

## บทที่ 2

### การศึกษาข้อมูล

#### 2.1 กระบวนการโซล-เจล

กระบวนการผลิตโซล-เจล เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิต แก้ว และเซรามิก โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “Sol” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นของแข็งที่เรียกว่า “Gel”

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis , Water condensation และ Alcohol condensation มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนของโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซล-เจลที่ได้มีคุณสมบัติและโครงสร้างต่างกัน [8]

#### 2.2 การผลิตผงโลหะเงิน

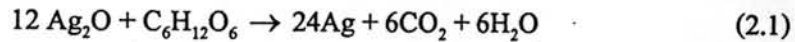
ผงโลหะเงินนิยมนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ อุตสาหกรรมเคมี เครื่องมือทางการแพทย์ และอุปกรณ์ไฟฟ้า เนื่องจากผงเงินมีคุณสมบัตินำไฟฟ้าได้สูง นำความร้อนได้ดี มีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันสูงและมีความสามารถในการสกัดได้ดีเยี่ยม [9,10] สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์นำไฟฟ้า ผงเงินต้องมีความบริสุทธิ์สูง และไม่จับตัวกันเป็นก้อน [3]

สำหรับวิธีการผลิตผงโลหะเงินที่นิยมใช้มีอยู่ 4 วิธี ได้แก่ วิธีทางเคมี (chemical methods) วิธีทางอิเล็กโตรเคมี (electrochemical methods) วิธีทางเทอร์โมเคมี (thermochemical methods) และวิธีทางฟิสิกส์ (Physical methods) [11, 12] ในงานวิจัยชอกถาวเพียง 2 วิธี คือ วิธีทางเคมี และ วิธีทางฟิสิกส์

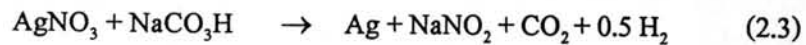
##### 2.2.1 วิธีทางเคมี (chemical methods)

วิธีการผลิตผงเงินด้วยวิธีทางเคมี เป็นวิธีที่นิยมนำมาผลิตผงเงินซึ่งเงินจะถูกรีดิวซ์ได้ง่าย จากสารละลาย โดยขึ้นอยู่กับความสามารถในการละลาย เงินที่อยู่ในสารละลาย ก่อนถูกนำไปรีดิวซ์เป็นผงเงินจะอยู่ในรูปของ ซิลเวอร์ไนเตรท (silver nitrate) และซิลเวอร์ออกไซด์ (silver

oxide) จะใช้แอลกอฮอล์ และน้ำตาลเป็นตัวรีดิวซ์ ผงเงินที่ได้จะมีขนาดเล็กกว่า 5 ไมโครเมตร โดยมีสมการเคมี [12] ดังนี้



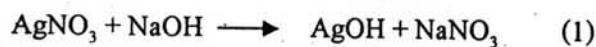
ส่วนตัวรีดิวซ์ของ ซิลเวอร์ไนเตรท (silver nitrate) ได้แก่ ไฮดราซีน (hydrazine) โพแทสเซียม ซัลไฟด์ (potassium sulfide) และโซเดียมฟอร์มเมท (Sodiumformate) ตัวอย่างของสมการรีดักชัน ได้แก่



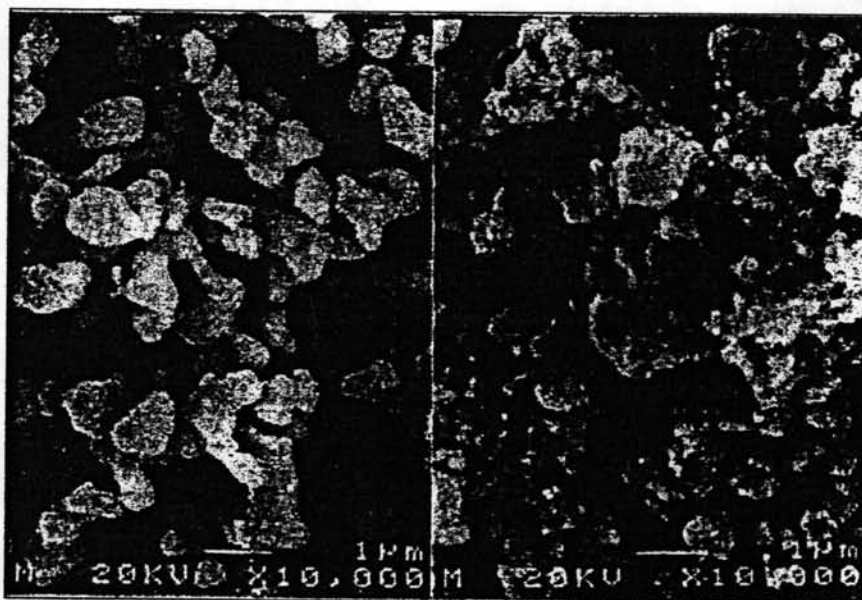
ขนาดของผงเงินที่ได้จะมีขนาดใหญ่ เหมือนกับวิธีอิเล็กโตรเคมีโดยขนาดผงเฉลี่ยมีขนาดตั้งแต่ 5-20 ไมโครเมตร ผงเงินที่ได้จะมีการไหลและลักษณะในการขึ้นเตอร้งได้ดี [11]

