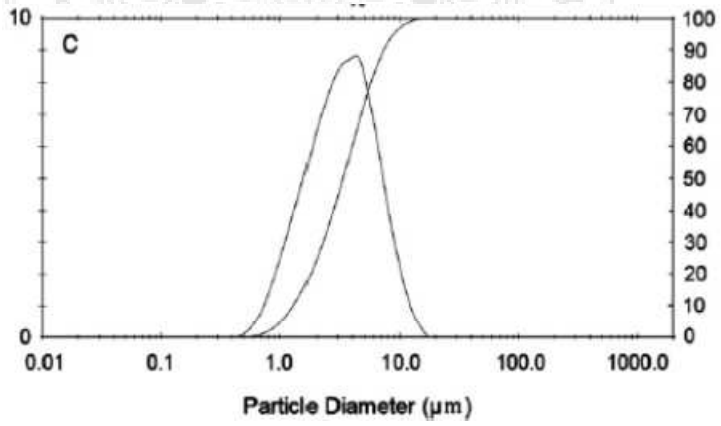
ตารางที่ 3.24 แสดงปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการผลิตโลหะผงนาโนเมตร

อ้างอิง	ชั่วโมงบด (Min/h)	speed/rpm	ขนาดลูกบด (mm)	Type of milling medium	อัตราส่วนลูกบดต่อผง	ขนาดโลหะผง nm
[2]	10	250	12+18	เอทานอล	20:1	400
[6]	30-50	300	10	เอทานอล	10:1	11
[16]	10	200	6+8	เอทานอล	10:1	400
[6]	40	750	12	เอทานอล	5:1	15
[15]	150	700	10+12+21	เอทานอล	10:1	8-69

จากตารางที่ 3.24 แสดงถึงปัจจัยที่มอิทธิพลต่อการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร จากผลการวิจัย [2], [6], [15], [16] พิจารณาแล้วสรุปได้ว่าอิทธิพลที่มีผลต่อการบดโลหะผงขนาดนาโนเมตรได้แก่ เวลาในการบด อยู่ระหว่าง 10-150 ชั่วโมง ความเร็วรอบ 200-700 รอบต่อนาที สารช่วยบดคือ เอทานอล อัตราส่วนลูกบดต่อผงนิยมใช้ 10:1 และขนาดโลหะผงที่ผลิตได้จะมีขนาดระหว่าง 8-400 นาโนเมตร

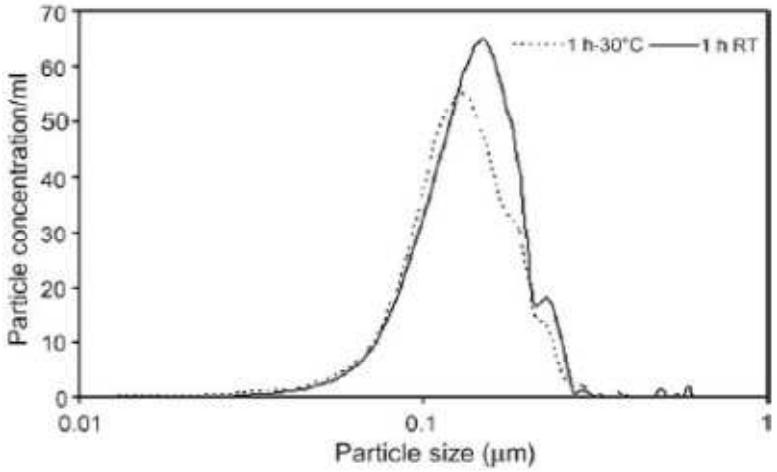
3.3.3 ลักษณะขนาดและกระจายตัวของอนุภาคนาโนเมตร

การตรวจสอบขนาดอนุภาคโลหะผงขนาดนาโนเมตร เป็นการวิเคราะห์สมบัติที่เหมาะสมด้านขนาดการกระจายตัวของโลหะผงเพื่อสามารถประเมินคุณภาพของโลหะผง ซึ่งจากผลรายงานวิจัยสามารถอธิบายได้ดังนี้



รูปที่ 3.21 The particle size distribution curves of the three kinds of powder W10 [16]

จากรูปที่ 3.21 แสดงผลการตรวจสอบขนาดการกระจายของโลหะผง ตัวอย่างรหัส W10 จากงานวิจัย [32] ปรากฏว่าขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 0.5 – 17 μm (500-1700 นาโนเมตร) อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.5 μm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 17 μm และอนุภาคมีขนาดระหว่าง 1.5-7 μm ผงทังสเตนคาร์ไบด์นี้ทำให้บริสุทธิ์โดยผ่านกระบวนการ ammonium metaltungstate และ บดด้วยวิธี Ball milling ก่อนนำไปผ่านกระบวนการขึ้นรูป



รูปที่ 3.22 Particle size distribution for powders milled at 30 ˚C and RT. [20]

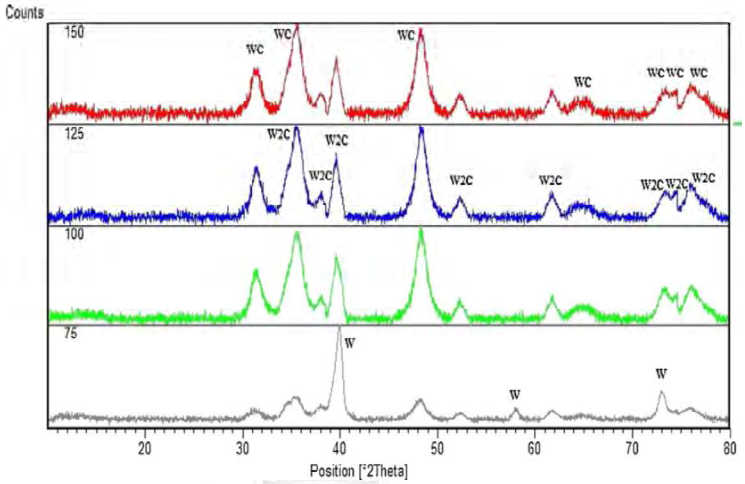
จากรูปที่ 3.22 แสดงผลการตรวจสอบ Particle size distribution ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ที่อุณหภูมิ 30 ˚C จากการวิเคราะห์พบว่าเป็นผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์มีความบริสุทธิ์ 99.9% ซึ่งผ่านกระบวนการบดเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ผลปรากฏว่าขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 0.05 – 0.4 เล็กสุดประมาณ 0.05 μm ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 0.8 μm

3.3.4 คุณลักษณะด้านความบริสุทธิ์

การตรวจสอบสมบัติด้านความบริสุทธิ์เป็นการวิเคราห์องค์ประกอบทางเคมีที่มีความเป็นไปได้ของสารตัวอย่างเพื่อแสดงถึงคุณภาพด้านที่เหมาะสมต่อการใช้งาน ซึ่งแสดงตัวอย่างจากผลการวิจัยดังนี้

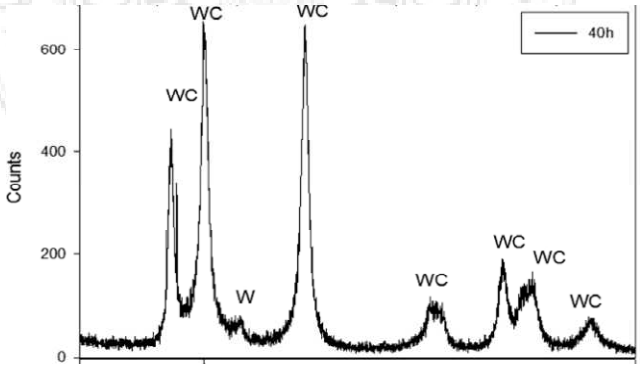
จากรูปที่ 3.23 แสดงผลการตรวจสอบ XRD โลหะผงทังสเตนและคาร์บอนในการบดระหว่างเวลา 75 ชั่วโมงถึง 150 ชั่วโมงจากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงทังสเตนและคาร์บอน

เมื่อผ่านการบดผสมกันเป็นเวลา 150 ชั่วโมง จะผสมเป็นเนื้อเดียวกัน และเกิดเป็นธาตุใหม่คือทังสเตนคาร์ไบด์



รูปที่ 3.23 X-ray patterns of samples containing W and C, which were milled from 75 to 150 h. [15]

รูปที่ 3.23 แสดง X-ray ของกลุ่มตัวอย่างการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากการบดผสมระหว่างทังสเตนและคาร์บอนโดยการบดเป็นเวลาระหว่าง 75-150 ชั่วโมง ปรากฏว่าจากการตรวจสอบความบริสุทธิ์โลหะงทังสเตนคาร์ไบด์เริ่มเกิดธาตุใหม่คือทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) โดยใช้เวลาอยู่ระหว่าง 125-150 ชั่วโมง



รูปที่ 3.24 XRD patterns of W–23% C milled for 40 h at 10:1 BPR and Milling speed of 300 rpm [6]

จากรูปที่ 3.24 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ของการผลิตทังสเตนคาร์ไบด์แบบ Ball Milling โดยส่วนผสมโลหะผงทังสเตน 77% และคาร์บอน 23% ใช้เวลาในการบด 40 ชั่วโมง ด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที จากการพิจารณาปรากฏว่า โลหะผงส่วนใหญ่รวมตัวเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ และพบว่าทังสเตนส่วนน้อยที่ยังไม่เกิดการรวมตัวกับคาร์บอนและเกิดเป็นธาตุใหม่

จากการศึกษาข้อมูลทางทฤษฎีในการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตรวิเคราะห์แล้วสามารถอธิบายได้ว่า ขั้นตอนการผลิตโลหะผงนาโนเมตรประกอบด้วย เตรียมวัสดุผง เอทานอล และลูกบด จากรายงานวิจัยอัตราส่วนของวัสดุผงต่อลูกบดที่นิยมใช้คือ 10:1 สารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการทดลองใช้ เอทานอลมีอัตราส่วนต่อวัสดุผงและลูกบดในสัดส่วนส่วน 2:1 จากนั้นกำหนดเงื่อนไขในการบดซึ่งจากการวิเคราะห์ข้อมูลปรากฏว่าเวลาที่ใช้ในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตรอยู่ระหว่าง 4 ชั่วโมงถึง 150 ชั่วโมง เลือกใช้ความเร็วรอบในการบดอยู่ระหว่าง 200 ถึง 700 รอบต่อนาที โดยที่นิยมใช้คือ 300 รอบต่อนาที ขั้นตอนต่อมานำโลหะผงที่ได้มาทำให้แห้ง ขั้นตอนสุดท้ายทำการตรวจสอบสมบัติและคุณลักษณะโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เช่น การตรวจสอบรูปร่าง โครงสร้างผลึก ความบริสุทธิ์ ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคโลหะผงที่ได้ การตรวจสอบสมบัตินี้เพื่อสามารถกำหนดมาตรฐานโลหะผงที่เหมาะสมในการใช้งานซึ่งจากข้อมูลในการใช้งานโลหะผงในอุตสาหกรรมจำนวน 3 บริษัทพบว่า โลหะผงขนาดนาโนเมตรที่ใช้งานในอุตสาหกรรม มีคุณลักษณะดังนี้ ขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 30 ถึง 600 นาโนเมตร มีความบริสุทธิ์อยู่ระหว่าง 93.88% ถึง 99.95% นอกนั้นเป็นธาตุอื่น เช่น เหล็ก (Fe) ไทเทเนียมคาร์ไบด์ (Tic) ซิลกอนคาร์ไบด์ (Sic) เป็นต้น จากข้อมูลข้างต้นนี้สามารถออกแบบการทดลองได้ตามหัวข้อ 3.5

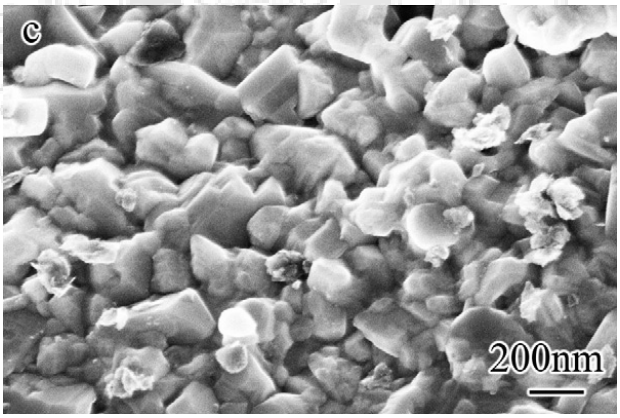
3.4 การทดสอบสมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

การตรวจสอบคุณสมบัติของผงทังสเตนคาร์ไบด์จะเป็นการตรวจสอบในส่วนของ ขนาดของผงทังสเตนคาร์ไบด์ และการกระจายของสารประกอบในผงทังสเตนคาร์ไบด์ และรูปทรงของผงทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งมีรายละเอียดต่างๆ ดังนี้

3.4.1 ศึกษาการวิคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุ ขนาด และรูปร่างของอนุภาค กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope)

รูปที่ 3.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope)

เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ประเภทกล้องจุลทรรศน์ ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM -5410LV ผลิตและจำหน่ายโดยบริษัท JEOL .,Ltd ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะการทำงานใช้ลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบให้ได้ข้อมูลของลักษณะ พื้นผิวปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าหรืออาจบันทึกรูปที่บนแผ่นฟิล์มได้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบสแกนซึ่งรายละเอียดของเครื่องมีดังนี้ กำลังขยาย (Magnification) 10X-100,000X การปรากฏของภาพ (Image formation) เกิดจากสัญญาณ (เกิดทางอ้อม) ลักษณะของภาพ (Type of image) เป็นภาพสามมิติเห็นความลึก ใช้ ศึกษารายละเอียดของพื้นผิว เป็นต้น



รูปที่ 3.26 SEM image of WC obtained by heating at 1200 °C for 1 h. [17]

จากรูปที่ 3.26 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการบดแบบ Plasma milling (P-milling) โดยได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 1200 ºC เป็นเวลา 1 h เพื่อนำไปใช้งานผลิตเป็นชิ้นงานซีเมนต์ทังสเตนคาร์ไบด์

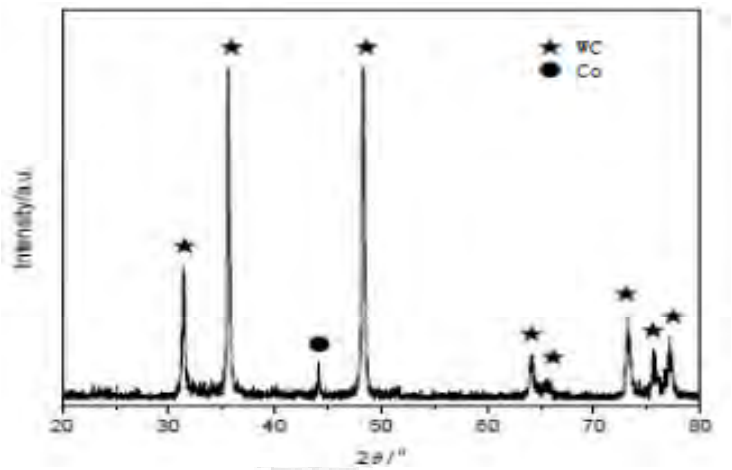
3.4.2 ศึกษาการวิเคราะห์สารประกอบในตัวอย่าง (XRD), การตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่าง (XRF)

รูปที่ 3.27 เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบของโลหะ (X – Ray Diffractometer)

เครื่องวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่าง (O-U, 0.01-100 wt %) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น TTRAX III ผลิตและจำหน่ายโดยบริษัท Rigaku ประเทศญี่ปุ่น เป็นเครื่องมือในการศึกษาโครงสร้างของผลึก (Crystal Structure) ดูการจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ และวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุได้ทั้งเชิงปริมาณ และเชิงคุณภาพ โดยอาศัยหลักการ X-ray Diffractometer ซึ่งเป็นการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์

หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อผ่านชั้นต่าง ๆ ของอะตอมหรือโมเลกุลภายในวัสดุหรือสารตัวอย่างนั้น แล้วทำการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มุมต่าง ๆ ข้อมูลที่ตรวจวัดได้เมื่อผ่านการแปรผลแล้ว ทำให้สามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ (Identification) โครงสร้างผลึกของวัสดุหรือสาร

ตัวอย่างนั้น ๆ ได้สมบัติพิเศษมีดังนี้ สามารถวิเคราะห์แบบเชิงคุณภาพได้ สามารถวิเคราะห์แบบเชิงปริมาณได้ สามารถวิเคราะห์แบบโครงสร้างผลึกได้ สามารถวิเคราะห์แบบ State Analysis เป็นต้น



รูปที่ 3.28 แสดงผล XRD pattern of WC-Co powder [21]

จากรูปที่ 3.28 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ที่ผ่านกระบวนการลดออกไซด์ด้วยกระบวนการ ammonium metatungstate (AMT) ที่อุณหภูมิ 950 ºC เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปรากฏว่า ธาตุองค์ประกอบที่พบเป็น ทังสเตนคาร์ไบด์และโคบอลต์

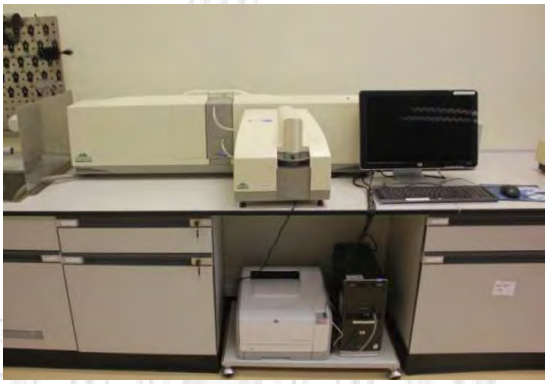
เครื่องมือวิเคราะห์นี้สามารถนำไปใช้กับงานต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมด้านโลหะและอโลหะ อุตสาหกรรมด้านเครื่องจักรกล รถยนต์ การสร้างเรือ งานด้านเคมีและตัวเร่งปฏิกิริยา งานด้านเซรามิกส์ งานด้านอุตสาหกรรมผลิตยา ด้านวัสดุทำฟัน งานอุตสาหกรรมด้านไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ งานด้านโครงสร้าง งานด้านสิ่งแวดล้อม งานด้านพลังงาน และอื่นๆ

รูปที่ 3.29 เครื่องวิเคราห์ X-ray fluorescence spectrometer, Philips PW-2404, 4kW

