

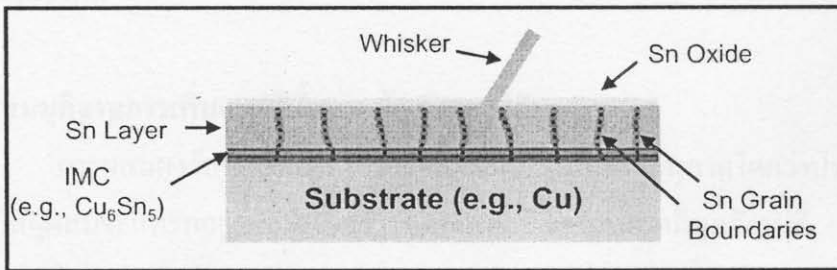
สมมุติฐานและวิธีการวิจัย

3.1 สมมุติฐานการเกิดขึ้นของวิสเคอร์ตีบุก

กลไกการเกิดขึ้นของวิสเคอร์ตีบุกในงานวิจัยนี้ เมื่อเปรียบเทียบกับที่เกิดขึ้นเองของวิสเคอร์ตีบุกตามแนวคิดของ Lee และคณะ แล้วพบว่ามีความแตกต่างกัน เนื่องจากการเตรียมโดยวิธีที่ต่างกัน

3.1.1 สมมุติฐานการเกิดขึ้นของวิสเคอร์ตีบุกตามแนวคิดของ Lee

เมื่อนำเคลือบตีบุกบนแผ่นฟอสฟอรัส บรอนซ์โดยใช้วิธีเคลือบด้วยไฟฟ้า (electro deposit) ทำให้เกิดการฟอร์มตัวของ intermetallic compound ทำให้เกิดความเค้นในลักษณะคดที่บริเวณขอบเกรนของตีบุก ทำให้เกิดความเค้นตกค้างอยู่ในเนื้อของตีบุก เมื่อชั้นตีบุกถูกกระตุ้นด้วยความร้อนแบบช้าๆ (ความร้อนเกิดจากกระแสไฟฟ้า) ตีบุกจึงถูกขับออกมาในลักษณะคล้ายๆกับยาสีฟันที่ถูกบีบออกจากหลอดดังรูปที่ 3.1

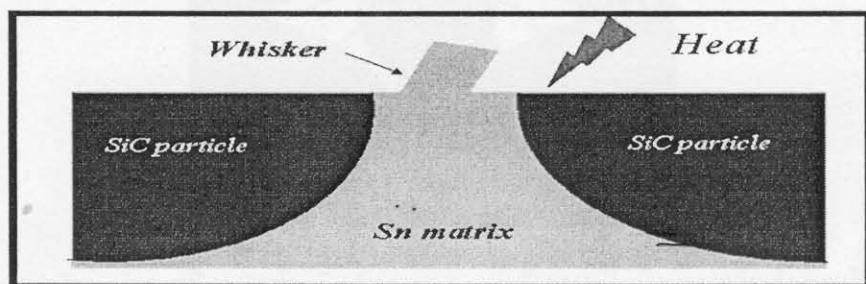


รูปที่ 3.1 แบบจำลองกลไกการเกิดขึ้นของวิสเคอร์ตีบุกบนโลหะบัดกรีโดยการเคลือบด้วยไฟฟ้า (electro deposit)

3.1.2 สมมุติฐานการเกิดขึ้นของเส้นใยตีบุกในงานวิจัย

วิสเคอร์ตีบุกที่เกิดขึ้นในงานวิจัยนี้ เกิดจากการเตรียมวัสดุผสมระหว่างตีบุก (เมตริกซ์) และซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งเตรียมโดยวิธีบดผสมเชิงกล จากแบบจำลองสามารถอธิบายได้ว่าตีบุก เป็นโลหะที่มีความอ่อนตัวเมื่อบดผสมเชิงกลกับเซรามิกที่มีความแข็งสูงเช่นซิลิกอนคาร์ไบด์ จึงเป็นการง่ายที่อนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ จะเข้าไปฝังประแบบกระจายอยู่ในเนื้อของตีบุก ดังรูปที่ 3.8 การเข้าไปแทรกตัวของซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นการสร้าง ความเค้นคงค้าง (residual

