

การศึกษาการจัดตัวประสานและการเผาผนึกของผงโลหะเงินที่ผลิตด้วยวิธี SOL-GEL

นาย สถาพร คำสุชา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2549  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

STUDY OF DEBINDING AND SINTERING OF SILVER POWDER PRODUCED  
VIA SOL-GEL METHOD

Mr.Sataporn Kumsuka

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical Engineering  
Department of Metallurgical Engineering  
Faculty of Engineering  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2006  
Copyright of Chulalongkorn University


491650

491650

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาการจัดตั้งวุ้นประสานและการเผาผนึกของผงโลหะเงินที่ผลิตด้วยวิธี SOL- GEL
โดย	นาย สถาพร คำสุขา
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ไสว คำนชัยวิจิตร
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร

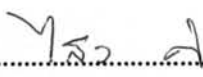
---

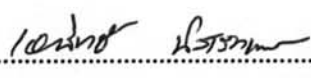
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

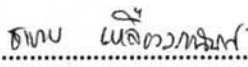
  
.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์  
( ศาสตราจารย์ ดร.ดิเรก ลาวัณย์ศิริ )

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

  
.....ประธานกรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิษฐ)

  
.....อาจารย์ที่ปรึกษา  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ไสว คำนชัยวิจิตร)

  
.....อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร)

  
.....กรรมการ  
(อาจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์)

สถาพร คำสุชา : การศึกษาการขจัดตัวประสานและการเผาผนึกของผงโลหะเงินที่ผลิตด้วยวิธี SOL-GEL ( STUDY OF DEBINDING AND SINTERING OF SILVER POWDER PRODUCED VIA SOL – GEL METHOD ) อ.ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.ไสว คำนชัยจิตร , อ.ที่ปรึกษาร่วม: ผศ. ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร , จำนวน 59 หน้า

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการขจัดตัวประสานและการเผาผนึกของผงโลหะเงินที่ผลิตด้วยวิธี Sol-gel ทำการผลิตผงโลหะเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต ใช้โซเดียมแอลกอฮอล์เป็นตัวรีดิวซ์ ได้ผงโลหะเงินมีขนาดเฉลี่ย 38  $\mu\text{m}$  ความหนาแน่น 7.80  $\text{g/cm}^3$  และมีรูปร่างแบบ Granular ผสมผงโลหะเงินกับตัวประสาน ซึ่งประกอบด้วย PP PW CW และ SA ในอัตราส่วน 61 % ผงโลหะเงิน 39% ตัวประสาน โดย ปริมาตร ขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการอัดขึ้นรูป ทำการขจัดตัวประสานและเผาผนึกที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ จากผลการทดลอง พบว่า การแช่ชิ้นงานในเฮปแทนที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 50 °C แช่ชิ้นงานจนครบ 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่ 100 °C เวลา 50 นาที สามารถกำจัดตัวประสานได้ดีที่สุด และไม่ทำให้ชิ้นงานเกิดความเสียหาย การเผาผนึกทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิจาก 800-900 °C เวลา 2-5 ชั่วโมง พบว่า ค่าความหนาแน่นและความแข็ง เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและเวลาการเผาผนึกที่เพิ่มขึ้น การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 900 °C เวลา 3 ชั่วโมง ทำให้ชิ้นงานหลังการเผาผนึกมีความหนาแน่นสูงสุด มีค่าเท่ากับ 8.30  $\text{g/cm}^3$  และความแข็งมีค่าเท่ากับ 22.22 HV

ภาควิชา.....วิศวกรรมโลหการ.....  
สาขาวิชา.....วิศวกรรมโลหการ.....  
ปีการศึกษา.....2549.....

ลายมือชื่อนิสิต.....สถาพร คำสุชา.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....ไสว คำนชัยจิตร.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร.....

## 4670533321:MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEYWORD : SILVER POWDER / DEBINDING/SINTERING

SATAPORN KUMSUKA : STUDY OF DEBINDING AND SINTERING OF SILVER POWDER PRODUCED VIA SOL – GEL METHOD THESIS ADVISOR: ASST.PROF. SAWAI DANCHAIVIJIT , Ph.D , M.Eng THESIS COADVISOR: ASST.PROF. EKASIT NISARATANPORN , Ph.D , M.Eng , 59 pp.

The objective of this research was to study the optimistic method of debinding and sintering of compacted silver powder . silver powder was produced by sol-gel technique . Silver sulfate and sodium hydroxide were used for reactant and reducing agent, respectively. The synthesized silver powder had a 38 um mean particle size with a granular shape and  $7.80 \text{ g/cm}^3$  in density . Silver powder was mixed with binder i.e. PP , PW , CW and SA . The mixture ratio of silver powder to binders was 61 to 39 by volume . The mixture was compacted to cylindrical preform which debinded and sintered at different time and temperature . The results showed that the suitable condition for debinding was soaking in heptane at  $30^\circ\text{C}$  for 1 hour then holding at  $50^\circ\text{C}$  for 10 hour , subsequently , drying at  $100^\circ\text{C}$  for 50 minnutes . The sintering temperature and time were varied from  $800\text{-}900^\circ\text{C}$  and 2-5 hours respectively. The density and hardness were increased with increasing sintering temperature and time. The best condition for sinter was  $900^\circ\text{C}$  for 3 hours which gave maximum density of  $8.30 \text{ g/cm}^3$  and hardness of 22.22 HV.