รูปที่ 3.29 แสดงลักษณะของเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer ยี่ห้อ Philips รุ่น PW-2404 ประเทศเนเธอร์แลนด์ คุณสมบัติของเครื่องสามารถวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารที่อยู่ในตัวอย่าง (ธาตุ O-U, 100 ppm - 100%) วิเคราะห์หาปริมาณของ Na_2O, SiO_2, Al_2O_3, CaO, K_2O, MgO, P_2O_5, PbO, TiO_2, Fe_2O_3, BaO, WO_3, ZnO, ZrO_2 ในวัตถุดิบทาง ceramic โดย Fused cast bead method สามารถสร้าง calibration curve เพื่อให้เหมาะสมกับการวัดหาปริมาณธาตุ

3.4.3 ศึกษาการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของผง (P&D)

เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer) เป็นเครื่องมือสำหรับตรวจวัดการกระจายตัวของอนุภาคของสารตัวอย่างที่มีขนาดต่างๆ กัน ซึ่งมีความถูกต้องแม่นยำสูง



รูปที่ 3.30 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer)

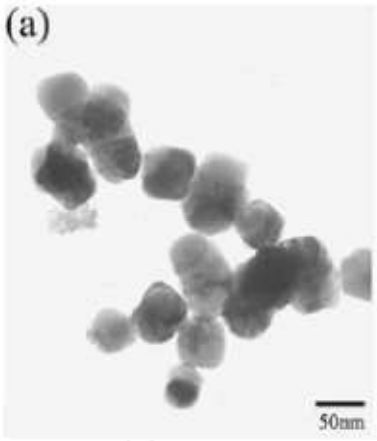
เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer) ผลิตภัณฑ์ Malvern รุ่น Zetasizer ZS ผลิตและจำหน่ายโดยบริษัท Malvern Instruments .,Ltd ประเทศอังกฤษ ใช้สำหรับทำการตรวจสอบขนาดอนุภาคของสาร โดยมีลักษณะของเครื่องดังนี้ สามารถวัดขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างในช่วง 0.6 มิลลิเมตร ถึง 6 มิลลิเมตร วัดขนาดอนุภาค Zeta Potential และน้ำหนักโมเลกุล แบบ Absolute Method (Debye Plot) ได้อย่างถูกต้อง การวิเคราะห์ Zeta Potential อาศัยหลักการ Phase Light Scattering (PALS) และมีเทคนิคแบบ M3-PALS เพื่อทำให้วัดตัวอย่างที่มีค่า Mobility ต่ำ , ความหนืดสูงได้ หรือความเข้มข้นสูงได้ดี สามารถปรับตั้งค่าตัวแปรได้ เช่น ค่า pH ตั้งแต่ 1-13 , Log Additive Titration และ Dilution Titration โดยสามารถต่อกับเครื่อง Zetasizer ZS และทำงานร่วมกับ Capillary cell เป็น flow cell ได้ เป็นผลิตภัณฑ์ ยี่ห้อ Malvern เช่นเดียวกับเครื่องวัดขนาดอนุภาค และ Zeta potential และสามารถควบคุมการทำงานด้วยระบบคอมพิวเตอร์ได้ สามารถ

ควบคุมอุณหภูมิในช่องบรรจุตัวอย่างในช่วง 2 ถึง 90 องศาเซลเซียส มีโปรแกรมสำเร็จรูปที่สามารถวัดขนาดอนุภาค Zeta potential และน้ำหนักโมเลกุล โดยทำงานร่วมกับ Microsoft Windows (XP-Professional) เพื่อควบคุมการทำงานและปรับตั้งพารามิเตอร์ในการวิเคราะห์ได้ และใช้งานร่วมกับ Microsoft Office เพื่อส่งออกได้

3.4.4 ศึกษาลักษณะสัณฐาน, โครงสร้างจุลภาค (TEM)

รูปที่ 3.31 เครื่องวิเคราะห์ Transmission Electron Microscope, TEM

เป็นเครื่องวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2010 ผลิตจากประเทศญี่ปุ่น ลักษณะการทำงานใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) แบบเทอร์มิออนิก ชนิด LaB6 ซึ่งทำงานที่ความต่างศักย์ 200 KeV และสามารถใช้กำลังแยกแยะเชิงระยะทางที่ดีที่สุดได้ประมาณ 0.23 นาโนเมตร โดยสามารถควบคุมขนาดของลำอิเล็กตรอนได้อย่างแม่นยำ จึงทำให้เหมาะแก่งานจุลวิเคราะห์ convergent beam diffraction (CBED) nanobeam diffraction และ energy disperse X-ray (EDX) analysis ความสามรถในการวิเคราะห์ ได้แก่ การศึกษาลักษณะสัณฐาน, โครงสร้างจุลภาค ตลอดจนโครงสร้างผลึกของชิ้นงาน รวมถึงวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy disperse X-ray analysis, EDX) ถ่ายภาพและวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบทรานสมิสชัน สามารถเอียงชิ้นงานได้ 30 องศา ทั้งในแนวแกน x และแกน y แท่นยึดชิ้นงาน (specimen holder) ทั้งแบบเอียงแกนเดียวและสองแกน

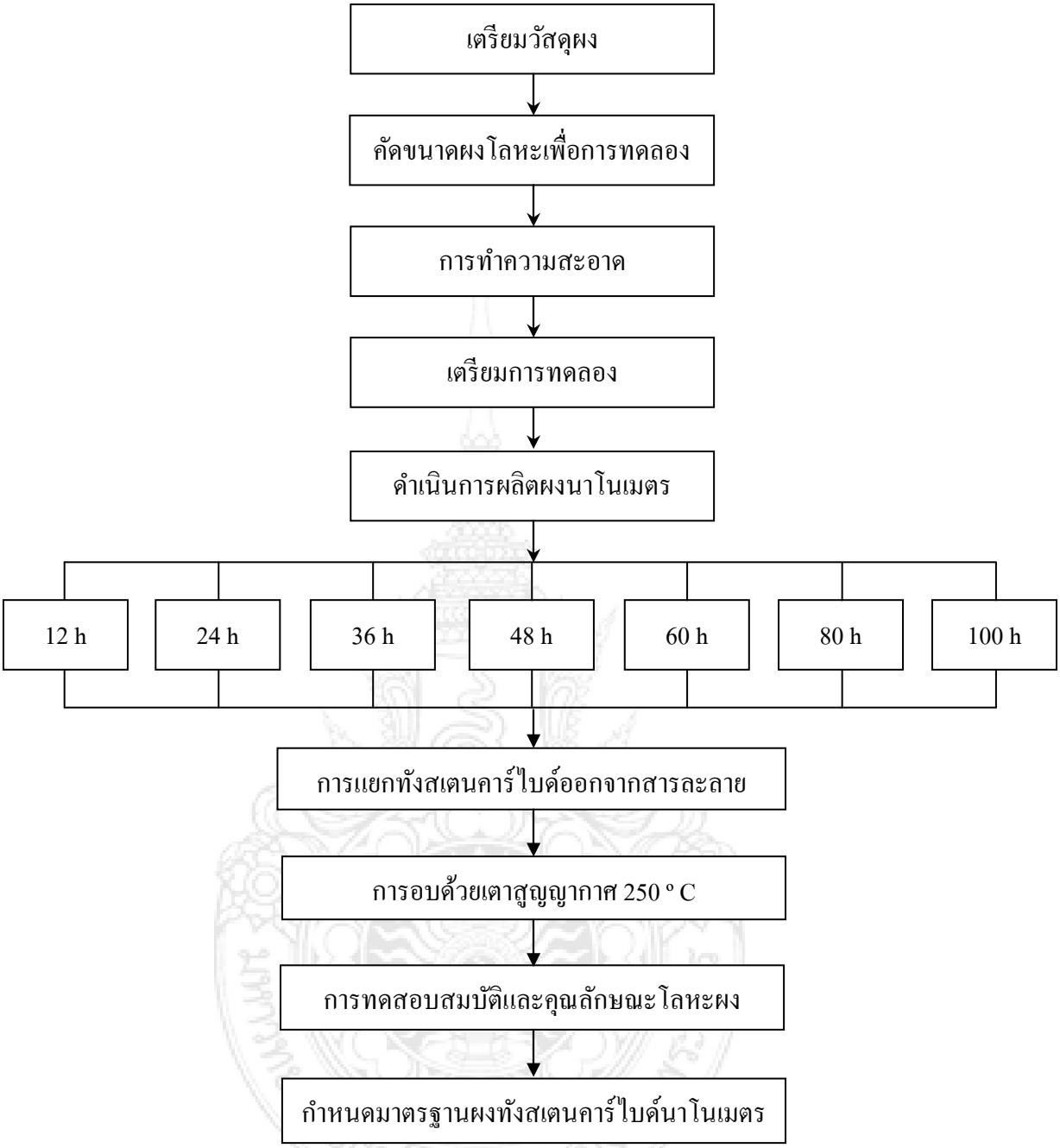


รูปที่ 3.32 แสดงผล TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์จากเครื่องวิเคราะห์แบบ Transmission Electron Microscope [9]

จากรูปที่ 3.32 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscope (TEM) ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ซึ่งผงโลหะมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร เป็นโลหะผงที่ผ่านกระบวนการ chemical vapor condensation (CVC) ที่อุณหภูมิ 600 ºC ซึ่งมีลักษณะพื้วผิวเรียบและโค้งมนรูปทรงลูกบาศก์

3.5 ออกแบบวิธีการทดลอง

จากข้อมูลการศึกษาการบดผงโลหะ เป็นการนำผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการผลิตขึ้นใหม่ ซึ่งผงที่นำมาทำการบดนี้ได้มาจากการนำเศษแผ่นมีดตัดที่ผ่านการใช้งานแล้ว โดยไม่สามารถใช้งานต่อได้มาทำการย่อยสลาย ซึ่งจะผลิตได้เป็นโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ แล้วทำการลดขนาดผงด้วยการบด จากนั้นนำโลหะผงออกมากรอง เพื่อให้ผงทังสเตนคาร์ไบด์มีความบริสุทธิ์โดยเลือกใช้การบดแบบบอลมิลล์ (Ball mill) ทำการบดเป็นช่วงเวลาต่างกัน คือ 12, 24, 36, 48, 60, 80, และ100 ชั่วโมง



รูปที่ 3.33 แผนผังแสดงขั้นตอนการบดผงโลหะ

จากรูปที่ 3.33 สามารถอธิบายขั้นตอนการปฏิบัติงานได้ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 เตรียมวัสดุผงจำนวน 100 กรัม

ขั้นตอนที่ 2 ทำการคัดขนาดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ให้ได้ขนาดประมาน 50 ไมครอน

ขั้นตอนที่ 3 ทำความสะอาดโลหะผงด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ 99.9%

ขั้นตอนที่ 4 เตรียมอุปกรณ์สำหรับการบดโลหะผง ได้แก่ เครื่องบด หม้อบด ลูดบดขนาด 5 และ 6 มิลลิเมตรจำนวน 1,000 กรัม

ขั้นตอนที่ 5 กำหนดความเร็วรอบที่ 300 รอบต่อนาที และปรับตั้งความความเร็วตามตารางที่ 3.24

ขั้นตอนที่ 6 เมื่อครบกำหนด ให้นำโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาทำการแยกสารละลายออกจะได้ตะกอนโคลนโลหะผงทังสเตนคร์ไบด์

ขั้นตอนที่ 7 ทำการอบตะกอนโคลนด้วยเตาสูญญากาศ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ขั้นตอนที่ 8 ตรวจสอบน้ำหนัก บรรจุและนำไปตรวจวิเคราะห์สมบัติต่างๆ เช่น SEM, XRD, P&D, EDX, XRF, TEM เป็นต้น

ตารางที่ 3.25 แสดงพารามิเตอร์สำหรับบดที่ใช้ในการศึกษา

ลำดับ	วัสดุ (Material)	ผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิล (tungsten recycling powder)
1.	เวลาในการบด (Milling time)	12, 24 h, 36 h,48 h, 60 h, 80 h, 100 h
2.	Milling medium	Ethanol
3.	Grinding medium	Tungsten balls (5+6 mm in diameter)
4.	Ball to powder ratio (BPR)	10:1 (mass ratio)
5.	Liquid to solid ratio (LSR)	2:1 (volume ratio)
6.	ความเร็วรอบหม้อบด (Plate and bowl speed)	300 rpm

จากตารางที่ 3.24 แสดงเงื่อนไขในการบดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ระดับนาโนเมตร ที่เวลาต่างกัน คือ 12 ชั่วโมง 24 ชั่วโมง 36 ชั่วโมง 48 ชั่วโมง 60 ชั่วโมง 80 ชั่วโมง และ100 ชั่วโมง ด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที ใช้ลูกบดขนาด 5 และ 6 มิลลิเมตรอัตราส่วนลูกบดต่อผง 10:1 และใช้สารละลายเอทานอลอัตราส่วน 2:1 เป็นตัวกลางในการช่วยบด โดยมีขั้นตอนการทดลองตามหัวข้อ 3.6

3.6 ดำเนินการทดลอง

การดำเนินการผลิตโลหะผงนาโนเมตรทังสเตนคาร์ไบด์มีขั้นตอนในการปฏิบัติที่สามารถอธิบายได้ดังนี้

3.6.1 การเตรียมวัสดุผง

รูปที่ 3.34 การตรวจสอบน้ำหนักโลหะผง

จากรูปที่ 3.34 แสดงการตรจสอบโลหะผงด้วยเครื่องชั่งดิจิตอล ทศนิศนิยม 3 ตำแหน่ง โดยในการทดลองนี้ ให้ทำการเตรียมโลหะผงทังสเตนรีไซเคิลประมาณ 100 กรัม

3.6.2 การคัดขนาดโลหะผงเพื่อการทดลอง

การคัดขนาดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยตะแกรงคัดขนาด 51 ไมครอน

รูปที่ 3.35 การคัดขนาดด้วยตะแกรง

3.6.3 การทำความสะอาดผงโลหะ

จากรูปที่ 3.36 แสดงการกรองโลหะผงด้วยผ้ากรองเพื่อคัดแยกผงโลหะก่อนการบดด้วยวิธี Ball milling

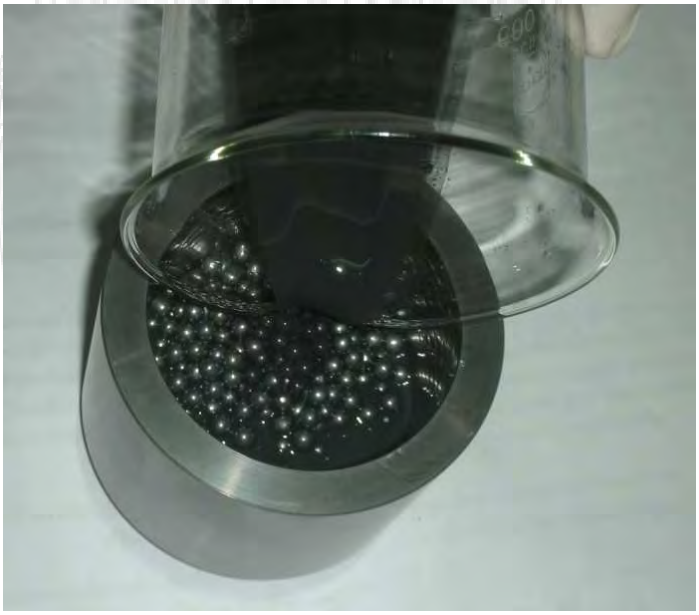
3.6.4 เตรียมการทดลอง

เริ่มการทดลองโดยการเตรียมอุปกรณ์สำหรับการผลิตโลหะผงนาโนเมตร ประกอบด้วย หม้อ ลูกบดชนิดทังสเตน แหวนรองกันซึมและฝาปิดหม้อบด

รูปที่ 3.37 เตรียมวัสดุและอุปกรณ์สำหรับการบด

รูปที่ 3.38 การกรองผงโลหะและแยกลูกบดผ่านตะแกรงหลังทำความสะอาดด้วยเอทานอล

หลังจากทำความสะอาดลูกบดแล้ว ให้บรรจุลงในหม้อบดพร้อมกับเติมแอลกอฮอลล์ และตะกอนโคลนโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ลงไป



รูปที่ 3.39 การเทตะกอนโลหะผงลงในหม้อบด

3.6.5 ดำเนินการบดโลหะผง

ทำการปิดฝาหม้อบด ทำตั้งเวลาในการบดโดยเริ่มทำการทดลองตามเงื่อนไขแรกที่เวลา 24 ชั่วโมง ตามตารางที่ 3.24 แล้วนำหม้อบดติดตั้งเข้ากับเครื่องบดโลหะผง จากนั้นเริ่มดำเนินการบดโลหะผง

รูปที่ 3.40 การจับยึดหม้อบดและการเตรียม เครื่องบดโลหะผง

รูปที่ 3.40 แสดงการจับยึดหม้อบดเข้ากับเครื่องบด ข้อควรระวัง ให้ทำการตรวจสอบการจับยึดทุกครั้งก่อนเพื่อให้แน่ใจว่าปลอดภัย แล้วดำเนินการเริ่มเปิดเครื่องบด

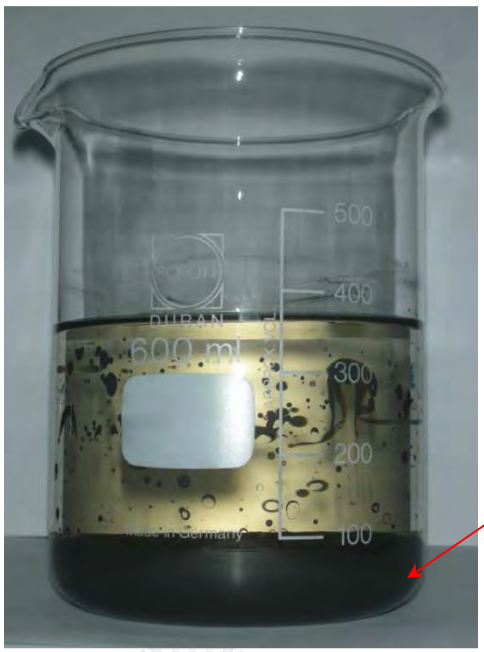
3.6.6 การแยกโลหะผงออกจากสารละลาย

นำสารละลายที่อยู่ภายในหม้อบดเทผ่านตะแกรงเพื่อทำการแยกลูกบดออกจากสารละลาย และให้ทำความสะอาดลูกบดด้วยเอทานอลบริสุทธิ์

รูปที่ 3.41 การเทสารละลายและลูกบดออกจากหม้อบด

นำโคลนตะกอนที่ได้จากการบดผสมเอทานอลลงไป ประมาณ 300 – 400 ซีซี จากนั้นทำการกรองผ่านผ้าฝ้าย แล้วพักไว้ เพื่อให้สารละลายตกตะกอน