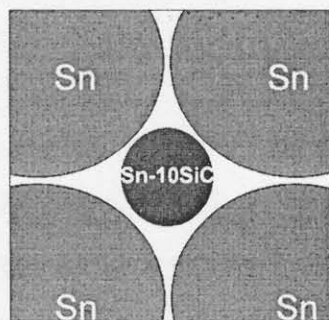
stress) ให้แก่เนื้อดีบุก (sn matrix) ซึ่งสามารถคลายความเค้นดังกล่าว ได้ทันทีที่ได้รับพลังงานสูงพอที่จะทำให้กลไกทำงาน ด้วยเหตุนี้เมื่อให้พลังงานความร้อนแก่ชิ้นงานในระดับที่ใกล้เคียงจุดหลอมเหลวของดีบุก จะไม่มีผลกับซิลิกอนคาร์ไบด์ เนื่องจากมีความเสถียรกว่า แต่จะมีผลกับเนื้อของดีบุกซึ่งจะเกิดการขยายตัวเนื่องจากความร้อน (thermal expansion) แต่เนื่องจากเนื้อของดีบุกและซิลิกอนคาร์ไบด์ มีค่าสัมประสิทธิ์ขยายตัวเนื่องจากความร้อน (coefficient thermal expansion : CTE) แตกต่างกัน การขยายตัวของเนื้อของดีบุกจึงถูกขวางด้วยกำแพงซิลิกอนคาร์ไบด์ จึงเกิดความเค้นกด (compressive stress) ในเนื้อของดีบุกอะตอมดีบุก จึงถูกขับให้ออกมาในทิศทางที่มีความหนาแน่นน้อย (บริเวณผิวอนุภาควัสดุผสม) ในลักษณะที่อะตอมกลายเป็นวิสเคอร์ดีบุก ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แบบจำลองกลไกการเกิดขึ้นของวิสเคอร์ดีบุกที่เกิดในวัสดุผสม Sn/SiC ที่เตรียมโดยวิธีบดผสมเชิงกล

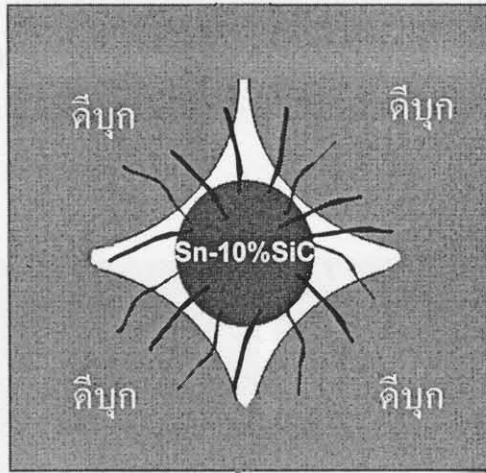
3.2 สมมุติฐานการเพิ่มสมบัติชิ้นงานด้วยวิสเคอร์ดีบุก

การผสมผงวัสดุผสม Sn-10SiC กับผงดีบุกที่มีขนาดอนุภาคโตกว่าประมาณเท่าตัว อนุภาคของวัสดุผสมจะแทรกอยู่ระหว่างช่องว่าง (void) ของอนุภาคดีบุกดังรูปที่ 3.3 ซึ่งเป็นแบบจำลองสมมุติฐานตำแหน่งของอนุภาควัสดุผสม Sn-10SiC ช่วงขนาด 100-150 μm กับอนุภาคดีบุกช่วงขนาด 200-300 μm โดยวิธีการสั้น



รูปที่ 3.3 แบบจำลองสมมุติฐานตำแหน่งของอนุภาควัสดุผสม Sn-10SiC กับอนุภาคดีบุก

เมื่อให้แรงดันแก่ชิ้นงาน โดยวิธีการอัดขึ้นรูป อนุภาคจะเรียงตัวชิดกันมากขึ้น(จะมากหรือน้อยขึ้นกับความดันที่ใช้) ชิ้นงานจะเกาะกันได้ ทั้งนี้รูปร่างของชิ้นงานจะขึ้นอยู่กับแม่แบบที่ใช้อัด หลังจากทำการอบผนึกโดยใช้อุณหภูมิที่สามารถทำให้วัสดุผสม Sn-10SiC เกิดวิสเคอร์ดีบุกและอนุภาคดีบุกเชื่อมติดกัน ทำให้ชิ้นงานมีสมบัติความพรุนและความแข็งแรงเปลี่ยนไปดังรูปที่ 3.4

