

บทที่ 2

ทฤษฎีและวรรณกรรมปริทัศน์

2.1 ซิลเวอร์เคลย์ (Silver Clay) [5]

ซิลเวอร์เคลย์ คือวัสดุที่มีสมบัติคล้ายดินเหนียวซึ่งสามารถนำมาปั้นและแต่งขึ้นรูปได้ตามความต้องการ ด้วยอุปกรณ์พื้นฐานทั่วไปก็สามารถที่จะสร้างสรรค์ผลงานได้หลากหลายรูปแบบ ซึ่งสามารถลดข้อจำกัดของการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยกระบวนการอื่นออกไปได้ อีกทั้งยังสามารถที่จะแก้ไขรูปทรงได้โดยง่ายเพื่อให้ได้รูปทรงตามความต้องการ

ซิลเวอร์เคลย์มีส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่

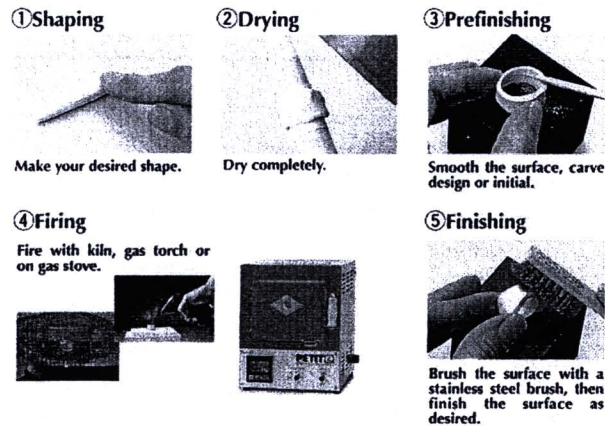
- 1) ผงโลหะเงิน ซึ่งโดยทั่วไปประกอบด้วย ผงโลหะเงินที่มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 2 ขนาดขึ้นไปผสมกันในอัตราส่วนที่ทำให้ได้ซิลเวอร์เคลย์เหมาะแก่การใช้งานในลักษณะต่างๆ
- 2) ตัวประสานเป็นส่วนประกอบหลักซึ่งทำหน้าที่ช่วยยึดจับระหว่างอนุภาค ช่วยให้เราสามารถนำผงโลหะเงินมาขึ้นเป็นรูปร่างได้โดยง่าย
- 3) น้ำเป็นส่วนประกอบที่เติมลงไปเพื่อทำละลายตัวประสานให้เกิดการยึดจับระหว่างอนุภาค จะได้ซิลเวอร์เคลย์ที่มีความยืดหยุ่นนำมาขึ้นรูปได้ง่าย

นอกจากนี้อาจจะมีการเติมสารลดแรงตึงผิว (Surface Active Agent) หรือน้ำมัน (Oil) เพื่อช่วยเพิ่มสมบัติในการยึดเกาะของอนุภาค และการขึ้นรูปให้ดีขึ้น

2.2 กระบวนการขึ้นรูปซิลเวอร์เคลย์

กระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเครื่องประดับด้วยซิลเวอร์เคลย์ประกอบด้วย 5 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้

- 1) ปั้นแต่ง ขึ้นรูปให้ได้รูปทรงชิ้นงานตามที่ต้องการ
- 2) อบ หรือเผา ให้แห้ง เพื่อให้ชิ้นงานสามารถคงรูปทรง และมีความแข็งแรงมากขึ้น
- 3) ตกแต่ง เก็บรายละเอียดของชิ้นงานก่อนที่จะนำชิ้นงานไปเผา
- 4) เผาชิ้นงานด้วยหัวไฟ หรืออบในเตาโดยใช้อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสมกับซิลเวอร์เคลย์ตามที่ได้มีการระบุไว้
- 5) ขัดตกแต่งชิ้นงานให้เรียบร้อย ได้เป็นชิ้นงานสำเร็จ



รูป 2.1 แสดงกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเครื่องประดับด้วยซิลเวอร์เคลย์

2.3 ตัวประสาน (Binder) [13]

ตัวประสาน คือ สารอินทรีย์โมเลกุลยาวที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ ใช้เติมในผงแกรนูล (Granule Powder) หรือสลิป (Slip) เพื่อให้เกิดการยึดเกาะระหว่างอนุภาค ทำให้ชิ้นงานขึ้นรูปได้ดี มีความแข็งแรงก่อนเผาพอที่จะเคลื่อนย้ายจนถึงขั้นตอนการเผา และจะถูกขจัดออกไปในขั้นตอนสุดท้าย [14]

ในการผลิตซิลเวอร์เคลย์นั้น ตัวประสานถือว่าเป็นส่วนประกอบหลักที่มีความสำคัญเป็นอย่างมาก เป็นสารที่ช่วยให้ผงโลหะเงินและน้ำผสมกันได้และมีลักษณะของดินเหนียว โดยในระหว่างที่เก็บรักษาไว้ในถุงตัวประสานจะช่วยดูดน้ำทำให้ส่วนผสมไม่แข็งตัว ทำให้ผงโลหะเงินนั้นสามารถจะนำมาขึ้นรูปได้ โดยตัวประสานที่จะนำมาใช้ในการผลิตซิลเวอร์เคลย์จะต้องมีสมบัติหลักดังต่อไปนี้

- 1) ไม่เป็นอันตรายในการนำมาใช้เป็นส่วนผสม
- 2) สามารถรวมตัวกับน้ำ และมีการยึดเกาะระหว่างอนุภาคที่ดีมีความยืดหยุ่น
- 3) สามารถเผาไหม้ได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิต่ำ
- 4) ไม่ทำปฏิกิริยากับอนุภาคของผงโลหะเงินทำให้ผงโลหะเงินมีสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไป

โดยส่วนใหญ่ตัวประสานที่ใช้ในการผลิตซิลเวอร์เคลย์จะเป็นสารอินทรีย์ซึ่งมีหลายชนิด เช่น เซลลูโลส แวกซ์ เรซิน และแป้ง

2.3.1 คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) [15]

ตัวประสานที่น่าสนใจ คือ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส เกิดจากการรวมตัวระหว่างอนุพันธ์เซลลูโลสกับหมู่คาร์บอกซิล จับกับบางหมู่ของไฮดรอกซิลประเภทกลูโคส โสโมโนเมอร์ ซึ่งเกิดเป็นเซลลูโลสแบบโบน คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสถูกสังเคราะห์จากอัลคาไลน์ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมี ผสมกับกรดคลอริก (กรดอินทรีย์) โดยคุณสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสขึ้นอยู่กับ

แทนที่ของโครงสร้างเซลลูโลส (จำนวนกลุ่มไฮดรอกซิลในปฏิกิริยาแทนที่) รวมทั้งความยาวของเซลลูโลสแบบโบน และการเพิ่มขึ้นของหมู่คาร์บอกซีเมทิลในการแทนที่ ในความเป็นจริงแล้วโครงสร้างของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสค่อนข้างสั้น โมเลกุลของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจะสามารถยืดหยุ่นได้ดีเมื่อใช้ในการผสมที่มีความเข้มข้นน้อย แต่เมื่อความเข้มข้นมากโครงสร้างจะเกิดการซ้อนทับโยงกันกลายเป็นเจล และเมื่อเพิ่มแรงไอออนิกแต่ลดความเป็นกรดเป็นด่างลงจะทำให้เกิดโครงสร้างเป็นเจลได้ดีขึ้น

2.3.2 สมบัติทางกายภาพของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC)

- 1) เป็นสารไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส ไม่เป็นพิษ มักพบในลักษณะเป็นผงหรือเม็ด
- 2) มีค่าความเป็นกรดเป็นด่าง 6.5-8 มีความเสถียรในช่วง 2-10
- 3) ไม่ละลายในสารละลายอินทรีย์
- 4) ทำปฏิกิริยากับเกลือของโลหะหนัก เพื่อเปิดเป็นฟิล์ม

2.3.3 ประโยชน์ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC)

- 1) ใช้เป็นสบู, ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร โดยทำหน้าที่เป็นตัวประสานและสารลดแรงตึงผิว
- 2) ใช้เคลือบกระดาษเพื่อเพิ่มความเรียบให้กับกระดาษ
- 3) ใช้ในอุตสาหกรรมทำสีน้ำมัน, ยา และเครื่องสำอาง

2.4 พงโลหะเงิน [3], [16], [17]

ในปัจจุบันผงโลหะเงินถูกนำมาใช้ประโยชน์ในแวดวงอุตสาหกรรมมากมาย โดยเฉพาะอุตสาหกรรมไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากโลหะเงินมีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่สูงมาก โดยผลิตภัณฑ์ที่ใช้ผงโลหะเงินเป็นวัสดุหรือเป็นส่วนประกอบ ได้แก่ อิเล็กโทรด (Electrode) หน้าสัมผัสของอุปกรณ์ไฟฟ้า และแผงวงจร โดยผงโลหะเงินที่นำมาใช้งานนั้นต้องมีความบริสุทธิ์และมีขนาดของผงเฉลี่ยระหว่าง 10 – 100 ไมครอน เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้าของผงโลหะเงินสูงสุด นอกจากนี้ยังมีการนำผงโลหะเงินมาประยุกต์ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ โดยการนำผงโลหะเงินเป็นส่วนประกอบหลักของน้ำยาเคลือบในขั้นตอนของการชุบและเคลือบผิวด้วยวิธีอิเล็กโตรฟอร์มมิง (Electroforming) และเป็นวัสดุหลักของซิลเวอร์เคลย์ เพื่อใช้ในการขึ้นรูปเครื่องประดับ จะเห็นได้ว่าผงโลหะเงินนั้นเริ่มมีบทบาทต่อแวดวงอุตสาหกรรมต่าง ๆ เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง

กรรมวิธีการผลิตผงโลหะเงินนั้นมีหลายวิธีซึ่งสามารถแบ่งประเภทของกรรมวิธีผลิตผงโลหะเงินได้แก่ กรรมวิธีทางกล (Physical Method) กรรมวิธีทางเคมี (Chemical Method) และกรรมวิธีทางไฟฟ้า (Electrolytic Deposit)

2.5 กรรมวิธีการผลิตผงโลหะ [3]

2.5.1 เทคนิคการผลิตเชิงกล

กระบวนการผลิตบดผงละเอียดเชิงกลมีพื้นฐานในการบด 4 วิธี คือการบดโดยใช้แรงกระแทก (impaction) การบดโดยใช้แรงขัดสี (attritioning) การบดโดยใช้แรงเฉือน (shearing) และการบดโดยใช้แรงกดอัด (compression) การบดโดยการกระแทกเกี่ยวข้องกับความเร็วการตีอย่างรวดเร็วไปยังวัสดุ มีผลทำให้เกิดการกระแทกรอยแตกหรือแตกร้าว และทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง การบดโดยการขัดสีเป็นการลดขนาดให้เล็กลงโดยการขัดสีพร้อมการเคลื่อนไหวยการบดด้วยการเฉือนเป็นการทำให้เกิดรอยแยกย่อยกระแทก โดยการตัดเฉือน (cutting) ลักษณะผงโลหะที่ได้จากการตัดเฉือนจะหยาบและไม่ค่อยนิยมนำใช้ในโลหะกรรมวัสดุผง ยกเว้นวัสดุที่มีความแข็งมากเป็นพิเศษ ส่วนการบดโดยการกดอัดทำให้วัสดุแตกเป็นผงหยาบๆ ถ้าวัสดุที่มีความเปราะเพียงพอทั้งการกระแทก การขัดสี การตัดเฉือน และการกดอัดส่วนใหญ่นำมาใช้ผสมผสานกันเพื่อผลิตผงโลหะ สำหรับผงที่มีขนาดอยู่ในช่วงมิลลิเมตรการบดด้วยค้อน (hammer mill) เป็นวิธีการที่เหมาะสมแต่สำหรับผงโลหะที่มีขนาดในช่วง 1 - 100 ไมครอน การบดด้วยลูกบอลกวน (stirred ball mill) หรือวิธีการขัดสีอื่นๆอาจมีความเหมาะสมกว่า ผงวัสดุที่ผลิตโดยเทคนิคเชิงกลจะมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน (irregular) ทั้งอนุภาคนิยมที่ผ่านการตกแต่งด้วยเครื่องจักร (machined) และคาร์ไบด์ ที่ผ่านการบดละเอียด ในหัวข้อย่อยต่อไปจะแสดงการบดพื้นฐานในการผลิตผงโลหะ

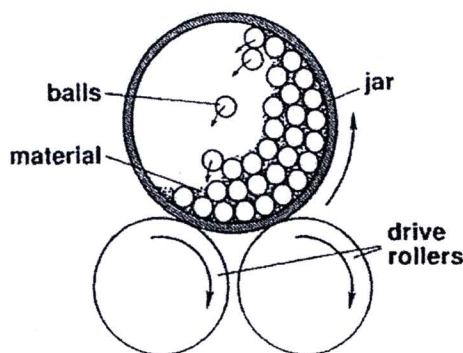
2.5.1.1 การตกแต่งด้วยเครื่องจักร

ผงที่มีลักษณะหยาบและรูปร่างไม่แน่นอนเป็นผลมาจากการตกแต่งโลหะที่ผ่านกรรมวิธีทางกลด้วยเครื่องจักร (machining wrought metal) เศษโลหะจำนวนมากที่มาจากการใช้เครื่องจักรในการปฏิบัติการทางโลหะ (metalworking) กลายเป็นแหล่งสำคัญของวัตถุดิบที่ใช้ผลิตผงโลหะ เศษโลหะขนาดเล็กสามารถทำให้ละเอียดลงโดยการบดละเอียด (grinding) การใช้เครื่องจักรเป็นเทคนิคที่ง่ายในการทำให้แท่งโลหะมีขนาดเล็กลงดังนั้นจึงมีประโยชน์ในการผลิตผงโลหะจำนวนไม่มาก ข้อด้อยของเทคนิคนี้คือไม่สามารถควบคุมลักษณะของผงได้รวมไปถึงมีการปนเปื้อนของสารเคมี ออกซิเจน น้ำมัน และโลหะชนิดอื่นๆ การผลิตผงด้วยการใช้เครื่องจักรไม่ใช่ตัวเลือกอันดับแรกในการผลิตผงโลหะเนื่องจากโดยตัวมันเองแล้วไม่มีประสิทธิภาพและเป็นวิธีการที่ช้า แต่การที่วิธีนี้สามารถใช้เศษโลหะที่เกิดจากกระบวนการผลิตโลหะวิธีอื่นๆ ทำให้วิธีผลิตผงโดยใช้เครื่องจักรมีประโยชน์ ผงที่ได้จากวิธีนี้มีรูปร่างไม่แน่นอนและค่อนข้างหยาบในการที่จะนำไปใช้โดยตรงเพื่อผลิตชิ้นงานสมรรถนะสูง ดังนั้นจึงต้องมีการบดก่อนนำไปใช้ผงที่ได้จากการใช้เครื่องจักรในปัจจุบันเช่น เหล็กกล้าคาร์บอนสูงและผงที่ใช้ในงานทางด้านทันตกรรม

2.5.1.2 การบด

การบดเป็นวิธีการผลิตผงเชิงกลโดยใช้ลูกบอลลที่มีความแข็งมากและเป็นวิธีที่ใช้สำหรับผลิตผงจากวัสดุเปราะ (brittle materials) โดยการทำให้วัสดุแตกเป็นชิ้นเล็กการบดทำในภาชนะทรงกระบอกดังแสดงในรูป 2.2 ประกอบด้วยภาชนะทรงกระบอกที่บรรจุด้วยลูกบอลและ วัสดุที่ต้องการทำให้เป็นผง เมื่อหมุนภาชนะทรงกระบอกจะทำให้เกิดการชนกันอย่างต่อเนื่องของลูกบอลกับวัสดุที่ต้องการบด บดขี้วัสดุจนเป็นผงความเค้นจากการกระแทก (impact stress, σ) ที่ต้องการเพื่อให้วัสดุแตกในการบดมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างรอยตำหนิและความไวต่อการขยายตัวของรอยแตกראวความสัมพันธ์

$$\sigma = (2 E r / D)^{1/2} \quad (2.1)$$

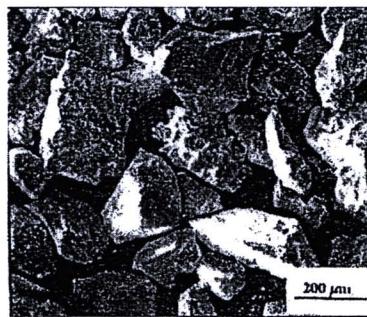


รูป 2.2 การบดในภาชนะกระบอก เมื่อหมุนภาชนะแรงกระแทกของลูกบอล
ที่ตกลงมาจะบดวัสดุให้ละเอียด [18]

เมื่อ E คือค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่น r คือรัศมีของรอยตำหนิหรือรอยแตกราวและ D คือขนาดอนุภาคจากความสัมพันธ์ในสมการ (2.1) อนุภาคขนาดใหญ่ใช้แรงน้อยในการกระแทกเพื่อให้เกิดการแตกหักขณะที่ทำการบดขนาดอนุภาคเล็กลงและทำให้แรงในการกระแทกที่ต้องการเพื่อลดขนาดอนุภาคมีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ไม่เกิดประโยชน์และไม่คุ้มค่าในการบดเป็นเวลานานตัวอย่างความสัมพันธ์อย่างง่ายที่ใช้ประมาณพลังงานสัมผัสในการบดผงวัสดุเริ่มจากขนาดอนุภาคในตอนเริ่มต้น (D_i) พลังงานที่ต้องการเพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคสุดท้ายคือ W และขนาดอนุภาคสุดท้าย (D_f) โดยประมาณได้จากสมการเอมพิริคัลดังนี้

$$W = g(D_f^3 - D_i^3) \quad (2.2)$$

เมื่อ g เป็นค่าคงที่ขึ้นกับวัสดุที่ต้องการบัด ลูกบอล การออกแบบการบัดและการปฏิบัติการ บัดค่าของ a มีค่าระหว่าง 1 และ 2 ค่าพลังงานที่ต้องการเพื่อลดขนาดผงแปรเปลี่ยนกับการ เปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาค ดังนั้นเวลาที่ใช้ในการบัดจึงขึ้นกับชนิดผงวัสดุการเปลี่ยนขนาดอนุภาค ขนาดของตัวกลางที่ใช้บัดและความเร็วในการบัดการบัดแบบนี้ไม่มีประโยชน์สำหรับโลหะเหนียว เกิดการเชื่อมเย็น (cold weld) ติดกันทำให้ประสิทธิภาพของกระบวนการลดลง 1 ถึง 3 เปอร์เซ็นต์ ใน กรณีที่ต้องการบัดโลหะเหนียวต้องทำให้โลหะเหนียวมีลักษณะเปราะก่อนโดยการบัดกับออกไซด์ ก่อนการลดขนาดด้วยการบัดในขณะที่โลหะบางชนิดเมื่อเปลี่ยนเป็นไฮโดรด์แล้วจะเปราะจึงให้ทำ ปฏิกริยากับไฮโดรเจนก่อนการบัด แล้วจึงทำการดีไฮโดรด์ในสุญญากาศโดยการให้ความร้อนรูป 2.3 แสดงผงในโอเบียมที่ผ่านกรรมวิธีการบัดโดยเทคนิคไฮโดรด์ผงอนุภาคที่ได้มีลักษณะเชิงมุม (angular) ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุเปราะทั้งที่ความจริงมาจากวัสดุที่มีลักษณะเหนียว



รูป 2.3 รูปถ่าย SEM ผงในโอเบียมบัดจากการไฮโดรด์
บัดดีไฮโดรด์ในสุญญากาศ ได้อนุภาครูปเชิงมุม [18]