ลักษณะรูปร่างของผงเงินที่ได้จากวิธีทางเคมีมักมีรูปร่างไม่เป็นทรงกลม โดยรูปร่างจะเป็นแบบใดนั้นจะขึ้นอยู่กับวิธีการผลิต เช่น การผลิตด้วยวิธี Chemical vapour decomposition ผงเงินที่ได้จะมีรูปร่างเป็น Equiaxed และ Needles โดยมีราคาในการผลิตสูง การผลิตด้วยวิธี Precipitation ผงเงินที่ได้มีรูปร่าง Polygonal โดยมีราคาในการผลิตต่ำถึงปานกลาง การผลิตผงเงินด้วยวิธี Carbonyl decomposition ผงเงินที่ได้มีรูปร่าง Rounded และ Spiky โดยมีราคาในการผลิตปานกลาง เป็นต้น [5]

D.J. kim และ คณะ [13] ได้ทำการศึกษาการผลิตผงเงินจากซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์ โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal techniques) โดยศึกษาผลของความแตกต่างของค่า pH ความแตกต่างของอุณหภูมิและปริมาณความเข้มข้นของเงิน ซึ่งมีปฏิกิริยาเคมี ดังนี้



ผลของอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่มีต่อลักษณะผงโลหะเงินแสดงดังรูป 2.1 พบว่าผงเงิน มีการกระจายตัวดี ที่อุณหภูมิต่ำ ที่  $120^{\circ}\text{C}$  ขณะที่อุณหภูมิสูงที่  $215^{\circ}\text{C}$  ผงเงินจะรวมกันเป็นก้อน ผงเงินจะมีขนาดประมาณ 0.3-0.5 ไมโครเมตร ที่ความเข้มข้นของเงินเท่ากับ 5 กรัมต่อลิตร และผงเงินจะมีขนาดประมาณ 0.5-1.2 ไมโครเมตร ที่ความเข้มข้นของเงินเท่ากับ 60 กรัม ต่อลิตร และ ค่า pH มากให้ผงโลหะเงินมีขนาดเล็กกว่า

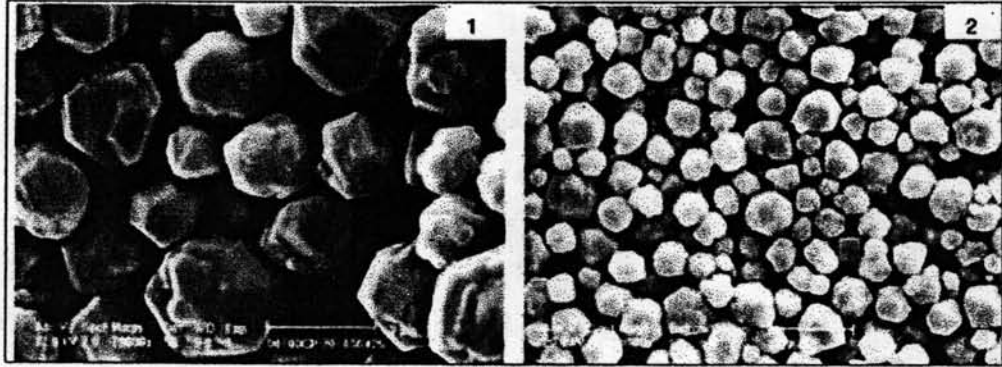


(1)

(2)

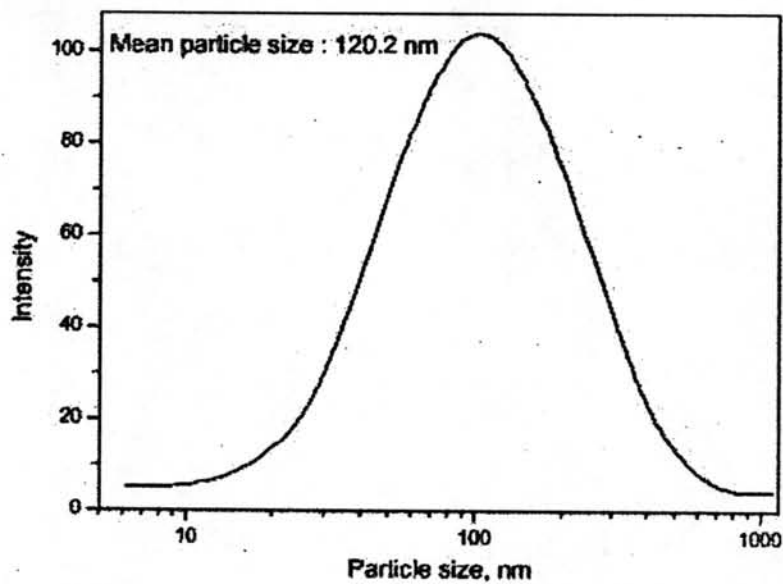
รูปที่ 2.1 ภาพ SEM ของผงโลหะเงิน (1)  $120^{\circ}\text{C}$  (2)  $215^{\circ}\text{C}$

Wu Songping และคณะ [14] ผลิตผงเงิน โดยใช้ วิตามินซี (ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ และควบคุมในระบบ ไม่ให้มีน้ำปนอยู่ ซึ่งวิธีนี้ จะให้ผงเงินที่มีความละเอียด [9,14] ในการผลิตใช้ แอมโมเนีย หรือ กรดไนตริก ควบคุมค่า pH พบว่า ปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ไนเตรท กับ วิตามินซี ให้ผงเงินมีลักษณะรูปทรงหลายเหลี่ยม (poly hedron) ดังรูปที่ 2.2 และ ผลของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดของผงเงินพบว่าขนาดของผงเงินเฉลี่ยมีขนาดจาก 3.1 ไมโครเมตร ถึง 1.0 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก  $20^{\circ}\text{C}$  ถึง  $60^{\circ}\text{C}$  อนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาก่อน จะมีการรวมตัวมากกว่าอนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาทีหลัง โดยมีกลไก 2 อย่างที่ทำให้เกิดการรวมตัว คือ การควบคุมการแพร่ของกระบวนการ (diffusion-control process) และการควบคุมปฏิกิริยาของกระบวนการ (kinetic-control process) ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยา เกิดเร็ว นิวเคลียสของผงเงินจะเกิดเร็ว และมีจำนวนมาก ทำให้ผงเงินมีขนาดเล็ก ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดช้าผงเงินจะมารวมตัวกันได้ง่าย ผงเงินจึงมีลักษณะเป็นก้อน [14]