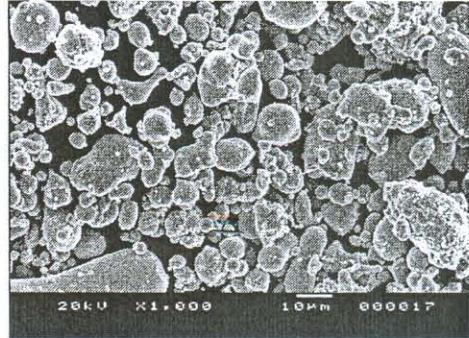
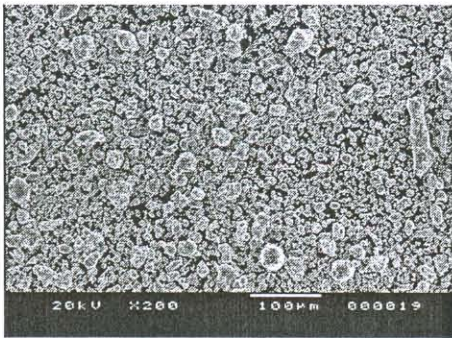


รูปที่ 3.4 แบบจำลองสมมุติฐานการผลิตวัสดุพรุน หลังอบผนึกมีการฟอร์มตัวของวิสเคอร์ดีบุกที่เกิดจากวัสดุผสม Sn-10SiC และอนุภาคของดีบุกหลอมเชื่อมติดกัน

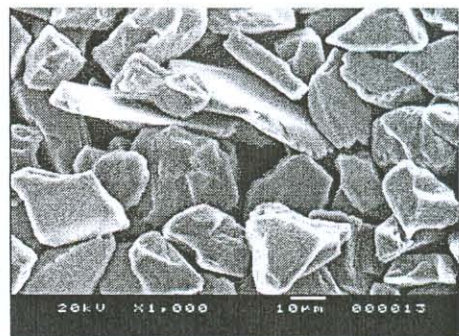
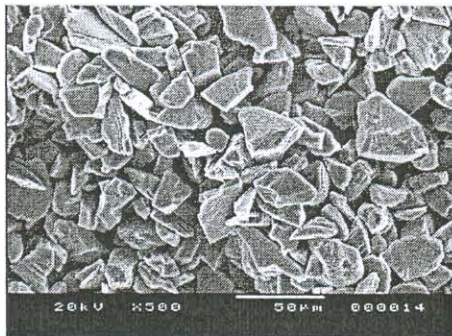
3.2 วัสดุที่ใช้และวิธีดำเนินการวิจัยและผลการทดลองเบื้องต้น

3.2.1 ศึกษาปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการขึ้นของวิสเคอร์ดีบุกเบื้องต้น โดยมีวิธีการ
ศึกษาเป็นดังนี้เตรียมตัวอย่างระหว่างดีบุกกับซิลิกอนคาร์ไบด์ ในอัตราส่วนผสม 9:1 โดยน้ำหนัก ทำการบดผสมดีบุกและซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยเครื่องบดแพลนารีที่ความเร็วรอบ 12, 24, 36 และ 48 ชั่วโมง จากนั้นนำผงโลหะผสมไปขึ้นรูปในลักษณะทรงกระบอกด้วยเครื่องอัดขึ้นงานอุณหภูมิต่ำที่ความดัน 500, 1000, 1500 และ 2000 psi แล้วจึงเผาอบผนึกชิ้นงานพร้อมทั้งสังเกตพฤติกรรมที่เกิดขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์สแกนร้อนและ DTA ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 และ 2 องศาเซลเซียส ต่อนาที ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และ 230 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ตรวจสอบธาตุที่เป็นองค์ประกอบของวิสเคอร์ดีบุกด้วย EDX และวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยวิธี x-ray mapping สังเกตรูปร่างและขนาดของวิสเคอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด และโปรแกรม image tool เมื่อได้ผล จึงเลือกพารามิเตอร์ที่เหมาะสมมาใช้เพื่อเตรียมเป็นวัสดุผสม