ความเร็วของการหมุนภาชนะทรงกระบอกสามารถปรับเพื่อให้ได้ความเร็วของการกระแทก มากที่สุด ซึ่งต้องมีความเร็วเพียงพอที่จะพาลูกบอลขึ้นไปสู่ด้านบนสุดของภาชนะทรงกระบอก ก่อนที่จะตกลงมาสู่วัสดุที่จะถูกบัดที่พื้นล่างของภาชนะ อัตราการหมุนที่ต่ำเกินไปทำให้ลูกบอลถลึง กลับไปมาที่ด้านข้างของภาชนะ ขณะที่การหมุนที่เร็วเกินไปทำให้เกิดแรงหนีศูนย์กลาง และ กันลูก บอลไม่ให้ตกลงมาความเร็วในการหมุนภาชนะทรงกระบอกที่ดีที่สุด สำหรับการบัดละเอียดจะ แปรผกผันกับรากที่สองของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบอก สำหรับการบัดที่เหมาะสมที่สุด ลูกบอลที่ใช้ควรมีขนาดประมาณ 30 เท่าของวัสดุที่ต้องการบัด ปริมาตรของลูกบอลประมาณ ครึ่งหนึ่งของปริมาตรภาชนะทรงกระบอกและควรใส่วัสดุประมาณ 25% ของปริมาตรภาชนะ ทรงกระบอกเนื่องจากผงวัสดุที่เดิมจะเข้าไปอยู่ในช่องว่างระหว่างลูกบอล ดังนั้นปริมาตรที่แท้จริง ของการเติมลูกบอลและผงวัสดุรวมกันคือประมาณ 50% ของปริมาตรทรงกระบอกทำให้เกิดคุณภาพ

ที่ค้ำระหว่างมวลลูกบอลและปริมาณการสัมผัสของลูกบอลการใช้ของไหลหรือบรรยากาศการป้องกันเพื่อลดปฏิกิริยาออกซิเดชันและช่วยในการบดละเอียด การวิเคราะห์พลังงานที่ใช้ในการบดแสดงให้เห็นการสูญเสียพลังงานเป็นจำนวนมากในรูปของเสียงและความร้อนผิงโลหะที่ได้จากการบดจะมีความแข็งแรงไม่แน่นอน และแสดงลักษณะการไหลและสมบัติการจัดเรียงตัวที่ไม่ดีด้วย ปัญหาอื่นที่เกิดขึ้นคือการปนเปื้อนจากภาชนะทรงกระบอกและลูกบอลการบดมีใช้มากในการแยกการเกาะรวมตัวกันของผงรีดิวซ์ ผงที่ผ่านการอะตอมไมซ์และผงอิเล็กโทรไลต์หลังการอบอ่อนรวมทั้งมีใช้มากในสารประกอบที่เปราะ รวมถึงพวกโบไรด์ (borides) คาร์ไบด์ (carbides) ไนไตรด์ (nitrides) และโลหะผสมอินเตอร์เมทัลลิก

2.5.1.3 เทคนิคการกระแทกแบบอื่นๆ

เทคนิคการผลิตผงโดยการกระแทกที่มีอัตราความเร็วสูงเหมาะสำหรับวัสดุเปราะการบดด้วยแรงอัดต่อวัสดุอ่อนแอทำให้มีขนาดเล็กลงถึง 1 มม. การบดกระแทกด้วยความเร็วสูงด้วยใบมีดทั้งสแตนคาร์ไบด์ ทำให้ขนาดเล็กลงกว่านี้ได้อีกการผลิตผงด้วยวิธีนี้มีอัตราการผลิตต่ำและต้องควบคุมขนาดอนุภาคตลอดการบด เทคนิคกระแทกเย็น (coldstream) จะใช้ก๊าซพ่นด้วยความเร็วสูงให้อนุภาคหยาบพุ่งชนเป้าหมายที่เย็น อนุภาคที่ป้อนเข้าถูกเร่งด้วยก๊าซที่ความดันประมาณ 7 MPa ผงที่ได้มีขนาดใหญ่กว่า 10 ไมครอน และมีลักษณะมนแต่รูปร่างไม่แน่นอนอุณหภูมิต่ำทำให้ความเหนียวของโลหะลดลงจึงช่วยให้การขัดสีด้วยการกระแทกดีขึ้นเทคนิคนี้ใช้สำหรับผลิตผงเชื้อเพลิงฉีดพ่น (flame spray powder) ซึ่งเป็นผงใช้สำหรับเคลือบป้องกันและ ผงเหล็กกล้าไร้สนิมสำหรับทำไส้กรอง ตัวแปรสำคัญในเทคนิคการกระแทกคือ การขัดสีกระแทกด้วยตัวเอง (self-impact attritioning) เป็นการพ่นกระแทกของผงชนิดเดียวกันให้พุ่งเข้าหากัน โมเมนตัมของผงทำให้ผงพุ่งชนกันด้วยความเร็วสูงจุดมุ่งหมายของวิธีการนี้ เพื่อลดการปนเปื้อนจากวัสดุอื่นๆการผลิตด้วยวิธีการนี้ทำให้ได้อนุภาคหยาบ (50 ไมครอน) ใช้สำหรับผลิตวัสดุเปราะเช่น เบรลเลียม

2.5.1.4 เมคานิคัลอัลลอยอิง

กระบวนการเมคานิคัลอัลลอยอิง (MA) ได้รับการพัฒนาในปี ค.ศ.1966 เพื่อใช้ในการผลิตวัสดุให้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นโดยการกระจายออกไซด์ เพื่อนำมาใช้สำหรับงานที่ต้องการความต้านทานการคืบที่อุณหภูมิสูงในวัสดุประเภทนิกเกิลเบสซูเปอร์อัลลอยจริงๆ แล้วกระบวนการ MA เป็นผลพลอยได้จากการวิจัยที่สนใจปัจจัยอื่น จากนั้นมีการนำวิธีการ MA เข้ามาใช้เพื่อพัฒนาระบบวัสดุต่างๆเช่น โลหะผสมที่เพิ่มความแข็งแรงโดยการกระจายออกไซด์ (ODS) เพื่อนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงการพัฒนาวัสดุประเภทไนไตรด์ (Fe_4N , TiN , และ NbN) โดยบดโลหะผงพื้นฐานหลักภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน วิธีการนี้เรียกว่าการบดด้วยลูกบอลแบบรีแอคทีฟ (reactive ball milling) หลังจากนั้นมีการนำมาใช้ผลิตวัสดุที่มีผลึกเล็กมากขนาดนาโน (nanocrystalline materials) ที่อุณหภูมิห้องซึ่งงานที่ได้จากวิธีนี้มีความหนาแน่นสูงและมีสมบัติพิเศษเฉพาะทั้งทางด้านกายภาพ



และเชิงกลการทำให้เกิดการกระจายอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งวัสดุเป็นสิ่งที่ค่อนข้างยากในการผลิตด้วยวิธีทั่วไปกระบวนการ MA เป็นวิธีที่ได้ผลในการพัฒนาออกไซด์ให้มีขนาดเล็กและกระจายโดยทั่วในเมทริกซ์นอกจากนี้กระบวนการ MA ยังสามารถนำไปพัฒนาวัสดุผสมฐานโลหะให้มีการกระจายเฟสเสริมแรงที่เป็นเซรามิกชนิดอื่นๆให้สม่ำเสมอทั่วทั้งเมทริกซ์ได้ในปี ค.ศ. 2001 นภิสพร มิมงคล ได้ทำการผลิตวัสดุผสมอลูมิเนียมและซิลิกอนคาร์ไบด์ ชนิดอนุภาค (Al-SiC_p) โดยวิธีการบดผสมผงเริ่มต้น คือ ผงอลูมิเนียม (Al) และผงซิลิกอนคาร์ไบด์ ($\beta\text{-SiC}$) ด้วยอุปกรณ์บดลูกบอลพลังงานสูง (Szigvari attritor ball mill) จากบริษัทยูนิเจนโปรเซสเป็นที่ยอมรับว่าการผลิตวัสดุผสมชนิดนี้ทำได้ยากด้วยวิธีการผลิตทางโลหะกรรมแบบดั้งเดิม เนื่องจากความสามารถในการทำให้เปียกระหว่างอลูมิเนียมที่หลอมเหลว (หรือโลหะผสมอลูมิเนียม) กับเฟสเสริมแรงซิลิกอนคาร์ไบด์ ไม่ดี นอกจากนี้เมื่อพิจารณาทางโลหะวิทยาของโลหะเหลวจะเกิดปฏิกิริยาที่ไม่พึงประสงค์ระหว่าง SiC กับ Al ที่หลอมเหลวเกิดเป็นเฟสที่มีลักษณะประสมของ Al_4C_3 และ Si และเมื่อเร็ว ๆ นี้มีการนำกระบวนการ MA ไปประยุกต์ใช้ในการผลิตวัสดุผสมขนาดนาโนระหว่างเซรามิกและเซรามิก (WC-MgO) เช่นกัน

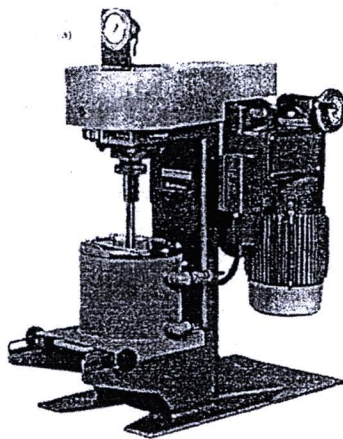
กระบวนการหลักในการผลิตแบบ MA สำหรับผลิตผงที่มีคุณภาพของโลหะผสมหรือสารประกอบด้วยการการควบคุมโครงสร้างจุลภาคและรูปลักษณะคือ การเกิดซ้ำกันของกระบวนการเชื่อมเย็น การแตกหัก และการเชื่อมเย็นอีกของผงที่มีการผสมมีกระบวนการบดหลายกระบวนการที่จัดอยู่ในการบดผสมแบบ MA เช่น การบดด้วยลูกบอลในถังบดกวนหรือการบดด้วยแอตทริเตอร์ (attritor-type ball mill) การบดด้วยลูกบอลแบบแพลเนต (planetary-type ball mill) การบดแบบเหวี่ยง (centrifugal-type ball mill) การบดด้วยลูกบอลแบบสั่น (vibratory-type ball mill) การบดแบบเขย่าหรือการบดแบบสเป็กซ์ (SPEX shaker mills) และการบดด้วยพลังต่ำ (low-energy tumbling mill) ปัจจัยที่มีผลต่อการบดแบบ MA เพื่อให้ได้วัสดุที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันมีหลายปัจจัยดังต่อไปนี้เช่น ชนิดของการบด ชนิดของวัสดุอุปกรณ์ของการบด ชนิดของตัวกลางที่ใช้ ชนิดของบรรยากาศ ชนิดของภาวะแวดล้อม (แบบเปียก หรือแบบแห้ง) อัตราส่วนของน้ำหนักของตัวกลางต่อผง อุณหภูมิที่ใช้บด และเวลาที่ใช้ในการบด

การบดด้วยลูกบอลในถังบดกวนใช้การเคลื่อนที่ขัดสีกันระหว่างลูกบอลที่ถูกกวนด้วยแกนและแขนกวนเพื่อทำให้เกิดเป็นอนุภาคผสมกระบวนการเริ่มต้นโดยการใส่ลูกบอล และผงวัสดุลงในถังสำหรับบด (stirred mill) จากนั้นส่วนผสมถูกกวนด้วยเพลามีแขนกวนหมุนด้วยความเร็วประมาณ 250 รอบต่อนาที ส่งผลให้ลูกบอลเกิดแรงเฉือนและกระแทกต่อผงวัสดุเมื่อพิจารณาเหตุการณ์ที่เกิดขึ้นจะเห็นว่ามีการเกิดซ้ำกันหลายครั้งของการกระแทกการเชื่อมเย็นติดกัน และการแตกหักจนได้ผงผสมตามที่ต้องการ ขนาดของผงลดลงเป็นผลจากการกระแทกระหว่างลูกบอลระหว่างลูกบอลและผนังถังบด และระหว่างลูกบอลกับแกนกลางและแขนกวน บางครั้งเกิดจากการเลื่อนไถลผ่านกันของลูกบอลการบดในถังบดกวนสามารถบดได้ปริมาณแตกต่างกันในแต่ละครั้งมากที่สุดบดได้ถึง

สำนักงานคณะกรรมการ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่ 21 ส.ค. 2551
เลขทะเบียน 242951
เลขเรียกหนังสือ

40 กิโลกรัม รูป 2.4 แสดงถังบดควนหรือเครื่องบดแอตทริเตอร์ (attritor mill) ที่ผลิตออกมาเชิงพาณิชย์ซึ่งมีหลายขนาดแตกต่างกันวัสดุที่ใช้ทำถังก็มีหลายชนิดเช่น เหล็กกล้าไร้สนิมเหล็กกล้าไร้สนิมเคลือบด้านในด้วย

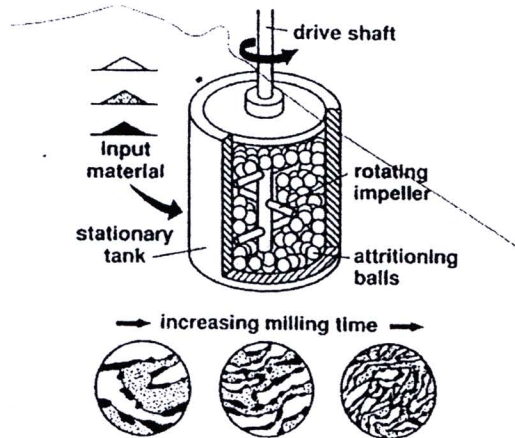
อลูมินา ซิลิคอนคาร์ไบด์ ซิลิคอนไนไตรด์ เซอร์โคเนีย ยาง และ โพลียูรีเทน ส่วนลูกบดบดก็มีหลายชนิดเช่นกันเช่น แก้ว ซิลิคอนคาร์ไบด์ ซิลิคอนไนไตรด์ เซอร์โคเนียมซิลิเกต เซอร์โคเนีย เหล็กกล้าไร้สนิม เหล็กกล้าไร้คาร์บอน อลูมินา และทังสเตนคาร์ไบด์



รูป 2.4 แสดงเครื่องบดแอตทริเตอร์ [19]

รูป 2.5 แสดงภาพที่ผ่าให้เห็นรายละเอียดข้างในของถังบดควน และลูกบดบดขัดสีอยู่ภายในที่มีประสิทธิภาพสูงภาพที่เห็นด้านล่างของรูป 2.5 เป็นแนวคิดที่แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่มีความผสมผสานเป็นเนื้อเดียวกันทางกลโดยภาพสเก็ชเริ่มจากวัสดุเริ่มต้นตั้งแต่หนึ่งชนิดขึ้นไปหลังจากนั้นจะกลายเป็นแผ่นลามิเนต (laminated) เพื่อฟอร์มตัวเป็นอนุภาคผสมเนื้อเดียวกันที่มีเฟสที่สองกระจายอย่างสม่ำเสมอเทคนิคการบดด้วยเครื่องบดแอตทริเตอร์นี้ไม่เหมือนเทคนิคการบดแบบอื่นๆ การเชื่อมเยื่ออย่างต่อเนื่องที่เกิดจากการเคลื่อนที่ขัดสีจะเป็นตัวป้องกันขนาดเฉลี่ยของอนุภาคไม่ให้เล็กลงตามเวลาที่ใช้บดเวลาที่ใช้บดละเอียด (t) ของเมคานิคัลอัลลอยอิงเพื่อให้ได้ความเป็นเนื้อเดียวกันขึ้นกับขนาดของเครื่องบดและความเร็วรอบในการหมุน (rotational speed , N) ที่มีหน่วยเป็นรอบต่อหน่วยเวลาดังนี้

$$t = C d^2 / N^{\frac{1}{2}} \quad (2.3)$$

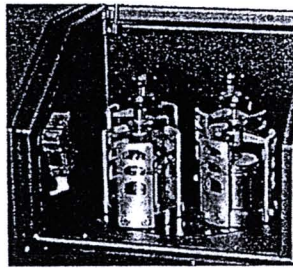


รูป 2.5 แสดงการทำเมคานิคัลอัลลอยอิง
โดยใช้แกนหมุนกวนภายในภาชนะที่บรรจุลูกบอล [18]

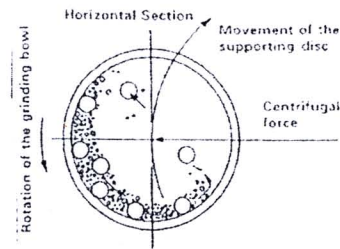
เมื่อ D เป็นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลูกบอลและ C เป็นค่าคงที่ที่เกิดขึ้นกับกระบวนการผลิต และระดับของการเป็นเนื้อเดียวกันเวลาที่ใช้ในการบดลดลงเมื่อขนาดของลูกบอลเล็กลง ถ้าพิจารณาในแง่ของการใช้พลังงานเทคนิคนี้ถือว่าไม่มีประสิทธิภาพอย่างไรก็ตามสิ่งที่ได้จากเทคนิคนี้มีลักษณะพิเศษเฉพาะเหมาะกับงานเฉพาะอย่าง การผลิตด้วยเทคนิค MA ภายใต้เงื่อนไขที่แน่นอนสามารถผลิตผงกึ่งเสถียรที่มีขนาดเล็กขนาดสเกลนาโน (ขนาดเกรนเล็กกว่า 100 นาโนเมตร) หรือใช้ในการผลิตผงวัสดุออสเทนไนต์ (มีลักษณะคล้ายแก้วไม่เป็นผลึก)

การบดด้วยลูกบอลแบบแพลเน็ตเป็นวิธีที่นิยมใช้มากสุดในการวิเคราะห์วัสดุการเลือกใช้ตัวกลางในการบดวิธีนี้มีความสำคัญมากเพื่อให้ได้พลังงานสูงเพราะวัสดุที่ต้องการบดและลูกบอลทำให้แรงหนีศูนย์กลางมีค่าเพิ่มมากขึ้นเป็นยี่สิบเท่าของแรงโน้มถ่วงของโลก แรงหนีศูนย์กลางเกิดจากแรงหมุนของถาดรองและการหมุนของขดบรรจุลูกบอลและวัสดุที่ต้องการบดที่เป็นอิสระเนื่องจากทิศทางการหมุนถาดรองและขดบรรจุมีทิศทางตรงกันข้ามกัน จึงเกิดแรงหนีศูนย์กลางขึ้นในเวลาเดียวกันและมีทิศทางตรงกันข้ามดังนั้นจึงมีแรงส่งให้ตัวกลางที่ใช้บดและผงกลิ้งไปมาบนผนังของขดและตกลงมาอีกด้านด้วยความเร็ว (ประมาณ 360 รอบต่อนาที)

ลักษณะการบดแบบสั้นในรูป 2.6 โดยรูปในข้อ (ก) เป็นภาพเครื่องมือบดและภาพ (ข) เป็นภาพแสดงลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอลและผงข้างในข้อดีของการบดวิธีนี้คือการใส่ขดลงในภาชนะหมุนทำได้ง่าย ความจุของขดที่ใช้ทั่วไป 45 ถึง 500 มิลลิลิตร



(ก)

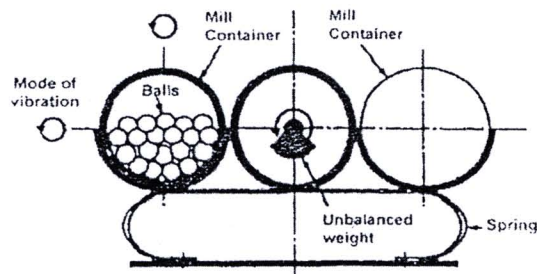


(ข)