รูปที่ 2.2 ภาพ SEM ของผงเงิน ที่อุณหภูมิ (1) 23 °C (2) 60 °C

H.H. Nersisyan และคณะ [9] ผลิตผงเงินโดยใช้  $\text{AgNO}_3$  และเปลี่ยน  $\text{AgNO}_3$  เป็น  $\text{Ag}_2\text{O}$  ซึ่งเป็นคอลลอยด์ กระจายอยู่ใน sodiumdodecyle sulfate  $[\text{CH}_3 (\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}]$  ตัวรีดิวซ์ที่ใช้ เช่น hydrazine hydrate ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{HO}$ ), formaldehyde ( $\text{HCOH}$ ) และกลูโคส ( $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ ) พบว่า การผลิตผงเงินโดยใช้  $\text{Ag}_2\text{O}$  และมีลักษณะจับตัวกันเป็นก้อน จะทำให้อนุภาคผงเงินที่ได้มีขนาดใหญ่ ดังนั้น จึงไม่ควรผลิตผงเงินจาก  $\text{Ag}_2\text{O}$  โดยตรง แต่ควรทำให้  $\text{Ag}_2\text{O}$  เป็นคอลลอยด์กระจายตัวอยู่ จะให้อนุภาคผงเงินมีขนาดเล็กกว่า ขนาดของผงเงินโดยเฉลี่ย แสดงรูปที่ 2.3 ซึ่งมีขนาดประมาณ 120.2 นาโนเมตร



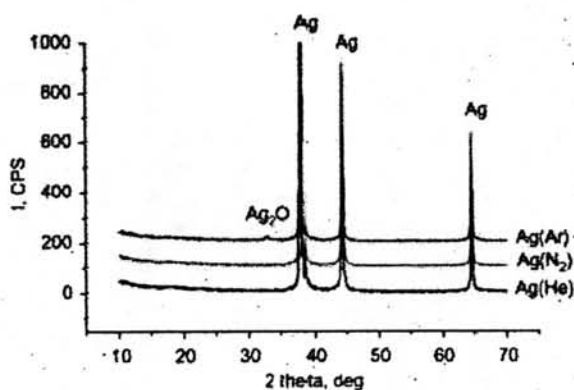
รูปที่ 2.3 ขนาดของผงเงินโดยเฉลี่ยที่ตรวจสอบด้วยวิธี LPSA (Laser Particle Size Analyzer)

P.k. khanna และคณะ [15] ผลิตผงเงินโดยใช้ formaldehydesulfoxylate เป็นตัวรีดิวซ์ ที่ค่า pH ปานกลาง พบว่า มีตัวแปรหลายอย่างในการผลิตผงเงินให้มีขนาดนาโนเมตร อย่างหนึ่งที่เหมาะสมก็คือ การใช้ค่า pH ปานกลาง และ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปอย่างช้า ๆ และถ้าอุณหภูมิเริ่มต้นสามารถผลิต  $\text{AgNO}_3$  ให้มีอนุภาคขนาดเล็กได้ ในตอนสุดท้าย ผงเงินที่ได้ก็จะมีขนาดเล็กกว่าในตอนแรก ซึ่งอธิบายได้ว่า เมื่อขนาดของ  $\text{AgNO}_3$  มีขนาดเล็ก ในการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้ง่าย และ สมบูรณ์กว่า  $\text{AgNO}_3$  ที่มีขนาดใหญ่ จากผลการทดลอง  $\text{AgNO}_3$  ทำปฏิกิริยา กับ formaldehydesulfoxylate จะได้ precipitate ของผงเงินสีเทา ออกมาใช้เวลาประมาณ 30 นาที และค่า pH ที่วัดโดย pH มิเตอร์ มีค่าน้อยกว่า 5 ทุกช่วงเวลา อนุภาคผงเงินมี ขนาดประมาณ 100-200 นาโนเมตร

### 2.2.2 วิธีการฟิสิกส์ (Physical methods)

วิธีการฟิสิกส์ สำหรับผลิตผงโลหะ ส่วนใหญ่ผลิตด้วยวิธี atomization ซึ่งนิยมใช้ผลิตผงเหล็ก ผงไทเทเนียม และ ผงของ intermetallics [11] การผลิตผงโลหะด้วยวิธี atomization ผงเงินที่ได้จะมีรูปร่างกลม ผิวเรียบ และมีรูพรุนน้อย โดยขนาดโดยทั่วไปของผงเงินที่ได้จะใหญ่กว่า 40 ไมโครเมตร และราคาในการผลิตจะสูงกว่าเมื่อเทียบกับการผลิตด้วยวิธีทางเคมี [5, 12] ตัวอย่างวิธีการผลิตผงโลหะด้วยวิธี atomization เช่น Gas atomization , Water atomization Centrifugal atomization และ Plasma atomization เป็นต้น

ในปัจจุบันผงเงินสามารถผลิตได้โดยใช้ลำแสงอิเล็กตรอน โดยวิธีของ A.I.korchagin และคณะ [9] ใช้ความร้อนจากลำแสงอิเล็กตรอน ELV-6 อิงไปที่ชิ้น metallic silver ทำให้ชิ้น metallic silver เกิดการหลอมเหลว และ ระเหยเป็นไอ โดยมีก๊าซพาหะ 3 ชนิดคือ อาร์กอน (Ar) ไนโตรเจน ( $\text{N}_2$ ) และฮีเลียม (He) ซึ่งจากการทดลองได้ผล XRD ดังรูปที่ 2.4 ขนาดของผงเงินของทุกตัวอย่างมีขนาดประมาณ 70-80 นาโนเมตร