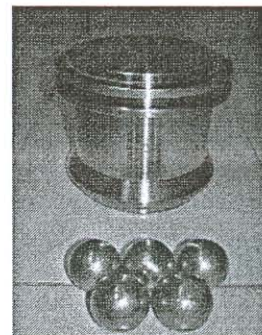
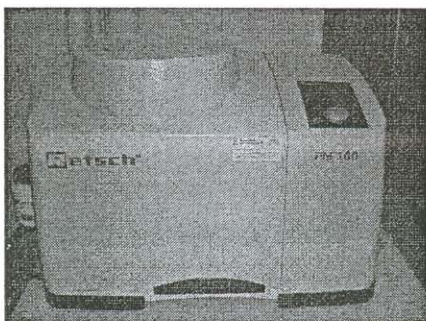
3.2.2 เตรียมวัสดุผสม วัสดุสำคัญที่ใช้ในการเตรียมคือผงดิบุกที่ได้มาจากระบวนการอะตอมไมเซชันขนาดเล็กลงกว่า $45 \mu\text{m}$ (ความบริสุทธิ์ 99.95%, บริษัทไทยชาโก้ จำกัด) ดังรูปที่ 3.5 และผงซิลิกอนคาร์ไบด์ ขนาดน้อยกว่า $37 \mu\text{m}$ (ดังรูปที่ 3.6) โดยใช้วิธีเตรียมโดยวิธีบดผสมเชิงกล สัดส่วนการผสมเป็น 9:1 ด้วยเครื่องบดแพลนนาเทรี (Planetary mill, Reacth) ดังรูปที่ 3.7 ที่ความเร็วรอบ 300 rpm, 24 ชั่วโมงบด, ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน, ใช้กรดสเตียริก 2% เป็น PCAs เมื่อได้ผงวัสดุผสมนำคัดขนาด ให้ได้วัสดุผสมที่มีขนาดระหว่าง $100\text{-}150 \mu\text{m}$ ดังรูปที่ 3.8 จึงชั่งตัวอย่างส่วนหนึ่งนำไปทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วย DTA อีกส่วนหนึ่งนำไปเผาที่อุณหภูมิช่วง 200-220 องศาเซลเซียส เพื่อทดสอบการเกิดวิสเคอร์โดยสังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด ดังรูปที่ 3.8 และรูปที่ 3.10



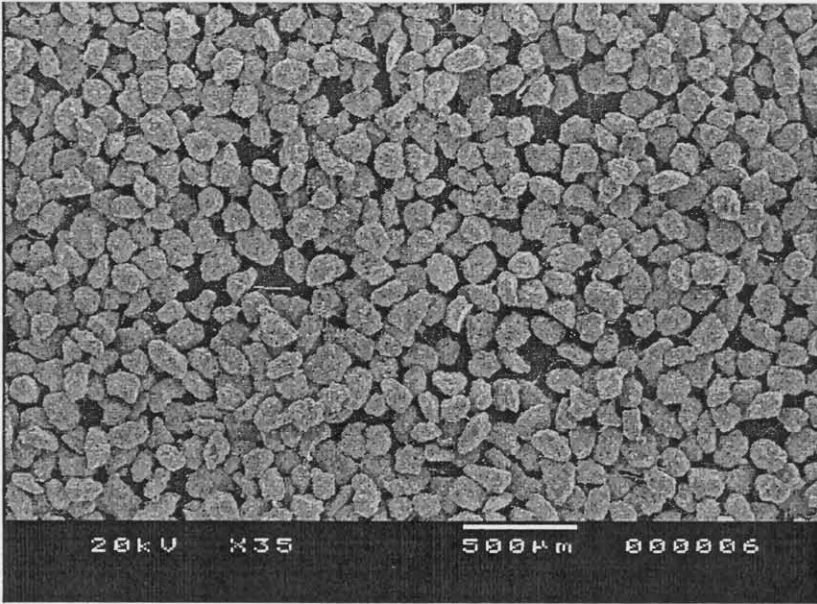
รูปที่ 3.5 ผงดิบุกขนาดเล็กลงกว่า $45 \mu\text{m}$