รูปที่ 3.42 การกรองสารละลายผ่านผ้ากรอง



รูปที่ 3.43 การตกตะกอนของสารละลาย

รูปที่ 3.43 ลักษณะสารละลายหลังจากการกรอง และพักไว้ให้เกิดการตกตะกอนของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เมื่อสารละลายตกตะกอนแล้ว ให้เทสารละลายออก เพื่อนำตะกอนโคลนไปทำการกรองอีก 2 ครั้ง จากนั้นนำไปทำให้แห้งด้วยเตาไฟฟ้า

รูปที่ 3.44 การให้ความร้อนโดยเตาไฟฟ้า

จากรูปที่ 3.44 แสดงการให้ความร้อนโดยการใช้เตาไฟฟ้า เพื่อเป็นการไล่ความชื้นของโลหะผงและทำให้แห้ง

รูปที่ 3.45 โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการให้ความร้อนบนเตาไฟฟ้า

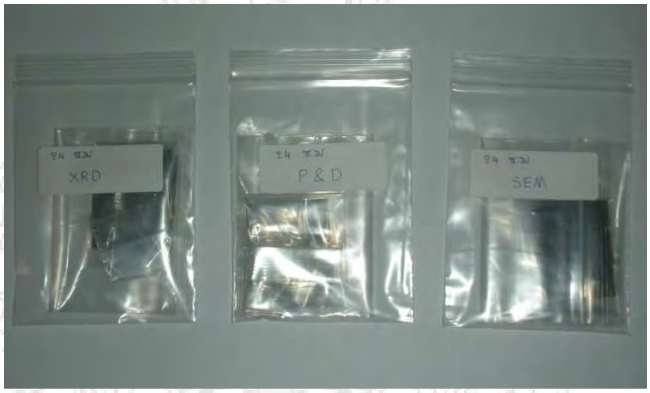
3.6.7 การอบโลหะผงด้วยเตาสุญญากาศ

รูปที่ 3.46 การติดตั้งถ้วยอบภายในเตาสุญญากาศ

รูปที่ 3.46 แสดงการนำโลหะผงที่ผ่านการให้ความร้อนบนเตาไฟฟ้าแล้วมาทำการอบด้วยเตาสูญญากาศเพื่อไล่ความชื้นและควบคุมการเกิดออกไซด์ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

รูปที่ 3.47 โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการผลิต

3.6.8 การเตรียมทดสอบสมบัติและคุณลักษณะของผงโลหะ



รูปที่ 3.48 โลหะผงบรรจุถุงสำหรับนำไปทดสอบสมบัติและคุณลักษณะต่างๆ

จากรูปที่ 3.48 การตัวอย่างโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์สำหรับการนำไปตรวจสอบสมบัติและคุณลักษณะเช่น SEM, XRD, XRF, P&D, TEM เป็นต้น

3.6.9 การกำหนดมาตรฐานผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร

เมื่อทำการตรวจสอบคุณลักษณะโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านกระบวนการผลิตแล้วจะทำการกำหนดมาตรฐานด้านต่างๆ เช่น ขนาด และรูปร่างของอนุภาคผง โดยการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscipe, SEM) มาตรฐานด้าน

ความบริสุทธิ์และองค์ประกอบของธาตุ ซึ่งตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนและการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า X-ray Diffraction มาตรฐานด้านขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคโลหะผง โดยสมบัติของโลหะผงที่นำมาเปรียบเทียบนั้นเป็นผงโลหะที่มีมาตรฐานการใช้งานในอุตสาหกรรมโลหะผงนาโนเมตร

3.7 วิธีการบันทึกผลการทดลอง

จากการดำเนินการทดลองตามขั้นตอนที่ทำการออกแบบการทดลอง ผลการทดลองที่ได้รับประกอบด้วย

3.7.1 ผลการตรวจสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน SEM เป็นการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุ ขนาด และรูปร่างของอนุภาคโลหะผงในสารตัวอย่าง

3.7.2 ผลการตรวจสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เพื่อทำการวิเคราะห์ธาตุประกอบในสารตัวอย่าง (XRD), การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่าง (EDX)

3.7.3 ผลการตรวจสอบลักษณะขนาดและการกระจายตัวของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

3.7.4 ผลการตรวจสอบด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscope (TEM) เป็นการศึกษาลักษณะสัณฐาน, โครงสร้างจุลภาค ตลอดจนโครงสร้างผลึกของชิ้นงาน รวมถึงวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy disperse X-ray analysis, EDX) ถ่ายภาพและวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน

3.8 วิธีการอภิปรายผลการทดลอง

ผลการทดลองผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร จากผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ ว่ามีลักษณะรูปทรงของผงขนาดนาโนเป็นอย่างไร การวิเคราะห์ชนิดของโลหะผงที่ผ่านกระบวนการผลิต การวิเคราะห์สมบัติโลหะผงด้านความบริสุทธิ์ การวิเคราะห์ขนาดและการกระจายของโลหะผง เมื่อเทียบกับผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่เป็นมาตรฐานในอุตสาหกรรม โดยรายงานผลจากข้อมูลการตรวจวิเคราะห์ในด้านต่างๆ เช่น การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน การวิเคราะห์ชนิดและคุณภาพเชิงปริมาณของโลหะผงตัวอย่าง การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้อง Transmission Electron Microscope (TEM) เป็นต้น

3.9 วิธีการสรุปผลการวิจัย

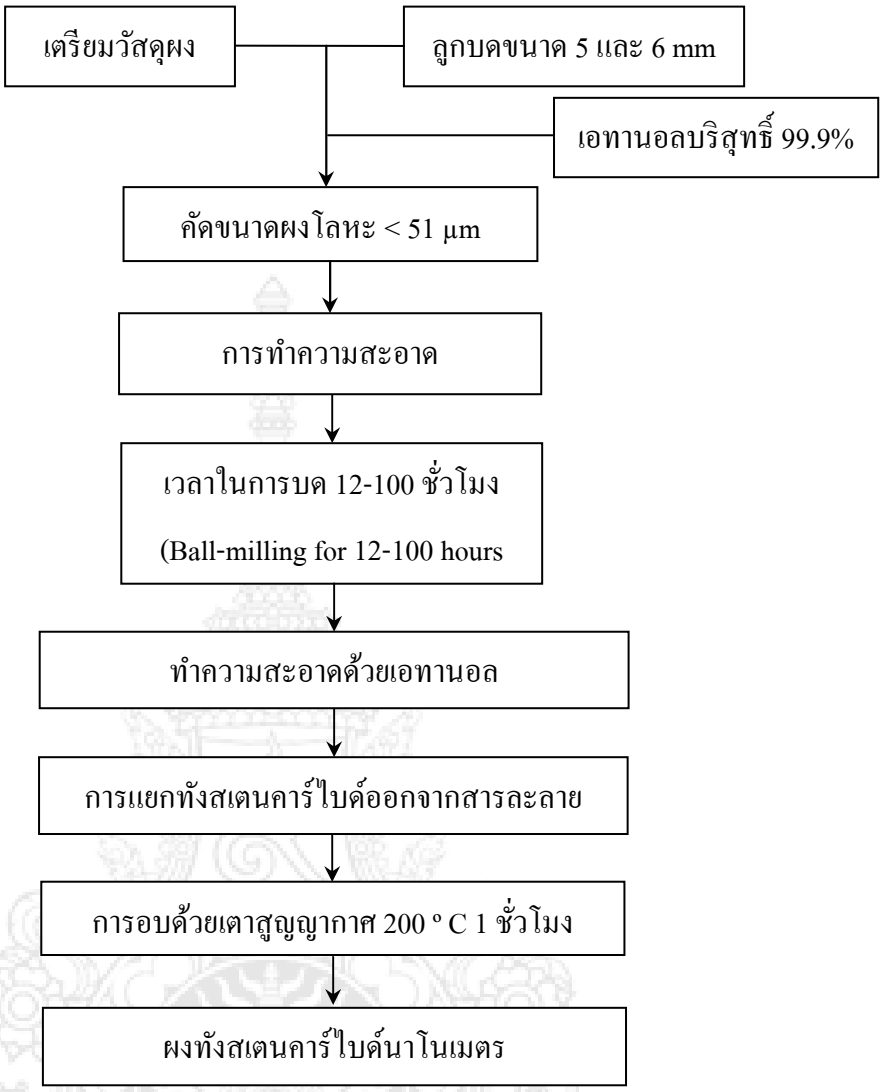
จากผลศึกษากระบวนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตร ด้วยเทคโนโลยีการบดด้วยแบบ Ball Milling จากผลการดำเนินการทดลอง สามารถการกำหนดตัวแปร อิทธิพลที่เหมาะสมในการบด สรุปการตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติด้าน รูปทรงของอนุภาคโลหะผงขนาดนาโนเมตร ผลการตรวจสอบวิเคราะห์ด้านความบริสุทธิ์และปริมาณของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ ผลการวิเคราะห์สมบัติด้านขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคผงนาโนเมตร คุณลักษณะโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรที่เหมาะสมเพื่อการนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ ต่อไป

บทที่ 4

ผลการวิจัย

4.1 บทนำ

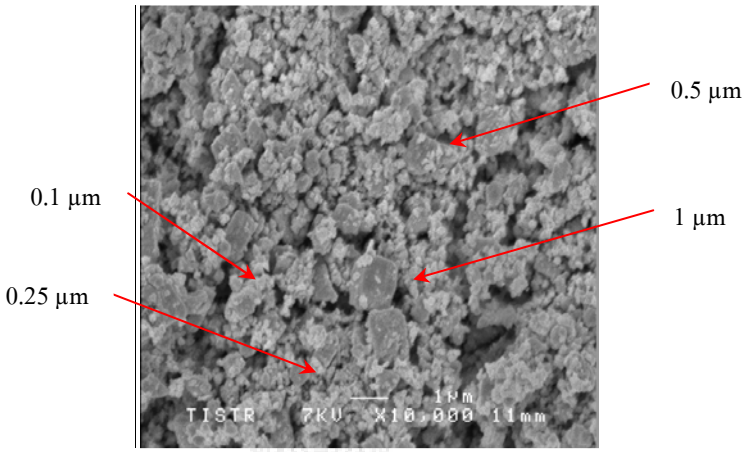
ผลการวิจัยพัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ ขนาดนาโนเมตรจากเศษวัสดุแผ่นมีดตัดชนิดซีเมนต์คาร์ไบด์ ได้ทำการศึกษา กระบวนการผลิตโลหะผง อิทธิพลที่มีผลต่อการผลิตโลหะผงระดับนาโนเมตร ศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ได้แก่ รูปร่าง ขนาด โครงสร้างจุลภาค และตรวจสอบสมบัติของโลหะผง เช่น การวิเคราะห์พื้นผิว และรูปทรงด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscope (TEM) วิเคราะห์หาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคขนาดนาโนเมตร (Particle size and Distribution) การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสารประกอบ (XRD, XRFและ EDX) ที่สามารถกำหนดระดับคุณภาพของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่เหมาะสมเพื่อการนำไปใช้งานด้านการผลิตชิ้นงานโลหะความแข็งสูง ซึ่งจากผลการดำเนินงานวิจัย อธิบายได้ว่ากระบวนการผลิตโลหะผงบริสุทธิ์ขนาดนาโนเมตร จากผงโลหะที่ผ่านการผลิตขึ้นใหม่มีกระบวนการดังนี้ เริ่มต้นด้วยการเตรียมวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ ลูกบดทังสเตนคาร์ไบด์ หม้อบดทังสเตนคาร์ไบด์ และเอทานอล มีสัดส่วนประมาณ 67% ของปริมาตรหม้อบด จากนั้นกำหนดเงื่อนไขสำหรับการบดละเอียด และดำเนินการบดละเอียดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ เมื่อครบกำหนดเวลาตามเงื่อนไขในการทดลอง ให้ทำการคัดแยก ระหว่างโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์และลูกบด จากนั้นนำตะกอนโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ทำความสะอาดด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ แล้วอบแห้งโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โดยผ่านกระบวนการอบแห้งด้วยเตาสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง ขั้นตอนสุดท้ายนำโลหะผงที่ได้จากกระบวนการวิจัยดังกล่าวนี้ ทำการวิเคราะห์คุณลักษณะและสมบัติด้านต่าง ๆ เช่น การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่าง การวิเคราะห์ขนาดและการกระจาย การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสารประกอบ ซึ่งจากกระบวนการวิจัยนี้ สามารถอธิบายถึงการพัฒนาสมบัติของโลหะผงขนาดนาโนเมตร ซึ่งจากผลการดำเนินงานดังกล่าวนี้ แสดงขั้นตอนการผลิตวัสดุผงระดับนาโนเมตร และผลการวิเคราะห์ดังนี้



รูปที่ 4.1 กระบวนการผลิตโลหะผงนาโนเมตร

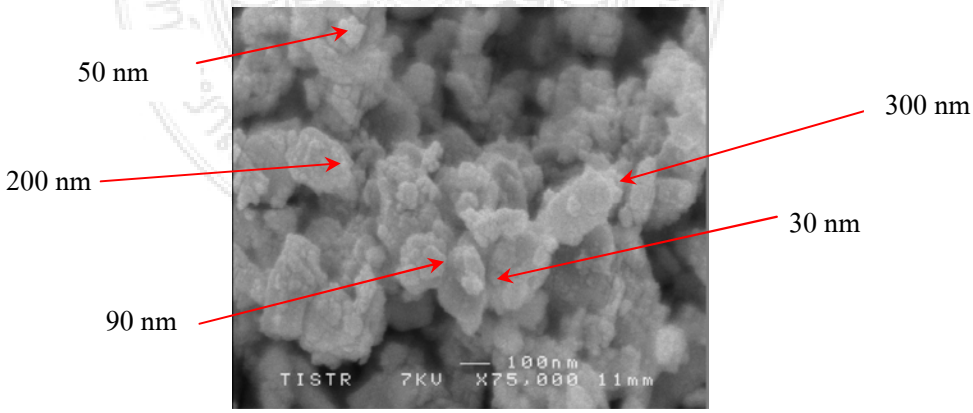
จากรูปที่ 4.1 แสดงขั้นตอนการผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตรจากการดำเนินงานวิจัยอธิบายขั้นตอนการผลิตได้ว่า ขั้นแรก เตรียมวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ ลูกบดขนาด 5 และ 6 มิลลิเมตร เอทานอลบริสุทธิ์ จากนั้นคัดขนาดโลหะผงให้ได้ขนาด <51 ไมครอน ล้างทำความสะอาดผงโลหะด้วยเอทานอล ต่อไปเริ่มทำการบดด้วยเวลา 12-100 ชั่วโมง ขั้นตอนต่อมาทำการคัดแยกทังสเตนคาร์ไบด์ออกจากลูกบดนำตะกอนโคลนที่ได้ล้างด้วยเอทานอล ถัดไปอบแห้งด้วยเตาอบสูญญากาศ ด้วยอุณหภูมิ 200 ºC เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ขั้นตอนสุดท้ายตรวจสอบสมบัติของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์

4.2 ผลทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope) (SEM)



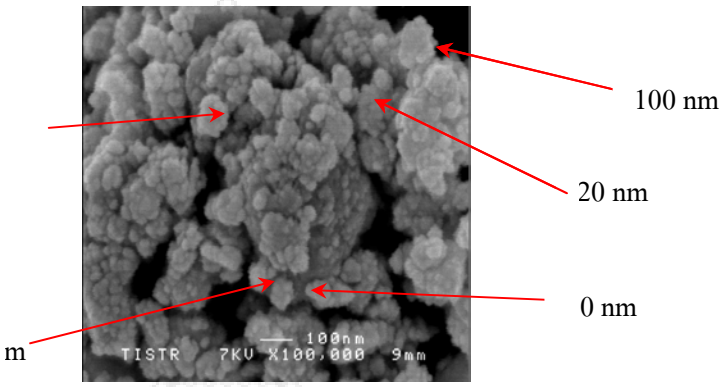
รูปที่ 4.2 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 12 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูปที่ 4.2 เป็นผลการตรวจสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ผ่านการบดเป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยใช้ใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วย SEM ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ปรากฏว่า อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.10-1.00 µm โดยมีขนาดอนุภาคระหว่าง 0.25-0.5µm ลักษณะรูปร่างของผงโลหะเป็นแบบมน



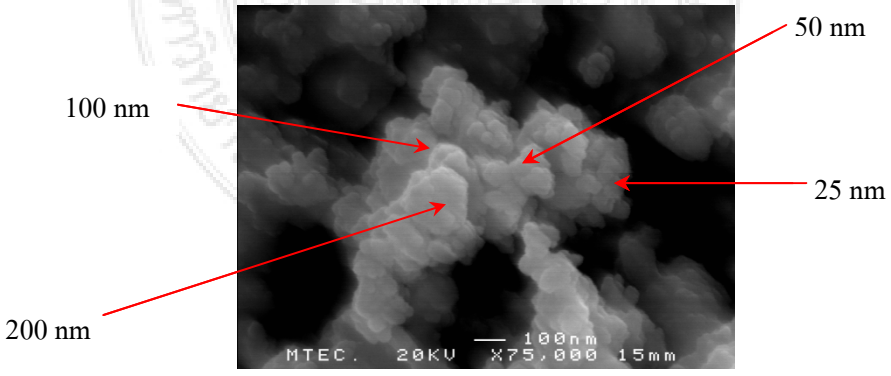
รูปที่ 4.3 แสดงผล SEM ของการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 24 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 75,000 เท่า

จากรูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ผ่านการบด 24 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 75,000 เท่า ปรากฏว่า โลหะผงมีขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 30 nm ขนาดใหญ่สุดประมาณ 300 nm พิจารณาโดยรวมแล้วโลหะผงมีขนาดอนุภาคระหว่าง 90-200 nm



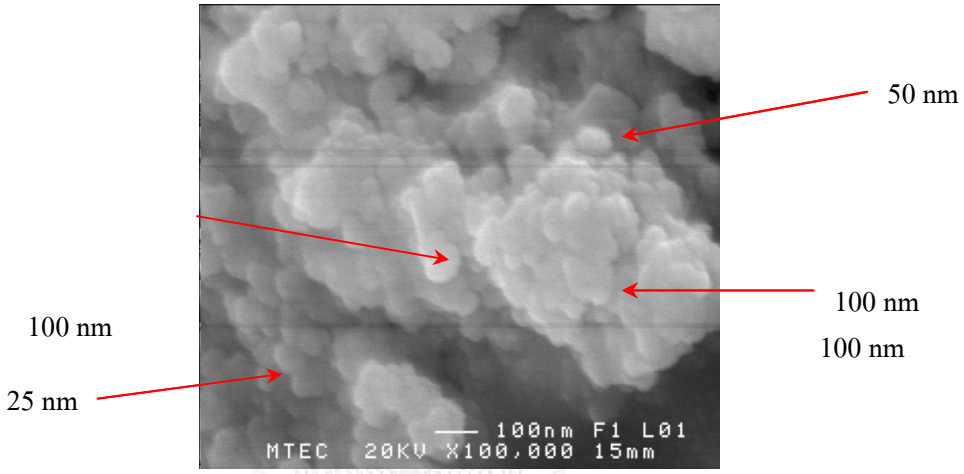
รูปที่ 4.4 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 36 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.4 แสดงผลการตรวจ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 36 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ปรากฏว่า โลหะผงมีขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 10 nm ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 100 nm พิจารณาโดยรวมพบว่าโลหะผงมีขนาดอนุภาคระหว่าง 20-80 nm