รูปที่ 2.4 รูป XRD ของ Ag(Ar) , Ag( $\text{N}_2$ ) และ Ag(He)

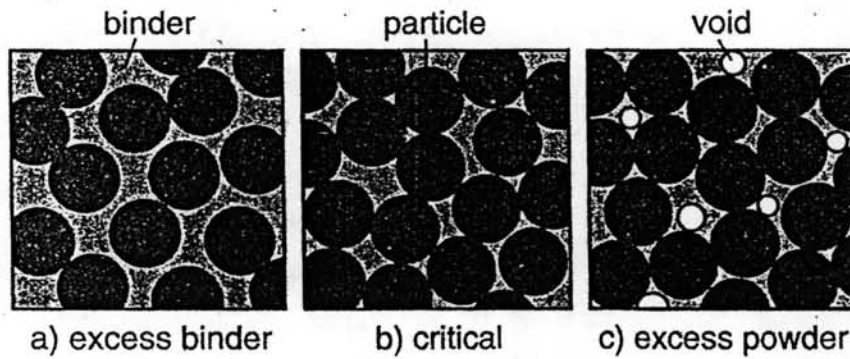
จากที่กล่าวมาแล้วว่า การผลิตผงเงินนั้นมีอยู่หลายวิธีในแต่ละวิธีให้ขนาดผงที่แตกต่างกัน สำหรับขนาดโลหะผงที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้กับกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง (MIM) ควรมีขนาดอยู่ในช่วง 0.5-20 ไมโครเมตร [5, 12]

### 2.3 การฉีดขึ้นรูปโลหะผง (MIM)

กระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง นิยมนำมาผลิตชิ้นส่วนที่มีขนาดเล็กรูปร่างซับซ้อน และชิ้นส่วนที่ต้องการความเที่ยงตรงสูง [7] แทนการผลิตด้วยการหล่อ (casting) และโลหะวิทยาของโลหะผงแบบธรรมดา [2] ซึ่งกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผงได้พัฒนามาจาก โลหะวิทยาของโลหะผง กับ การฉีดขึ้นรูปพลาสติก [3, 4] ซึ่งมีอยู่ 4 ขั้นตอนด้วยกัน คือ 1) ขั้นตอนการผสมวัตถุดิบ ซึ่งส่วนผสมหลัก คือ โลหะผงและตัวประสาน 2) ขั้นตอนการฉีดขึ้นรูปให้ได้รูปร่างชิ้นงานตามที่ต้องการ 3) ขั้นตอนการกำจัดตัวประสานเพื่อให้เหลือเฉพาะผงโลหะ โดยชิ้นงานยังคงรูปร่างอยู่ 4) ขั้นตอนการเผาผลึก [3,4,7]

#### 2.3.1 การผสมวัตถุดิบ (Mixing)

เป็นการผสมผงโลหะกับตัวประสานในอัตราส่วนที่เหมาะสมเกิดความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) ไม่มีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนและไม่มีรูพรุนอยู่ภายใน [7] ลักษณะที่สามารถเกิดขึ้นได้ในการผสมวัตถุดิบ แสดงดังรูปที่ 2.5 ถ้าปริมาณของตัวประสานน้อยเกินไปจะทำให้เกิดช่องว่างขึ้น และทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกหักหลังจากกำจัดตัวประสานออกไปแล้ว ปริมาณของตัวประสานที่น้อยเกินไปทำให้มีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างมาก ทำให้การฉีดขึ้นรูปทำได้ยาก ถ้าปริมาณของตัวประสานมากเกินไป จะส่งผลให้เกิดการแยกตัวระหว่างผงโลหะกับตัวประสานระหว่างการฉีดขึ้นรูป เกิดความไม่เป็นเนื้อเดียวกันของชิ้นงาน (Inhomogeneous) ทำให้ชิ้นงานที่ได้มีความแข็งแรงต่ำและเกิดการทรุดตัว (slumping) หลังจากกำจัดตัวประสานออกไปแล้ว ซึ่ง รูปร่างของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไป เป็นปัญหาที่สำคัญ นอกจากนี้ตัวประสานที่มากเกินไป ทำให้ต้องใช้เวลานานในกระบวนการกำจัดตัวประสานด้วย [3,5]



รูปที่ 2.5 สัดส่วนการผสมระหว่างผงโลหะและตัวประสาน [5]

ลักษณะรูปร่างของผงโลหะก็มี ผลต่อการผสม เช่น เคียวกันผงรูปร่างกลม จะมีความหนาแน่นในการบรรจุสูง (pecking density) และความหนักต่ำกว่า ผงที่มีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ [2] และผงรูปร่างกลม จะมีการหดตัวน้อยกว่า หลังจากกำจัดตัวประสานออกไป เนื่องจาก ผงรูปร่างกลม จะมีการเรียงตัวเท่ากันทุกทิศทาง ไม่ไปในทางใด ทางหนึ่ง ช่วยลดการบิดเบี้ยวของชิ้นงานหลังจากกำจัดตัวประสาน [5] แต่ผงรูปร่างกลมจะคงรูปชิ้นงานได้ยากกว่าผงรูปร่างไม่เป็นทรงกลม หลังจากกำจัดตัวประสานออกไป [2]