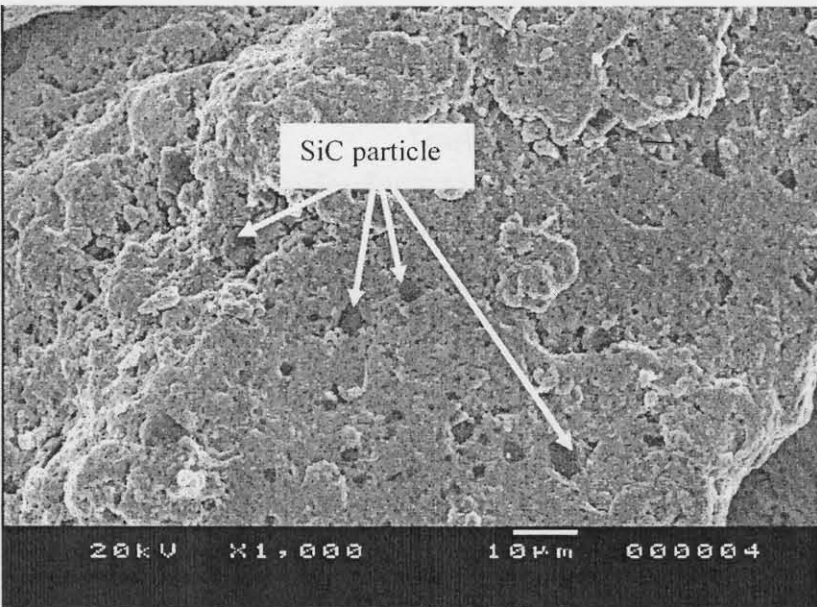
รูปที่ 3.6 ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาดเล็กลงกว่า $37 \mu\text{m}$



รูปที่ 3.7 เครื่องบดแพลนนาเทรี พร้อมด้วยหม้อบด 250 มิลลิลิตรและลูกบอลบด



a)



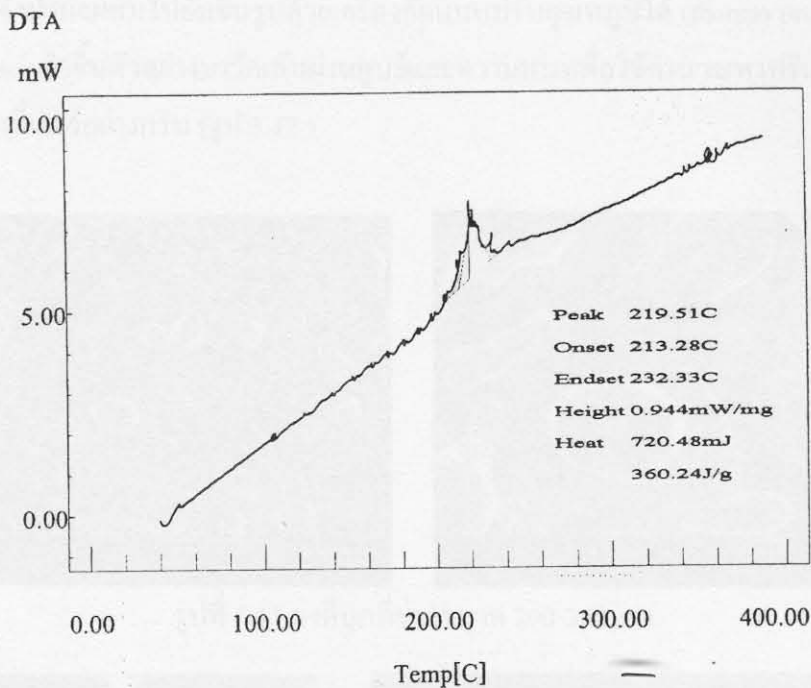
b)

รูป 3.8 ผงวัสดุผสม Sn-10%SiC ขนาด 100-150 μm ที่กำลังขยาย a) 35 เท่า b) 1000 เท่า

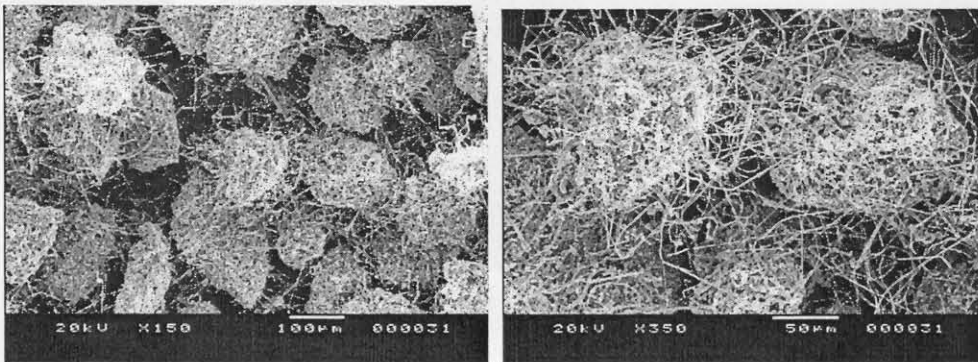
เมื่อนำ Sn-10%SiC ขนาด 100-150 μm ทดสอบปฏิกิริยาทางความร้อนด้วย DTA (differential thermal analyser) ได้ผลดังรูปที่ 3.9 จากกราฟ DTA พบว่าผงวัสดุผสมที่เวลาบดผสม 24 ชั่วโมง เกิดพีคของปฏิกิริยาคายความร้อนเป็น 219.51 องศาเซลเซียส โดยไม่เกิดพีคของปฏิกิริยาคูดความร้อนเลย ซึ่งก็หมายความว่าอนุภาค Sn-10%SiC มีการตกผลึกใหม่ (Recrystallization) อย่างชัดเจน