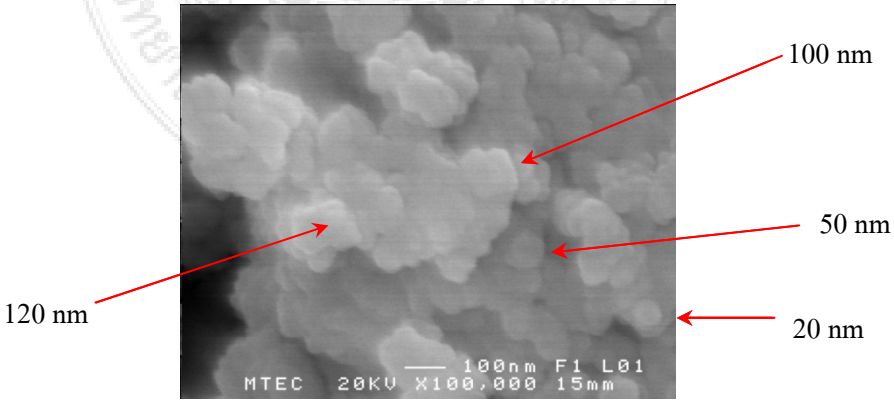
รูปที่ 4.5 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.5 แสดงผลการตรวจ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 75,000 เท่า ปรากฏว่า โลหะผงมีอนุภาคขนาดเล็กสุดประมาณ 20 nm ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 200 nm พิจารณาโดยรวมพบว่าโลหะผงมีขนาดระหว่าง 50-100 nm



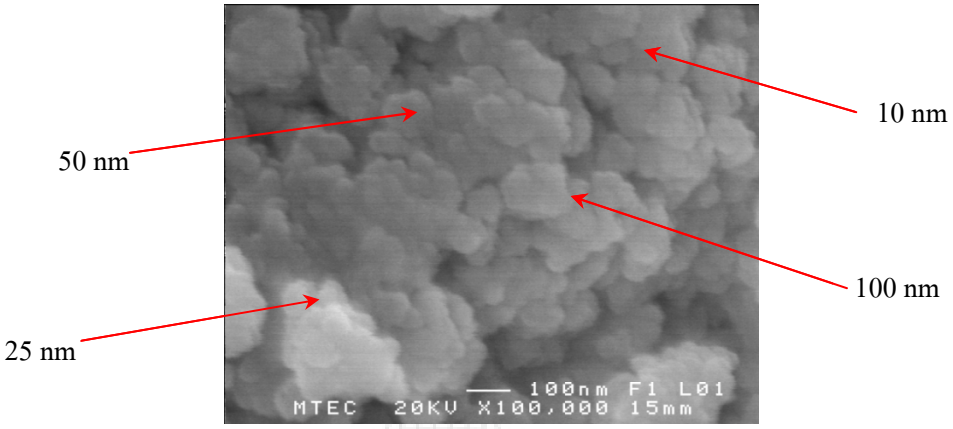
รูปที่ 4.6 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 60 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.6 แสดงผลการตรวจ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 60 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ปรากฏว่า โลหะผงมีขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 25 nm ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 100 nm พิจารณาโดยรวมแพบว่าโลหะผงมีขนาดอนุภาคระหว่าง 50-70 nm



รูปที่ 4.7 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 80 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.7 แสดงผลการตรวจ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 80 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 75,000 เท่า ปรากฏว่า โลหะผงมีขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 25 nm ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 120 nm พิจารณาโดยรวมแล้วพบว่าโลหะผงมีขนาดอนุภาคระหว่าง 50-100 nm



รูปที่ 4.8 แสดงผล SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 100 ชั่วโมง กำลังขยาย 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.8 แสดงผลการตรวจสอบ SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โดยผ่านการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงมีขนาดอนุภาคเล็กสุดประมาณ 20 nm ใหญ่สุดประมาณ 100 นาโนเมตร เมื่อพิจารณาโดยรวมพบว่าโลหะผงมีขนาดอนุภาคระหว่าง 25-100 nm

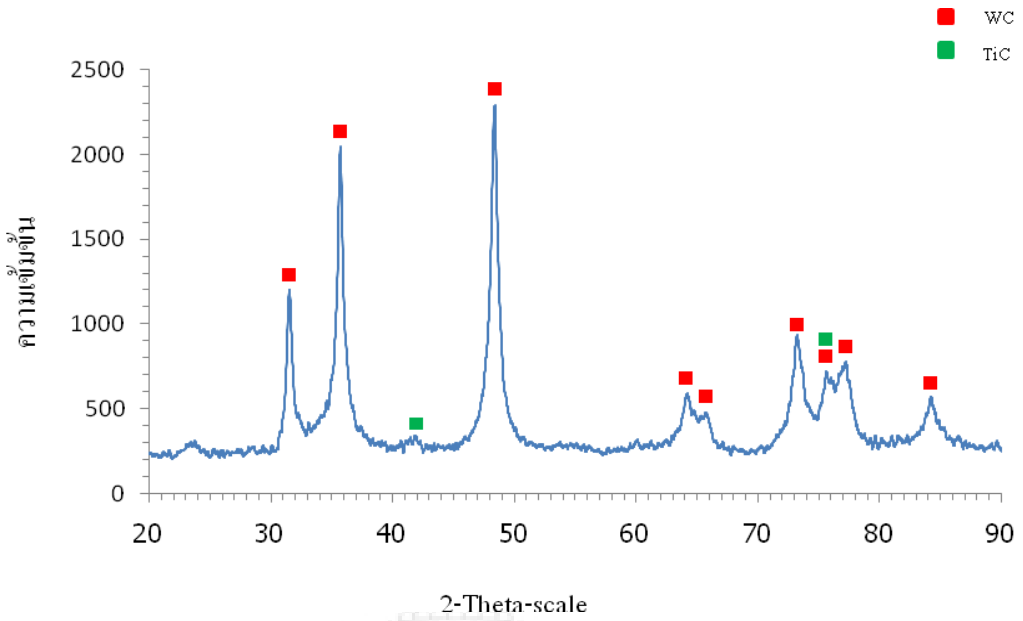
4.3 ผลทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

จากการวิเคราะห์เพื่อศึกษาองค์ประกอบของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ องค์ประกอบที่มีความเป็นไปได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

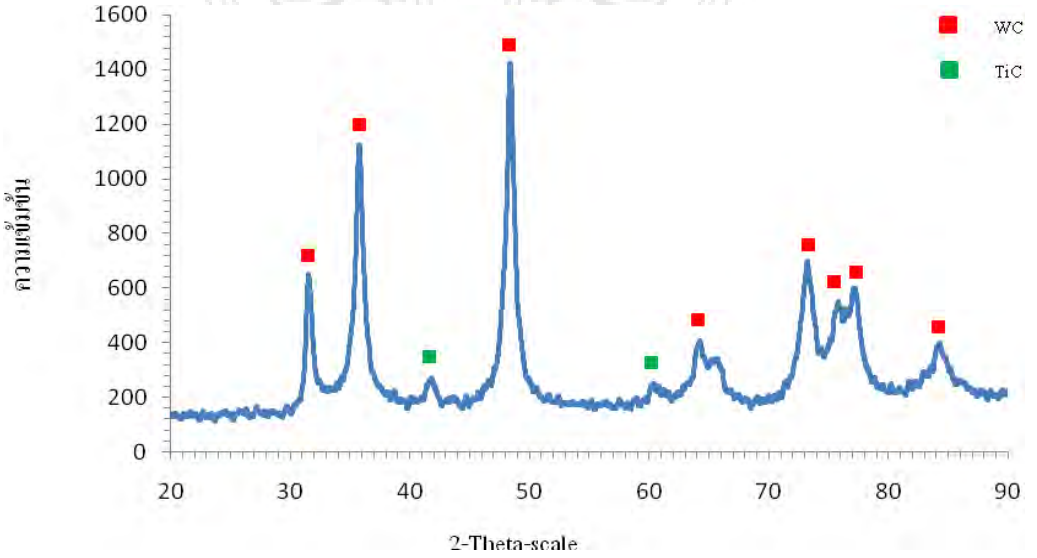
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบที่มีความเป็นไปได้ในโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ตัวอย่าง

ตัวอย่าง	องค์ประกอบที่มีความเป็นไปได้ในตัวอย่าง [JCPDS NO.]
โลหะผงที่ผ่านการบด 12 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc –C
โลหะผงที่ผ่านการบด 24 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc – Tic
โลหะผงที่ผ่านการบด 36 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc – Tic
โลหะผงที่ผ่านการบด 48 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc – Tic
โลหะผงที่ผ่านการบด 60 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc-3C-Sic
โลหะผงที่ผ่านการบด 80 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc-3C-Sic
โลหะผงที่ผ่านการบด 100 ชั่วโมง	Qusongite – WC
	Moissanitc-3C-Sic

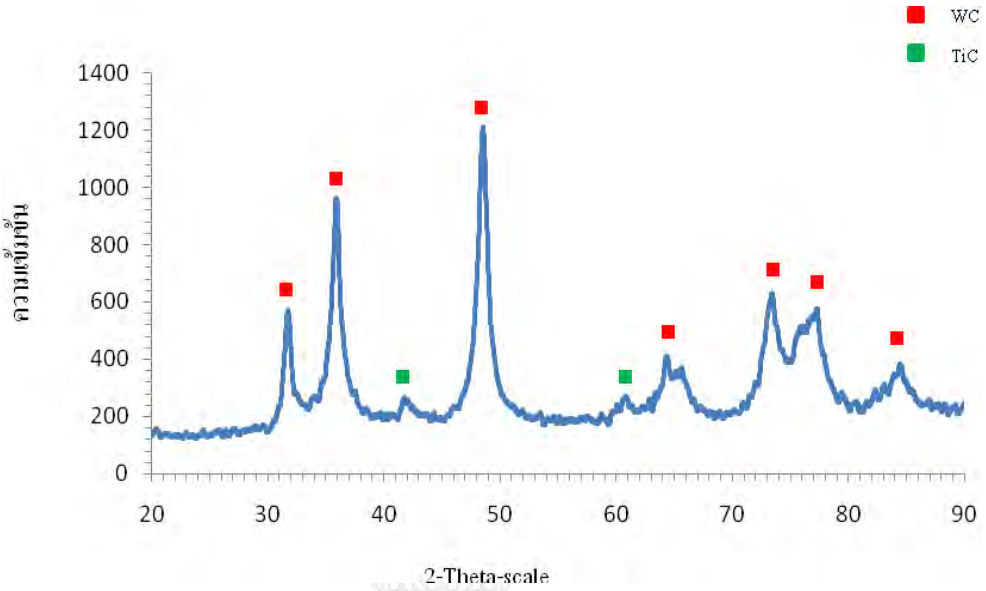
จากตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่า โลหะผงที่มีความเป็นได้ประกอบด้วย ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) คาร์บอน (C) และ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sic) และไทเทเนียมคาร์ไบด์ ดังแสดงผลการตรวจสอบไว้ด้วย รูปที่ 4.8 และ 4.13



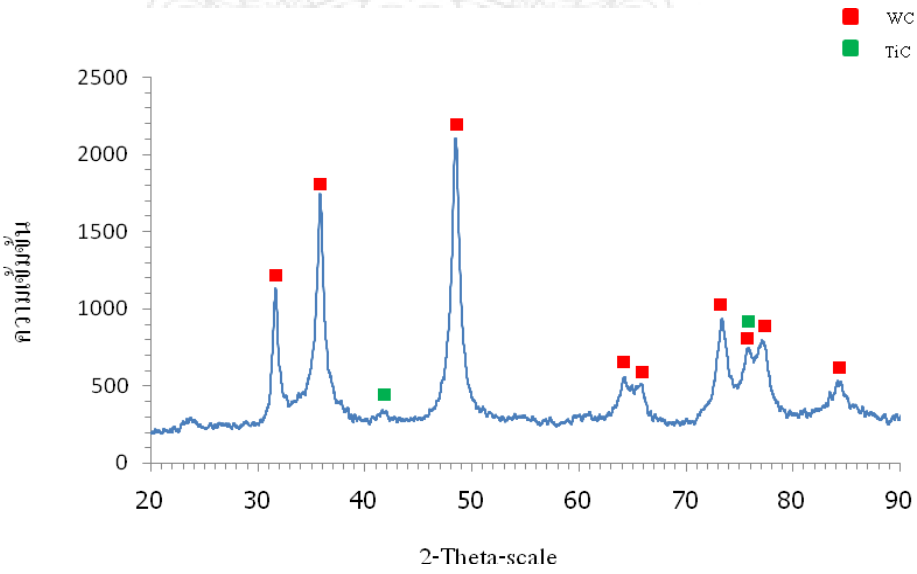
รูปที่ 4.9 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบBall Milling ที่เวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ 4.10 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 24 ชั่วโมง

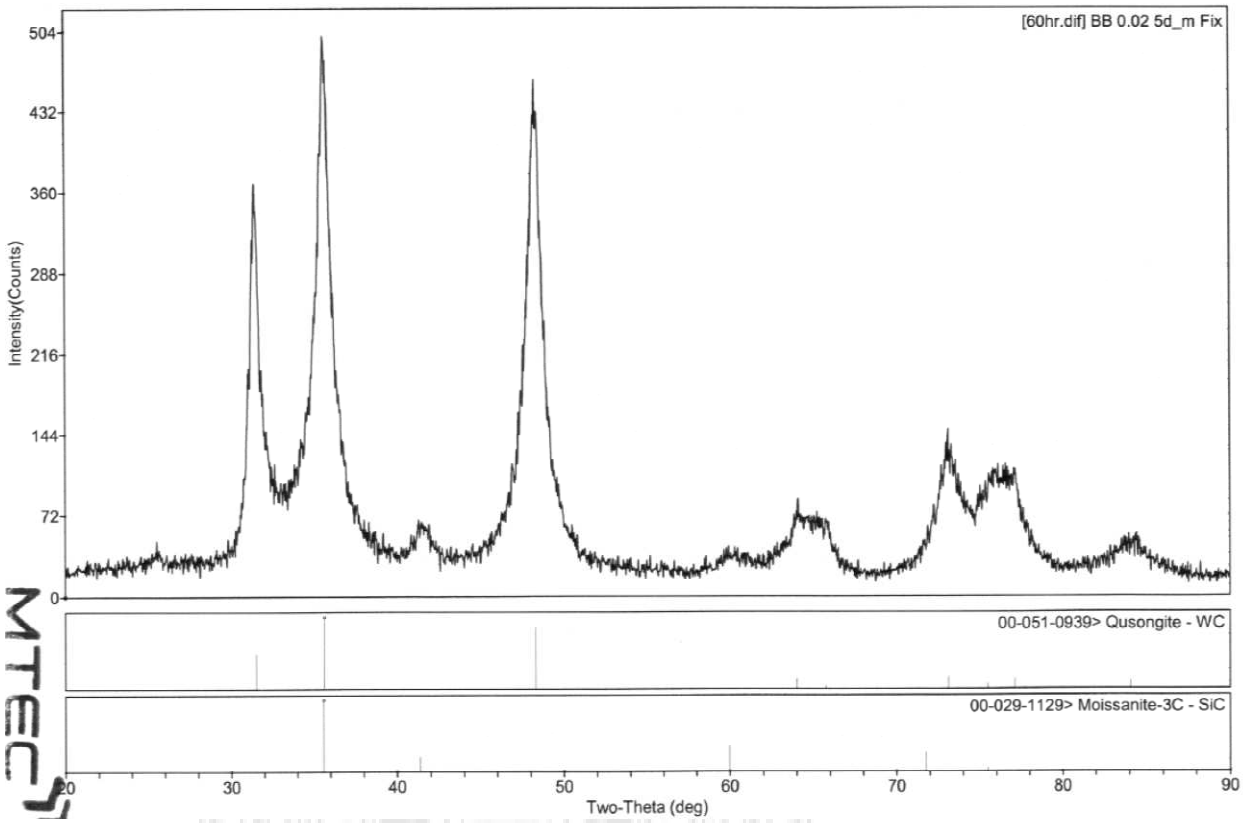


รูปที่ 4.11 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 36 ชั่วโมง



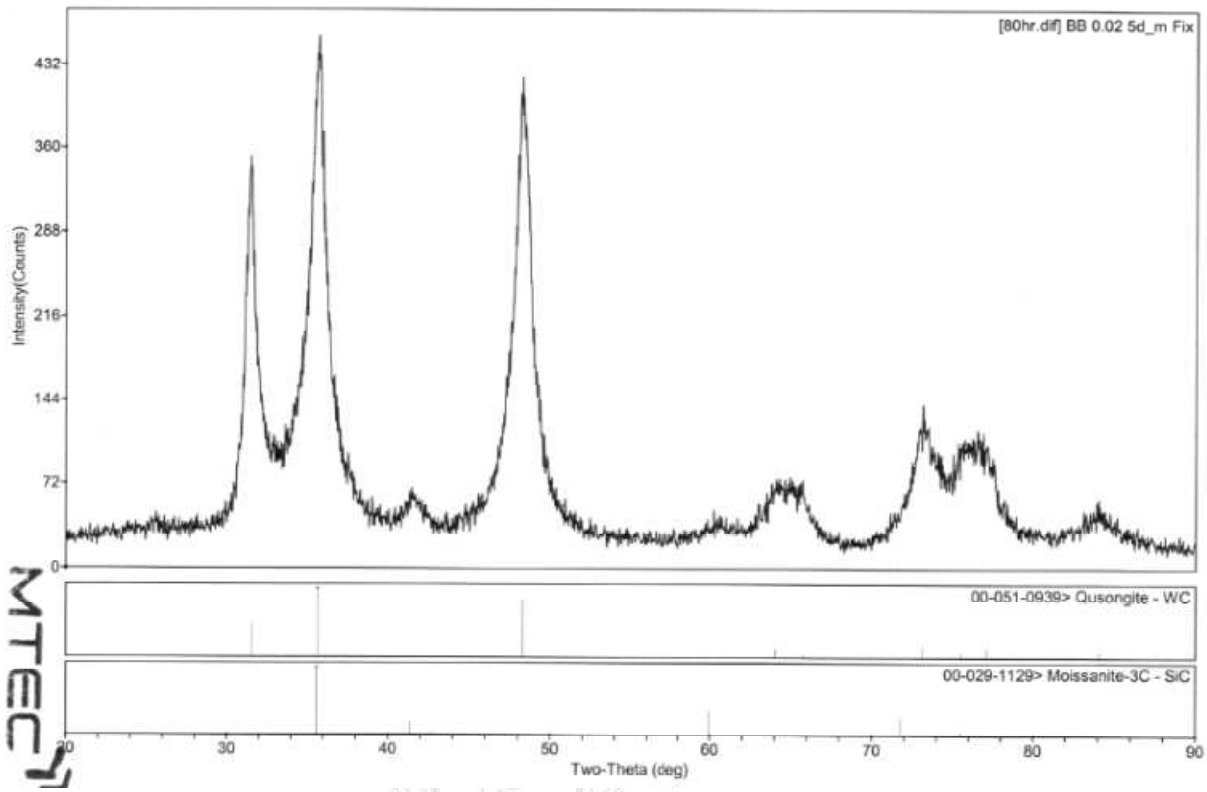
รูปที่ 4.12 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 48 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.9 – 4.12 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในตัวอย่างชิ้นงานโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ พบว่าองค์ประกอบของธาตุที่พบเป็น ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) ไทเทเนียมคาร์ไบด์ (Tic)