นอกจากนี้ยังมีตัวแปรอื่น ๆ ที่มีผลต่อการผสม ได้แก่ วิธีการผสม ไข่มืดที่ใช้ในการผสม ความเร็วและอุณหภูมิในการผสม และเวลาที่ใช้ในการผสม ซึ่งจากการศึกษาของ N.H Loh และคณะ [3] พบว่า เมื่อใช้ความเร็วในการผสมสูงจะทำให้ไม่เกิดการจับตัวกันเป็นก้อนของผงโลหะกับตัวประสาน แต่จะเกิดฟองอากาศขนาดเล็กขึ้นภายในผงโลหะกับตัวประสาน แต่ถ้าใช้ความเร็วในการผสมน้อยเกินไป จะไม่เกิดฟองอากาศขึ้น แต่จะเกิดการรวมตัวกันเป็นก้อนของผงโลหะกับตัวประสาน ดังนั้น ความเร็วที่เหมาะสม คือ ความเร็วปานกลาง ถ้าใช้เวลาในการผสมนานเกินไป จะทำให้ตัวประสานเสื่อมคุณภาพ ส่วนอุณหภูมิก็จะส่งผลกระทบต่อกระจายของผงโลหะกับตัวประสาน เนื่องจากมันเป็นผลทางด้านรีโวลยี (Rheology) ของ ของผสม (feedstock)

### 2.3.2 การฉีดขึ้นรูป (injection molding)

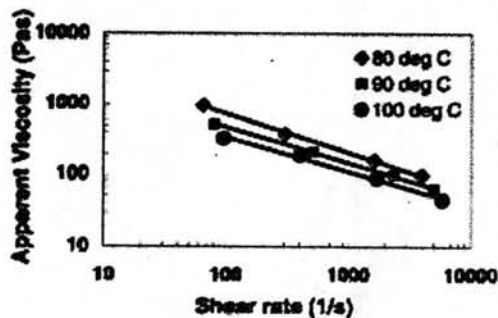
ของผสมจะถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่าของตัวประสานจนมีลักษณะหนืด และถูกฉีดผ่านหัวฉีดเข้าสู่แม่พิมพ์ ของผสมที่มีความร้อนจะไหลเข้าไปสัมผัสกับแม่พิมพ์ที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า ก่อให้เกิดความหนืดเพิ่มขึ้น และ เกิดการแข็งตัวเป็นรูปร่างชิ้นงานในการฉีดขึ้นรูปของของผสมให้เป็นรูปร่างชิ้นงานจะมีอุณหภูมิ และ ความดันเป็นตัวแปรที่สำคัญ [3,5,16] ถ้าอุณหภูมิของแม่พิมพ์ต่ำกว่า อุณหภูมิของของผสมมาก ความหนืดของของผสมก็จะมากขึ้นส่งผลให้ความต้านทานการไหล

เพิ่มขึ้น ตามระยะทางของการไหลทำให้ต้องการความดันเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งของผสมเข้าไปเต็มแบบในแม่พิมพ์ [9,10]

ดังนั้นความหนืด จึงเป็นสิ่งสำคัญในการฉีดขึ้นรูป ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับอุณหภูมิและความดัน และจะส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติของชิ้นงานที่ได้ สัดส่วนของของผสมก็มีผลต่อความหนืดเหมือนกัน ถ้าของผสมมีจำนวนผงโลหะมากเกินไป ทำให้มีความหนืดสูง ทำให้ต้องใช้ความดันที่สูงในการฉีดขึ้นรูป ความหนืดไวต่ออุณหภูมิและอัตราของแรงเฉือน (shear rate) จึงมีการเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่องในระหว่างการไหลของของผสมเข้าไปจนเต็มแม่พิมพ์ [5,16]

Z.Y. Liu และคณะ [7] ได้ทำการศึกษาลักษณะของของผสมสำหรับการฉีดขึ้นรูป พบว่าความหนืดของของผสม จะเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิและจำนวนของผง โดยที่อุณหภูมิต่ำ ความหนืดจะสูง การฉีดขึ้นรูปทำได้ยาก ส่วนการฉีดขึ้นรูปที่อุณหภูมิสูง จะทำให้เกิดการแยกตัวระหว่างผงโลหะและตัวประสาน เมื่อทำการกำจัดตัวประสานออกไปจะเกิด thermal stresses ภายในชิ้นงานทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกหักขึ้น การแก้ปัญหานี้ทำได้โดยให้ของผสมมีความหนืดลดลงและเพิ่มอัตราของแรงเฉือนเพิ่มขึ้น ซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิและความดันสำหรับการฉีดขึ้นรูปลง ทำให้ชิ้นงานไม่เกิดการแตกหักและคงรูปร่างได้ดี

สำหรับค่าอัตราของแรงเฉือนสำหรับการฉีดขึ้นรูปจะมีค่าอยู่ในช่วง 100 ถึง  $10,000\text{S}^{-1}$  ซึ่งจากการศึกษาของ Z.Y.Liu และคณะ ได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดและอัตราของแรงเฉือน ดังรูปที่ 2.6 ซึ่งพบว่าความหนืดของของผสมจะลดลงเมื่ออัตราของแรงเฉือนเพิ่มขึ้น ซึ่งพฤติกรรมนี้เรียกว่า non-Newtonian และอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ค่าความหนืดของของผสมจะลดลง ซึ่งเกิดเนื่องมาจากการลดลง ของปริมาตรผง จากการขยายตัวของตัวประสานและการจับตัวกันอย่างหลวม ๆ ของโมเลกุล ของโครงสร้าง เมื่อความร้อนเพิ่มขึ้น [7]



รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ของแรงเฉือนและความหนืด

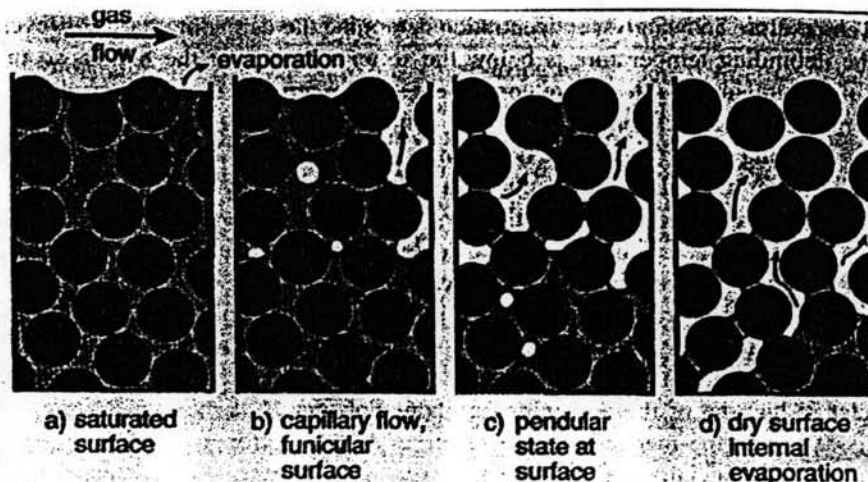


### 2.3.3 การกำจัดตัวประสาน (debinding)

เป็นการกำจัดตัวประสานออกจากชิ้นงานหลังจากทำการฉีดขึ้นรูป โดยชิ้นงานยังคงรูปร่างอยู่ได้ และไม่เกิดความเสียหาย วิธีการกำจัดตัวประสานแบ่งเป็น 2 ชนิด หลัก ๆ ได้แก่ การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน (thermal debinding) และการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย (solvent debinding) [3,4,5,16]

การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย เป็นการแช่ชิ้นงานลงในตัวทำละลาย หรือ ใช้ไอความร้อนของตัวทำละลาย กำจัดตัวประสาน วิธีนี้กำจัดตัวประสานได้อย่างรวดเร็วแต่ไม่นิยมเนื่องด้วยเรื่องของราคา การจัดการ ความปลอดภัย และ ความเป็นพิษ [3]

การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนเป็นวิธีที่นิยมใช้กันทั่วไป ใช้ความร้อนในการกำจัดตัวประสาน ระยะเวลาที่ใช้ค่อนข้างนานหลายชั่วโมง บางทีอาจเป็นหลายวัน เนื่องจากไม่สามารถให้ปริมาณความร้อนอย่างรวดเร็วได้ เพราะจะทำให้ชิ้นงานเกิดการเสีรูปร่างขึ้นต้องให้ปริมาณความร้อนอย่างช้า ๆ ให้ตัวประสานที่มีอุณหภูมิต่ำเกิดการสลายตัว และเกิดเป็นรูพรุนขนาดเล็ก เป็นช่องทางสำหรับ การระเหยของก๊าซและการไหลของของเหลว ดังรูปที่ 2.7 โดยทั่วไป อัตราความร้อนเริ่มต้นจะเริ่มที่ 2 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง [5]



รูปที่ 2.7 การสลายตัวของตัวประสาน [5]

การกำจัดตัวประสานก่อให้เกิดการไหลของของเหลวและก๊าซผ่านตามรูพรุนภายในชิ้นงาน โดยอาศัยการซึมผ่านและแพร่ผ่าน การแพร่ผ่านจะเกิดในสภาวะที่เป็นสุญญากาศ ส่วน

การซึมผ่านจะเกิดจากความดันที่อยู่ล้อมรอบ ของเหลวจะไม่สามารถซึมผ่านได้เมื่อความอิมตัวต่ำกว่า 0.2 และ ก๊าซจะไม่สามารถซึมผ่านได้เมื่อความอิมตัวมากกว่า 0.9

เมื่อตัวประสานที่ผิวหน้าเกิดการสลายตัวจะก่อให้เกิดช่องว่างขึ้นที่ผิวหน้า เชื่อมต่อกับรูพรุน ที่อยู่ภายใน ขนาดของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับ ขนาดอนุภาค และรูพรุนที่เชื่อมต่อกัน รูพรุนที่คดเคี้ยวที่เชื่อมต่อกันทำให้ตัวประสานต้องใช้แรงในการสลายตัวมากกว่ากรณีที่ตัวประสานรวมกันเป็นชั้นหนา และตัวประสานจะไหลผ่านได้ดีเมื่อรูพรุนที่ผิวหน้ามีขนาดเล็ก

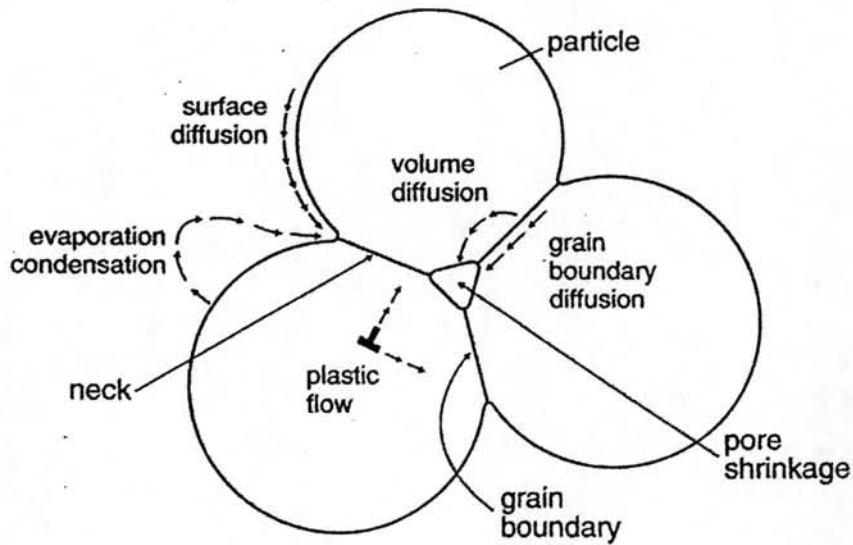
การเกิดรูพรุนขนาดใหญ่ที่ผิวหน้า มักจะส่งผลให้เกิดการแตกหลังจากทำการกำจัดตัวประสาน ซึ่งมีสาเหตุมาจาก การอัดตัวของตัวประสานที่ไม่แข็งแรงเพียงพอ และแรง คาปิลารี (capillary) เมื่อปริมาณที่มีความหนาแน่นของการอัดตัวต่ำ ถูกดึง ด้วยบริเวณที่มีความหนาแน่นของการอัดตัวสูงซึ่งยังคงมีตัวประสานเหลืออยู่ ทำให้เกิดการแตกขึ้นในชิ้นงาน และนี่คือเหตุผลที่ทำให้มีฟองอนุภาคอยู่สูง เท่าที่จะเป็นไปได้ในของผสม เพื่อหลีกเลี่ยงบริเวณที่มีความหนาแน่นต่ำ