Department.....Metallurgical..Engineering...

Filed of study.....Metallurgical..Engineering.

Academic year.....2006.....

Student's signature.....*Sataporn Kumsuka*.....

Advisor's signature.....*Sawai Danchaivijit*.....

Co- Advisor's signature.....*Ekasit Nisaratanporn*.....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายๆฝ่าย ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไสว คำนชัยวิจิตร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษา ความรู้ และคำแนะนำ ต่างๆที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งในงานวิจัยตลอดมา ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้ คำแนะนำและข้อคิดต่างๆ ขอขอบคุณเพื่อนๆทุกคนที่ให้คำแนะนำ และกำลังใจ ทำให้งานวิจัยนี้ สามารถลุล่วงไปได้ด้วยดี สุดท้าย ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่สนับสนุนทางการศึกษา จนกระทั่งสามารถสำเร็จการศึกษาในระดับปริญญาโทมาบัณฑิตได้ตามเจตนารมณ์

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 การศึกษาข้อมูล.....	4
2.1 กระบวนการไหล-เจล.....	4
2.2 การผลิตผงโลหะเงิน.....	4
2.2.1 วิธีทางเคมี.....	4
2.2.2 วิธีทางฟิสิกส์.....	8
2.3 การฉีดขึ้นรูปโลหะผง.....	9
2.3.1 การผสมวัตถุดิบ.....	9
2.3.2 การฉีดขึ้นรูป.....	10
2.3.3 การกำจัดตัวประสาน.....	12
2.3.4 การเผาผนึก.....	13
บทที่ 3 ระเบียบวิธีการทดลอง.....	17
3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	17
3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการผลิตผงโลหะเงิน.....	17
3.1.2 วัสดุที่ใช้ในการจำลองการฉีดขึ้นรูป.....	17



3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	17
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	18
3.3.1 การผลิตผงโลหะเงิน.....	18
3.3.2 การผสม.....	19
3.3.3 การจำลองการฉีดขึ้นรูป.....	19
3.3.4 การกำจัดตัวประสาน.....	20
3.3.4.1 การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย.....	20
3.3.4.2 การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน.....	21
3.3.5 การเผาผนึก.....	21
3.3.5.1 การเผาผนึกแบบขั้นตอนเดียว.....	22
3.3.5.2 การเผาผนึกแบบหลายขั้นตอน.....	22
3.3.6 การตรวจสอบชิ้นงาน.....	23
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	25
4.1 ผลการผลิตผงโลหะเงิน.....	25
4.1.1 การตรวจสอบผงโลหะเงินด้วย XRD.....	25
4.1.2 ลักษณะและรูปร่างของผงโลหะเงิน.....	25
4.1.3 ขนาดเฉลี่ยและความหนาแน่นของผงโลหะเงิน.....	26
4.2 การสลายตัวของตัวประสานในบรรยากาศอากาศ.....	27
4.3 การผสมระหว่างผงโลหะเงินกับตัวประสาน.....	27
4.4 การอัดขึ้นรูป.....	28
4.5 การกำจัดตัวประสาน.....	28
4.5.1 ความเสียหายที่เกิดขึ้นกับชิ้นงานหลังการกำจัดด้วยตัวทำละลาย.....	28
4.5.2 เปรอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย.....	29
4.5.2.1 เปรอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายที่ 40 °C .....	29
4.5.2.2 เปรอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายที่ 50 °C .....	29
4.5.2.3 เปรอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายที่ 60 °C .....	30
4.5.2.4 เปรอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายสภาวะที่ 4 .....	31
4.5.3 การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน.....	31