ทั้งนี้ก็สอดคล้องกับ ผลการทดสอบกับ hot-stage optical microscope พบว่าผง

วัสดุผสมมีการฟอร์มวิสเคอร์ในช่วงอุณหภูมิ 200-220 องศาเซลเซียส (รูป 3.10) นั่นคือปรากฏการณ์ตกผลึกใหม่ของอนุภาค Sn-10%SiC ก็คือการเกิดวิสเคอร์



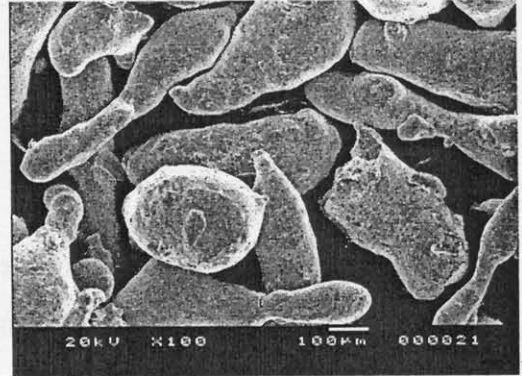
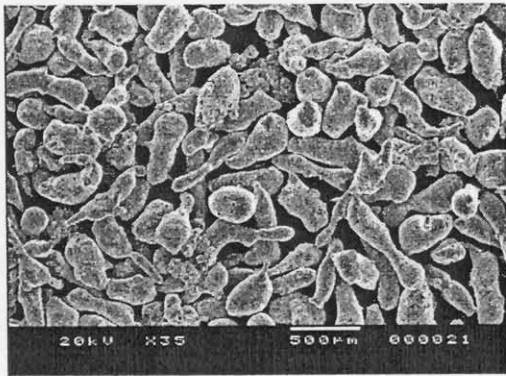
รูปที่ 3.9 ผลทดสอบปฏิกิริยาทางความร้อนด้วย DTA ผงวัสดุผสม Sn-10%SiC ที่เวลาอบ 24 ชั่วโมง



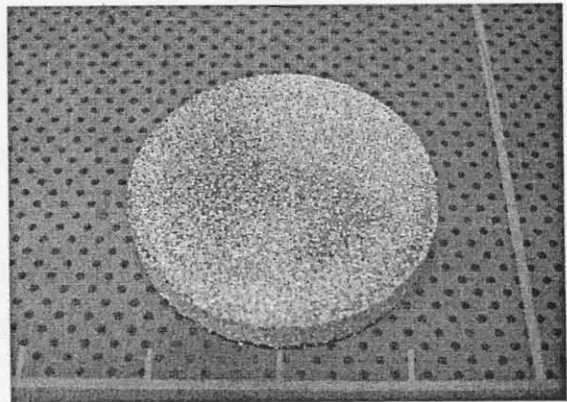
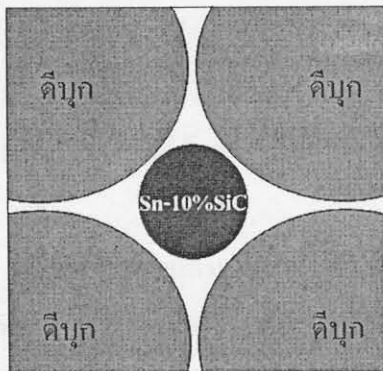
รูปที่ 3.10 ผงวัสดุผสม Sn-10%SiC ขนาด 100-150 μm หลังให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 200-220 องศาเซลเซียส

3.2.3 ทำการผสมและอัดขึ้นรูป ผสมวัสดุผสมเข้ากับดินบุกที่ได้มาจากกระบวนการอะตอมไมเซชันช่วงขนาด 200-300 μm (ความบริสุทธิ์ 99.95%, บริษัทไทยชาโก้ จำกัด) ดังรูปที่ 3.11 โดยเติมวัสดุผสม 2%, 4%, 6%, 8% และ 10% ให้น้ำหนักรวม 10 กรัม โดยมีสมมุติฐานให้วัสดุ