#### 2.3.4 การเผาผนึก (sintering)

เป็นการเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของวัสดุผงเพื่อให้เกิดการเชื่อมผนึกกันของผงตัวแปรที่มีผลต่อการเผาผนึก ได้แก่ ความหนาแน่นเริ่มต้น ชนิดของวัสดุ ขนาดของอนุภาค บรรยากาศที่ใช้ในการเผาผนึก อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการเผาผนึก และ อัตราความร้อน [3]

ในการเผาผนึกนั้นมีสองรูปแบบที่สามารถทำได้ แบบแรกเป็นการกำจัดตัวประสานออกไปทีละน้อย เพื่อให้ตัวประสานช่วยรักษารูปร่าง ของชิ้นงาน ไว้จนถึงอุณหภูมิในการเผาผนึก แบบที่สอง เป็นการกำจัดตัวประสานออกไปทีเดียวจนหมด ก่อนเริ่มเผาผนึก (presintering) ชิ้นงานจะมีความหนาแน่น 60 % ส่วนที่เหลือ 40 % จะเป็นปริมาตร ของรูพรุนภายในชิ้นงาน ถ้าก่อนทำการเผาผนึกชิ้นงานมีความหนาแน่น 70 % หรือมากกว่า หลังเผาผนึกชิ้นงานจะมีความหนาแน่น 95 - 100 % ตามทฤษฎี

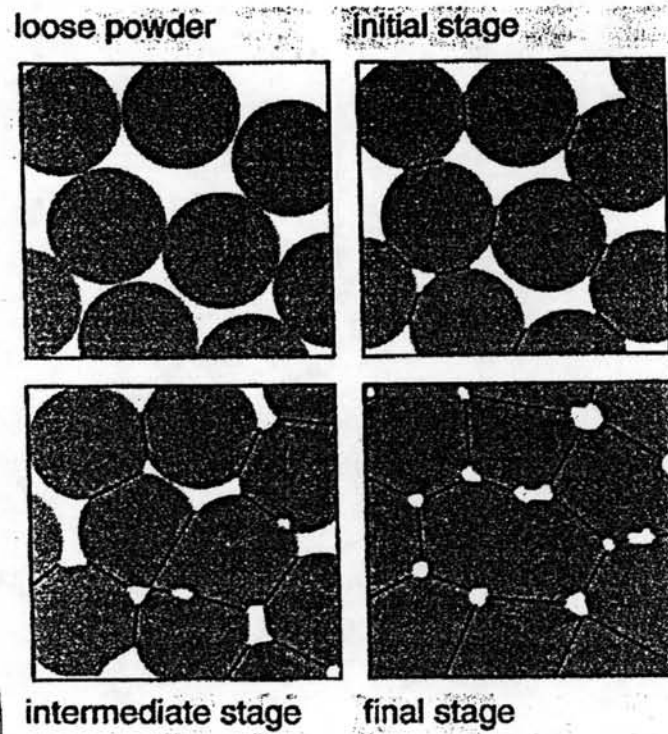
การเผาผนึกก่อให้เกิดการเคลื่อนที่ของอนุภาค อนุภาคจะเคลื่อนที่ไปอยู่ในช่องว่าง และเกิดการสัมผัสกัน เชื่อมต่อกันจับตัวเป็นพันธะ และมีการเชื่อมต่อกันระหว่างช่องว่างเกิดเป็นขอบเกรนขึ้น ซึ่งขอบเกรนเป็นขอบเขตของอนุภาคสองอันที่เชื่อมต่อกัน พันธะการจับตัวของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 2.8 อนุภาคจะเคลื่อนที่ผ่านผลึก ไปตามขอบเกรน และ พื้นผิวอิสระ โดยใช้การแพร่ อนุภาคจะแพร่ได้ดีที่อุณหภูมิสูง และ บริเวณที่ไม่สมบูรณ์ของขอบเกรน อัตราการแพร่ของอนุภาคมีผลต่อ อัตราการหดตัว การโตของคอ และความหนาแน่น



รูปที่ 2.8 การเชื่อมต่อกันของอนุภาคขณะทำการเผาผนึก[5]