รูปที่ 4.13 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 60 ชั่วโมง

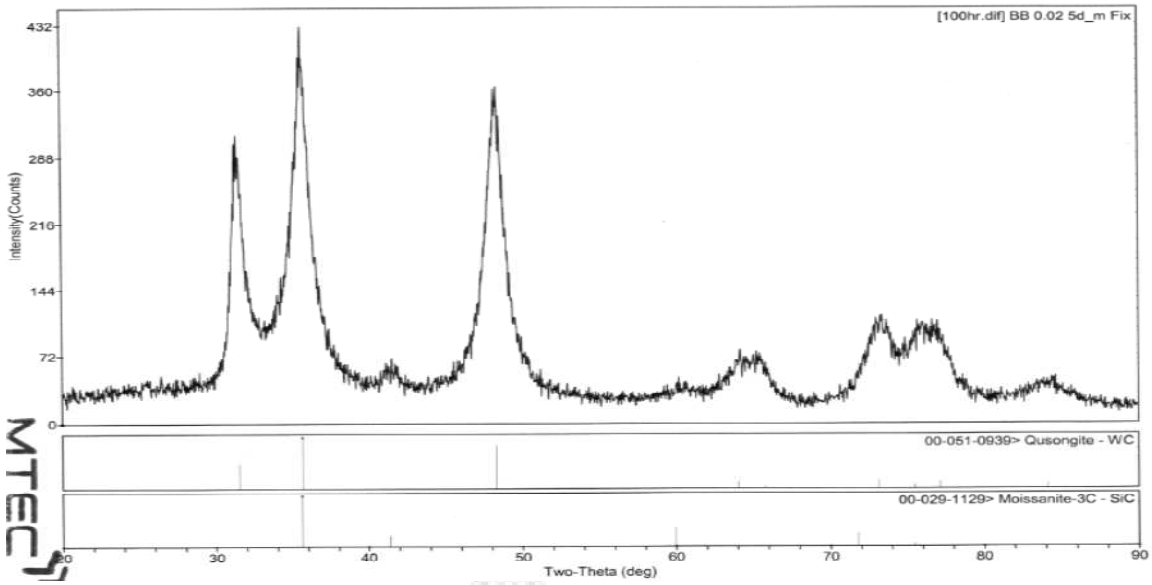
จากรูปที่ 4.13 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ พบว่า โลหะผงที่มีความเป็นได้คือ ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) เป็นส่วนใหญ่ และมีซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sic) ผสมเล็กน้อย



รูปที่ 4.14 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 80 ชั่วโมง

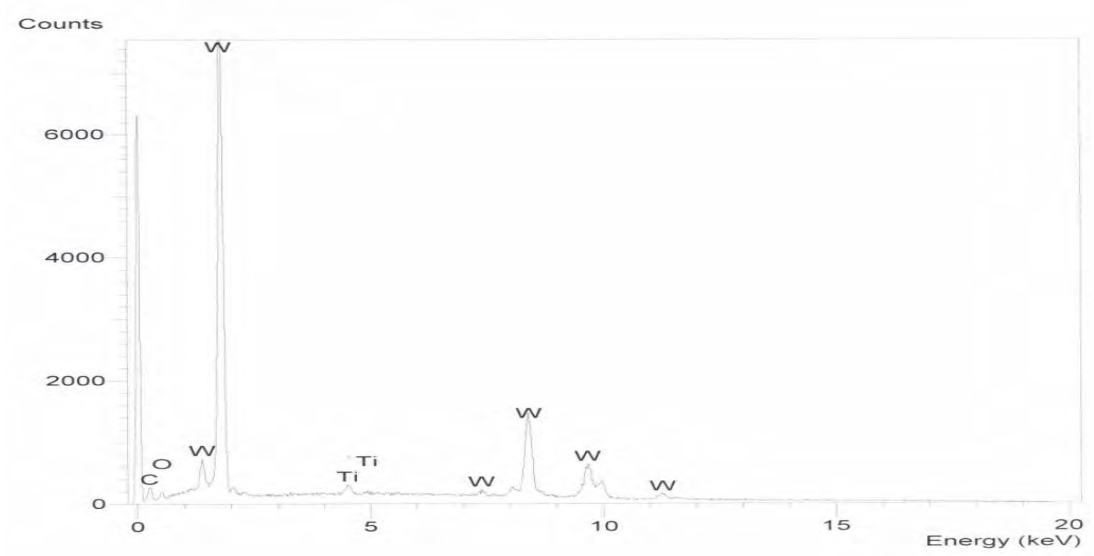
จากรูปที่ 4.14 แสดงผลการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ พบว่า ธาตุที่มีความเป็นได้ในสารตัวอย่างคือ ธาตุทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) เป็นองค์ประกอบหลักและมีธาตุซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sic)ผสมเล็กน้อย

จากรูปที่ 4.15 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่คือ ธาตุทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) เป็นองค์ประกอบหลักและมีธาตุซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sic) ผสมเล็กน้อย



รูปที่ 4.15 แสดงผล XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบดแบบ Ball Milling ที่เวลา 100 ชั่วโมง

4.4 ผลการทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค EDX และ XRF



รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ด้วยเทคนิค EDX

จากรูปที่ 4.16 แสดงผลการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ ด้วยเทคนิค EDX จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า ธาตุเป็นองค์ประกอบหลักส่วนใหญ่เป็นทังสเตน (W) และมีธาตุอื่นผสม เช่น ไทเทเนียม (Ti) คาร์บอน (C) และออกซิเจน (O)

ตารางที่ 4.2 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการสลายด้วยเครื่องสลายเศษซีเมนต์คาร์ไบด์

องค์ประกอบทางเคมี	**ปริมาณ, ร้อยละโดยน้ำหนัก**
S	0.06
Ti	4.90
Fe	0.02
Zr	0.06
Nb	1.31
Mo	0.93
Ta	3.56
W	89.17

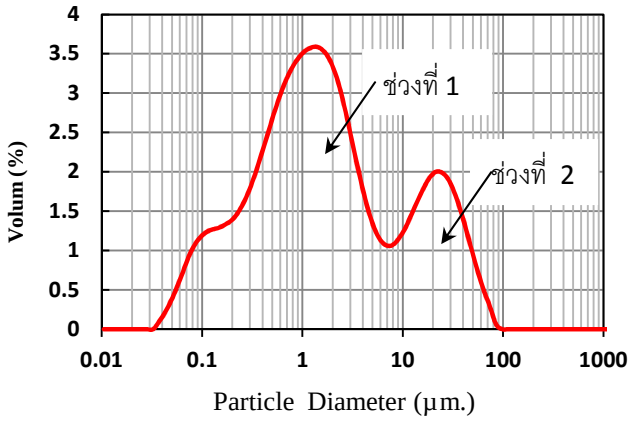
จากตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณส่วนผสมทางเคมีของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ปรากฏว่าผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการย่อยสลายเป็นเวลา 48 ชั่วโมง องค์ประกอบที่พบเป็นธาตุทังสเตน (W) 89.17% และมีธาตุอื่นๆ ประกอบ เช่น ไทเทเนียม (Ti) 4.90% แทนทาลัม (Ta) 3.56% และไนโอเบียม (Nb) 1.31% เป็นต้น

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลที่ผ่านการบดด้วยเวลา 40 ชั่วโมง

องค์ประกอบทางเคมี	**ปริมาณ, ร้อยละโดยน้ำหนัก**
Al	0.01
Si	0.09
Cl	0.21
Ti	1.19
Cr	0.05
Fe	0.06
Co	0.04
Ni	0.06
Cu	0.05
Nb	0.32
Mo	0.02
Ta	1.71
W	95.85
Pb	0.33

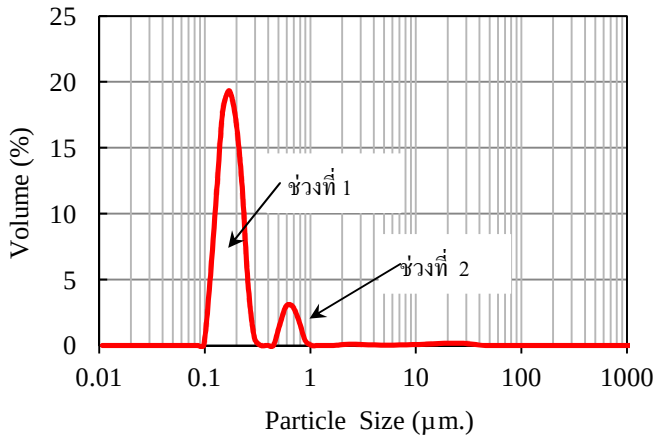
ตารางที่ 4.3 ผลการทดสอบปรากฏว่าความบริสุทธิ์ของผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการการบดลดขนาดเป็นเวลา 40 ชั่วโมง องค์ประกอบที่พบอธิบายได้ว่าหลังการบดพบว่าความบริสุทธิ์ของธาตุทังสเตน (W) มีความบริสุทธิ์อยู่ที่ 95.85% และมีธาตุอื่น เช่น ไทเทเนียม 1.19% แทนทาลัม 1.71% และไนโอเบียม 0.32% เป็นต้น

4.5 การตรวจสอบขนาดการกระจายของอนุภาคโลหะผง



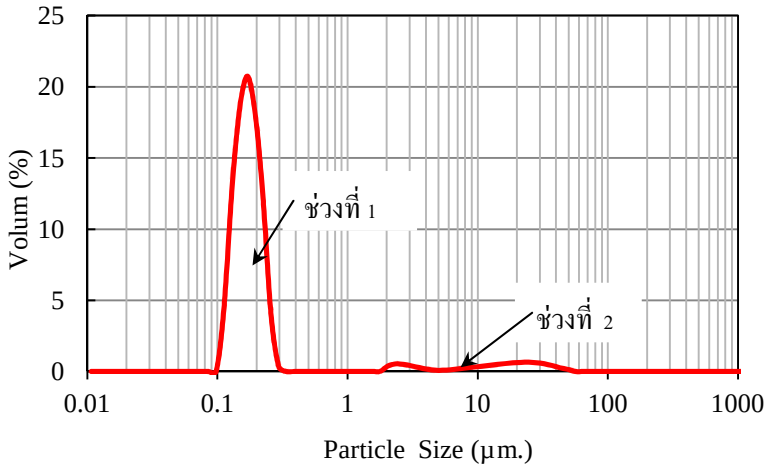
รูปที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC)

จากรูปที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายของอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ จากการวิเคราะห์นุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.03 -90 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.03 µm (30 nm) ขนาดอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 95 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.4-3 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 7-90 µm อนุภาคเล็กสุดขนาดประมาณ 7 µm ใหญ่สุดขนาดประมาณ 90 µm และเมื่อพิจาณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 15-50 µm



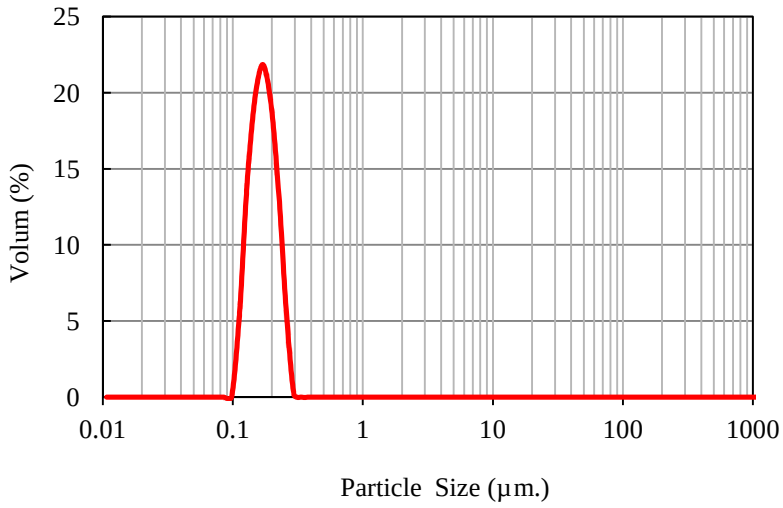
รูปที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 12 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.18 แสดงผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ จากการวิเคราะห์อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 0.1 -1 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.1 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 0.3 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ระหว่าง 0.15-0.25 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 0.45-0.95 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.45 µm ใหญ่สุดประมาณ 0.95 µm และเมื่อพิจาณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.5-0.7 µm



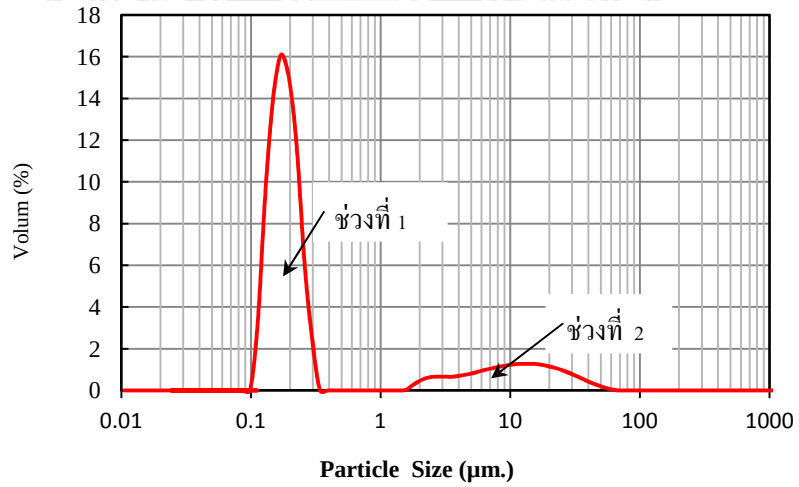
รูปที่ 4.19 ผลการตรวจสอบขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 24 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.19 แสดงผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ จากการวิเคราะห์อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 0.1-40 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.1 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 0.3 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.25 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 0.2-0.4 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.2 µm ใหญ่สุดประมาณ 0.4 µm และเมื่อพิจาณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 10-40 µm



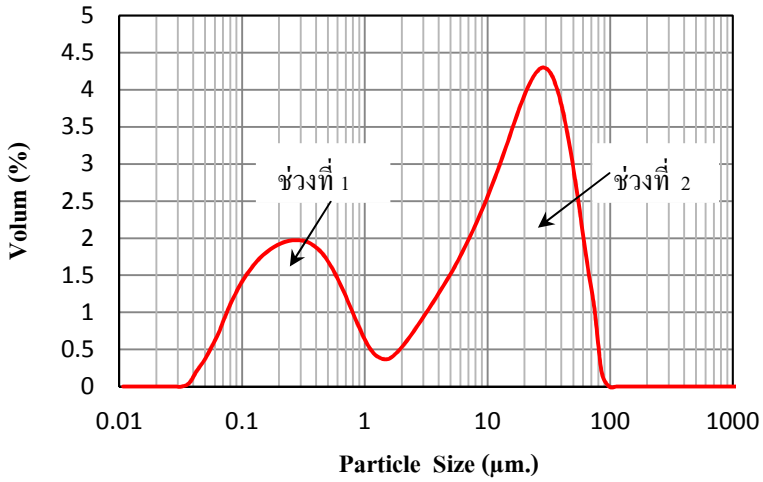
รูปที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 36 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.20 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ จากการวิเคราะห์อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.1-0.3 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.1 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 0.3 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.25 µm



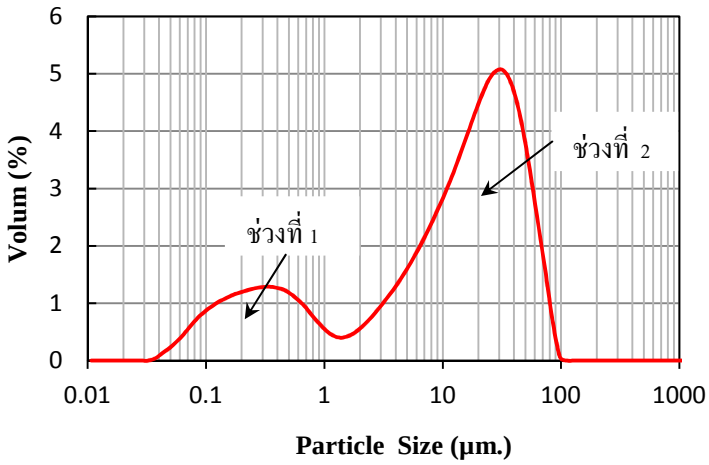
รูปที่ 4.21 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 48 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.21 แสดงผลการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดด้วยเวลา 48 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า อนุภาคโลหะมีขนาดระหว่าง 0.1-50 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 0.1-0.35 อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.1 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 35 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.25 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงอยู่ระหว่าง 1.8-50 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 1.8 µm ใหญ่สุดประมาณ 50 µm และเมื่อพิจาณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 4-40 µm