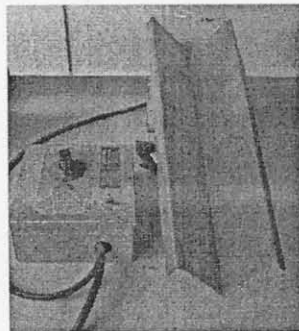
ผสมแทรกอยู่ระหว่างอนุภาคดีบุกดั่งแบบจำลองในรูปที่ 3.11 โดยใช้วิธีการสั่นด้วยเครื่องสั่นแม่เหล็ก (magnetic vibratory) ดังรูปที่ 3.13 เพื่อให้ผงเข้ากันดีเวลาการสั่นที่ผงเข้ากันได้ดีที่สุดคือ 2 นาที จากนั้นจึงนำผงผสมไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบปรับอุณหภูมิได้ (thermo press) ที่ความดัน 500, 1000 psi นำชิ้นตัวอย่างมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาเพื่อใช้คำนวณหาปริมาตรและความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างกรีน (รูป 3.12)



รูปที่ 3.11 ผงดีบุกที่ช่วงขนาด 200-300 μm

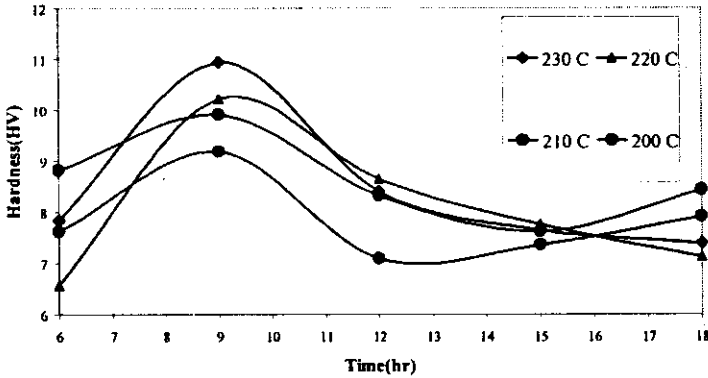


รูปที่ 3.12 ชิ้นตัวอย่างกรีนเปรียบเทียบกับแบบจำลองสมมุติฐานตำแหน่งของวัสดุผสมกับดีบุก



รูปที่ 3.13 เครื่องสั่นแม่เหล็ก (Magnetic vibratory)

3.2.3 อบผนึกชิ้นตัวอย่าง ที่อุณหภูมิ 200, 210, 220 และ 230 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ผลการทดลองเบื้องต้นดังกราฟที่ 3.14 พบว่าเวลาเผาแช่ 9 ชั่วโมง ชิ้นงานมีความแข็งแรงมากที่สุด



รูปที่ 3.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งและระยะเวลาให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ ของผงคิบุกขนาด 200-300 μm ขึ้นรูปด้วยความดัน 1000 psi

หลังจากการทดลองผลิตชิ้นตัวอย่างวัสดุผสมพูนเบื้องต้นพบว่า ที่อุณหภูมิอบผนึก 230 องศาเซลเซียส ทำให้ชิ้นตัวอย่างบิดเบี้ยวเนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ใกล้เคียงจุดหลอมเหลวของคิบุกบริสุทธิ์ทำให้ชิ้นตัวอย่างแข็ง และบิดเบี้ยว ดังนั้นการทดลองที่อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส สำหรับทุกเงื่อนไขได้ตัดออกไปจากการทดลอง

3.2.4 ทดสอบสมบัติต่างๆ ของชิ้นงานที่เป็นวัสดุพูน ได้แก่ ความหนาแน่น ร้อยละของความพรุน ความพรุนเฉลี่ย สัมประสิทธิ์การซึมผ่านของอากาศ และทดสอบแรงเฉือน ซึ่งแจกแจงได้ดังนี้

3.2.4.1 หาค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน โดยหาปริมาตรของชิ้นตัวอย่างและชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำค่าที่ได้มาหาความหนาแน่น โดยใช้สมการ

$$\rho_{\text{apparent}} = \frac{m}{V} \quad 3.1$$

โดย	ρ	คือ ความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)
	m	คือ มวลของชิ้นงาน (g)
	V	คือ ปริมาตรของชิ้นงาน (cm^3)