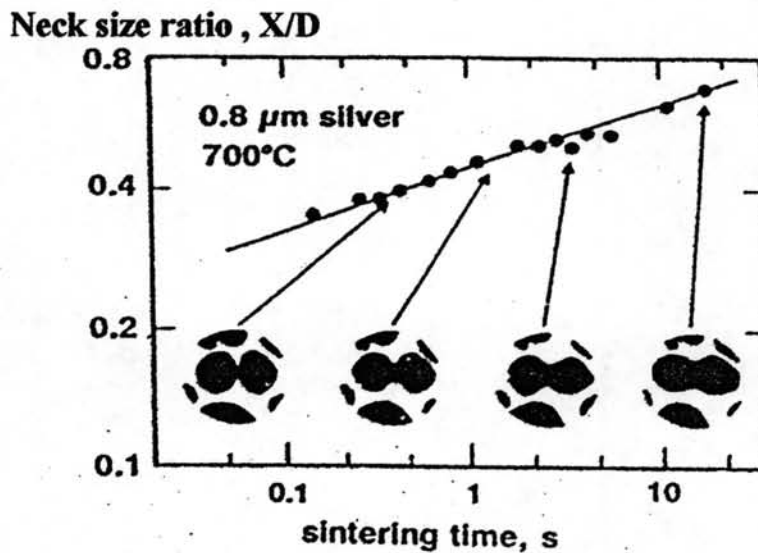
ระหว่างทำการเผาผนึก กลไกการเปลี่ยนแปลงของผงจะเป็นดังรูปที่ 2.9 เริ่มต้น ผงจะจับตัวกันอย่างหลวมๆ ต่อมาผงจะเริ่มจับตัวกันเป็นพันธะ มีพื้นที่ผิวสัมผัสเพิ่มขึ้นและมีการเชื่อมต่อกันระหว่างช่องว่าง และชั้นสุดท้าย จะมีการจับตัวกันอย่างหนาแน่น เกิดเป็นขอบเกรน และมีช่องว่างอยู่เพียงเล็กน้อย

ในการเผาผนึกนั้นสิ่งที่จะต้องควบคุมคือ ขนาดเกรนที่เกิดขึ้น ซึ่งจะมีผลต่อคุณสมบัติที่ได้รับโดยธรรมชาติ เกรนจะโตขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาผลึกเพิ่มขึ้น ที่เป็นเช่นนี้เพราะ ที่ขอบเกรนมีพลังงานสูง ขณะที่พื้นที่ผิวลดลง การให้อุณหภูมิความร้อนอย่างช้าๆ ไปสู่อุณหภูมิช่วงกลาง จะทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นและคุณสมบัติที่ดี การให้อุณหภูมิความร้อนอย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดการลอกที่ผิวหน้าและการเสื่อมสภาพของชิ้นงาน การให้อุณหภูมิความร้อนที่ช้าเกินไป ความหนาแน่นของชิ้นงานจะต่ำ และคุณสมบัติของชิ้นงานไม่ดี ถ้าใช้อุณหภูมิสูง หรือเวลาในการเผาผลึกนานเกินไป จะทำให้ชิ้นงานบิดเบี้ยว และเกิดการทรุดตัว และขนาดเกรนจะโตเกินไป



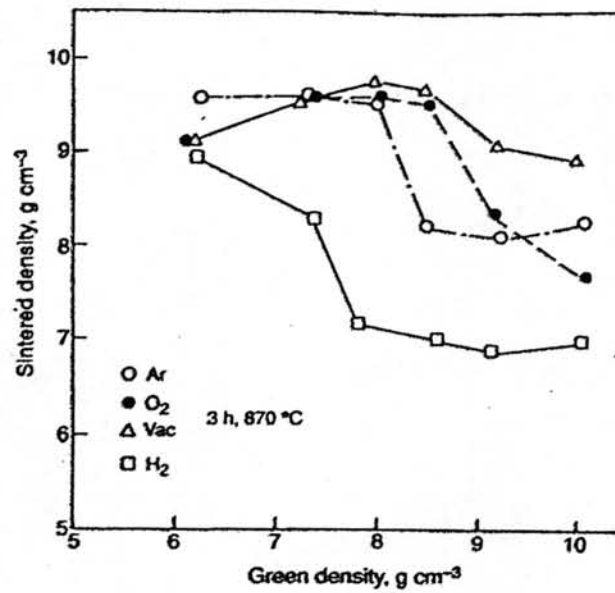
รูปที่ 2.9 การพัฒนาของพันธะระหว่างอนุภาคและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง [5]

S.M. Kaufman และ คณะ [ 17 ] ได้ทำการศึกษากลไกการเกิด neck growth ของโลหะเงินที่มีรูปร่างกลม โดยทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 2.10 พบว่า ในช่วงแรกของการเผาผนึก อนุภาคมีการเชื่อมต่อกันเพียงเล็กน้อย เมื่อเวลาในการเผาผนึกเพิ่มขึ้น อนุภาคมีการเชื่อมต่อกันจับตัวเป็นพันธะมากขึ้น และการรวมตัวเป็นอนุภาคเดียวกันใกล้จะสมบูรณ์ ค้างค่าของสัดส่วน  $X/D$  ที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.10 การเชื่อมต่อกันของอนุภาคโลหะเงินขณะทำการเผาผนึก [ 17 ]

Gessinger และ คณะ [ 18 ] ได้ทำการเผาผนึกโลหะเงินที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้บรรยากาศในการปกคลุมที่แตกต่างกัน แล้วทำการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นก่อนและหลังการเผาผนึก พบว่าค่าความหนาแน่นก่อนการเผาผนึกที่มีค่า 8 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ค่าความหนาแน่นหลังเผาผนึกสูงสุด การเผาผนึกโดยใช้บรรยากาศที่เป็นสูญญากาศให้ค่าความหนาแน่นสูงสุด และบรรยากาศที่เป็น ก๊าซไฮโดรเจนให้ค่าความหนาแน่นต่ำสุด ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 การเผาผนึกโลหะเงินที่บรรยากาศต่างๆ [ 18 ]