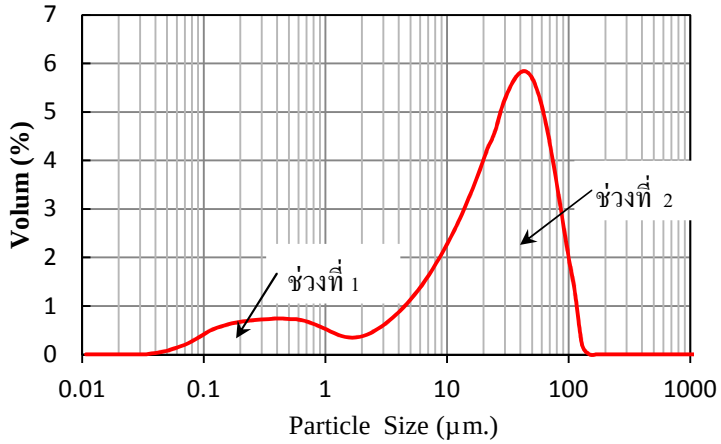
รูปที่ 4.22 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 60 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.22 แสดงผลการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดด้วยเวลา 48 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า อนุภาคโลหะมีขนาดระหว่าง 0.035-100 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.035-1.5 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.035 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 1.5 µm พิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.08-0.7 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 1.5-100 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 1.5 µm ใหญ่สุดประมาณ 100 µm พิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคโลหะผงส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 10-60 µm



รูปที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายตัวโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 80 ชั่วโมง

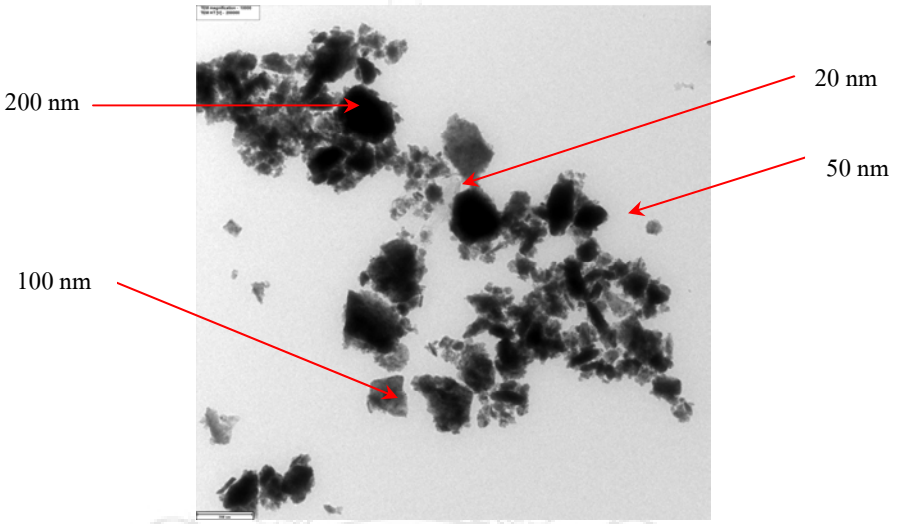
จากรูปที่ 4.23 แสดงผลการวิเคราะห์โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.04 -1.4 µm ช่วงที่ 1 อนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.04-1.4 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.04 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 1.4 µm พิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.08-0.9 µm ช่วงที่ 2 อนุภาคโลหะผงอนุภาคเล็กสุดประมาณ 1.5 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 100 µm พิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 15-70 µm



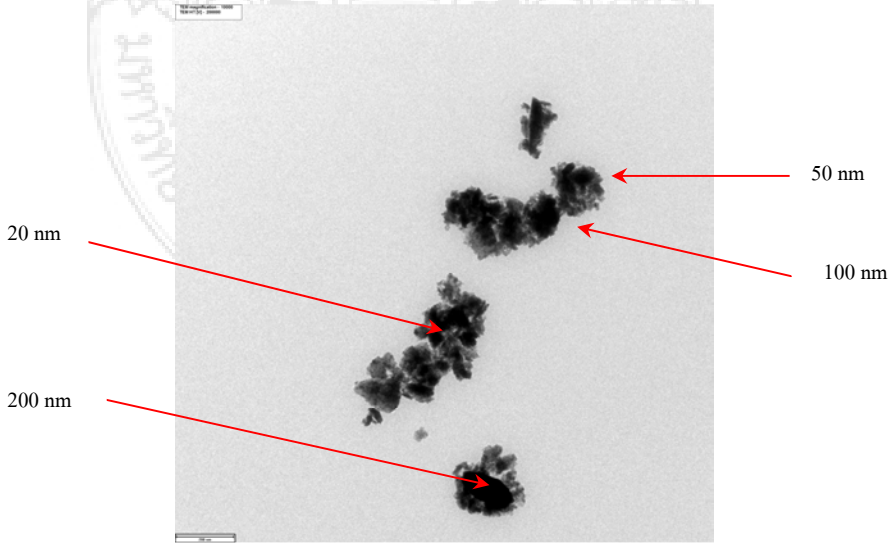
รูปที่ 4.24 ผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) หลังบด 100 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.24 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดการกระจายอนุภาคโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าอนุภาคโลหะผงมีขนาดระหว่าง 0.028-150 µm อนุภาคเล็กสุดประมาณ 0.028 µm และอนุภาคใหญ่สุดประมาณ 150 µm เมื่อพิจารณาแล้วปรากฏว่าอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 20-70 µm

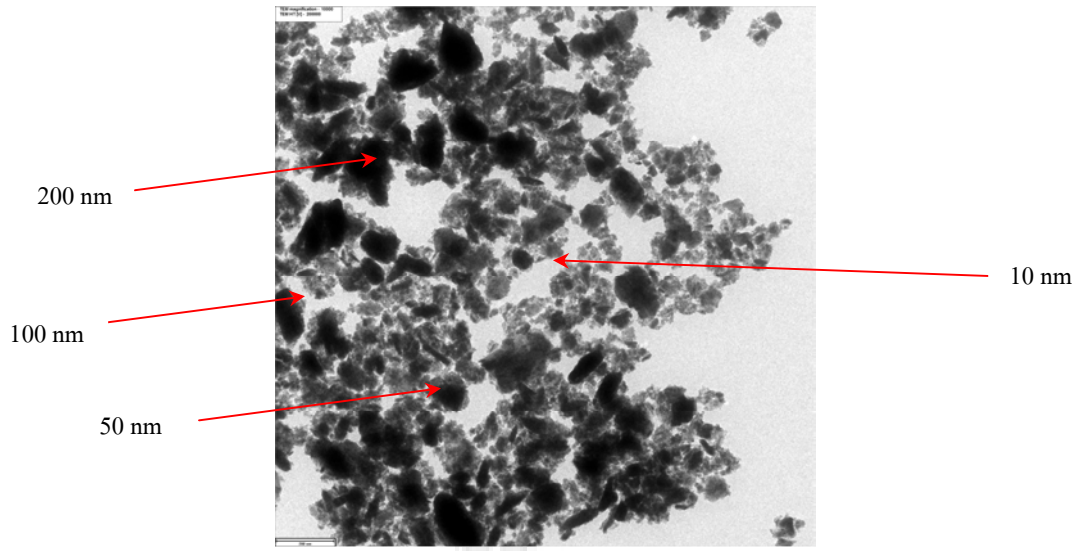
4.6 อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission Electron Microscope, TEM)



รูปที่ 4.25 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 60 ชั่วโมง



รูปที่ 4.26 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 80 ชั่วโมง



รูปที่ 4.27 แสดงผล TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผ่านการบด 100 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.25 แสดงผลการวิเคราะห์ TEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผ่านการบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 10 นาโนเมตร ใหญ่สุดประมาณ 200 นาโนเมตร เมื่อพิจารณาโดยรวมโลหะผงมีขนาดระหว่าง 50-100 นาโนเมตร

จากรูปที่ 4.26 แสดงผลการตรวจสอบ TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โดยผ่านการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 20 นาโนเมตร ใหญ่สุดประมาณ 200 นาโนเมตร เมื่อพิจารณาโดยรวมโลหะผงมีขนาดระหว่าง 50-100 นาโนเมตร

จากรูปที่ 4.27 แสดงผลการตรวจสอบ TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ โดยผ่านการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ปรากฏว่า โลหะผงขนาดเล็กสุดประมาณ 20 นาโนเมตร ใหญ่สุดประมาณ 200 นาโนเมตร เมื่อพิจารณาโดยรวมโลหะผงมีขนาดระหว่าง 50-100 นาโนเมตร

4.7 การอภิปรายผลการทดลอง

ผลการวิจัยปรากฏว่าโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานที่ใช้ในอุตสาหกรรมโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ระดับนาโนเมตรมีสมบัติต่างๆ ดังนี้

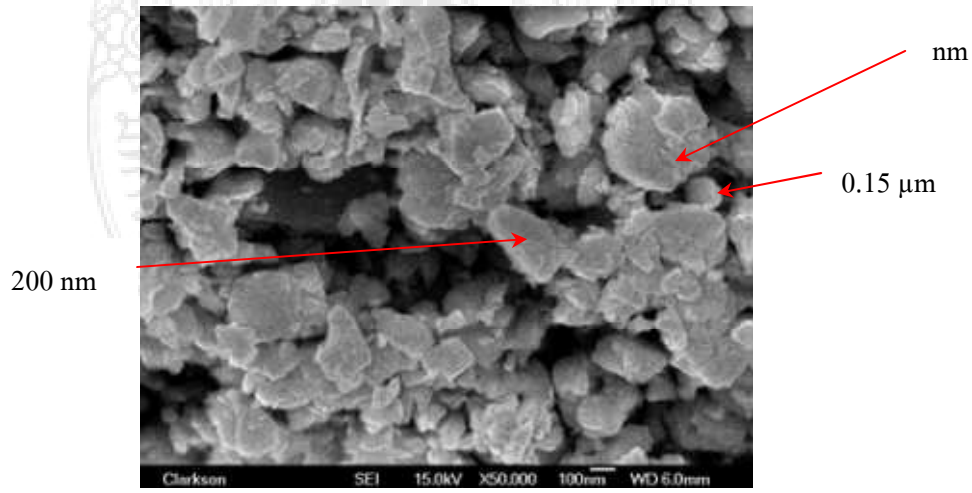
ตารางที่ 4.4 สมบัติของผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานบริษัท Inframat Corporaion และโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่

ผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐาน		ผงทังสเตนคาร์ไบด์ผลิตขึ้นใหม่	
ขนาดอนุภาค (SEM)	0.2 µm, 0.4µm, 0.6µm	ขนาดอนุภาค (SEM)	0.01 -0.30 µm
คาร์บอนรวม, %	6.12±0.05	คาร์บอนรวม, %	ไม่ได้วิเคราะห์
คาร์บอนฟรี, %	< 0.1	คาร์บอนฟรี, %	ไม่ได้วิเคราะห์
Phase (XRD)	WC	Phase (XRD)	WC

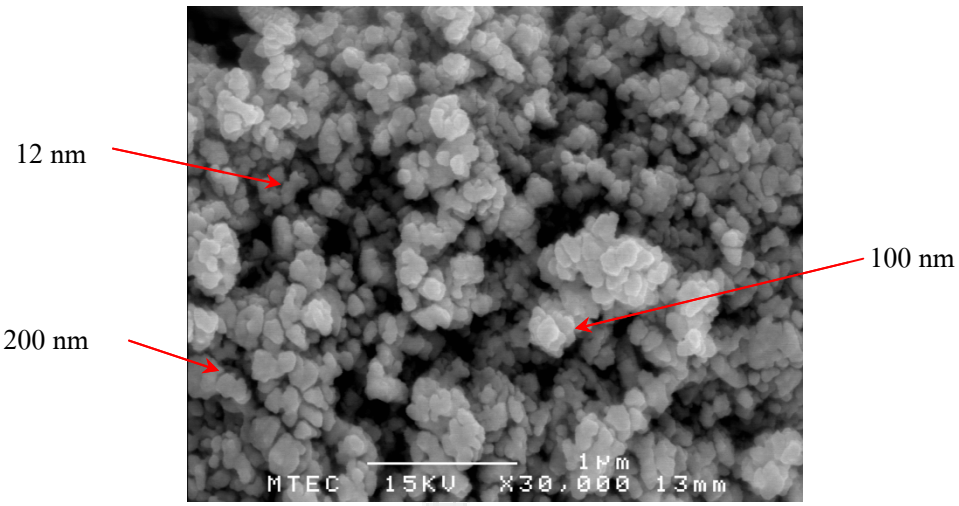
จากตารางที่ 4.4 แสดงสมบัติของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐาน และโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ผลิตขึ้นใหม่ ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้

ผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานขนาดอนุภาค (SEM) อยู่ระหว่าง 0.2-0.6 µm หลังตรวจสอบด้วย XRD เป็น WC Phase

ส่วนผงทังสเตนคาร์ไบด์ผลิตขึ้นใหม่ขนาดอนุภาค (SEM) อยู่ระหว่าง 0.01 nm - 0.30 µm จากการเปรียบเทียบปรากฏว่าขนาดอนุภาคผงทังสเตนผลิตขึ้นใหม่เทียบท่าตามมาตรฐานโลหะผงของบริษัท Inframat Corporaion



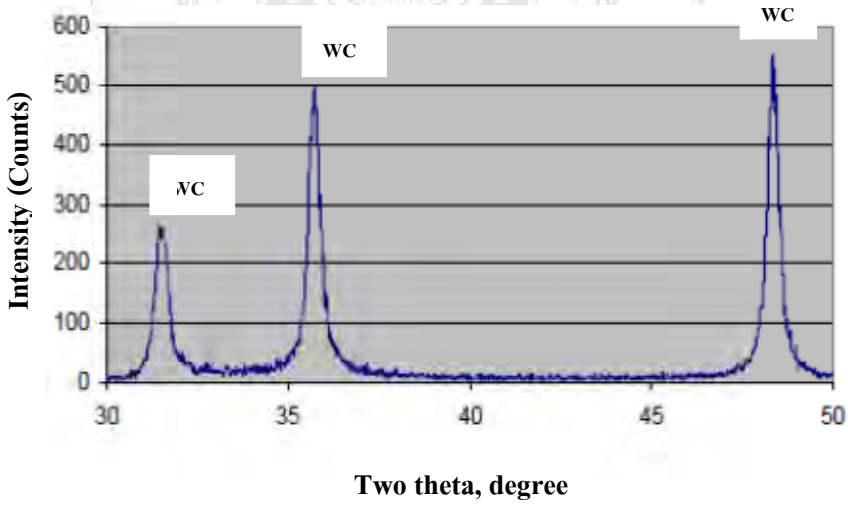
รูปที่ 4.28 Higher magnification of with WC grains in the order of 0.15-0.2 µm [32]



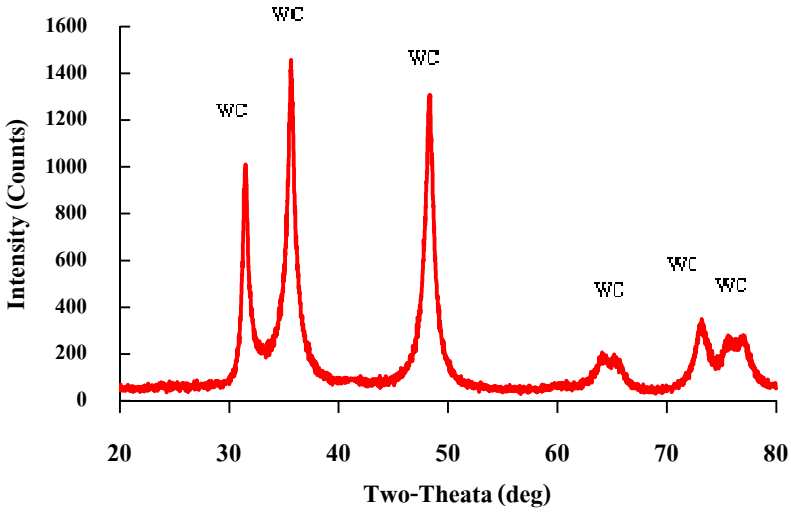
รูปที่ 2.29 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่โดยผ่านการบดด้วยเวลา 40 ชั่วโมง

จากรูปที่ 2.28 และ 2.29 แสดงการทดสอบโครงสร้างจุลภาค ลักษณะรูปร่าง โดยผงโลหะมาตรฐานขนาดอนุภาคระหว่าง 0.15-0.2 μm ลักษณะการเรียงตัวระหว่างอนุภาคเป็นกระจายตัวแบบไม่สม่ำเสมอ รูปร่างเป็นทรงเรขาคณิต ขนาดประมาณ 0.01-0.30 μm

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดอนุภาคระหว่าง 12-200 nm โดยส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 100 nm การกระจายสม่ำเสมอ ลักษณะส่วนใหญ่ค่อนข้างกลม ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าผงโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ผลิตขึ้นใหม่ส่วนใหญ่มีขนาดเล็กกว่าผงมาตรฐานและมีความกลมมากขึ้น



รูปที่ 2.30 X-ray diffraction analysis showing the WC crystalline phase [32]



รูปที่ 2.31 XRD โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลหลังบด 40 ชั่วโมง

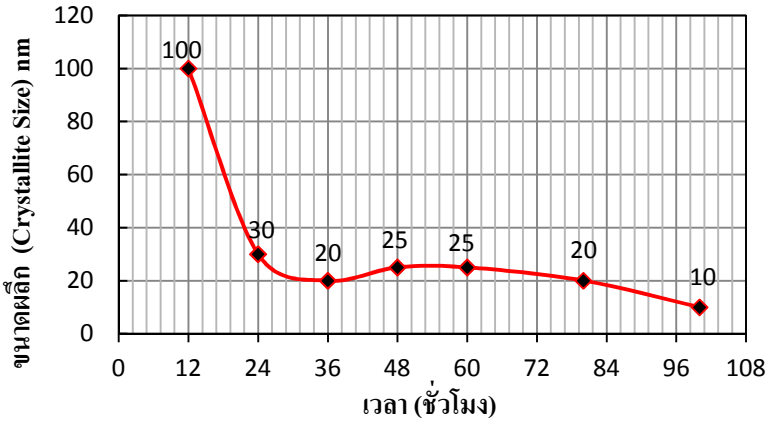
รูปที่ 2.30 และรูปที่ 2.31 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานของบริษัท Inframat Corporation ปรากฏว่าเฟสของธาตุที่พบเป็นทังสเตนคาร์ไบด์

รูปที่ 2.31 ผล XRD โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์รีไซเคิลผ่านการบดแบบ Ball Milling เป็นเวลา 40 ชั่วโมง พบว่าเฟสที่พบเป็นทังสเตนคาร์ไบด์