รูป 2.6 (ก) การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอลแบบแพลเน็ต

(ข) ลักษณะการเคลื่อนที่ของลูกบอล [19]

การบดด้วยลูกบอลแบบสั่นเป็นอีกวิธีหนึ่งในการบดด้วยลูกบอลพลังงานสูงมีใช้มากในการเตรียมโลหะผสมชนิด ออสเทนไนต์ความจุของขวดในกรณีนี้น้อยเมื่อเทียบกับวิธีก่อนหน้าการบดวิธีนี้ใส่ผงและตัวกลางในการบดถูกกวน ผสม และ เขย่าในสามทิศทางที่ตั้งฉากด้วยความเร็วสูงบางครั้งสูงถึง 120 รอบต่อนาที ดังแสดงในรูป 2.7

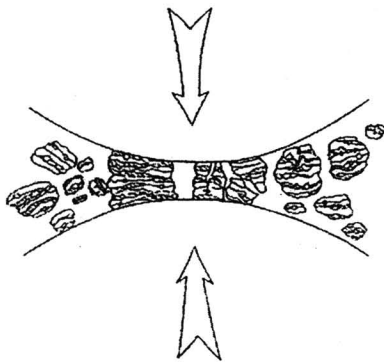


รูป 2.7 การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอลแบบสั่น [20]

กลไกที่สำคัญของเมคานิคัลอัลลอยอิงเพื่อให้ได้ผงที่มีคุณภาพและมีโครงสร้างจุลภาคที่ควบคุมได้ดังได้กล่าวมาข้างต้น คือการเกิดการเชื่อมติดกันการแตกหักและการเชื่อมติดกันอีกของส่วนผสมโดยการแพร่ ดังนั้นสิ่งสำคัญคือต้องรักษาความสมดุลระหว่างการแตกหักและการเชื่อมติดกันเพื่อความสำเร็จของเทคนิค MA เทคนิคที่ใช้ในการลดการเชื่อมติดกัน และเพิ่มการแตกหัก เทคนิคแรกคือ การเติมสารควบคุมกระบวนการ (process control agent, PCA) เพื่อไปขัดขวางการเชื่อมติดกันของผิวสัมผัสที่สะอาดของโลหะ สารที่ใช้เติมเป็นสารอินทรีย์ (เช่น เฮปเทน หรือ แอลกอฮอล์) เทคนิคที่สองโดยการปรับแบบของการเสีรูปของอนุภาคเกิดการแตกหักก่อนที่จะเสี

รูปตามความเครียดจากการอัดสูงเป็นแผ่นแบนและเกิดการเชื่อมเย็น การหล่อเย็นให้กับภาชนะบดเป็นการเร่งให้เกิดการแตกหักและชวนให้กระบวนการเข้าสู่สถานะคงตัว

ผงเริ่มต้นของกระบวนการเมคานิคัลอัลลอยอาจเป็นผงโลหะสองชนิดหรือมากกว่า สารประกอบอินเตอร์เมทัลลิก หรือผงคิสเพอร์ชอยด์กระบวนการ MA เริ่มโดยการบดผงผสมเริ่มต้นสองชนิดหรือมากกว่ารูปลักษณะการเปลี่ยนแปลงเมื่อถูกลูกบอลกระแทกแสดงในรูป 2.8



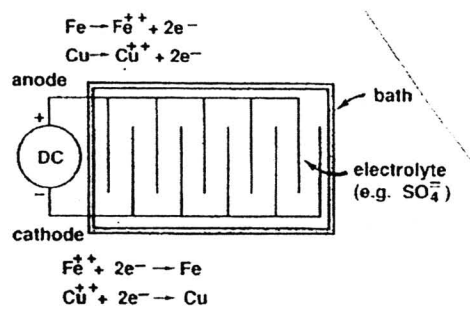
รูป 2.8 การบดพลังงานสูงด้วยลูกบอลแบบสั้น [19]

เนื่องจากผงที่ได้มีความแข็งแรงจากเวิร์กฮาร์ดเนตสูงและรูปร่างเป็นสี่เหลี่ยมมุมจึงมีการพัฒนาเทคนิคการทำให้แน่นแบบร้อน(hot consolidation) ขึ้นมาเพื่อใช้ขึ้นรูปผงที่ได้จากวิธี MA ต่อไป

2.5.2 เทคนิคการผลิตโดยการแยกสารละลายด้วยไฟฟ้า

ผงสามารถตกตะกอนที่ขั้วแคโทดของเซลล์อิเล็กโทรไลต์ภายใต้เงื่อนไขที่แน่นอน โลหะที่สามารถฟอร์มตัวเป็นผงที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีการนี้ เช่น พัลลาเดียม ทองแดง เหล็ก สังกะสี แมงกานีส และเงิน ข้อดีของวิธีแยกสารละลายด้วยไฟฟ้าคือ ได้ชิ้นงานที่มีความบริสุทธิ์สูง วัฏจักรเริ่มต้นด้วยการละลายขั้วแอโนดภายใต้ความต่างศักย์ของเซลล์อิเล็กโทรไลต์ดังแสดงในรูป 2.9 ซึ่งแสดงปฏิกิริยาของขั้วแอโนดและขั้วแคโทดของทองแดงและเหล็กการเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ (สารละลายซัลเฟต) ทำให้เกิดความบริสุทธิ์สูงของสารที่ฟอร์มตัวสะสมขึ้นที่ขั้วแคโทด หลังจากนั้นนำสารที่ฟอร์มตัวที่ขั้วแคโทดซึ่งมีลักษณะพรุนไปล้าง ทำให้แห้ง บดให้ละเอียด แล้วนำไปอบอ่อนเพื่อกำจัดความแข็งที่เกิดจากเวิร์กฮาร์ดเนตก่อนนำไปใช้

ถึงแม้ว่าสามารถปรับเปลี่ยนขนาดและรูปร่างของอนุภาคได้ แต่ผงจากเทคนิคอิเล็กโทรไลต์มักมีลักษณะเป็นแขนงคล้ายกิ่งไม้ (dendritic) หรือคล้ายฟองน้ำ (sponge) เสมอสมบัติเฉพาะของผงที่ได้ขึ้นอยู่กับลักษณะของสารละลาย และขั้นตอนกระบวนการในการผลิต ลักษณะที่สนับสนุนการ



รูป 2.9 เซลล์อิเล็กโทรไลต์สำหรับการทำผง [18]

ฟอร์มตัวของผงที่มีความพรุนที่ขั้วแคโทดได้ดังนี้ความหนาแน่นกระแสดสูง ความเข้มข้นของไอออนตัวสารละลายมีลักษณะเป็นกรด และมีปริมาณคอลลอยด์ (colloidal) แขนงอยู่ในสารละลาย เงื่อนไขการผลิตผงทองแดงอิเล็กโทรไลต์แสดงในตาราง 2.1 การฟอร์มตัวที่ขั้วแคโทดอย่างหลวมๆเกิดขึ้น ผงมีลักษณะพรุนรูปร่างไม่แน่นอนและคล้ายกิ่งไม้รวมทั้งมีการจัดเรียงตัวที่ไม่ดี

ตาราง 2.1 สภาวะของอิเล็กโทรไลต์สำหรับการผลิตผงทองแดง

พารามิเตอร์	ลักษณะสภาวะ
ความเข้มข้นของทองแดงในอิเล็กโทรไลต์	30 กรัม/ลิตร
ความเข้มข้นของ H ₂ SO ₄ ใน อิเล็กโทรไลต์	150 ถึง 250 กรัม/ลิตร
ความหนาแน่นของกระแสที่ขั้วแอโนด	300 ถึง 600 แอมป์/ ตารางเมตร
ความหนาแน่นของกระแสที่ขั้วแคโทด	300 ถึง 600 แอมป์/ ตารางเมตร
อุณหภูมิสารละลาย	40 ถึง 60°C
แรงดันไฟฟ้าของสารละลาย	1 ถึง 2 โวลต์
ส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้า	88%Pb – 12% Sb

กระบวนการคล้ายๆ กันที่เกี่ยวข้องกับการตกผลึกกลวานิกของไอออนจากสารละลายโดยการพ่นโลหะที่ เนื้อต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันน้อยกว่าเข้าไปตัวอย่างเช่น พัลลาเดียมละลายได้ในกรดกัดทองคำ (aqua regia) ทำให้ได้สารละลายกรดโลหะ (displacement reaction) ซึ่งสังกะสีละลายและพัลลาเดียมตกผลึกออกมามีลักษณะเป็นรูพรุนคล้ายฟองน้ำ แสดงตัวอย่างผงที่ได้รับการควบคุมถึงปลอมปนเป็นสิ่งสำคัญที่ต้องคำนึงถึงในปฏิกิริยาการกระจัด

ถึงแม้ว่าการทำผงด้วย อิเล็กโทรไลต์จะได้ผงที่บริสุทธิ์แต่เป็นเทคนิคที่ยุ่งยาก นอกจากนี้กรรมวิธีการผลิตแบบนี้ใช้ได้เฉพาะกับผงพื้นฐาน สารปนเปื้อนจะเป็นอุปสรรคในการฟอร์มตัว

และรวมตัวกันของผงที่ชั่วแคโทด สุดท้ายผงที่ได้ต้องมีการทำความสะอาด และบดให้ละเอียดก่อนนำไปใช้ซึ่งหมายถึงต้นทุนที่เพิ่มขึ้น ด้วยเหตุผลเหล่านี้และปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมเป็นข้อจำกัดในการผลิตผงด้วยเทคนิคอิเล็กโทรไลต์

2.5.3 เทคนิคการผลิตทางเคมี

โลหะเกือบทุกชนิดสามารถทำให้เป็นผงได้โดยเทคนิคทางเคมี ขนาดและรูปร่างอนุภาคปรับเปลี่ยนได้โดยการควบคุมตัวแปรปฏิกิริยา ผงโลหะที่สังเคราะห์โดยเทคนิคทางเคมีอาจทำปฏิกิริยาในรูปของของแข็งของเหลวและไอ

2.5.3.1 การสลายตัวของของแข็งโดยใช้ก๊าซ

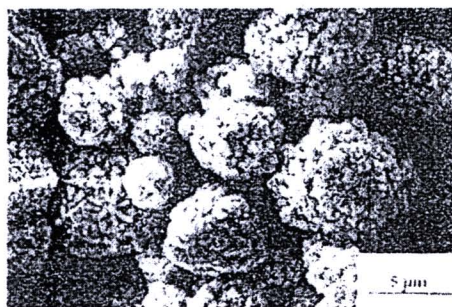
วิธีผลิตผงโลหะที่ใช้กันมากคือปฏิกิริยาออกไซด์รีดักชัน (oxide reduction) หรือการลดออกไซด์กระบวนการเริ่มต้นจากออกไซด์เนื่องจากง่ายในการบดให้ละเอียดปฏิกิริยาออกไซด์รีดักชันเกิดโดยปฏิกิริยาเคมีความร้อนที่เกี่ยวข้องกับก๊าซรีดิวซ์ซิง (reducing gases) หรือก๊าซที่ทำหน้าที่ลดออกไซด์โดยการทำปฏิกิริยากับออกซิเจน เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) หรือไฮโดรเจน (H_2) การผลิตอนุภาคขนาดเล็กใช้อุณหภูมิต่ำเพื่อให้แน่ใจว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เกิดการเชื่อมต่อกันโดยการแพร่ น้อยที่สุดเพราะว่าปริมาตรมีการเปลี่ยนแปลงมากในปฏิกิริยาออกไซด์รีดักชันที่อุณหภูมิต่ำผงที่ได้มีลักษณะเป็นรูพรุนคล้ายฟองน้ำดังแสดงในรูป 2.10 ถ้ากระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงอนุภาคที่ได้มีความหนาแน่นมากและมีรูปร่างหลายมุม (polygonal shape) ผงที่ผ่านการลดออกไซด์นี้ได้เรียกว่าผงรีดิวซ์จะถูกนำมาบดเพื่อทำลายพันธะแบบแพร่ระหว่างอนุภาคและเพื่อให้ได้ขนาดที่เหมาะสม ถึงแม้ว่าผงรูปร่างคล้ายฟองน้ำมีความยุ่งยากในการอัด แต่การอบอ่อนทำให้ความสามารถในการอัดของผงดีขึ้น



รูป 2.10 โครงสร้างพรุนของผงโมลิบดีนัมที่ผลิตโดยวิธีออกไซด์รีดักชัน [18]

2.5.3.2 การสลายตัวด้วยความร้อน

กรรมวิธีการผลิตผงอนุภาคสามารถทำได้โดยการผสมผสานระหว่างการสลายตัวกลายเป็นไอ (vapordecomposition) และควบแน่น (condensation) ตัวอย่างที่ใช้ทั่วไปส่วนใหญ่คือ เหล็กคาร์บอนิล (iron carbonyl $\text{Fe}(\text{CO})_5$) และนิกเกิลคาร์บอนิล (nickel carbonyl $\text{Ni}(\text{CO})_4$) ตัวอย่างเช่น โลหะนิกเกิลทำปฏิกิริยากับก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์เกิดเป็นนิกเกิลคาร์บอนิล การฟอร์มตัวของโมเลกุลของก๊าซต้องการทั้งความดันและความร้อนพร้อมกัน โมเลกุลของคาร์บอนิลถูกทำให้เย็นตัวกลายเป็นของเหลวที่อุณหภูมิ 43°C และทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นลำดับส่วน (fractional distillation) หลังจากนั้นให้ความร้อนกับของเหลวพร้อมใช้สารกระตุ้นอีกครั้งเพื่อให้เกิดการสลายตัวของไอทำให้ได้ผงโลหะ ผงนิกเกิลที่ได้จากวิธีนี้มีขนาดเล็กมีความบริสุทธิ์สูง (99.5%) และมีรูปร่างไม่แน่นอนมีทั้งที่เป็นรูปมนหรือเป็นลูกโซ่ (rounded or chain shape) รูป 2.11 แสดงอนุภาคนาขนาดเล็กที่มีรูปร่างแหลมยาว (spiky) ของผงนิกเกิลที่ได้จากกระบวนการคาร์บอนิลปฏิกิริยานี้มีความเป็นไปได้ในการควบคุมเพื่อให้ได้ขนาดตั้งแต่ 0.2 ถึง 20 ไมครอน และอนุภาคทรงกลมสำหรับอนุภาคนาขนาดใหญ่ขึ้น



รูป 2.11 ผงนิกเกิลที่ผลิตด้วยวิธีการสลายคาร์บอนิล [18]

โลหะชนิดอื่น เช่น ทองแดง โคโรเมียม แพลทินัม โรเดียม ทอง และโคบอลต์สามารถทำผงได้ด้วยวิธีการคาร์บอนิลแต่เนื่องจากต้องใช้พลังงานสูงและมีปัญหาเรื่องความปลอดภัยต่อสุขภาพทำให้วิธีนี้ไม่ค่อยเป็นที่นิยมใช้ นอกจากในเหล็กและนิกเกิล ปัจจุบันมีการผลิตผงโลหะโดยการทำให้เกิดนิวเคลียสเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous nucleation) จากเฟสที่เป็นไอ วิธีการผลิตผงวิธีนี้ยังอยู่ในขั้นตอนการทำวิจัยเพื่อให้ได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กมากโลหะจะกลายเป็นไอ ในความดันคงค้างของก๊าซอาร์กอน (0.015 บรรยากาศ) เนื่องจากอุณหภูมิตกลงอย่างรวดเร็วจากที่เป็นไอในตอนต้นกลายเป็นไอที่มีความเย็นอย่างยิ่งวด (supercooled) และหลังจากนั้นมีการเกิดเฟสของแข็งใหม่จากไอและต่อมากลายเป็นอนุภาคนาอนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ระหว่าง 50 -1,000 นาโนเมตร รูปร่างอนุภาคเป็นรูปหลายหน้า (facet) หรือรูปลูกบาศก์ สิ่งที่น่าสนใจของการขึ้นรูปจากไอคือได้อนุภาคที่มีขนาดเล็ก



และบริสุทธิ์มีการนำวิธีนี้ไปใช้กับการผลิตผงโลหะหลายชนิด เช่น ทองแดง เงิน เหล็ก ทอง แพลทินัม โคบอลต์ และสังกะสี

2.5.3.3 การตกผลึกจากของเหลว

โลหะที่ละลายในรูปของเกลือเตรท คลอไรด์ หรือซัลเฟต สามารถทำให้เกิดการตกผลึกของโลหะหรือของตัวที่บรรจุโลหะ เกลือของโลหะที่ได้จากการตกผลึกนำมาผลิตผงโลหะโดยการละลายเกลือในน้ำและตกผลึกด้วยส่วนประกอบส่วนที่สอง พิจารณาปฏิกิริยาที่เกี่ยวกับเงินในเตรทในสารละลาย กรรมวิธีทางเคมีมีความง่ายต่อการผลิต ต้นทุนต่ำเพราะไม่ต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพง โดยการตกผลึกโดยอาศัยจากของเหลวในการผลิตผงเงิน ตัวกระตุ้นที่เป็นของเหลวเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ในปฏิกิริยาเคมีโดยใช้ตัวรีดิวซ์เป็นตัวกระตุ้นให้เกิดการตกผลึกของโลหะเงิน แต่ผงโลหะเงินที่ได้จากกรรมวิธีนี้ผงโลหะเงินจะรวมตัวเป็นก้อน จึงต้องอาศัยการบดเพื่อทำให้เป็นผง หรืออาศัยปัจจัยอื่นเพื่อป้องกันการรวมตัว เช่น อัตราการกวน การสั่น เป็นต้น ซึ่งขนาดและความบริสุทธิ์ของผงโลหะเงินที่ได้นั้นจะขึ้นอยู่กับสภาวะและปัจจัยต่างๆ ในขั้นตอนการผลิต เช่น อุณหภูมิของสารละลาย ความเป็นกรด-ด่าง อัตราเร็วการกวน ความเข้มข้นของสารละลาย ชนิดของตัวรีดิวซ์ โดยตัวรีดิวซ์ใช้เป็นสารอนินทรีย์หรือสารอินทรีย์ได้ ซึ่งสารอนินทรีย์ที่ใช้ในขั้นตอนการผลิต เช่น โพแทสเซียมซัลไฟต์ (Potassium Sulphite; K_2SO_3) จะถูกนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์สารประกอบเงินเพื่อให้เกิดการตกผลึกของโลหะเงิน โดยปฏิกิริยาซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate; $AgNO_3$) กับโพแทสเซียมซัลไฟต์ได้ผลิตภัณฑ์เป็นโลหะเงิน (Silver; Ag) โพแทสเซียมซัลเฟต (Potassium Sulphate; K_2SO_4) โพแทสเซียมไนเตรท (Potassium Nitrate; KNO_3) และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur Dioxide; SO_2)



ส่วนตัวรีดิวซ์ประเภทสารอินทรีย์ เช่น กลีเซอรอล ฟอรัมาลดีไฮด์ น้ำตาล โมเลกุลเดี่ยว ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้ตัวรีดิวซ์ประเภทสารอินทรีย์โดยใช้กลีเซอรอล ($C_3H_8O_3$) เป็นตัวรีดิวซ์ โดยปฏิกิริยาของซิลเวอร์ไนเตรทกับกลีเซอรอล (Glycerol; $C_3H_8O_3$) ได้ผลิตภัณฑ์เป็นโลหะเงิน ไนโตรกลีเซอรีน (Nitroglycerine; $C_3H_5N_3O_9$) และน้ำ (Water; H_2O)



เงินที่เกิดจากการตกผลึกถูกนำไปบดต่อเป็นผง การผลิตผงโลหะด้วยวิธีอื่นอาจทำได้โดยการนำไอออนของโลหะไปทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเพื่อให้เกิดการตกผลึกของโลหะ ตัวอย่างเช่น