4.5.3.1 ผลการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายและความร้อนที่ เวลา 11 ชั่วโมง.....	31
4.5.3.2 ผลการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายและความร้อนที่ เวลา 14 ชั่วโมง.....	31
4.6 การเผาผลาญ.....	32
4.6.1 การเผาผลาญขั้นตอนเดียว.....	32
4.6.1.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาการเผาผลาญต่อความหนาแน่นและ เปอร์เซ็นต์การหดตัว.....	32
4.6.1.2 ผลของอุณหภูมิและเวลาการเผาผลาญต่อความแข็ง.....	33
4.6.1.3 ผลของอุณหภูมิและเวลาการเผาผลาญต่อโครงสร้างของชิ้นงาน.....	34
4.6.2 การเผาผลาญหลายขั้นตอน.....	36
4.6.2.1 ผลของเวลาการเผาผลาญต่อความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์การหดตัว.....	36
4.6.2.2 ผลของเวลาการเผาผลาญต่อความแข็ง.....	36
4.6.2.3 ผลของเวลาการเผาผลาญต่อโครงสร้างของชิ้นงาน.....	37
บทที่ 5 อภิปรายผลการทดลอง.....	39
5.1 ผลการผลิตผงโลหะเงิน.....	39
5.2 ความเสียหายของชิ้นงานที่เกิดขึ้นหลังการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย.....	40
5.3 ผลของอุณหภูมิและเวลาการเผาผลาญ.....	41
บทที่ 6 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	43
6.1 สรุปผลการทดลอง.....	43
6.2 ข้อเสนอแนะ.....	44
รายการอ้างอิง.....	45
ภาคผนวก.....	47
ภาคผนวก ก. ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นของผงโลหะเงิน.....	48
ภาคผนวก ข. ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงโลหะเงิน.....	49

ภาคผนวก ค. การวิเคราะห์ขนาดวงโลหะเงิน.....	50
ภาคผนวก ง. ผลการวิเคราะห์การสลายตัวของตัวประสานด้วย STA ในบรรยากาศอากาศ.....	53
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	59

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 สภาวะในการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย.....	20
4.1 การสลายตัวของตัวประสาน จากการตรวจสอบด้วย STA ในบรรยากาศอากาศ .....	27
4.2 ความหนาแน่นและขนาดชิ้นงานหลังการอัดขึ้นรูป.....	28
4.3 ความเสียหายที่เกิดขึ้นกับชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย.....	28
4.4 เปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานที่ 40 °C.....	29
4.5 เปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานที่ 50 °C.....	29
4.6 เปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานที่ 60 °C.....	30
4.7 เปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานของสภาวะที่ 4.....	31
4.8 ความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์การหดตัวที่อุณหภูมิและเวลาการเผาผนึกต่างๆ.....	32
4.9 ความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์การหดตัวที่เวลาการเผาผนึกต่างๆ.....	36

สารบัญญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 ภาพ SEM ของผงโลหะเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์.....	6
2.2 ภาพ SEM ของผงโลหะเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรด ใช้วิตามินซีเป็นตัวรีดิวซ์.....	7
2.3 ขนาดของผงโลหะเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรด.....	7
2.4 ผล XRD ของผงโลหะเงินที่ผลิตจากลำแสงอิเล็กตรอน.....	8
2.5 สัดส่วนการผสมระหว่างผงโลหะกับตัวประสาน.....	10
2.6 ความสัมพันธ์ของแรงเดือนและความหนืด.....	11
2.7 การสลายตัวของตัวประสาน.....	12
2.8 การเชื่อมต่อกันของอนุภาคขณะทำการเผาผนึก.....	14
2.9 การพัฒนาของพันธะระหว่างอนุภาคและการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง.....	15
2.10 การเชื่อมต่อกันของอนุภาคโลหะเงินขณะทำการเผาผนึก.....	15
2.11 การเผาผนึกโลหะเงินที่บรรยากาศต่างๆ.....	16
3.1 รูปร่างและขนาดของชิ้นงานที่ใช้ในการทดลอง.....	19
3.2 แผนภูมิการให้ความร้อนในการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน.....	21
3.3 แผนภูมิการเผาผนึกแบบขั้นตอนเดียว.....	22
3.4 แผนภูมิการเผาผนึกแบบหลายขั้นตอน.....	22
3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการดำเนินการทดลอง.....	24
4.1 ผล XRD ของผงโลหะเงิน.....	25
4.2 ลักษณะและรูปร่างของผงโลหะเงิน.....	26
4.3 กราฟแสดงขนาดเฉลี่ยของผงโลหะเงิน.....	26
4.4 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะของผสม.....	27
4.5 ความแข็งของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ.....	33
4.6 ภาพถ่ายลักษณะรูพรุนของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่เวลา 800 °C เวลา 2, 3 และ 5 ชั่วโมง..	34
4.7 ภาพถ่ายลักษณะรูพรุนของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่เวลา 870 °C เวลา 2, 3 และ 5 ชั่วโมง..	35
4.8 ภาพถ่ายลักษณะรูพรุนของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่เวลา 900 °C เวลา 2, 3 และ 5 ชั่วโมง..	35
4.9 ความแข็งของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่เวลาต่างๆ.....	37
4.10 ภาพถ่ายลักษณะรูพรุนของชิ้นงานหลังการเผาผนึกที่เวลาต่างๆ.....	37
5.1 ภาพถ่ายเปรียบเทียบผงโลหะเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตและซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์.....	39
5.2 ภาพถ่ายเปรียบเทียบรูพรุนในชิ้นงาน ที่อุณหภูมิ 800 °C 3 ชั่วโมง และ 900 °C 3 ชั่วโมง.....	41