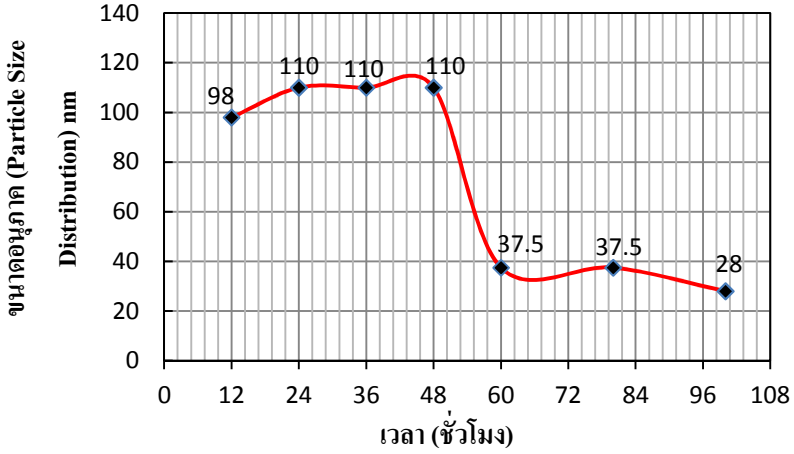
จากการเปรียบเทียบระหว่างโลหะผงมาตรฐานกับโลหะผงรีไซเคิลปรากฏว่าลักษณะที่พบเป็นเฟสของธาตุทังสเตนคาร์ไบด์เหมือนกันที่องศาอิสระประมาณ 32°, 36°, 48°

4.8 สรุปผลการทดลอง

การดำเนินงานทดลองผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) ขนาดนาโนเมตร จากผงโลหะที่ผลิตขึ้นใหม่ สามารถผลิตโลหะผงขนาดนาโนเมตร โดยผ่านกระบวนการซึ่งประกอบด้วย การเตรียมวัสดุผง ลูกบด และสารช่วยบด แล้วบดด้วยความเร็วรอบประมาณ 300 รอบต่อนาที ด้วยเวลา 100 ชั่วโมง จากนั้นคัดแยกโลหะผงและลูกบดออกจากกัน แล้วนำโลหะผงที่ได้อบด้วยเตาสูญญากาศและทำการวิเคราะห์สมบัติของโลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่เช่น รูปร่าง โครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี เป็นต้น



รูปที่ 4.32 ขนาดอนุภาคหลังการตรวจ SEM ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ที่ผ่านการบดด้วยเวลาระหว่าง 12-100 ชั่วโมง



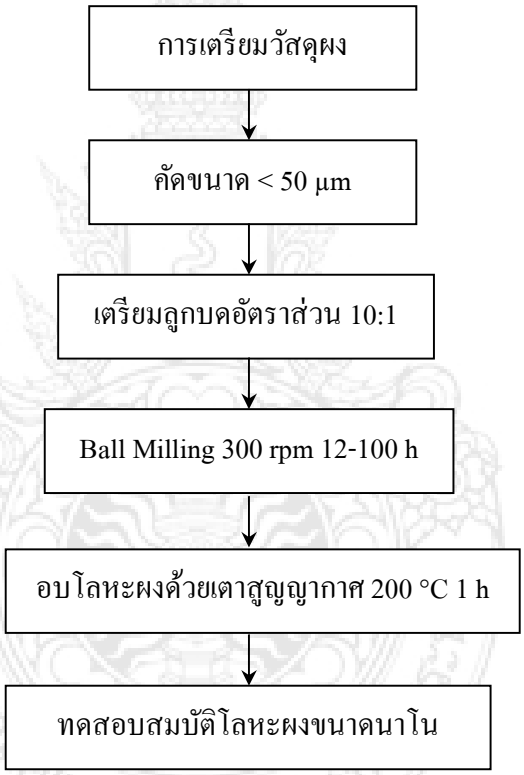
รูปที่ 4.33 ขนาดอนุภาคหลังการตรวจ PSD ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ที่ผ่านการบดด้วยเวลาระหว่าง 12-100 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.32-4.33 แสดงขนาดผลึกของโลหะผงที่ผ่านการวิเคราะห์ด้วยวิธี Scanning Electron Microscope (SEM) ปรากฏว่า ขนาดผลึกที่ผ่านการบดด้วยเวลา 12 h มีขนาดประมาณ 100 nm ผ่านการบดที่ 60 h มีขนาด 25 nm และผลึกที่ผ่านการบดด้วยเวลา 100 h ขนาดผลึกอยู่ที่ 10 nm ส่วนการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยวิธี Particle Size Distribution (PSD) ปรากฏว่าขนาดอนุภาคโลหะผงที่ผ่านการบด 12 h ขนาด 98 nm ถ้าบดด้วยเวลา 60 h จะมีขนาดประมาณ 37.5 nm และเมื่อผ่านการบดด้วยเวลา 100 h ขนาดอนุภาคจะมีขนาดประมาณ 28 nm

บทที่ 5
สรุปผลการวิจัย

ผลการวิจัยเพื่อพัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดนาโนเมตรจากผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ สามารถสรุปผลได้ดังนี้

ผลการดำเนินงานวิจัยปรากฏว่าการผลิตโลหะผงขนาดนาโนเมตรโดยกระบวนการบดแบบ Ball Milling สามารถผลิตวัสดุผงขนาดนาโนเมตรด้วยขั้นตอนการปฏิบัติ ตามรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 ขั้นตอนการผลิตโลหะผงระดับนาโนเมตร

จากรูปที่ 5.1 เป็นกระบวนการผลิตโลหะผงระดับนาโนเมตรเริ่มจาก การเตรียมวัสดุผง คัดขนาดโลหะไม่เกิน 50 ไมครอน เตรียมลูกบดอัตราส่วน 10:1 ของโลหะ กำหนดเงื่อนไขการบดละเอียดวัสดุผงด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที ใช้เวลาระหว่าง 12-100 ชั่วโมง จากนั้นอบวัสดุผงที่ผ่านการบด

ด้วยเตาอบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ขั้นตอนสุดท้ายเป็นการวิเคราะห์สมบัติโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่ ซึ่งผลจากการวิจัยตามกระบวนการนี้สามารถผลิตโลหะผงที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตรได้ โดยพิจารณาจากผลการวิเคราะห์คุณลักษณะต่างๆ ของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ ดังต่อไปนี้

โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใหม่โดยการบดแบบ Ball Milling ด้วยเวลาระหว่าง 12 – 100 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างผลึกมีขนาดระหว่าง 10- 100 นาโนเมตร องค์ประกอบของธาตุส่วนใหญ่เป็นทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) และมีธาตุอื่นผสม เช่น ไทเทียมคาร์ไบด์ (Tic) คาร์บอน (C) และซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sic) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์มีความบริสุทธิ์ 95.85% โดยมีขนาดการกระจายของอนุภาคดังนี้

ก่อนการบดขนาดโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดไม่เกิน 90 ไมครอน ขนาดการกระจายส่วนใหญ่อยู่ระหว่าง 0.7-2.1 ไมครอน เมื่อผ่านการบดด้วยเวลา 12 ชั่วโมง มีขนาดไม่เกิน 0.95 ไมครอน (950 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.-25 ไมครอน (150-250 nm)

การบดด้วยเวลา 24 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 0.95 ไมครอน (950 nm) ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.1 ไมครอน (100 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.25 ไมครอน (150 -250 nm)

การบดด้วยเวลา 36 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 0.3 ไมครอน (300 nm) ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.1 ไมครอน (100 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.25 ไมครอน (150 -250 nm)

การบดด้วยเวลา 48 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 50 ไมครอน ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.1 ไมครอน (100 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 0.15-0.35 ไมครอน (150 -350 nm)

การบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 100 ไมครอน ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.035 ไมครอน (30 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 10-60 ไมครอน

การบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 100 ไมครอน ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.04 ไมครอน (40 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 15-70 ไมครอน

การบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง โลหะผงที่ผลิตขึ้นใหม่มีขนาดไม่เกิน 150 ไมครอน ขนาดเล็กสุดประมาณ 0.028 ไมครอน (28 nm) พิจารณาขนาดการกระจายส่วนใหญ่มีขนาดระหว่าง 20-70 ไมครอน

จากผลการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายการบดในช่วงเวลา 12-100 ชั่วโมง ปรากฏว่าโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มีขนาดเล็กสุดประมาณ 28 นาโนเมตร ด้วยเวลาการบด 100 ชั่วโมง แต่ช่วงกระจายดีสุดที่เวลา 60 ชั่วโมง

ซึ่งจากการศึกษาผลิตภัณฑ์โลหะผงมาตรฐานที่ใช้งานในอุตสาหกรรมพบว่ามีขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 30 ถึง 600 นาโนเมตร มีความบริสุทธิ์อยู่ระหว่าง 93.88 % ถึง 99.95 %

ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการข้างต้นนี้สามารถผลิตโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ขนาดระดับนาโนเมตรและมีสมบัติใกล้เคียงกับโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์มาตรฐานที่ใช้งานในอุตสาหกรรม ซึ่งเป็นไปตามวัตถุประสงค์ทุกประการ

5.1 ข้อเสนอแนะ

1. ควรพัฒนาวัสดุผงทังสเตนคาร์ไบด์ในด้านรูปทรงและขนาดให้มีการกระจายน้อยลงและมีความกลมมากขึ้น

2. ควรพัฒนาพัฒนาผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตรเพื่อนำไปผลิตชิ้นงานโลหะแข็งต้นแบบโดยผสมโลหะประสานโคบอลต์ ไทเทเนียม แทนทาลัม หรืออื่นๆ

3. ควรพัฒนาวัสดุผงชนิดทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตรเพื่อใช้งานในเชิงพานิชย์

บรรณานุกรม

ภาษาไทย

[1] นภิสพร มีมงคล, โลหกรรมวัสดุผง (Powder Metallurgy), สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2548; 123 – 124.

ภาษาอังกฤษ

[2] M.H. Enayati, G.R. Aryanpour, A. Ebnonnasir, Production of nanostructured WC–Co powder by ball milling, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 159–163.

[3] Keshavanet.al “Composition cemented carbide” US. Patent 5,593,474.

[4] Wenbin Liu, Xiaoyan Song *, Jiuxing Zhang, Guozhen Zhang, Xuemei Liu, Preparation of ultrafine WC– Co composite powder by in situ reductionand carbonization reactions, Int. Journal of Refractory Metals Hard Materials 27 (2009) 115–120.

[5] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in Materials Science 46 (2001) 1-184.

[6] S. Bolokang a,b, C. Banganayi a, M. Phasha, Effect of C and milling parameters on the synthesis of WC powders by mechanical alloying, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 28 (2010) 211–216.

[7] T.B. Massalski (Ed.), Binary Alloy Phase Diagrams, Vol. 1: Alloys, Vol. 2: Phase Diagrams, ASM International, Materials Park, OH 1990, p. 1116.

[8] L.A. Dobrzanski, B. Dolanska, Hardness to toughness relationship on WC-Co tool gradient materials evaluated by Palmqvist method, , Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 43 (2010) 87–93.

[9] J.C. Kim , B.K. Kim, Synthesis of nanosized tungsten carbide powder by the chemical vapor condensation process, Scripta Materialia 50 (2004) 969–972.

[10] M.H. Enayati , G.R. Aryanpour, Ebnonnasir, Production of nanostructured WC–Co powder by ball milling, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 159–163.

ภาษาอังกฤษ (ต่อ)

[11 Liu Sha a,*, Huang Ze-Lan b, Liu Gang b, Yang Gui-Bin b, Preparing nano-crystalline rare earth doped WC/Co powder by high energy ball milling. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 24 (2006) 461–464.

[12] Stephen A. Hewitt, Kevin A. Kibble, Effects of ball milling time on the synthesis and consolidation of nanostructured WC–Co composites, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 937–948.

[13] Kuo-Ming Tsai, Chung-Yu Hsieh, Horng-Hwa Lu, Sintering of binderless tungsten carbide, Ceramics International 36 (2010) 689–692.

[14] F.L. Zhang a, M. Zhu b, C.Y. Wang [a], Parameters optimization in the planetary ball milling of nanostructured tungsten carbide/cobalt powder, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 26 (2008) 329–33.

[15] Mansour Razavi, Mohammad Reza Rahimipour, Rahim Yazdani-Rad, A novel technique for production of nano-crystalline mono tungsten carbide single phase via mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 6683–6688.

[16] Yong Han, Jinglian Fan, Tao Liu, Huichao Cheng, Jiamin Tian,The effects of ball-milling treatment on the densification behavior of ultra-fine tungsten powder, Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 29 (2011) 743–750.

[17] M. Zhua, L.Y. Dai[b], N.S. Gu[a], B. Cao[a], L.Z. Ouyang[a], Synergism of mechanical milling and dielectric barrier discharge plasma on the fabrication of nano-powders of pure metals and tungsten carbide, Journal of Alloys and Compounds 478 (2009) 624–629.

[18] Yongzhong Jin, Xinyue Li, Dongliang Liu, Chunhai Liu, Ruisong Yang, Phase and microstructure evolution during the synthesis of WC nanopowders via thermal processing of the precursor, Powder Technology 217 (2012) 482– 485.

[19] M. Mahmoodan [a], H. Aliakbarzadeh [a,b], R. Gholamipour [c], Microstructural and mechanical characterization of high energy ball milled and sintered WC–10 wt%Co–xTaC nano powders, Int.Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 801–805.

[20] Stephen A. Hewitt *, Tahar Laoui, Kevin K. Kibble, Effect of milling temperature on the synthesis and consolidation of nanocomposite WC–10Co powders, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 66–73.

ภาษาอังกฤษ (ต่อ)

[21] Zhonglai Yi, Gangqin Shao*, Xinglong Duan, Peng Sun, Xiaoliang Shi, Zhen Xiong and Jingkun Guo, Preparation of wc-co powder by direct reduction and carbonization, china particuology vol. 3, no. 5, 286-288, 2005.

[22] http://www.zy-tungsten.com/en/main.aspx

[23] www.fritsch.de

[24] http://www.swmc-metal.com/

[25] http://www.thaiceramicsociety.com/

[26] Catalogue MITSUBISHI CARBIDE CO, LTD

[27] www.globaltungsten.com

[28] http://www.itia.info/

[29] www.atimetals.com

[30] http://www.sandvik.com/

[31] www.hcstarck.com

[32] http://www.inframat.com/struct.htm

[33] http://www.us-nano.com/nanopowders

[34] http://www.buffalotungsten.com/

[35] http://tungsten-carbide-wood-cutting-tool.com/index.html

[36] http://www.abhishekworld.com/metal-cutting-tools.htm

[37] http://www.zandertooling.ewebsite.com/

[38] http://www.mmsonline.com/

[39] Erik Lassner and Wolf-Dieter Schubert, Tungsten Properties, Chemistry, Technology, of the Element, Alloy, and Chemical Compounds. Vienna, Austria, 1999.

[40] http://www.friedrichs-carbide.com

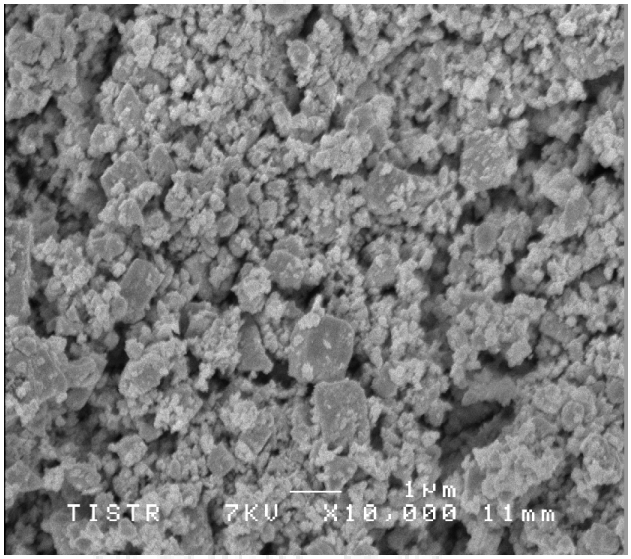
[41] M.I.Flores-Zamora, C.A. Martinez, M. Garcia-Guaderrama, I.Fstrada-Guel, Fspinosa-Magafla and R. Martinez-Sanchez, comparative study of al-ni-mo alloys obtained by mechanical alloying ,Rev.Adv.Mater.Sci. 18(2008) 301-304

[42] http://www.directindustry.com/

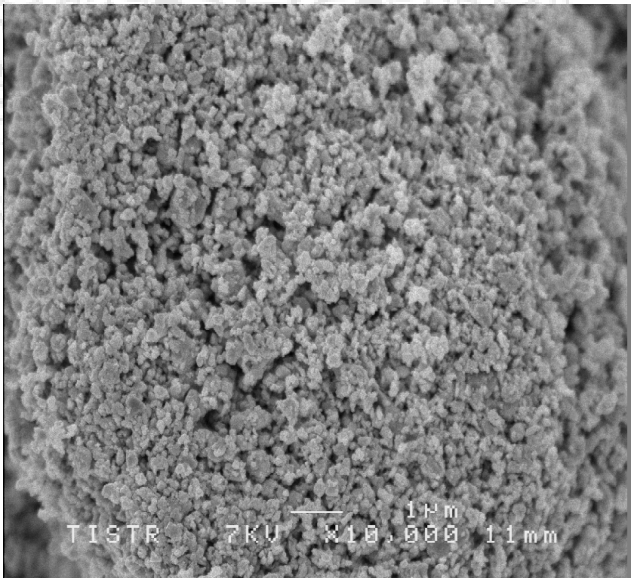
ภาคผนวก ก

ผลการตรวจวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์นาโนเมตร

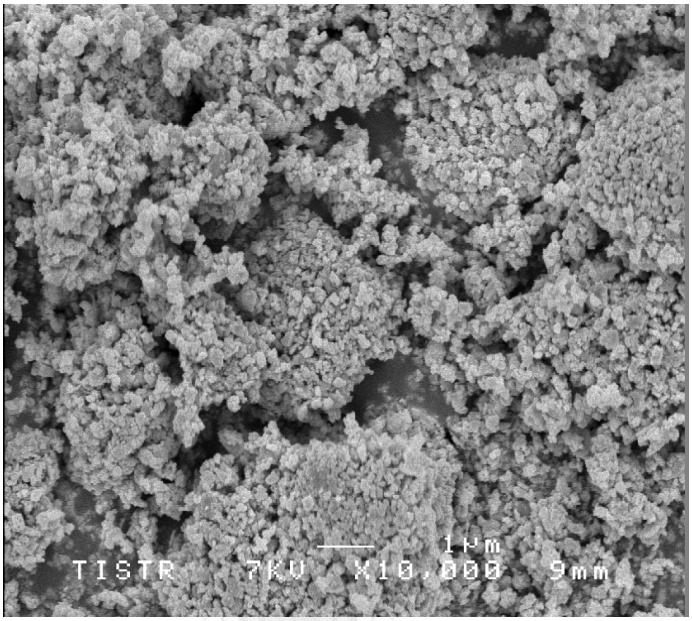
1. ผลการทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM)