ผงทองแดงผงนิกเกิล และผงโคบอลต์ที่มีความบริสุทธิ์ 99.8 % วิธีการตกผลึกทางเคมีให้ผงโลหะที่ขนาดในช่วง 1 ไมครอน มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถปรับคุณลักษณะของผงโดยการปรับพารามิเตอร์ปฏิบัติการของอ่างปฏิริยาผงมีแนวโน้มเกาะรวมกันเนื่องจากมีขนาดเล็กมาก การเพิ่มขนาดเฉลี่ยให้กับของผงทำได้โดยการนำผงกลับเข้ามาผ่านปฏิริยาการตกผลึกอีก ปัจจุบันนี้มีวิวัฒนาการการแยกสลายด้วยความร้อน (pyrolysis) โดยการพ่นสารละลายที่มีไอออนของโลหะเข้าไปยังบรรยากาศที่ร้อนการแยกสลายตัวด้วยความร้อนอย่างรวดเร็วและการให้ความร้อนอีกทำให้ได้รูปร่างอนุภาคหลากหลายหลายรูปแบบตัวอย่างเช่น อนุภาคของนิกเกิลขนาด 3 ไมครอนทำได้จากการฉีดพ่นสารละลายนิกเกิลในเตรทเข้าไปไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 800°C

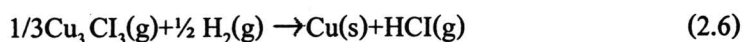
การตกผลึกโดยวิธีโลหะวิทยาน้ำ (hydrometallurgical precipitate) ของผงจากสารละลายเป็นวิธีใหม่ที่สามารถควบคุมลักษณะของอนุภาคได้ ตัวอย่างเช่น ทองแดงถูกละลายเพื่อให้แตกตัวเป็นไอออนซับซ้อนแล้วตกผลึก สารละลาย CuSO_4 ปฏิริยากับไฮโดรเจนในน้ำที่อุณหภูมิ 130°C และความดัน 3 MPa เพื่อทำให้เกิด H_2SO_4 ที่อยู่ในรูปของแข็งการควบคุมต่อไปคือนำทองแดงไปทำปฏิริยาตกผลึกครั้งสุดท้ายเพื่อให้ได้ผงทองแดงที่มีความบริสุทธิ์ถึง 99.8% วิธีนี้ยังสามารถใช้ในการผลิตผงโคบอลต์ และผงนิกเกิลได้เช่นกัน

แทนทาลัม และ โลหะทนไฟอื่นๆที่ใช้สำหรับทำอุปกรณ์เก็บประจุและการนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงสามารถผลิตได้โดยวิธีการตกผลึกจากของเหลว กระบวนการเริ่มต้นด้วยสารละลายเกลือเฮไลด์ เช่น K_2TaF_7 แทนทาลัมถูกปล่อยออกมาโดยการเติมโซเดียมหลอมเหลวทำให้เกิดเป็นก้อนแข็งที่มีโซเดียมคลอไรด์ ละลายอยู่พร้อมผงแทนทาลัมหลังจากนั้นนำไปทำความสะอาดทำให้แตกหักและบดละเอียดผงแทนทาลัมบริสุทธิ์สูงอาจผลิตโดยใช้ลำแสงอิเล็กตรอนทำให้บริสุทธิ์ และนำไปบดเหมือนกับไฮโดรด์ ผงที่ได้มีพื้นที่ผิวสูงเหมาะสำหรับการใช้ทำอุปกรณ์เก็บประจุ

เทคนิคการตกผลึกใช้ได้กับผงผสม ที่ใช้เฟสตัวหนึ่งเป็นตัวเริ่มปฏิริยาตกผลึก ตัวอย่างของนิวคลีโอ คือ ทอเรีย (thoria) ไททาเนีย (titania) และทังสเตนคาร์ไบด์ ที่เคลือบด้วยโคบอลต์ นิกเกิล หรือเหล็ก ผงผสมเป็นตัวอย่างที่ดีของการกระทำให้โลหะผสมมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นโดยวิธีการกระจายอนุภาค (dispersion strengthening) ปฏิริยาตกผลึกยังใช้กับโลหะประเภทรีแอกทีฟ เช่น เซอร์โคเนียม และไทเทเนียม เกลือละลายที่มีคลอไรด์ เป็นหลักทำปฏิริยากับโลหะ เช่น โซเดียม หรือแมกนีเซียมเพื่อทำให้เกิดผงที่ลักษณะคล้ายฟองน้ำส่วนผลพลอยได้จากปฏิริยาคือคลอไรด์ จะถูกกำจัดออกโดยกระบวนการกลั่น ผงที่ได้จากการตกผลึกมีขนาดผลึกเล็กและมีแนวโน้มการเกาะรวมตัวกันสูงความบริสุทธิ์ที่ได้ประมาณ 99.5% หรือมากกว่า มลทินส่วนใหญ่มาจากอ่างปฏิริยาอนุภาคที่ได้มีรูปร่างไม่แน่นอนหรือเป็นรูปลูกบาศก์หรือเหมือนฟองน้ำจึงทำให้สมบัติด้านการไหลไม่ดีและความหนาแน่นจัดเรียงตัวต่ำ

2.5.3.4 การตกผลึกจากก๊าซ

การตกผลึกจากก๊าซใช้สำหรับผลิตโลหะประเภทรีแฟกทีฟและวิธีการนี้ทำให้ได้อนุภาคขนาดเล็กในช่วงนาโนสเกลผงวัสดุถูกผลิตขึ้นมาโดยไม่มีการหลอมละลายหรือชนกับเป่าหลอมจึงหลีกเลี่ยงการปนเปื้อนได้เพื่อให้แน่ใจว่าได้ผงที่มีบริสุทธิ์สูงกระบวนการจึงใช้วิธีการกลั่นไอ (vapor distillation) ตัวอย่างของกระบวนการนี้คือปฏิกิริยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ในรูปของก๊าซ) กับไฮโดรเจนบริสุทธิ์เพื่อผลิตผงโมลิบดีนัม นอกจากนี้มีวิธีการตกผลึกจากก๊าซยังเหมาะสำหรับคลอไรด์ ฟลูออไรด์ หรือออกไซด์ของโลหะ เช่น วานาเดียม ไนโอเบียม ทังสเตน แสฟเนียม ไทเทเนียม เงิน โคบอลต์ นิกเกิล หรือเซอร์โคเนียมการผลิตผงโลหะในกรณีของเวลาไทล์คลอไรด์ (หรือไอของเฮไลด์อื่นๆ) ทำโดยการทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนที่อุณหภูมิสูง เช่น ที่ 1000°C



ผงทองแดงที่ตกผลึกได้มีขนาดอนุภาค 0.2 ไมครอนและส่วนผสมอื่นๆจะเป็นไอทั้งหมดผงเล็กขนาดนาโนสเกลที่เกิดจากจุดเล็กๆอย่างสม่ำเสมอได้มาจากการเกิดเป็นไอโดยการใช้ลำแสงอิเล็กตรอนเลเซอร์พลาสมา หรือ สนามเหนี่ยวนำขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10 ถึง 1000 นาโนเมตร และมีความพร้อมในการเกาะรวมตัวเรียงเป็นกลุ่ม ปฏิกิริยาในเฟสไอใช้ในการผลิตผงผสมหรือผงเคลือบด้วยวัสดุทนไฟได้ถึงแม้ว่าวิธีนี้มีต้นทุนสูง แต่ขนาดอนุภาค ความบริสุทธิ์ รูปร่าง และการเกาะรวมตัวกันล้วนแปรเปลี่ยนตามเงื่อนไขของปฏิกิริยาโดยทั่วไปผงที่ได้มักมีลักษณะคล้ายฟองน้ำ อย่างไรก็ตามสามารถผลิตผลึกทรงกลมที่มีการเกาะรวมตัวกัน

2.5.3.5 การสังเคราะห์จากปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง

ในระบบโลหะผสมที่ส่วนประกอบมีเสถียรภาพทางเทอร์โมไดนามิกส์สูงกว่าองค์ประกอบทางเคมีที่เป็นเช่นนี้เพราะมีการถ่ายโอนอิเล็กตรอนเพื่อให้เกิดพันธะสารประกอบอินเตอร์เมทัลลิกส่วนใหญ่มีอัตราส่วนปริมาณสัมพัทธ์ของอะตอม (stoichiometric atomic ratios) ที่แม่นยำ ตัวอย่างที่เห็นได้ชัด เช่น ระบบของ Fe_2Al , NiAl , NiTi , และ Ti_3Si_3 โลหะผสมเหล่านี้เป็นตัวนำไฟฟ้าและมีคุณลักษณะรวมกันหลายอย่างกับเซรามิกรวมไปถึงมีเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูงความร้อนที่เกิดขึ้นจะถูกปล่อยออกมาเมื่อสารประกอบฟอรัมตัวจากองค์ประกอบของธาตุต่างๆ ตัวอย่างเช่น การฟอรัมตัวของ NiAl ซึ่งเป็นสารประกอบโลหะผสมของนิกเกิลและอลูมิเนียมสารประกอบ NiAl ที่ได้มีจุดหลอมเหลวถึง 1649°C ขณะที่อลูมิเนียมมีจุดหลอมเหลวที่ 660°C และนิกเกิลมีจุดหลอมเหลวที่ 1453°C ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ NiAl เกิดขึ้นดังนี้



ถ้าไม่มีการควบคุมปฏิกิริยาให้ความร้อนที่เกิดขึ้นและถูกปล่อยออกมามีค่าสูงเพียงพอที่จะหลอม NiAl ได้การสังเคราะห์ NiAl จากการผสมนิกเกิลและอลูมิเนียมจะเกิดเป็นสารประกอบโลหะผสมทันทีเมื่อปฏิกิริยาเริ่มเกิดบางครั้งเรียกว่า การสันดาปในสถานะของแข็ง (solid-state combustion) ซึ่งมีความคล้ายคลึงกับการระเบิดของเฟสไอ (vapor phase explosions) การผลิตผงโคบอลต์สังเคราะห์จากปฏิกิริยาระหว่างของแข็งได้จากการนำผงเริ่มต้นมาผสมเข้าด้วยกันอย่างหลวมๆทำการจุดระเบิดเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดและแพร่โดยตัวเองทำให้เกิดเป็นสารประกอบโลหะผสมที่ความเร็ว 10 มม./วินาที ถ้ามีการนำความร้อนออกจากปฏิกิริยาอย่างเหมาะสม สิ่งที่ได้จากปฏิกิริยามีลักษณะเป็นโครงสร้างพรุนซึ่งนำไปบดเป็นผงต่อไป รูป 2.12 เป็นผง TiAl ที่ได้จากกระบวนการนี้ ลักษณะผงที่ได้มีรูปร่างมนและค่อนข้างไม่แน่นอน



รูป 2.12 โครงสร้างของผง TiAl [18]

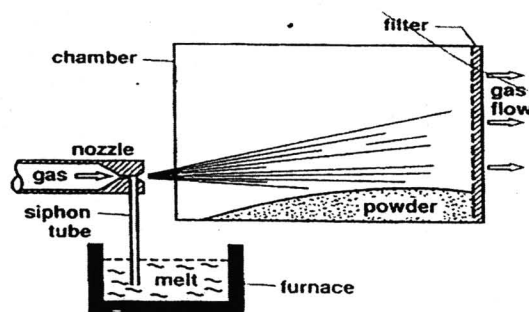
2.5.4 เทคนิคการอะตอมไมเซชัน

ปัจจุบันนี้มีการพัฒนาเทคนิคในการผลิตผงจนสามารถผลิตผงได้มากขึ้นเพราะเทคนิคการผลิตด้วยวิธีอะตอมไมเซชัน วิธีอะตอมไมเซชันในทางการค้าสามารถทำการผลิตได้ถึง 400 กิโลกรัมต่อนาที ก่อนที่จะมีการพัฒนาวิธีการอะตอมไมเซชัน ไม่สามารถควบคุมสมบัติทางเคมีและรูปร่างของผงได้ปัจจุบันการผลิตผงโลหะส่วนใหญ่ใช้วิธีของอะตอมไมเซชันซึ่งเป็นการเปลี่ยนรูปจากโลหะหลอมเหลวให้เป็นผงโดยการฉีดพ่นให้เป็นละอองที่เล็กมากการผลิตผงด้วยวิธีนี้สามารถใช้ผลิตได้ทั้งโลหะและพื้นฐานและโลหะพรีอัลลอยวิธีนี้น่าสนใจเพราะสามารถประยุกต์ใช้ได้กับโลหะผสมหลายประเภทและมีความง่ายในการควบคุมการผลิตวิธีอะตอมไมเซชันอาศัยเทคโนโลยีการหลอมละลายที่ควบคุมได้ทั้งการทำให้บริสุทธิ์และส่วนผสมทางเคมี

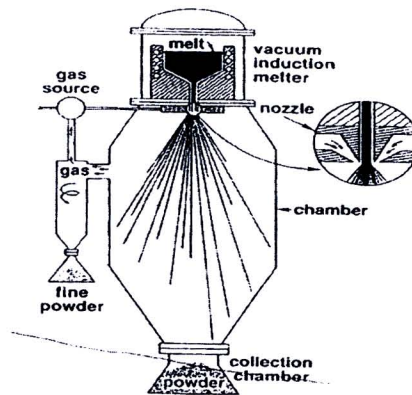
2.5.4.1 การอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซ

ใช้อากาศ ก๊าซไนโตรเจน ก๊าซฮีเลียม หรือก๊าซอาร์กอน เป็นของเหลวทำให้โลหะเหลวแตกกระจายขาดจากกันด้วยก๊าซที่ปล่อยออกมาจากหัวฉีดอย่างรวดเร็วเทคนิคในการผลิตผงวัสดุด้วยวิธีนี้ใช้ผลิตผงได้เป็นจำนวนมากรวมทั้งสามารถผลิตผงโลหะผสมนิกเกิลและวัสดุผสมสูงชนิดอื่นๆ การ

ออกแบบขึ้นกับกลไกการป้อนโลหะและความซับซ้อนของการหลอมเหลวและสิ่งที่เก็บผงแนวคิดหลักคือการส่งพลังงานจากหัวฉีดก๊าซไปยังโลหะเหลวเพื่อทำให้เกิดเป็นละอองเล็กๆ เครื่องอะตอมไมเซชันแบบอุณหภูมิต่ำเป็นการออกแบบแนวนอนดังแสดงในรูป 2.13 ก๊าซพุ่งออกจากหัวฉีดด้วยความเร็วสูงทำให้เกิดกาลักน้ำ (siphon) ที่ทำให้มีแรงดึงโลหะเหลวไปสู่โซนการขยายของก๊าซความเร็วของก๊าซช่วยให้โลหะที่แตกออกจากกันกลายเป็นละอองของเหลวขณะเคลื่อนที่ไปยังถังเก็บละอองโลหะมีการสูญเสียความร้อนและเกิดการแข็งตัวสำหรับโลหะอุณหภูมิสูงมีการใช้ระบบปิดและก๊าซเฉื่อยเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันรูป 2.14 แสดงก๊าซอะตอมไมเซอร์แนวตั้งที่ใช้ก๊าซเฉื่อยโลหะเหลวถูกเตรียมโดยวิธีการเหนี่ยวนำและเทลงไปยังหัวฉีดโลหะเหลวต้องมีความร้อนสูงกว่าจุดหลอมเหลว หรืออาจออกแบบให้มีหัวฉีดก๊าซหลายหัวโดยจัดเรียงเป็นวงกลมล้อมรอบโลหะเหลวเนื่องจากการใช้ก๊าซในการอะตอมไมเซชันต้องใช้ให้หมด (ถ้าไม่หมดให้ดูดออกจนหมด) เพื่อป้องกันการย้อนกลับของมาของความดันอะตอมไมเซชันแนวนอนต้องการพื้นที่ในการกรองมากเพื่อเก็บผงไว้และให้ก๊าซผ่านไปได้แต่ในระบบอะตอมไมเซอร์แนวตั้งจำเป็นต้องมีตัวแยกไซโคลนเพื่อช่วยดึงก๊าซให้ออกไป (เพื่อนำกลับมาใช้ได้อีก) ขณะที่ทิ้งให้อนุภาคขนาดเล็กอยู่ข้างในขนาดของถังเก็บต้องใหญ่เพียงพอให้อนุภาคขนาดใหญ่สุดเย็นตัวเสร็จก่อนกระทบผนังถังเก็บ การอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซภายใต้ก๊าซเฉื่อยช่วยรักษาสภาพผสมของโลหะได้อย่างสมบูรณ์รูปร่างของอนุภาคเป็นทรงกลมและขนาดมีการกระจายกว้าง กระบวนการอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซมีตัวแปรที่เกี่ยวข้องมาก เช่น ชนิดของก๊าซที่ใช้บรรยากาศ อุณหภูมิหลอมเหลวและระดับความหนืดของของไหลที่เข้าสู่หัวฉีดชนิดของโลหะผสม อัตราการป้อนโลหะ ความดันก๊าซ พารามิเตอร์เหล่านี้ถูกปรับเพื่อรักษาระดับการควบคุมกระบวนการและปรับปรุงคุณลักษณะของผงเพื่อการใช้งานต่างๆ กัน ข้อได้เปรียบของผงอะตอมไมซ์ด้วยก๊าซคือ ได้ผงที่ความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันและมีสมบัติการจัดเรียงตัวที่ดี เทคนิคการผลิตผงวิธีนี้ใช้ได้กับการผลิตผงอะลูมิเนียม นิกเกิล แมกนีเซียม โคบอลต์ ทองแดง สังกะสี ทอง เหล็ก แพลเลเดียม ดีบุก และเบริลเลียม

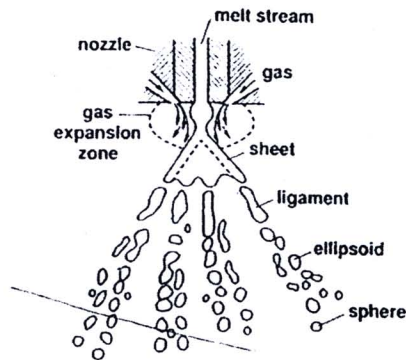


รูป 2.13 การอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซแนวนอนเหมาะสำหรับผลิตผงโลหะที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ [18]

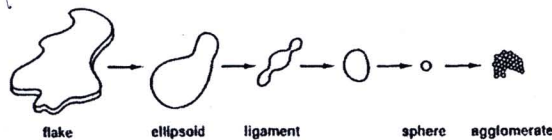


รูป 2.14 เครื่องอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซแนวตั้ง [18]

ในวิธีอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซ ถ้าใส่พลังงานให้กับโลหะมาก ผงโลหะที่ได้ยังมีความละเอียดมากขึ้น มีการศึกษาปฏิกิริยา (การปะทะกัน) ระหว่างก๊าซกับโลหะที่ระหว่างทางออกของหัวฉีดโดยใช้ภาพถ่ายความเร็วสูง ลักษณะทางกายภาพของการอะตอมไมเซชันแสดงในรูป 2.15 ก๊าซที่แผ่รอบๆ โลหะเหลวจะลดความดันและทำให้โลหะเหลวแตกกระจายการลดความดันของก๊าซทำให้โลหะเหลวกระจายเป็นรูปทรงกรวยกลวงหลังออกมาจากหัวฉีด กรวยลักษณะบางจะไม่เสถียรเพราะมีสัดส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงสมมติให้ของเหลวมีความร้อนสูงมากเพียงพอจึงทำให้ไม่เกิดการแข็งตัวก่อนเวลา ดังนั้นของเหลวยังคงรับแรงเฉือนที่ผิวต่อไปและมีความเร่งจากก๊าซรูป 2.16 แสดงให้เห็นรูปทรงของละอองของเหลวตอนเริ่มต้นและค่อยๆ กลายเป็นรูปทรงขนาดเล็กการลดลงของขนาดของผงถูกจำกัดโดยความหนืดของโลหะเหลว อุณหภูมิและการตอบสนองต่อแรงที่เร่งการให้ความร้อนที่สูงกว่าจุดหลอมเหลวต่อโลหะเหลวจะลดความหนืด และทำให้เวลาในการแข็งตัวหลังการอะตอมไมเซชันนานขึ้นเวลาแข็งตัวที่นานขึ้นจะช่วยเสริมให้การปรับตัวของอนุภาคเป็นทรงกลมมากขึ้นลำดับขั้นตอนของการเกิดรูปทรงของละอองเล็กๆ เมื่อห่างจากหัวฉีดเริ่มจากทรงกระบอกกรวย แผ่น ลิกาเมนต์ ทรงกลม ปริมาณความร้อนสูงและปัจจัยอื่นๆ มีผลทำให้เกิดอนุภาครูปทรงดังกล่าวข้างต้น นอกจากนี้ความปั่นป่วนและการผสมกันที่บริเวณใกล้หัวฉีดจะทำให้อนุภาคนาขนาดเล็กถูกดูดกลับเข้าไปในแนวขยายตัวของก๊าซอีกครั้งหนึ่ง อนุภาคนาขนาดเล็กที่แข็งตัวแล้วถูกนำเข้าสู่เส้นทางของของเหลวขนาดใหญ่ทำให้เกิดการรวมตัวและเกาะติดตามกันเป็นบริวาร (satellites) รูป 2.17 เปรียบเทียบผลที่ได้จากวิธีอะตอมไมเซชันที่มีบริวารเนื่องจากความปั่นป่วนและอนุภาคที่มีผิวราบเรียบที่ควบคุมการไหลบริเวณใกล้หัวฉีด การกำจัดผงขนาดเล็กที่ติดกันเป็นบริวารมีความสำคัญสำหรับการจัดเรียงตัวที่ดีและสมบัติการไหลที่ดี



รูป 2.15 การพ่นตัวของผงโลหะด้วยอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซ [18]

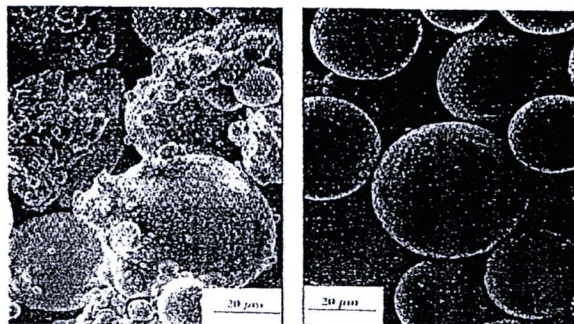


รูป 2.16 แสดงรูปร่างของหยดโลหะเหลวที่เปลี่ยนแปลงขณะอะตอมไมเซชัน [18]

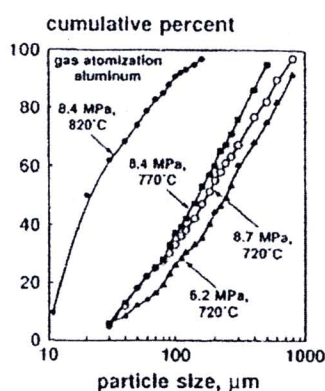
อิทธิพลของตัวแปรกระบวนการจะเข้าใจดีที่สุดที่สุดในรูปของพลังงานที่ส่งเข้าไป ในโลหะเหลว ระยะทางระหว่างทางออกของก๊าซและโลหะเหลวที่สั้นทำให้เกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ดีช่วยเสริมให้ได้อนุภาคนาขนาดเล็กลงความเร็วของก๊าซที่ทางออกของอะตอมไมเซชันและความร้อนของโลหะเหลวเป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดขนาดของอนุภาค รูป 2.18 แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงการกระจายของขนาดอนุภาคสะสมของผงอลูมิเนียมซึ่งเปลี่ยนความดันของอะตอมไมเซชันและอุณหภูมิหลอมเหลว (จุดหลอมเหลวใกล้ 660°C) การแจกแจงขนาดอนุภาคจะขยับไปยังอนุภาคนาขนาดเล็กลง แสดงให้เห็นถึงพลังงานสูงของความดันก๊าซและความหนืดที่ต่ำลงของโลหะเหลว ดังแสดงในรูป 2.15 โลหะเหลวแตกออกเป็นแผ่นบางและสุดท้ายกลายเป็นละอองเล็กๆ สมมติให้ความร้อนสูงกว่าเส้นอุณหภูมิของเหลว (liquidus) เพียงพอ อนุภาคที่ได้สุดท้ายมีขนาดขึ้นกับขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของลิแกเมนต์ เส้นผ่านศูนย์กลางของลิแกเมนต์ (d_L) ขึ้นกับความหนาของแผ่นบาง (W) และความเร็วของก๊าซ (V) ดังแสดง

$$d_L = 3 [3\pi\gamma W / (\rho_m V^2)]^{1/2} \quad (2.8)$$

เมื่อ ρ_m เป็นความหนาแน่นของโลหะเหลว และ γ เป็นพลังงานพื้นผิว



รูป 2.17 ภาพ SEM ของผงที่อะตอมไมซ์ด้วยก๊าซเฉื่อย [18]

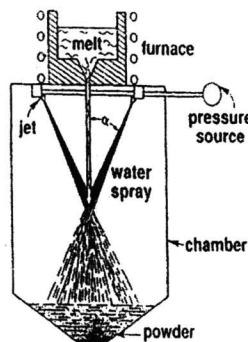


รูป 2.18 ตัวอย่างการแจกแจงขนาดอนุภาคสะสมของผงอลูมิเนียม
ภายใต้สภาวะความดันและอุณหภูมิที่ต่างกัน [18]

2.5.4.2 การอะตอมไมซ์ด้วยน้ำ

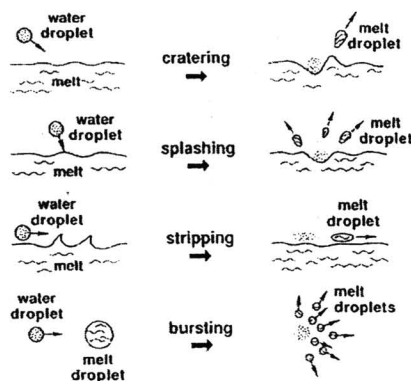
เป็นเทคนิคที่ใช้กันแพร่หลายสำหรับการผลิตผงจากธาตุพื้นฐานและธาตุผสมที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่า 1600°C รูปตัวอย่างของเครื่องอะตอมไมซ์อร์ แสดงในรูป 2.19 น้ำที่พุ่งด้วยความดันสูงไปชนสายโลหะเหลวจนขาดจากกัน และมีความแข็งตัวอย่างรวดเร็วแรงน้ำที่ใช้ฉีดอาจพุ่งออกจากหัวฉีดชนิดหัวเดี่ยว หลายหัวฉีด หรือหัวฉีดที่มีลักษณะเป็นวงแหวนกระบวนการอะตอมไมซ์ด้วยน้ำนี้คล้ายกับการอะตอมไมซ์ด้วยก๊าซยกเว้นมีการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว และสมบัติของของไหลที่แตกต่างกันอนุภาคเกิดขึ้นได้ด้วยกลไกหลายอย่างเช่น การเกิดเป็นหลุม (cratering) และการแตกประทุ (bursting) ดังแสดงในรูป 2.20 เมื่อพิจารณากลไกการเกิดผงทั้งสี่กลไก การเกิดผงด้วยวิธีการแตกประทุทำให้ได้ผงที่มีขนาดเล็กที่สุดอัตราการไหลของมวลโดยทั่วไปประมาณ 5 (น้ำ 5 กิโลกรัมต่อผงโลหะ 1 กิโลกรัม) เนื่องจากการเย็นตัวอย่างรวดเร็วดังนั้นรูปร่างของผงจึงมีลักษณะ

ไม่แน่นอนมีผิวหยาบและมีการทำปฏิกิริยากับออกซิเจนบ้าง การควบคุมรูปร่างผงต้องให้ความร้อนอย่างเพียงพอกับโลหะเหลวและเพราะการเย็นตัวของอนุภาคเกิดขึ้นเร็วมากดังนั้นจึงจำกัดการเซกรีเกรชันทางเคมีในอนุภาคของโลหะผสมมีการใช้น้ำมันสังเคราะห์หรือของเหลวที่ไม่ค่อยทำปฏิกิริยาชนิดอื่นแทนการใช้น้ำเพื่อควบคุมรูปร่างอนุภาคและการออกซิเดชันได้ดีขึ้น ตัวอย่างของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผลิตขึ้นด้วยอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ ผงที่รูปร่างลักษณะแสดงในรูป 2.21 โค้งมนไม่เป็นทรงกลมและไม่แน่นอน

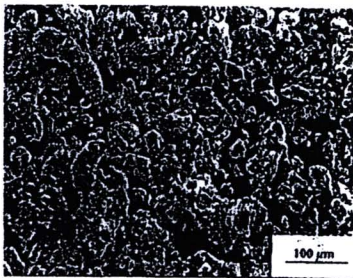


รูป 2.19 กระบวนการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ [18]

ความดันเป็นตัวแปรควบคุมกระบวนการที่สำคัญในการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำที่มีความดันสูงจะทำให้เกิดความเร็วของน้ำในการชนกับโลหะเหลวสูงและได้อนุภาคนาขนาดเล็ก ตัวอย่างเช่น เมื่อผลิตผงเหล็กกล้าด้วยวิธีอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ โดยใช้ความดันน้ำ 1.7 MPa จะได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 117 ไมครอน แต่เมื่อเพิ่มความดันขึ้นแปดเท่าเป็น 13.6 MPa ผงที่ได้มีขนาดลดลงเพียงหนึ่งในสามเท่าคือเป็น 42 ไมครอน และเมื่อความดันของน้ำเพิ่มสูงขึ้น 150 MPa จะได้อนุภาคอยู่ในช่วงขนาด 5 ไมครอน



รูป 2.20 กลไกการเกิดอนุภาคในการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ [18]

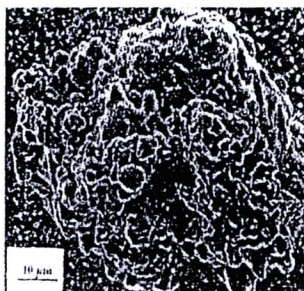


รูป 2.21 ภาพ SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมจากการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ [18]

ระยะจากหัวฉีดถึงโลหะเหลวมีผลกระทบน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซ เพราะน้ำมีความสามารถในการอัดน้อยกว่าและความหนาแน่นสูงกว่าก๊าซ ดังนั้นระยะห่างระหว่างน้ำจากหัวฉีดถึงจุดที่ชนกับสายโลหะเหลว (melt stream) จึงเป็นปัจจัยรองตาราง 2.2 แสดงผลที่ได้จากการอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซกับการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ ความแตกต่างที่เห็นได้ชัดจากสองกระบวนการนี้คือ รูปร่างของผงที่ได้และการปนเปื้อนที่ผิว รูป 2.22 แสดงรูปถ่ายกำลังขยายสูงของผงเหล็กที่ได้จากการอะตอมไมเซชันด้วยน้ำ แสดงผิวที่มีรูพรุนเชื่อมต่อกัน

ตาราง 2.2 การเปรียบเทียบกระบวนการอะตอมไมเซชันด้วยก๊าซและน้ำ [21]

คุณสมบัติ (attribute)	อะตอมไมเซชันด้วยก๊าซ	อะตอมไมเซชันด้วยน้ำ
ขนาดอนุภาค	100	150
รูปร่างอนุภาค	ทรงกลม	เป็นก้อนกลมไม่แน่นอน
การเกาะรวมกันเป็นก้อน	มีบ้าง	น้อย
ความหนาแน่นปรากฏ (%)	55	35
อัตราการเย็นตัว (°C/วินาที)	10 ⁴	10 ⁵
การเซกรีเกชัน (segregation)	น้อย	น้อยมาก
ปริมาณออกไซด์ (ppm)	120	3000
ความดันของไหล (MPa)	3	14
ความเร็วของไหล (เมตร/วินาที)	100	100
ประสิทธิภาพ	ต่ำ	ปานกลาง



รูป 2.22 พงเหล็กอะตอมไมซ์ด้วยน้ำหลังจากการรีดักชันด้วยไฮโดรเจนและผ่านการบด [18]

สมการคณิตศาสตร์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในการอะตอมไมซ์ด้วยน้ำกับพารามิเตอร์ของกระบวนการมีลักษณะคล้ายกับความสัมพันธ์ในการอะตอมไมซ์ด้วยก๊าซ ความดันสูงหรือความเร็วของน้ำสูงทำให้ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยลดลงเขียนในรูปสมการอย่างง่ายได้ดังนี้

$$D = \beta \ln (P) / [V \sin (\alpha)] \quad (2.9)$$

เมื่อ β เป็นค่าคงที่ขึ้นกับวัสดุและผลกระทบต่อการออกแบบเครื่องอะตอมไมเซอร์

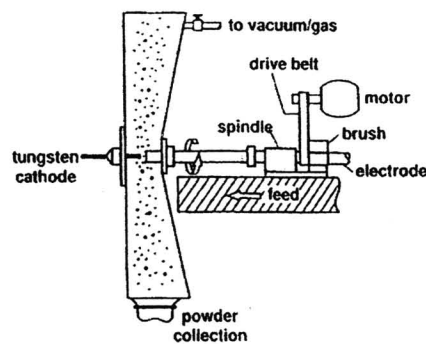
P เป็นความดันของการอะตอมไมซ์

V เป็นความเร็วของน้ำ

α เป็นมุมระหว่างโลหะเหลวกับหัวฉีดน้ำ

2.5.4.3 การอะตอมไมซ์ด้วยแรงหนีศูนย์กลาง

ความต้องการที่ควบคุมขนาดอนุภาค และความยุ่งยากในการผลิตผงโลหะประเภทรีแอคทีฟนำไปสู่การพัฒนาการอะตอมไมซ์ด้วยแรงหนีศูนย์กลาง การอะตอมไมซ์ด้วยแรงหนีศูนย์กลางใช้แรงหนีศูนย์กลางเหวี่ยงโลหะเหลวในรูปของละอองเล็กๆออก และต่อมาแข็งตัวเป็นผงตัวอย่างเช่น กระบวนการหมุนขั้ว (rotating electrode process) สำหรับโลหะผสมสูงและโลหะรีแอคทีฟ เช่น เซอร์โคเนียม ไทเทเนียม และนิกเกิลซูเปอร์อัลลอยแนวคิดของการหมุนขั้วแสดงในรูป 2.23 และตัวอย่างของผงที่ได้จากการหมุนขั้ว เครื่องมืออุปกรณ์ในการผลิตประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าประเภทสิ้นเปลือง (consumable electrode) ที่ทำจากวัสดุที่ต้องการทำผงขั้วถูกหลอมที่ปลายโดยการอาร์กด้วยพลาสมาหรือด้วยขั้วทั้งสแตนที่อยู่กับที่ ขั้วสิ้นเปลืองเป็นขั้วแอโนดและหมุนด้วยความเร็วสูงถึง 50,000 รอบต่อนาที (RPM) การหมุนของขั้วถูกขับด้วยมอเตอร์จากภายนอกเมื่อขั้วสิ้นเปลืองเกิดการหลอมจะถูกป้อนเข้าไปยังช่องภายใน (chamber) ด้วยกลไกจากภายนอก การสัมผัสทางไฟฟ้ากับขั้วเกิดขึ้นด้านนอกช่องโดยใช้ประกายไฟฟ้า ทำภายใต้ก๊าซเฉื่อย



รูป 2.23 การอะตอมไมเซชันด้วยแรงหนีศูนย์กลางโดยกระบวนการหมุนหัว [18]

การฟอร์มตัวของละอองเล็กๆของการหมุนบนแกน ของเหลวฟอร์มตัวเป็นแผ่นและขยายยาวออกไปจากขอบของของแข็งที่กำลังหมุน (หัวแอโนด) เกิดการฟองตัว (protuberance) และฟอร์มตัวเป็นกลีมาเมนต์เนื่องจากแรงเฉื่อยและแรงดึงดูดที่ความเร็วในการหมุนต่ำและอัตราการไหลของเหลวช้าอนุภาคจะฟอร์มตัวโดยตรงที่ขอบของหัวแอโนด ขณะที่อัตราการไหลของเหลวสูงแผ่นฟิล์มของเหลวฟอร์มตัวเป็นกลีมาเมนต์และกลายเป็นละอองเล็กๆ

กรรมวิธีการผลิตผงโลหะแต่ละประเภะนั้น จะได้ผงโลหะที่มีขนาดและความบริสุทธิ์ของโลหะแตกต่างกัน นอกจากประเภทของการผลิตผงโลหะที่ให้ขนาดและความบริสุทธิ์ของผงโลหะที่แตกต่างกันแล้วนั้น ปัจจัยและการควบคุมในระหว่างการผลิตก็ยังให้ขนาดและความบริสุทธิ์ของผงโลหะที่แตกต่างกันอีกด้วย โดยในตาราง 2.3 จะเห็นได้ว่ากรรมวิธีทางเคมีที่ใช้สารอินทรีย์เป็นตัวรีดิวซ์นั้นจะให้ขนาดของผงโลหะที่มีขนาดเล็กกว่ากรรมวิธีการผลิตแบบอื่นๆ และมีต้นทุนในการผลิตที่ไม่สูงมาก

ตาราง 2.3 แสดงสมบัติทางฟิสิกส์ของผงโลหะเงินที่ผ่านกรรมวิธีการผลิตแบบต่างๆ [21]

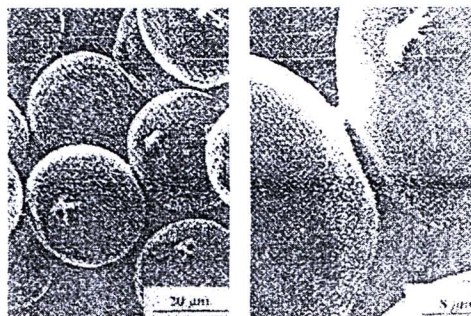
กรรมวิธีการผลิต	Apparent density (g/cm ³)	Tap density (g/cm ³)	Particle size (10 ⁻⁶ m)	Surface area (m ² /g)
Atomization	3.0 – 7.0	4.0 – 7.0	> 40	< 20
Chemical				
- Organically reduced	0.4 – 1.5	0.8 – 3.0	0.5 – 3.0	0.2 – 4.0
- Inorganically reduced	1.0 – 2.0	1.0 – 3.0	3.0 – 20	< 0.3
Galvanic reduction	1.5 – 4.0	2.0 – 4.5	> 100	< 0.3
Electrolytic reduction	1.5 – 3.0	2.5 – 3.5	40 - 1000	< 0.2

2.6 การเผาผนึก [22]

การเผาผนึกหรือการอบผนึก เป็นกระบวนการทางความร้อนที่ใช้ในการเชื่อมอนุภาคเข้าด้วยกัน สมบัติที่ได้จากการเผาผนึกเป็นการปรับปรุงสมบัติจากสถานะก่อนนำไปเผา (Green state)