3.2.4.2 หาค่าร้อยละของความพรุนดังสมการที่ 3.3 โดยหาผลต่างระหว่างความ

หนาแน่นตามทฤษฎีสมการ 3.2 กับความหนาแน่นที่คำนวณได้จากสมการ 3.1

$$\rho_{Theory} = (1.9a - 0.9)\rho_{Sn} + 0.1(a - 1)\rho_{SiC} \quad 3.2$$

เมื่อ

ρ_{Theory} คือ ความหนาแน่นของชิ้นงานตามทฤษฎี (g/cm^3)

ρ_{Sn} คือ ความหนาแน่นของดีบุกตามทฤษฎี (g/cm^3)

ρ_{SiC} คือ ความหนาแน่นของซิลิกอนคาร์ไบด์ตามทฤษฎี (g/cm^3)

a คือ สัดส่วนของดีบุกที่มีอยู่ในชิ้นงาน (g/cm^3)

$$Porosity(\%) = \frac{\rho_{Theory} - \rho_{apparent}}{\rho_{Theory}} \times 100\% \quad 3.3$$

3.2.4.3 ทดสอบหาสัมประสิทธิ์การซึมผ่าน เป็นการทดสอบหาความสามารถในการให้
อากาศไหลซึมผ่านชิ้นทดสอบ มีวิธีการดังนี้

1) ยึดชิ้นทดสอบเข้ากับฟิกเจอร์ของชุดทดสอบ โดยมีประเก็น แหวนโลหะและ
ประเก็นยางกันซึมรองอยู่ที่ ผิวหน้าของชิ้นทดสอบเหลือพื้นที่ผิวเปิดขนาด 645.2 ตารางมิลลิเมตร
(1 ตารางนิ้ว)

2) ปล่ออากาศไหลผ่านตัวกรองเพิ่มขึ้นทีละน้อยจนอัตราการไหลอยู่ที่ 30 ลิตร
ต่อนาที

3) อ่านค่าความแตกต่างของความดันจากมานอมิเตอร์แล้วนำไปแทนค่าในสมการ

4) ทดสอบหาขนาดรูพรุน โดสุคของตัวกรองเป็นการวัดค่าความแตกต่างของความ
ดันที่เกิดขึ้นเมื่อเกิดฟองอากาศฟองแรก มีวิธีการดังนี้

5) ชิ้นทดสอบจะถูกแช่ไว้ในอัลกอฮอล์อย่างน้อยสองนาที

6) นำชิ้นทดสอบที่แช่อัลกอฮอล์ไว้แล้วไปยึดเข้ากับฟิกเจอร์ให้แน่น โดยมีประเก็น
ยางรองผิวหน้าของชิ้นงานทั้งสองด้าน

7) เปิดให้แรงดันอากาศจำนวนน้อยๆ แก่ชิ้นทดสอบเพื่อป้องกันอัลกอฮอล์ภายใน
ชิ้นทดสอบถูกขับทิ้งออกมา และเทราดอัลกอฮอล์จำนวน 2 มิลลิลิตร ลงบนผิวหน้าของชิ้นทดสอบ

8) เปิดวาล์วเพิ่มปริมาณอากาศให้ไหลผ่านชิ้นทดสอบอย่างช้าๆ จนมองเห็นฟอง
อากาศฟองแรกเกิดขึ้น

9) อ่านค่าความแตกต่างของความดันจากมานอมิเตอร์แล้วนำไปแทนค่าในสมการ

3.2.4.4 วิธีการทดสอบความแข็งแรงเชิงกลจะใช้การทดสอบแบบแรงเฉือน วิธีการนี้เป็น
การวัดแรงสูงสุดที่ทำให้วัสดุเริ่มเสียรูป

- 1) ชิ้นทดสอบจะถูกยึดเข้ากับอุปกรณ์จับยึดชิ้นงาน
- 2) วางอุปกรณ์จับยึดชิ้นงานบนเครื่องทดสอบแรงกด
- 3) ทำการกดชิ้นทดสอบ โดยให้อัตราการเคลื่อนที่ของการกดที่ 250 มิลลิเมตรต่อ
นาที ซึ่งเป็นอัตราสูงสุดที่โปรแกรมของเครื่องทดสอบทำได้ กดจนชิ้นงานเริ่มเสียรูป
- 4) บันทึกค่าแรงสูงสุดที่ได้ และนำไปคำนวณหาค่าความแข็งแรงเฉือน