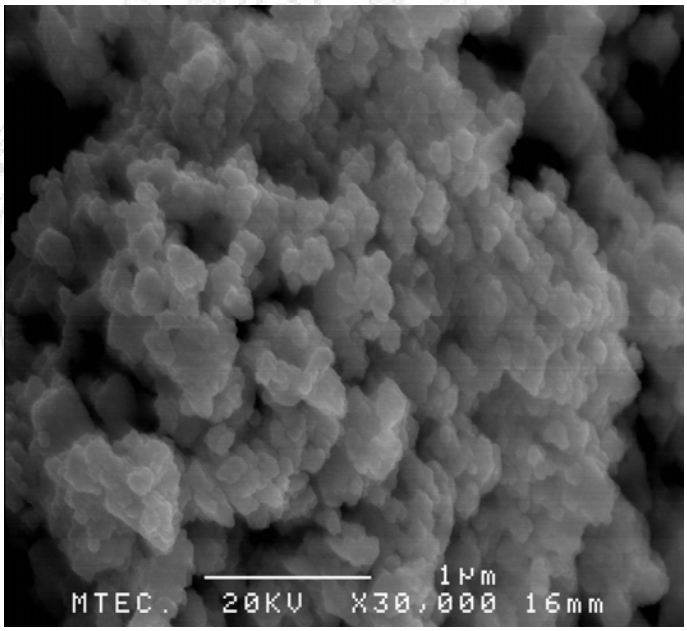
รูปที่ ก.1 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 12 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



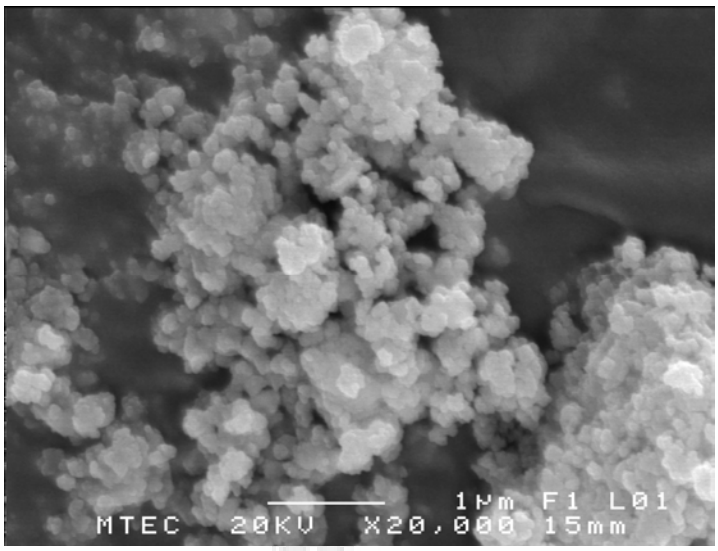
รูปที่ ก.2 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 24 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



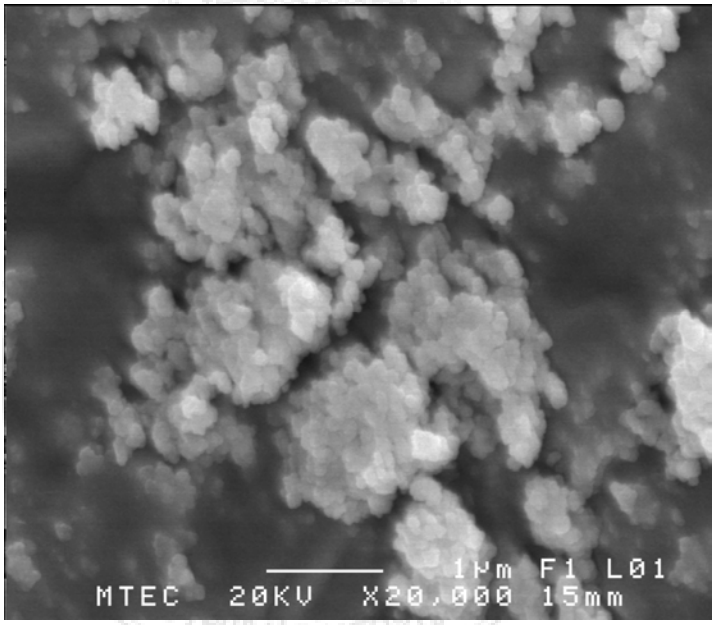
รูปที่ ก.3 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 36 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



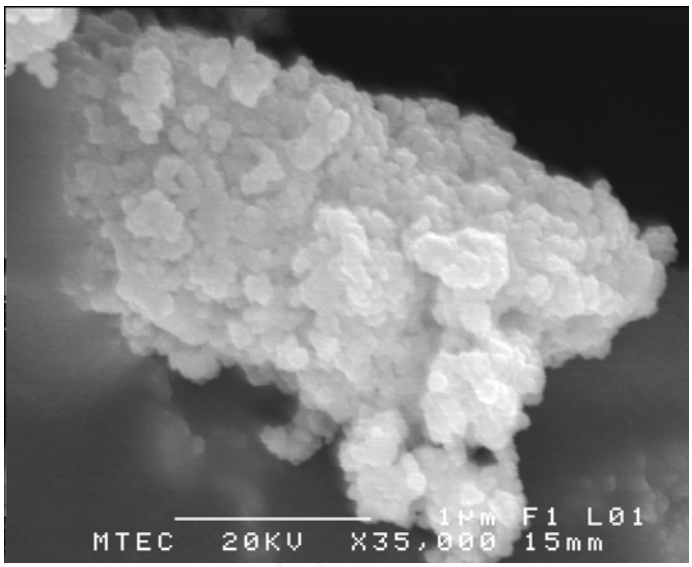
รูปที่ ก.4 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า



รูปที่ ก.5 SEMโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

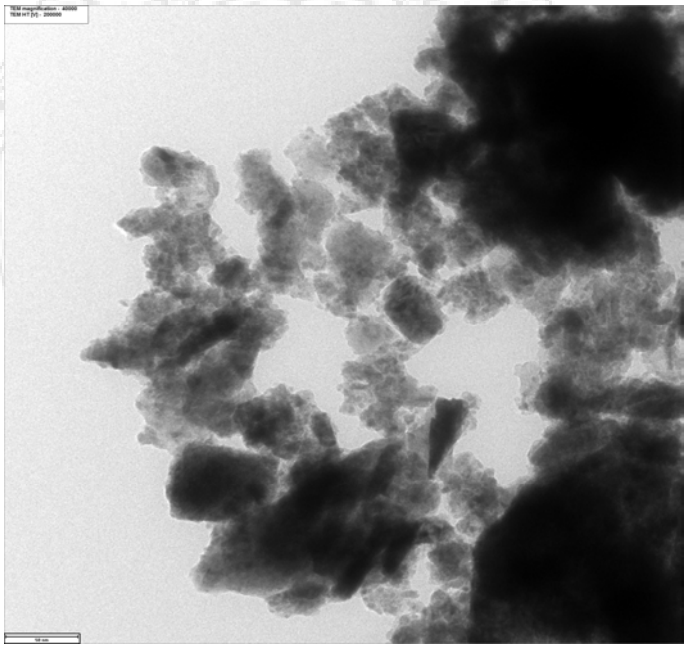


รูปที่ ก.6 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

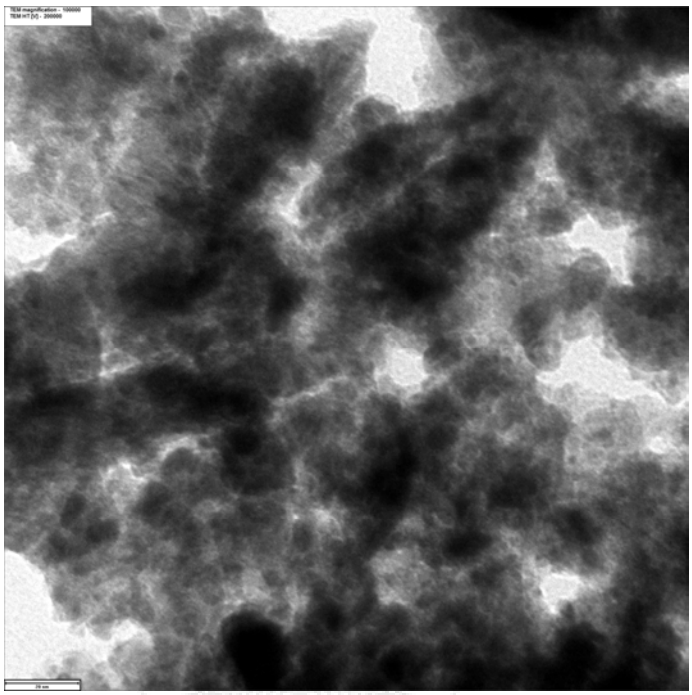


รูปที่ ก.7 SEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

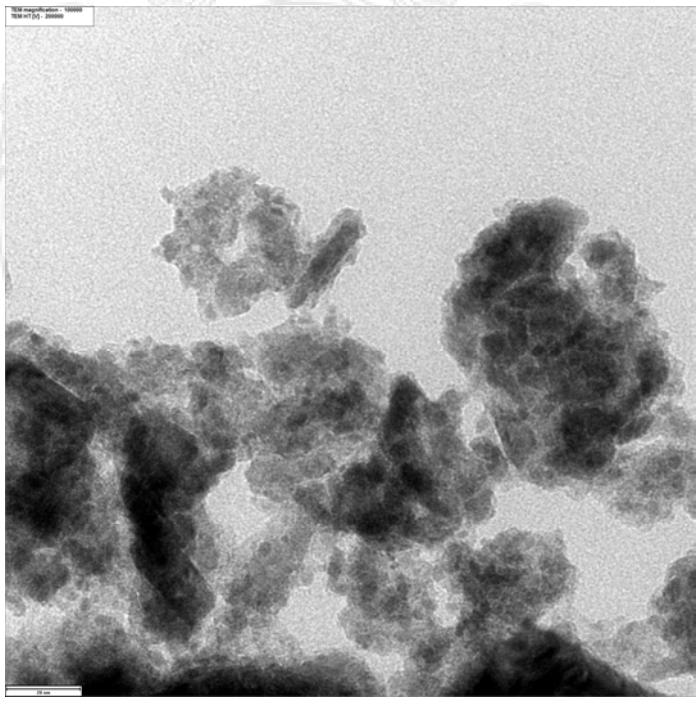
2. ผลการทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยอิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission Electron Microscope, TEM)



รูปที่ ก.8 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 60 ชั่วโมง



รูปที่ ก.9 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 80 ชั่วโมง

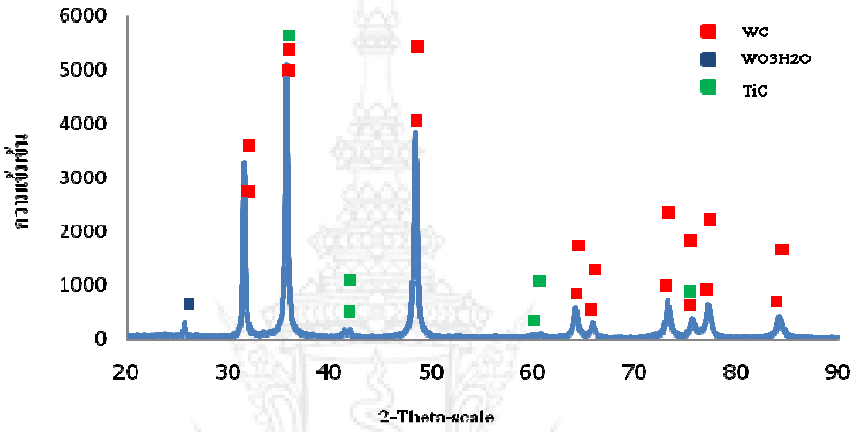


รูปที่ ก.10 TEM โลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์หลังการบดด้วยเวลา 100 ชั่วโมง

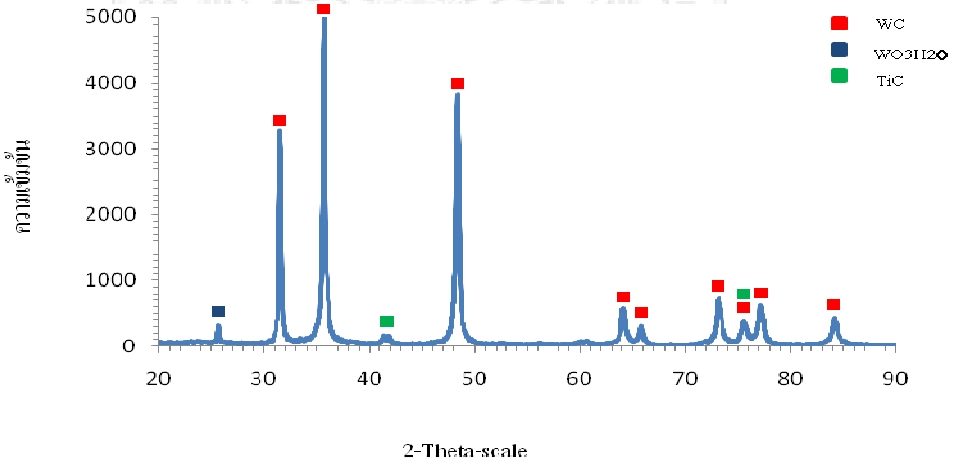
ภาคผนวก ข

ผลการตรวจวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของโลหะผงก่อนการบดและลักษณะขนาดการกระจาย

1. ผลการทดสอบโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค X-Ray Diffract meter (XRD)

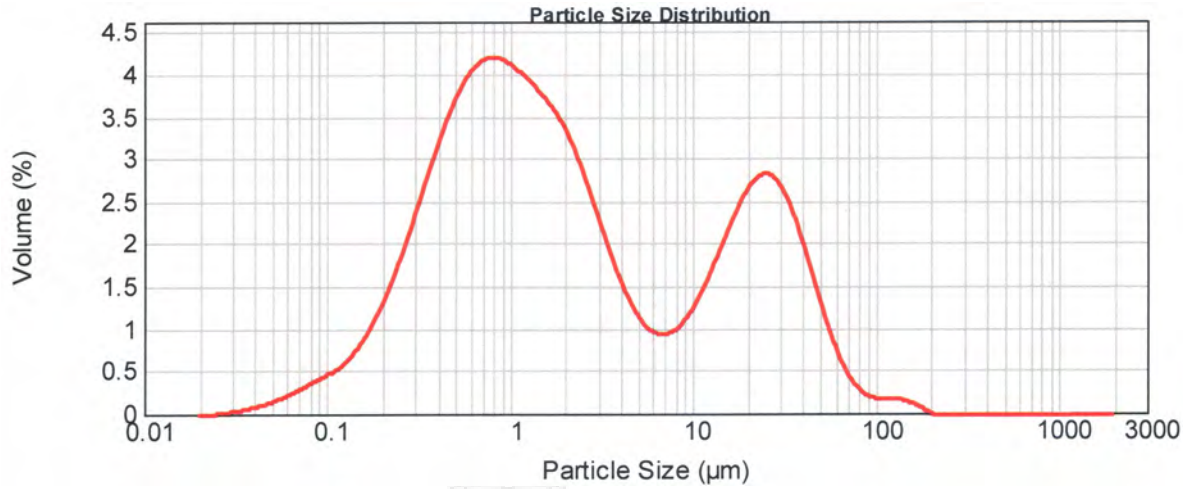


รูปที่ ข.1 ผลการตรวจสอบผงโลหะด้วย X-ray Diffractrometer (XRD) ที่แรงดัน 1.0 โวลต์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N

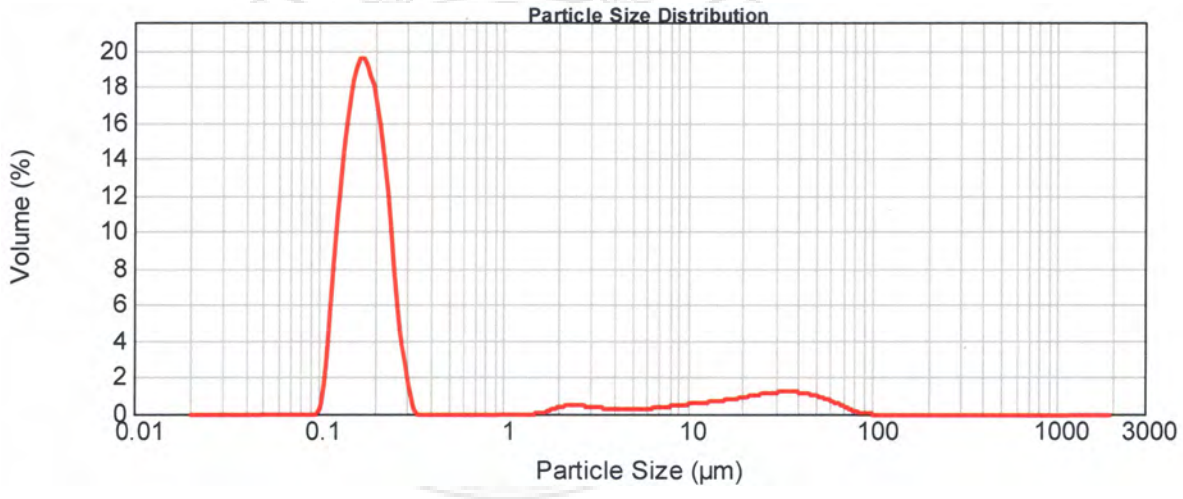


รูปที่ ข.2 ผลการตรวจสอบผงโลหะด้วย X-ray Diffractrometer (XRD) ที่แรงดัน 1.4 โวลต์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N

2. ผลการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของโลหะผงทังสเตนคาร์ไบด์



รูปที่ ข.3 ผลการทดสอบขนาดและการกระจายตัวของลหะผงที่ แรงดัน 1.2 โวลต์ อุณหภูมิ 30 ˚C กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N



รูปที่ ข.4 แสดงผลการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของลหะผงที่ แรงดัน 1.2 โวลต์ อุณหภูมิ 30 ˚C กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 (โลหะผงหลังบด)

ตารางที่ ข.1 แสดงผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence (XRF)

องค์ประกอบทางเคมี	**ปริมาณ, ร้อยละ**
Cl	0.07
Ti	5.99
Cr	0.04
Fe	0.05
Co	0.52
Nb	0.74
Mo	0.52
Ta	2.15
W	83.81