2.6.1 ทฤษฎีการเผาผนึก

การเผาผนึก เป็นการทำให้อนุภาคเชื่อมติดกันที่อุณหภูมิสูง อาจเกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของวัสดุนั้นๆ โดยการเคลื่อนที่ของอะตอมในสถานะของแข็ง เมื่อพิจารณาโครงสร้างในระดับจุลภาค การเพิ่มขนาดของคอคอด (Neck growth) ที่เชื่อมต่อกันบริเวณจุดสัมผัสของอนุภาคสองอนุภาค ดังแสดงในรูป 2.24 ซึ่งเป็นการเปลี่ยนรูปคอคอดในสถานะของแข็ง (Solid State Neck) ระหว่างการเผาผนึกอนุภาคทรงกลมจะเกิดการเพิ่มขนาดของคอคอดทำให้สมบัติของชิ้นงานเปลี่ยนไปหลังเผาผนึก



รูป 2.24 แสดงภาพถ่ายการฟอร์มตัวของคอคอดเนื่องจากการเผาผนึก [22]

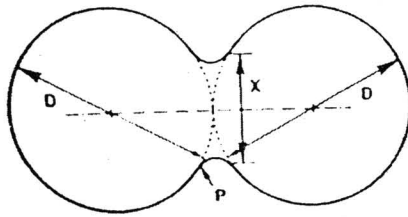
อนุภาคของผงโลหะจะเชื่อมต่อกันโดยการเคลื่อนที่ของอะตอม การเชื่อมต่อกันของอนุภาคเป็นการกำจัดพลังงานพื้นผิวที่มีอยู่สูงของผงโลหะ ปริมาณพลังงานพื้นผิวต่อหน่วยปริมาตรขึ้นกับส่วนกลับของขนาดอนุภาค และการประเมินพลังงานพื้นผิวจะประเมินจากพื้นที่ผิวของอนุภาค ดังนั้นอนุภาคที่มีขนาดเล็กซึ่งมีพื้นที่ผิวมากกว่าจะมีพลังงานพื้นผิวมากกว่าจึงทำให้สามารถเผาผนึกได้เร็วกว่า

กลไกของการเผาผนึกอธิบายได้ในรูปของเส้นทางการเคลื่อนที่ของอะตอมทำให้เกิดการไหลของมวล สำหรับผงโลหะกลไกการเผาผนึกเป็นกระบวนการแพร่ผ่านพื้นผิว แพร่ผ่านของเกรนหรือแพร่ผ่านแลตทิซผลึก ขั้นตอนกระบวนการเผาผนึกอธิบายได้โดยวิธีการทางคณิตศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับแรงขับและจลนศาสตร์

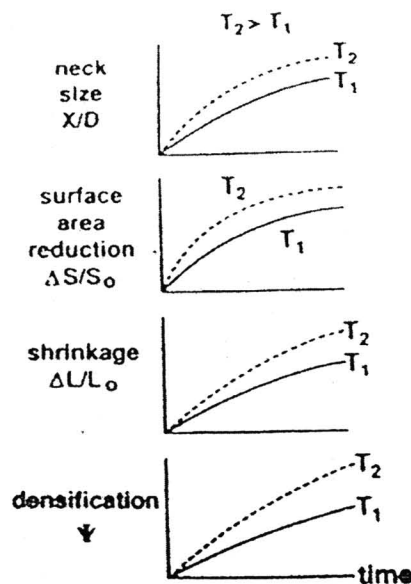
การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างขณะเผาผนึกมีความสัมพันธ์กับการเพิ่มขนาดของคอคอดขณะเผาผนึกพื้นที่ผิวของอนุภาคลดลงอย่างรวดเร็ว และการลดลงของพื้นที่ผิวอนุภาคนี้เป็นตัวบอก

ปริมาณการเผาผลาญ การวัดพื้นที่ผิวอนุภาควัดได้หลายวิธี เช่น วัดโดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางจุลภาค (Microscopic analysis) และวัดปริมาณการดูดซับก๊าซ เป็นต้น

การวัดการเผาผลาญวิธีอื่นๆ เช่น การหาอัตราส่วนขนาดคอคอดสัมผัส X/D ซึ่งกำหนดจากขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของคอคอดหารด้วยเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคดังแสดงในรูป 2.25 เมื่อคอคอดมีขนาดใหญ่ขึ้นส่งผลให้ขนาดของชิ้นงานหลังการเผาผลาญหดตัวลง มีความหนาแน่นและความแข็งแรงเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงชนิดอื่นที่เกิดขึ้นพร้อมกับการเพิ่มขนาดของคอคอดแสดงไว้ในรูป 2.26



รูป 2.25 แสดงการเผาผลาญอนุภาคทรงกลมขนาดคอคอด X ขนาดอนุภาค D และเส้นล้อมรอบคอคอดรัศมี p [22]



รูป 2.26 แสดงผลของเวลาในการเผาผลาญที่มีต่อขนาดคอคอด พื้นที่ผิว การหดตัว และการแน่นตัว



2.6.2 ขั้นตอนการเผาผลาญ

ขั้นตอนการเผาผลาญไม่มีการแบ่งอย่างชัดเจน แต่พอจะแยกออกจากกันตามลักษณะที่เกิดขึ้นได้ประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอน ดังนี้

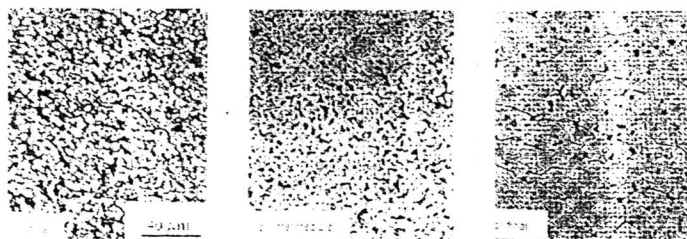
ขั้นตอนที่ 1 (Initial State) ลักษณะโครงสร้างจุลภาคมีความแตกต่างระหว่างความโค้งมาก (Curvature gradient) ทั้งอัตราส่วนขนาดคอคอดและการหดตัวมีค่าน้อยและขนาดเกรนไม่โตกว่าขนาดอนุภาคในตอนเริ่มต้น และจะเริ่มการเพิ่มขนาดอย่างรวดเร็วที่คอคอดระหว่างอนุภาค

ขั้นตอนที่ 2 (Intermediate State) โครงสร้างรูพรุนราบเรียบขึ้นมีความหนาแน่นประมาณ 70 - 92 เปอร์เซ็นต์ของความหนาแน่นทฤษฎี และมีการเชื่อมต่อกันของรูพรุนเป็นลักษณะทรงกระบอก (Cylindrical Nature) ขณะที่สมบัติของชิ้นงานมีการพัฒนาในช่วงท้ายของขั้นตอนที่ 2 นี้เกิดการโตของเกรน (Grain Growth) ส่งผลให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและจำนวนเกรนลดน้อยลง

ขั้นตอนที่ 3 รูพรุนมีลักษณะเป็นทรงกลมและปิด และเห็นการโตของเกรนอย่างชัดเจน จะเกิดขึ้นพร้อมกับการแยกตัวออกไปอยู่โดดเดี่ยวของรูพรุนและอัตราการเผาผลาญช้าลง

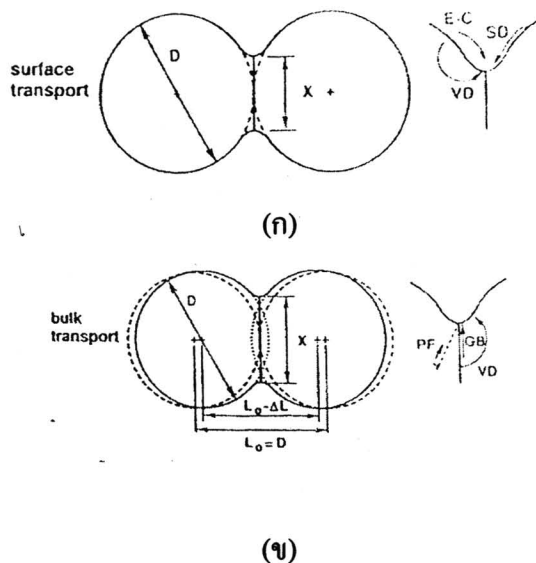
เมื่อรูพรุนหดตัวลงประมาณ 8 เปอร์เซ็นต์ (หรือความหนาแน่นทางทฤษฎี 92 เปอร์เซ็นต์) ทำให้โครงข่ายรูพรุนเปิดไม่เสถียร จากรูปลักษณะโครงสร้างของรูพรุน ณ จุดนี้ทำให้รูพรุนรูปทรงกระบอกยุบตัวลง (Collapse) กลายเป็นทรงกลมซึ่งไม่มีผลในการทำให้เกรนโตซ้ำ การที่เห็นรูพรุนเดี่ยวปรากฏขึ้นแสดงว่าขั้นตอนการเผาผลาญมาถึงขั้นตอนสุดท้ายแล้ว ขณะเดียวกันอัตราการแน่นตัวจะช้าลงสุดท้ายนี้ก๊าซที่ค้างอยู่ในรูพรุนจะเป็นตัวกำหนดความหนาแน่นสุดท้ายของชิ้นงาน ดังนั้นการเผาผลาญในสุญญากาศจึงทำให้ได้ความหนาแน่นสูงขึ้นตรงเท่าที่โลหะยังไม่เกิดการระเหย

ในรูป 2.27 แสดงลักษณะพฤติกรรมที่เกิดขึ้นจริงในขณะเผาผลาญโดยแสดงการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น ขนาดเกรน และลักษณะโครงสร้างของรูพรุนจากการเผาผลาญซึ่งเกิดการแตกหักตามขอบเกรนของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผลาญจนถึงขั้นตอนสุดท้าย รูพรุนทรงกลมตามขอบเกรนเป็นที่ต้องการเพราะสามารถเพิ่มความหนาแน่นได้อีกในขั้นตอนสุดท้าย



รูป 2.27 แสดงการแน่นตัวและการโตของเกรนขณะเผาผลาญ และรูพรุนทรงกลมตามบริเวณขอบเกรน [22]

กลไกการเผาผลาญสามารถอธิบายได้โดยการเคลื่อนที่ของอะตอม กลไกการเคลื่อนที่แบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ การเคลื่อนที่ตามพื้นที่ผิว (Surface Transport) และการเคลื่อนที่แบบมวลรวม (Bulk Transport) ทั้งสองประกอบด้วยกลไกระดับอะตอมที่สนับสนุนให้เกิดการไหลของมวลดังแสดงด้วยอนุภาคทรงกลมสองอนุภาคในรูป 2.28



รูป 2.28 แสดงแบบจำลองกลไกการเผาผลาญโดยที่

(ก) คือการเคลื่อนที่ตามพื้นที่ผิวและ (ข) การเคลื่อนที่แบบมวลรวม [22]

(ก) การเคลื่อนที่ตามพื้นที่ผิว (Surface Transport)

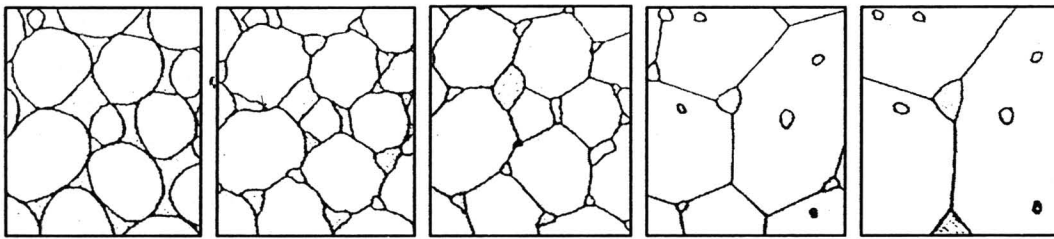
เกี่ยวข้องกับการเพิ่มขนาดของคอคอดโดยปราศจากการเปลี่ยนแปลงระยะต่างๆ ภายในอนุภาค นั่นก็คือไม่มีการหดตัวและไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ในขณะที่เผาผลาญที่ควบคุมโดยการเคลื่อนที่ตามพื้นผิวมีกระบวนการสำคัญ 2 กระบวนการที่เกิดขึ้นขณะเผาผลาญคือ การแพร่ตามพื้นผิวและการระเหย – การควบแน่น การแพร่ตามพื้นผิวมีความสำคัญในการเผาผลาญโลหะหลายชนิด รวมทั้งการเผาผลาญเหล็กด้วย ส่วนการระเหย – การควบแน่นมีความสำคัญต่อการเผาซินเตอร์โลหะที่มีความเสถียรต่ำ เช่น ตะกั่ว เป็นต้น

(ข) การเคลื่อนที่แบบมวลรวม (Bulk Transport)

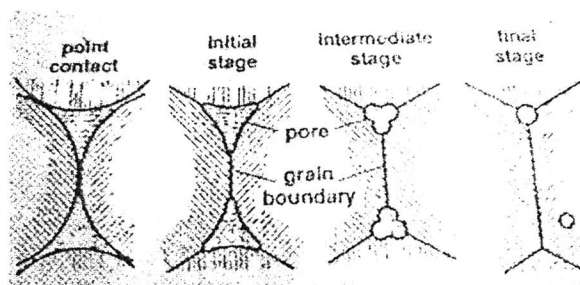
ในทางตรงข้ามการเผาผลาญที่ควบคุมโดยการเคลื่อนที่มวลรวมนั้น จะทำให้เกิดการหดตัวมวลเริ่มต้นเคลื่อนที่จากภายในอนุภาคและสิ้นสุดที่คอคอด กลไกการเคลื่อนที่แบบมวลรวมคือการแพร่ในเนื้อวัสดุ โดยทั่วไปการเคลื่อนที่แบบมวลรวมมีความสำคัญมากขึ้นที่อุณหภูมิสูงขึ้น

2.6.3 โครงสร้างรูพรุนในการเผาผลาญ

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของรูพรุนขณะเผาผลาญแสดงในรูป 2.29 และรูป 2.30 โดยขั้นตอนแรกจะเห็นผิวสัมผัสระหว่างอนุภาคเกิดเป็นขอบเกรนและรูพรุน ในตอนเริ่มต้นของขั้นตอนกลางลักษณะรูพรุนมีการขดซ้อนทับกันสูงและรูพรุนอยู่ตามจุดตัดของขอบเกรน เมื่อเผาผลาญต่อไปรูพรุนมีรูปร่างเป็นทรงกระบอกและเกิดการแน่นตัวขึ้นด้วยการลดปริมาตรของรูพรุน ขณะเผาผลาญที่ขั้นตอนต่างๆ จะสังเกตเห็นความเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนอย่างเด่นชัด จำนวนและขนาดรูพรุนรวมทั้งการลดลงของความพรุนรวม

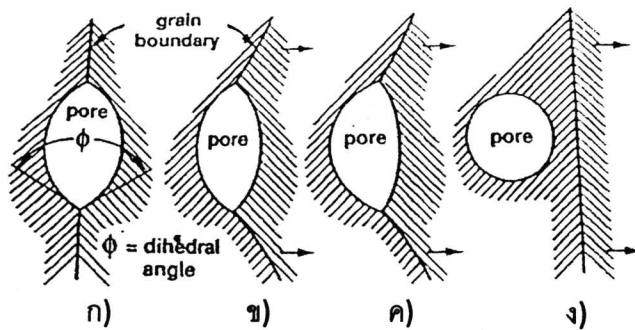


รูป 2.29 แสดงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของรูพรุนตามปริมาณการเผาผลาญ [22]



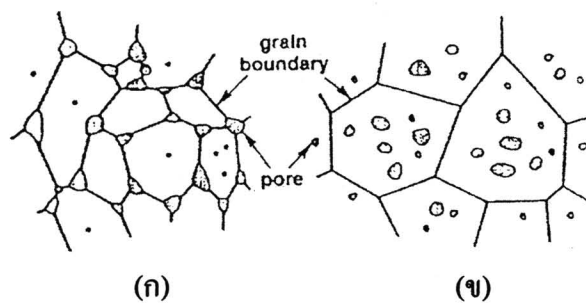
รูป 2.30 แสดงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างรูพรุนขณะเผาผลาญ [22]

ในขั้นตอนสุดท้ายของการเผาผลาญปฏิกิริยาระหว่างรูพรุนและขอบเกรนเกิดขึ้น 3 ลักษณะ คือ รูพรุนทำให้เกรนโตขึ้น รูพรุนถูกลากไปกับการเคลื่อนที่ของขอบเกรนขณะเกิดการโตของเกรน และขอบเกรนแยกออกจากรูพรุนทิ้งให้รูพรุนค้างอยู่ในเกรน วัสดุส่วนใหญ่แสดงอัตราการโตของเกรนตั้งแต่ปานกลางถึงสูงที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นอัตราการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากรูพรุนเคลื่อนที่ช้ากว่าขอบเกรน ส่งผลให้ขอบเกรนแยกออกจากรูพรุนดังแสดงในรูป 2.31 ที่อุณหภูมิต่ำอัตราการโตของเกรนต่ำ ดังนั้นรูพรุนยังติดอยู่กับขอบเกรนและขัดขวางการโตของเกรนทำให้การเคลื่อนที่ของขอบเกรนอยู่ภายใต้แรงดึง จนถึงขณะที่อุณหภูมิสูงอัตราการโตของเกรนเพิ่มขึ้นถึงจุดที่ขอบเกรนสามารถแยกออกจากรูพรุน



รูป 2.31 แสดงลำดับการแยกตัวออกจากรูพรุนในขั้นตอนสุดท้ายของการเผาผนึก [22]

- (ก) รูพรุนบนขอบเกรน
- (ข) และ ค) การโตของเกรนที่ลากรูพรุนไปด้วย
- (ง) รูพรุน โคคเคียวเพราะขอบเกรนแยกตัวออก



รูป 2.32 แสดงลักษณะที่เป็นไปได้ของรูพรุนและขอบเกรนในการเผาผนึกโดยที่ [22]

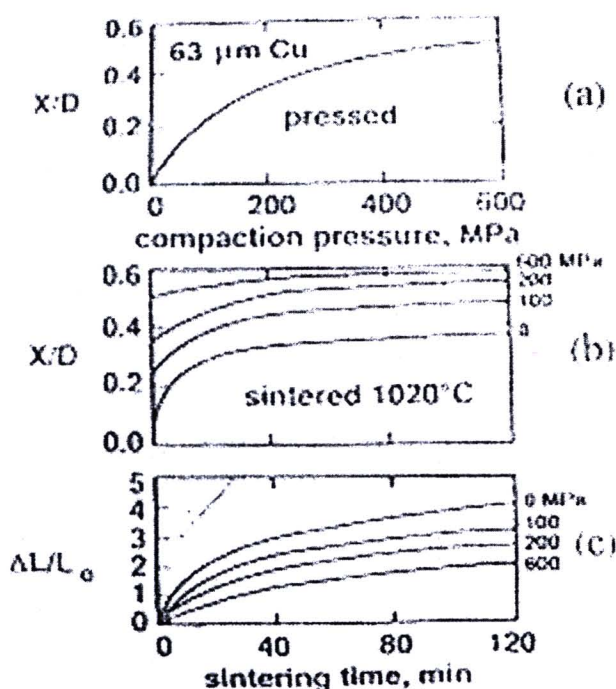
- (ก) ลักษณะรูพรุนที่อยู่ตามขอบเกรนทำให้มีการแน่นตัว
- (ข) รูพรุนที่แยกตัวออกจากขอบเกรนไม่ทำให้เกิดความหนาแน่น

การแยกตัวออกของรูพรุนจากขอบเกรนนี้นจะเป็นตัวกำหนดความหนาแน่นสุดท้ายในการเผาผนึก ดังนั้นการลดการแยกตัวออกให้เหลือน้อยที่สุดโดยการควบคุมอุณหภูมิอย่างระมัดระวังจึงเป็นสิ่งสำคัญ การหลีกเลี่ยงเหตุการณ์การแยกตัวออกของรูพรุนและขอบเกรนมีความสำคัญในการเผาผนึกวัสดุโลหะที่ต้องการความหนาแน่นสูง เพราะรูพรุนที่อยู่กับที่และถูกตรึงกับขอบเกรนจะรักษาเกรนให้มีขนาดเล็กทำให้เกิดความหนาแน่นและความแข็งแรง ด้วยเหตุนี้ในการเผาผนึกจึงต้องมีการผสมผสานโครงสร้างจุลภาคของผงโลหะเริ่มต้นและรอบเวลาการให้ความร้อนที่ถูกต้อง

2.6.4 ผลกระทบของการอัดต่อการเผาผนึก

การอัดผงโลหะให้แน่นก่อนการเผาผนึกจะลดความพรุนลงและมีการเพิ่มปริมาณดิสโลเคชันเข้าไปในผงโลหะ เนื่องจากมีความพรุนต่ำกว่าดังนั้นการหดตัวขณะเผาผนึกจึงเกิดขึ้นน้อยกว่า นอกจากนี้ความหนาแน่นของดิสโลเคชันที่สูงกว่าจะช่วยทำให้อัตราเผาผนึกเริ่มต้นเร็วกว่า ทำให้เกิดความแข็งแรง ความหนาแน่น การกำหนดรูปร่าง และการควบคุมขนาดดีขึ้น

ผลกระทบของการอัดแน่นต่อการเผาผนึก แสดงในรูป 2.33 ซึ่งแสดงผลกระทบของการอัดแน่นต่อการเผาผนึกผงโลหะทองแดงทรงกลมขนาด 63 ไมครอน เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1020°C ในบรรยากาศไฮโดรเจนบริสุทธิ์เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เส้นกราฟ (รูป a) แสดงการเพิ่มขนาดของคอคอดตามแรงอัดที่เพิ่มขึ้น แต่ลดอัตราการเพิ่มขนาดของคอคอด ขนาดของคอคอดสุทธิสูงขึ้นตามแรงอัดที่เพิ่มขึ้นแสดงในกราฟรูปกลาง (รูป b) กราฟรูปล่างสุด (รูป c) แสดงการหดตัวลดลงเมื่อแรงอัดเพิ่มขึ้นขนาดคอคอดหลังการเผาผนึกเป็นตัวกำหนดสมบัติบางอย่าง เช่น ความแข็งแรงและความเหนียว ดังนั้นแรงในการอัดแน่นสูงจึงเป็นสิ่งที่ต้องการ การเพิ่มแรงอัดทำให้การควบคุมขนาดทำได้ดีขึ้น การหดตัวจากการเผาผนึกลดลง และสมบัติสุดท้ายสูงขึ้น



รูป 2.33 กราฟรูปบนและกราฟรูปกลางแสดงอัตราส่วนขนาดคอคอดในรูปฟังก์ชันของแรงอัดและเวลาในการเผาผนึก กราฟรูปล่างแสดงการหดตัวลดลงเนื่องจากการอัด [22]

2.6.5 การเผาผนึกผงโลหะผสมที่มาจากอนุภาคหลายขนาดหรือหลายชนิด

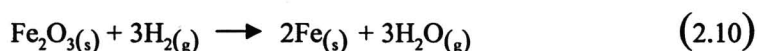
การเผาผนึกผงโลหะผสมที่มาจากอนุภาคหลายขนาดหรือหลายชนิดผสมกันใช้เมื่อต้องการให้ความหนาแน่นจากการจัดเรียงตัวของส่วนผสมมีค่าสูง เมื่อขนาดอนุภาคเฉลี่ยสูงขึ้นการตอบสนองต่อการเผาผนึกจะต่ำลง ดังนั้นจึงเกิดเป็น 2 สถานการณ์คือ

- 1) ส่วนผสมผงโลหะที่อุณหภูมิเผาผนึกต่ำและช่วงเวลาการเผาผนึกสั้น ความสำคัญอยู่ที่ความหนาแน่นเริ่มต้นและทำให้ได้ความหนาแน่นสูงโดยที่ขนาดมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย
- 2) ส่วนผสมผงโลหะที่อุณหภูมิเผาผนึกสูงและเวลาเผาผนึกเผาผนึกนาน ความสำคัญของผลกระทบจากการเผาผนึกเพิ่มขึ้น และได้ความหนาแน่นสูงสุดเมื่ออนุภาคมีขนาดเล็ก

2.6.6 บรรยากาศการเผาผนึก

เกณฑ์ในการเลือกบรรยากาศที่ใช้สำหรับการเผาผนึกผงโลหะมีหลายเกณฑ์ เพราะในการเผาผนึกโลหะส่วนใหญ่ต้องมีการป้องกันการทำปฏิกิริยากับออกซิเจน เนื่องจากออกไซด์และตัวปนเปื้อนอื่นๆ จะขวางการเข้าจับตัวกันของอนุภาคในระหว่างการเผาผนึก ดังนั้นเพื่อให้ได้สมบัติที่เหมาะสม บรรยากาศเผาผนึกที่เหมาะสมจะกำจัดสารหล่อลื่นและสารยึดที่ใช้ในการอัด บรรยากาศแบบรีดิวซิง (Reducing Atmosphere) ไม่เพียงแต่ป้องกันการเกิดออกซิเดชันแต่ยังช่วยลดออกไซด์ที่มีอยู่ด้วย บรรยากาศในการเผาผนึกยังใช้ในการควบคุมจำนวนปริมาณการแทรกตัว (Interstitial) ในวัสดุหลังการเผาผนึกเช่น การควบคุมจำนวนคาร์บอนในเหล็กโดยใช้บรรยากาศที่มีปริมาณคาร์บอน

ผงโลหะสูญเสียน้ำหนักประมาณ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักขณะเผาผนึก น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการลดออกไซด์มีมากที่สุด เช่น พิจารณาการลดสาร Fe_2O_3 ที่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิสูงโดยก๊าซไฮโดรเจน ดังแสดงในสมการ 2.10



การลดออกไซด์โดยใช้ก๊าซไฮโดรเจนทำให้เกิดไอน้ำ นอกจากนี้ยังเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศรีดิวซิงด้วยก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ จึงง่ายในการกำจัดออก ดังนั้นจึงจำเป็นต้องลดออกไซด์ที่ผิวถ้าต้องการสมบัติที่เหมาะสมที่สุดจากวัสดุที่ผ่านการเผาผนึก โดยทั่วไปบรรยากาศการเผาผนึกมี 6 ประเภทคือ ไฮโดรเจน คิสโซซิเอตแอมโมเนีย ก๊าซเฉื่อย ไนโตรเจน สูญญากาศ และก๊าซธรรมชาติ ในทุกบรรยากาศสิ่งสำคัญที่ต้องคำนึงถึงคือ ความดันย่อยของออกซิเจน ไนโตรเจน คาร์บอน และน้ำมีผลต่อความยากง่ายในการเผาผนึกและสมบัติที่ได้

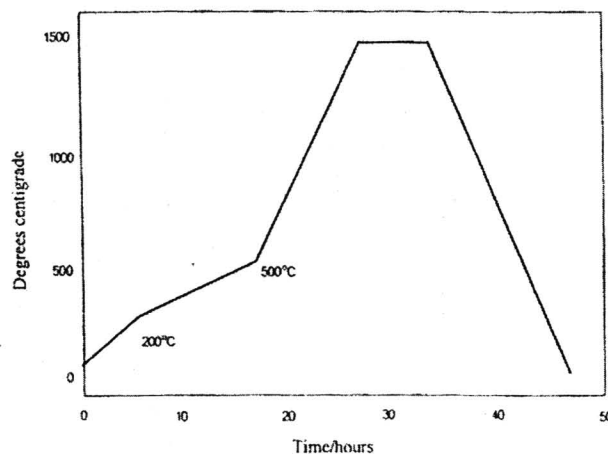
การเผาผนึกในสุญญากาศใช้เมื่อต้องการรักษาความสะอาด สามารถผลิตซ้ำได้หลายครั้ง และเป็นบรรยากาศที่ควบคุมได้ แก๊สออกซิเจนที่มีความดันย่อยต่ำทำให้มีการใช้สำหรับปฏิกิริยาออกไซด์รีดักชันในโลหะหลายชนิด

การควบคุมและการจัดการบรรยากาศที่เหมาะสมทำให้นักโลหกรรมวัสดุผงมีโอกาสดเปลี่ยนปริมาณการเผาผนึกหรือเปลี่ยนส่วนประกอบทางเคมีขณะเผาผนึกที่สำคัญคือการที่บรรยากาศไม่คงที่ตลอดช่วงเวลาการเผาผนึกนั้น ชิ้นส่วนอาจนำสิ่งปนเปื้อนเข้าสู่เตา เช่น ออกไซด์ คาร์บอน และแก๊สที่ถูกกักอยู่ข้างในชิ้นส่วน สารปนเปื้อนเหล่านี้ค่อยๆ เกิดการเปลี่ยนแปลงขณะให้ความร้อน อาจส่งผลให้ส่วนผสมของบรรยากาศมีการเปลี่ยนแปลงขณะให้ความร้อนอาจส่งผลให้ส่วนผสมของบรรยากาศมีการเปลี่ยนแปลงสูง ดังนั้นไม่ใช่เฉพาะชนิดของบรรยากาศเท่านั้นที่มีความสำคัญ แต่รวมไปถึงอัตราการไหล อุณหภูมิเผาผนึกชนิดวัสดุ และสารปนเปื้อน การเติมสารบางชนิด เช่น เฮไลด์ (Halide) ให้กับบรรยากาศการเผาผนึกช่วยส่งเสริมให้การเคลื่อนที่ตามพื้นผิวดีขึ้นขณะเผาผนึกจึงเป็นไปได้ที่รูปร่างของรูพรุนมีการเปลี่ยนแปลงอย่างมาก บางกรณีผลิตภัณฑ์หลังการเผาผนึกมีความแข็งแรงและความเหนียวดีขึ้น

2.6.7 เตาเผาผนึก [23]

2.6.7.1 ทฤษฎีและหลักการ

หลักสำคัญของการใช้เตาเผาในงานด้านเซรามิกก็คือ ต้องกำหนดตารางการเผา (firing schedule) ที่ใช้ในการเผาในแต่ละครั้ง ซึ่งแบ่งออกได้ 3 ช่วงได้แก่ ช่วงการให้ความร้อนจนถึงจุดสูงสุดช่วงการแช่ (soaking) ไว้ที่อุณหภูมิสูงสุดและช่วงการเย็นตัวเช่นดังรูป 2.34



รูป 2.34 ลักษณะของตารางการเผาวัสดุเซรามิก [23]

อย่างไรก็ตามการกำหนดตารางการเผาที่เหมาะสมสำหรับวัสดุใดๆนั้น จำเป็นต้องเข้าใจถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระหว่างการเผาวัสดุดังกล่าวด้วยสำหรับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระหว่างการเผาวัสดุเซรามิกที่มักพบอยู่เสมอมีดังนี้

1) การกำจัดความชื้น ชิ้นงานเซรามิกที่อบแล้วก่อนนำเข้าเผาควรมีความชื้นเหลืออยู่ไม่เกิน 1 เปอร์เซ็นต์เมื่อเริ่มเผา ถ้าหากชิ้นงานมีความชื้นมากเกินไปจะทำให้เวลาในการเผานานขึ้นโดยไม่จำเป็นและที่สำคัญก็คือหากชิ้นงานมีความชื้นมากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจนกระทั่งน้ำกลายเป็นไอ ซึ่งเกิดแรงดันมากขึ้นหลายเท่าอาจทำให้ชิ้นงานแตกหักเสียหายได้ ความชื้นจะเริ่มระเหยออกไปที่อุณหภูมิระหว่าง 100 ถึง 200°C จึงจำเป็นต้องทำให้ปฏิกิริยาในช่วงนี้เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ที่สุดการเผาในช่วงนี้จึงต้องใช้เวลานาน

2) การเผาไหม้สารอินทรีย์ สารอินทรีย์ที่มีอยู่ในชิ้นงาน ซึ่งอาจจะมาจากตัววัตถุดิบเองหรือมากับสารเติมแต่ง (additive) ในระหว่างการขึ้นรูปจะถูกเผาไหม้หมดไปในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 200 ถึง 800°C โดยส่วนใหญ่เกิดขึ้นในช่วงช่วงอุณหภูมิ 300 ถึง 400°C ในขั้นตอนนี้ออกซิเจนจากอากาศจะเข้าไปรวมตัวกับคาร์บอนในสารอินทรีย์กลายเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และให้ความร้อนออกมาด้วย การเผาไหม้สารอินทรีย์และการกำจัดแก๊สที่เกิดขึ้นต้องกระทำให้หมดก่อนที่จะเกิดการผลึกตัวขึ้น มิฉะนั้นแล้วคาร์บอนที่เหลืออยู่จะทำให้เกิดจุดดำๆ ภายในเนื้อผลิตภัณฑ์ รวมทั้งแก๊สที่เกิดขึ้นอาจจะถูกกักอยู่ภายในรูพรุนทำให้เกิดการบวม (bloating) นอกจากนั้นแล้วความร้อนที่เกิดขึ้นอาจจะทำให้เกิดการแตกหักได้ง่าย

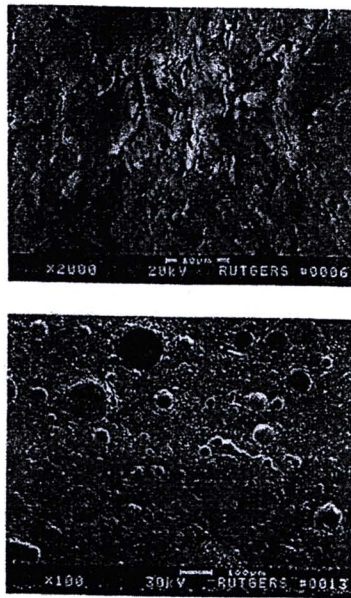
3) การสลายตัว (decomposition) ส่วนใหญ่เกิดขึ้นในช่วง 480°C ถึง 700°C ในช่วงนี้ น้ำที่เกิดจากการรวมตัวของหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างผลึก กลายเป็นโมเลกุลของน้ำจะหลุดออกมาเมื่อได้รับความร้อนและสารประกอบที่มีอนุโมลซึ่งสลายตัวได้ง่าย เช่น คาร์บอเนตไนเตรด และซัลเฟตจะสลายตัวให้ไอน้ำและแก๊สออกมาและเหลือเป็นออกไซด์อยู่ในเนื้อวัสดุ

4) การเปลี่ยนแปลงเฟส (phase transformation) การเปลี่ยนแปลงเฟสของวัสดุแบ่งออกได้เป็น 2 ลักษณะ คือ การเปลี่ยนแปลงเฉพาะโครงสร้างผลึกแต่ไม่เปลี่ยนองค์ประกอบทางเคมี เช่น ควอร์ต (quartz) ซึ่งเปลี่ยนจากแอลฟาควอร์ต (α -quartz) ไปเป็นเบตาควอร์ต (β -quartz) ที่อุณหภูมิ 573°C ที่เรียกว่าการเปลี่ยนรูปของควอร์ต (quartz inversion) ส่วนอีกลักษณะหนึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีด้วย เช่น การตกผลึกมัลไลต์ ($\text{mullite}, 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) จากการเผาเนื้อดินปั้นประเภทไตรแอกเซียล (triaxial) เป็นต้น

5) การเกิดเนื้อแก้ว (vitrification) เป็นวิธีการกำจัดรูพรุนที่มักเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์เซรามิกจำพวกไตรแอกเซียล โดยจะเกิดเนื้อแก้วขึ้นในระหว่างการเผา เริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1100°C ขึ้นไป และจะเพิ่มปริมาณมากขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเนื้อแก้วเหล่านี้จะไหลเข้าไปอุดรูพรุนต่างๆ และเมื่อเย็นตัวลงเนื้อแก้วก็จะแข็งตัวในรูพรุนนั้นปริมาณเนื้อแก้วที่เกิดขึ้นจะแตกต่างกันไป

ตามชนิดของผลิตภัณฑ์ เช่น ในอิฐทนไฟอาจจะมีไม่เกิน 8 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ประเภท โบนไชน่า (bone china) อาจจะมีเนื้อแก้วมากกว่า 60 เปอร์เซ็นต์ การมีเนื้อแก้วในเนื้อผลิตภัณฑ์มาก จะทำให้ผลิตภัณฑ์มีความแข็งแรงปริมาณรูพรุนน้อยและดูโปร่งแสงมากขึ้นดังรูป 2.35 ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบวัสดุก่อนเผาแล้วและเกิดเป็นเนื้อแก้ว

6) การเผาผลึก เป็นวิธีการกำจัดรูพรุนที่มักเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์เซรามิกสมัยใหม่ (advanced ceramic) โดยการทำให้เกิดการโตของแกรน (grain growth) และการเชื่อมตัวของแกรนอุณหภูมิในการเผาผลึกจะขึ้นอยู่กับวัสดุแต่ละชนิด เช่น วัสดุจำพวกเฟอร์ไรท์ (ferrite) บางชนิดอาจจะเริ่มต้นที่อุณหภูมิ 1250°C แต่สำหรับอลูมินา (alumina) ที่มีความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ อาจจะต้องใช้อุณหภูมิสูงถึง 1800°C ขึ้นไป เป็นต้น

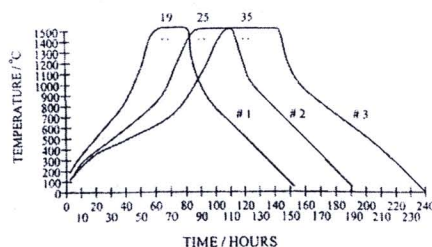


รูป 2.35 เนื้อผลิตภัณฑ์ปอร์ซเลนที่ยังไม่เผา (บน) [23]
และที่ผ่านการเผาจนเกิดเนื้อแก้วแล้ว (ล่าง)

สำหรับในช่วงการเย็นตัว แม้ว่าโดยทั่วไปผลิตภัณฑ์เซรามิกจะเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ ตั้งแต่ในช่วงอุณหภูมิสูงสุดแล้วก็ตาม แต่การเย็นตัวลงจะต้องกระทำอย่างระมัดระวังเช่นกันเพื่อให้ ความร้อนที่สะสมอยู่ในผลิตภัณฑ์ค่อยๆ คลายออกมาอย่างช้าๆ มิฉะนั้นจะเกิดรอยแตกขนาดเล็ก (small crack) ขึ้นในขณะที่เนื้อผลิตภัณฑ์แต่ละส่วนมีการขยายตัวแตกต่างกันก่อให้เกิดการแตกหัก ในขณะเย็นตัว (dunting) ขึ้นได้ โดยเฉพาะในผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อแก้วอยู่มากหรือมีส่วนผสมที่มีการ

เปลี่ยนแปลงเฟสที่เป็นผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดอย่างรวดเร็วในช่วงสั้นๆ เช่น การเปลี่ยนแปลงเฟสของควอทซ์เป็นต้น

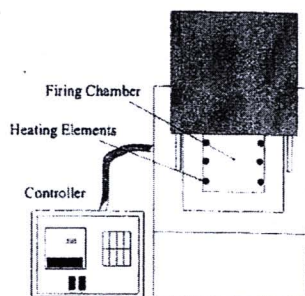
การกำหนดตารางการเผาออกจากขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาทางกายภาพและทางเคมีที่เกิดขึ้นแล้วยังต้องคำนึงถึงขนาดของชิ้นงานด้วยชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่ขึ้นจะต้องใช้เวลาในการเผามากกว่าชิ้นงานที่มีขนาดเล็กที่มีส่วนผสมเดียวกัน ดังรูป 2.36 เนื่องจากผลิตภัณฑ์เซรามิกส่วนใหญ่จะเป็นตัวนำความร้อนที่ไม่ค่อยดีนักดังนั้นการถ่ายเทความร้อนจากผิวเข้าไปถึงเนื้อสารที่อยู่ด้านใน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาโดยสมบูรณ์ทั่วทั้งชิ้นงาน จะต้องใช้เวลานานพอสมควรชิ้นงานยิ่งมีขนาดใหญ่เท่าใดก็ยิ่งต้องใช้เวลาเพิ่มมากขึ้นเท่านั้นที่สำคัญกว่านั้นในชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่หากให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเร็วเกินไปจะทำให้เกิดเทอร์มัลกราเดียนต์ (thermal gradient) หรือความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิแต่ละส่วน เนื่องจากการถ่ายเทความร้อนจากผิวเข้าไปยังเนื้อสารด้านในไม่ทัน ทำให้การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (thermal expansion) ของเนื้อสารที่ผิวและด้านในแตกต่างกันมากซึ่งอาจจะทำให้เกิดรอยแตกขึ้นภายในชิ้นงานและทำให้ชิ้นงานแตกหักเสียหายในที่สุด



รูป 2.36 ผลจากขนาดของชิ้นงานที่มีต่อการกำหนดตารางการเผา [23]

2.6.7.2 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง

สำหรับส่วนประกอบของเตาเผาไฟฟ้าประกอบไปด้วย 3 ส่วนใหญ่ๆ คือ ห้องเผาแห้งวัสดุ ความร้อน และ ส่วนควบคุมอุณหภูมิในการเผา ซึ่งแสดงดังรูป 2.37



รูป 2.37 โครงสร้างของเตาไฟฟ้า [23]

ห้องเผา เป็นส่วนที่วางชิ้นงานที่จะเผาภายในห้องเผาด้วยวัสดุทนไฟ เพื่อป้องกันไม่ให้ความร้อนแผ่กระจายออกมาภายนอกซึ่งนอกจากเป็นการลดการสูญเสียพลังงานแล้วยังป้องกันอัตราที่จะเกิดขึ้นอีกด้วย แท่งวัสดุให้ความร้อนเป็นอุปกรณ์สำคัญในการเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าให้เป็นความร้อนสมบัติของแท่งวัสดุความร้อนจะเป็นวัสดุที่มีการนำไฟฟ้าไม่คืนกแต่ไม่ถึงกับเป็นฉนวน เช่น โลหะผสมระหว่างนิกเกิล – โครเมียม (nickel - chromium, Ni/ Cr) โลหะผสมระหว่างเหล็ก – โครเมียม - อลูมิเนียม (ferrous - chromium - aluminium, Fe - Cr - Al) ซิลิคอนคาร์ไบด์ (silicon carbide, SiC) และโมลิบดีนัมไดซิลิไซด์ (molybdenum disilicide, MoSi₂) เป็นต้น เมื่อกระแสไฟฟ้าไหลผ่านวัสดุดังกล่าวจะทำให้เกิดความร้อนขึ้นแท่งวัสดุให้ความร้อนของเตาไฟฟ้า

การควบคุมอุณหภูมิในการเผาสำหรับเตาสมัยใหม่มักใช้เทอร์โมคูปเปิลเป็นตัววัดอุณหภูมิและส่งต่อไปให้ส่วนควบคุมการทำงานเพื่อปรับอุณหภูมิให้ตรงกับที่ตั้งไว้ด้วยการลดหรือเพิ่มเชื้อเพลิงหรือกระแสไฟฟ้าที่ใช้ให้เหมาะสมกับความต้านทานของแท่งวัสดุให้ความร้อน ซึ่งหลายๆ ชนิดจะมีค่าเปลี่ยนไปตามช่วงอุณหภูมิการใช้งาน

นอกจากนั้นแล้ว ในเตาไฟฟ้าบางชนิดยังสามารถควบคุมบรรยากาศภายในเตาเผาให้มีลักษณะต่างกันได้ตามความต้องการเช่น เเผาในบรรยากาศปกติ ในบรรยากาศไนโตรเจน และในบรรยากาศแก๊สเฉื่อยเช่น อาร์กอน ฮีเลียม ได้อีกด้วย สำหรับเตาเผาที่ใช้ในสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยนี้มีอยู่หลายเตา ซึ่งแต่ละเตาก็จะสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิต่างกันได้ตั้งแต่ 1600°C ถึง 1750°C และ 2400°C

2.6.7.3 การเตรียมตัวอย่าง

สิ่งสำคัญที่สุดสำหรับวัสดุที่นำมาเผาก็คือวัสดุต้องมีความชื้นต่ำ ปกติไม่ควรเกิน 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเพื่อลดเวลาในช่วงการเผากำจัดความชื้นให้สิ้นที่สุดนอกจากนี้แล้วยังเป็นการป้องกันปัญหาการแตกหักเนื่องจากแรงดันของไอน้ำที่เกิดขึ้นเมื่อโมเลกุลของน้ำกลายเป็นไอน้ำได้อีกด้วย การอบวัสดุก่อนนำมาเผาก็เป็นสิ่งจำเป็นโดยมากจะต้องอบที่อุณหภูมิประมาณ 100 ถึง 110°C เป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง ขึ้นอยู่กับขนาดและของวัสดุนั้นเพื่อกำจัดความชื้นออกจากตัวอย่างของวัสดุให้เกือบหมดก่อนที่จะนำมาเผา การศึกษาถึงปฏิกิริยาต่างๆ ที่เกิดขึ้นในระหว่างที่วัสดุที่ได้รับอุณหภูมิสูงขึ้นนับเป็นสิ่งสำคัญและจำเป็นมากก่อนที่จะเผาวัสดุจริงเนื่องจากการทำให้สามารถกำหนดตารางการเผาที่เหมาะสมกับวัสดุดังกล่าวได้ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพดีไม่เกิดการแตกหักเสียหายในระหว่างการเผา การศึกษาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมีหลายวิธีเช่น โดยการวิเคราะห์ทางความร้อน (thermal analysis) การศึกษาเฟสที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยวิธีเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction) เป็นต้น



2.6.7.4 ข้อควรระวัง

1) แท่งวัสดุให้ความร้อนของเตาไฟฟ้าส่วนมาก เมื่อใช้งานแล้วจะกลายเป็นวัสดุที่เปราะ ดังนั้น การใช้งานจึงต้องระมัดระวังมากต้องไม่ให้มีสิ่งหนึ่งสิ่งใดกระแทกตัวแท่งวัสดุให้ความร้อนอย่างเด็ดขาดเพราะจะทำให้เกิดการแตกหักเสียหายได้

2) วัสดุที่นำมาเผารวมทั้งอุปกรณ์รองเผาเช่น แผ่นรองเผา ถ้วยรองเผา (crucible) เป็นต้น ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาหรือเกิดไอระเหยที่จะทำให้ละลายขึ้นส่วนต่างๆภายในเตาเช่น วัสดุทนไฟ และ เทอร์มอคับเปิล เป็นต้น ณ อุณหภูมิที่จะเผา ซึ่งจะทำให้อายุการใช้งานของเตาเผาสั้นลงมากนอกจากนั้นแล้ว ต้องทนอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิที่ใช้เผาไม่น้อยกว่า 50°C เพื่อป้องกันการหลอมหรืออ่อนตัวของวัสดุดังกล่าวติดกับผนังและพื้นของห้องเผาซึ่งจะทำให้เตาเสียหายได้

3) การเปิดเตาเพื่อนำชิ้นงานที่เผาแล้วออกมาต้องรอให้อุณหภูมิภายในเตาต่ำกว่า 200 ถึง 300°C เนื่องจากการเปิดเตาทันทีที่อุณหภูมิสูงนอกจากทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกหักเสียหายแล้วยังอาจเป็นสาเหตุให้เกิดความเสียหายต่ออุปกรณ์ต่างๆ ภายในห้องเผาและแท่งวัสดุให้ความร้อนด้วย

4) ควรเทียบมาตรฐาน (calibrate) เทอร์มอคับเปิลที่ใช้เป็นครั้งคราว เพื่อให้อุณหภูมิที่อ่านได้ถูกต้องตามความเป็นจริงอยู่เสมอ

2.7 เครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน

(TGA; Thermogravimetric Analysis) [24]

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ เป็นกลุ่มเทคนิคที่จำเป็นสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุต่าง ๆ เช่น พอลิเมอร์ สารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ เซรามิก โลหะ และวัสดุทั่วไปอื่น ๆ การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติ ทางกายภาพหรือทางเคมีของวัสดุที่ขึ้นกับอุณหภูมิและเวลา ผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ สมบัติทางความร้อน เสถียรภาพต่อความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อนของวัสดุ โดยทำการศึกษาน้ำหนักที่หายไปเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความร้อนที่วัสดุดูดหรือคาย เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา และการเปลี่ยนแปลงขนาดของวัสดุ ชิ้นงานภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา TGA เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ทดสอบวัสดุ โดยการวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุ เมื่อได้รับความร้อน ภายใต้บรรยากาศที่กำหนด

2.7.1 ตัวอย่างงานที่ทดสอบ

- 1) วิเคราะห์ปริมาณสารเติมแต่งในพลาสติก หรือผลิตภัณฑ์พลาสติก
- 2) วิเคราะห์ปริมาณน้ำหรือปริมาณตัวทำละลายในสี สารเคลือบ กาว หรือเซรามิก

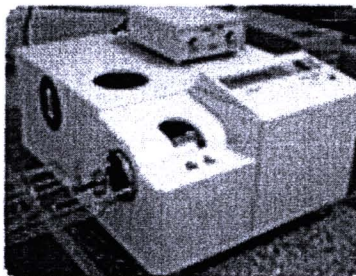
- 3) วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบต่าง ๆ ของผลิตภัณฑ์ยาง เช่น ปริมาณยาง สารเติมอินทรีย์ และสารเติมอนินทรีย์

2.7.2 ความสามารถในการทดสอบ

- 1) แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิ (TG curve) และสามารถแสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ (SDTA) โดยเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของตัวอย่างกับห้องเผา
- 2) วิเคราะห์หาปริมาณสารที่สลายตัวได้ทั้งแบบความสัมพัทธ์ หรือ น้ำหนักจริง และสามารถบอกถึงอุณหภูมิเริ่มต้นของการเผาไหม้ได้
- 3) สามารถเปลี่ยนชนิดแก๊สอัดโนมิตีเมื่อถึงอุณหภูมิตามที่ได้ตั้งไว้
- 4) สามารถตั้งโปรแกรมอุณหภูมิที่แตกต่างกันได้ 1 ขั้นตอนการทดลอง โดยสามารถตั้งได้ทั้ง dynamic และ Isothermal

2.7.3 ข้อจำกัดของเครื่อง

- 1) ช่วงอุณหภูมิ (temperature range) $25^{\circ}\text{C} - 1100^{\circ}\text{C}$
- 2) อัตราความร้อน (heating rate) $0.1 - 200^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



รูป 2.38 เครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน [25]

2.8 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer) [26]

ขนาดของอนุภาคเป็นสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งที่น่าไปใช้ในการพิจารณาความเหมาะสมในการเรียงตัวของอนุภาคเมื่อนำไปพัฒนาในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ ให้มีคุณภาพดีขึ้นซึ่งในการวัดขนาดของอนุภาคสามารถทำได้หลายวิธีทั้งนี้ขึ้นอยู่กับวิธีหรือเครื่องมือที่ใช้ในการวัดสำหรับเครื่องมือที่จะกล่าวถึงในบทนี้เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดการกระจายตัวของอนุภาคขนาดต่างๆ ตั้งแต่ 0.1 ไมครอน ถึง 300 ไมครอน โดยอาศัยหลักการดูละเอียดรังสีเอ็กซ์ในการหาปริมาณของอนุภาคที่มีขนาดหรือเส้นผ่านศูนย์กลางแตกต่างกันตามทฤษฎีของสโต๊ค (Stoke' Law)

2.8.1 ทฤษฎีพื้นฐาน

อนุภาคที่ปะปนอยู่ในของเหลวจะตกจากที่สูงลงสู่ที่ต่ำด้วยแรงโน้มถ่วงของโลกในขณะเดียวกันแรงลอยตัว (buoyant force) ของของเหลวและแรงเสียดทาน (drag force) จะกระทำต่ออนุภาคในทิศทางที่ต้านกับการตกของอนุภาค สโต๊ค (George Gabriel Stokes) ได้ศึกษาการตกของอนุภาคที่เป็นทรงกลมในของเหลวที่เป็นตัวกลาง แล้วพบว่าอนุภาคที่มีขนาดหรือเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่จะตกก่อนอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า ณ เวลา และความสูงที่เท่ากันซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ 2.11

$$a = (18\eta V / (\rho - \rho_0)g)^{1/2} \quad (2.11)$$

เมื่อ	a	เป็นเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลม
	η	เป็นความหนืดของของเหลวที่เป็นตัวกลาง
	V	เป็นความเร็วในการตกของอนุภาคที่มีความหนาแน่น ρ ในของเหลวที่เป็นตัวกลางที่มีความหนาแน่น ρ_0
	ρ	เป็นความหนาแน่นของอนุภาค
	ρ_0	เป็นความหนาแน่นของของเหลวที่เป็นตัวกลาง
	g	เป็นความเร่งเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก

จากสมการ 2.11 สามารถเขียนในเทอมของความเร็วในการตกของอนุภาคได้ดังสมการ 2.12

$$V = \frac{(\rho - \rho_0) g a^2}{18\eta} \quad (2.12)$$

แทนค่า V ด้วย H/t ในสมการ 2.11 จะได้

$$t = \frac{18\eta}{a^2 (\rho - \rho_0)g} \quad (2.13)$$

กฎของสโติก เป็นกฎที่ใช้อธิบายการตกของอนุภาคโดยอาศัยการกระจายตัวของอนุภาคในของเหลว ซึ่งจัดว่าเป็นวิธีที่ค่อนข้างดีในการนำมาใช้หาขนาดของอนุภาคแต่กฎนี้ก็ยังมีข้อจำกัดบางประการคือ

- 1) อนุภาคต้องมีลักษณะเป็นทรงกลมซึ่งอนุภาคโดยทั่วไปจะไม่เป็นทรงกลมดังนั้นจึงกำหนดให้อนุภาคนั้นๆมีขนาดเทียบเท่ากับอนุภาคของทรงกลมที่มีความเร็วในการตกเท่ากัน โดยเรียกว่าเส้นผ่านศูนย์กลางทรงกลมสมมูล (equivalent sphere diameter)
- 2) อนุภาคต้องมีการกระจายตัวอย่างสมบูรณ์ในของเหลวที่เป็นตัวกลาง
- 3) อนุภาคที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวที่เป็นตัวกลางต้องมีความเข้มข้นต่ำ
- 4) แต่ละอนุภาคต้องมีความเร็วในการตกช้าๆอย่างอิสระ
- 5) ผลของประจุไฟฟ้าระหว่างอนุภาคกับของเหลวที่เป็นตัวกลางต้องมีความน้อยมากจึงจะสามารถทำให้อนุภาคมีการกระจายตัวได้อย่างสมบูรณ์ในของเหลวที่เป็นตัวกลาง
- 6) ขนาดของอนุภาคที่แขวนลอยในของเหลวที่เป็นตัวกลางต้องมีความแตกต่างกันในช่วงพอเหมาะที่ไม่ทำให้เกิดแรงดูดจากอนุภาคที่มีขนาดใหญ่จนทำให้อนุภาคที่มีขนาดเล็กตกอย่างไม่เป็นอิสระ

อย่างไรก็ดีเราสามารถนำกฎของสโติกมาใช้ในการวัดขนาดของอนุภาคให้ได้ผลที่ถูกต้องแม่นยำที่สุดได้ทั้งนี้ต้องขึ้นอยู่กับ

- 1) ในกรณีที่อนุภาคเป็นสารประเภทเซรามิกอนุภาคนั้นควรมีเส้นผ่านศูนย์กลางไม่เกิน 50 ไมครอน
- 2) ในระหว่างการวัดขนาดของอนุภาคจำเป็นต้องควบคุมอุณหภูมิของสารแขวนลอยให้คงที่ตลอดเวลาของการตกตะกอน เพราะแม้อนุภาคจะมีขนาดเท่าเดิมแต่ความเร็วในการตกของอนุภาคนั้นๆ อาจผันแปรได้เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป
- 3) อนุภาคแต่ละอนุภาคจะต้องตกตะกอนอย่างอิสระ โดยไม่มีอิทธิพลจากอนุภาคข้างเคียงหรือจากผนังของเซลล์ที่ใช้บรรจุสารแขวนลอยเข้ามาเกี่ยวข้องของดังนั้นสารแขวนลอยจะต้องมีความเข้มข้นไม่เกิน 5 เปอร์เซ็นต์ นั่นคือ ในสารแขวนลอยที่มีปริมาตรไม่เกิน 1 ลิตร จะต้องมีอนุภาคไม่เกิน 50 กรัม เพราะถ้าสารแขวนลอยมีความเข้มข้นมากเกินไปทำให้อนุภาคที่อยู่ใกล้กันและอนุภาคที่อยู่ใกล้กับผนังของเซลล์ที่ใช้บรรจุสารแขวนลอยมีโอกาสที่จะเสียดสีหรือกระทบกันมาก ซึ่งเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลวิเคราะห์ที่ได้ผิดจากความเป็นจริง

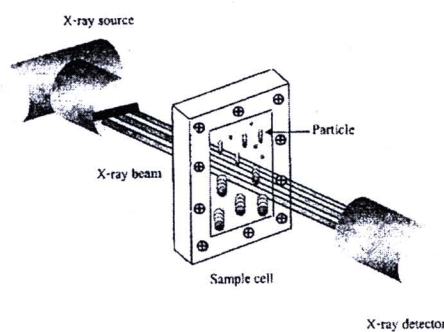
2.8.2 หลักการเบื้องต้น

การวัดขนาดอนุภาคจะอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ในการหาปริมาณของอนุภาคที่มีขนาดหรือเส้นผ่านศูนย์กลางแตกต่างกันตามกฎของสโตคคังที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น

2.8.2.1 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง

โดยทั่วไปเครื่องวัดขนาดอนุภาคจะมีส่วนประกอบที่สำคัญต่อไปนี้ (ดังรูป 2.39)

1. แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (x-ray source)
2. เซลล์ใส่ตัวอย่าง (sample cell)
3. ตัวตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ (x-ray detector)



รูป 2.39 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค [26]

- 1) แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ทำหน้าที่ควบคุมรังสีเอ็กซ์ให้มีพลังงานพอที่จะทำการวัด โดยการผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปทำให้ไส้หลอด(filament) ของขั้วแคโทด(cathode) ซึ่งทำด้วยทังสเตนร้อนขึ้น ทำให้เกิดอิเล็กตรอนที่ไส้หลอดอย่างหนาแน่น เมื่อใช้ศักย์ไฟฟ้าที่มีกำลังสูง ขั้วแคโทดและขั้วแอโนด(anode) จะมีค่าความต่างศักย์แตกต่างกันมาก ถ้าอิเล็กตรอนจึงวิ่งเข้าชนขั้วแอโนดทำให้รังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นจากแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ส่องผ่านออกมา
- 2) เซลล์ใส่ตัวอย่าง เป็นเซลล์ที่ใช้บรรจุสารตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ หาปริมาณรังสีเอ็กซ์ที่ส่องผ่าน
- 3) ตัวตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ เป็นตัวตรวจวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์ที่ส่องผ่านอนุภาค โดยเทียบกับรังสีเอ็กซ์ที่ส่องผ่านออกมาเมื่อไม่มีอนุภาค ทั้งนี้ตัวตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ที่ดีจะต้องมีสภาพไวสูง นั่นคือสามารถตรวจวัดกำลังของรังสีเอ็กซ์ที่เปลี่ยนแปลงไปเพียงเล็กน้อยได้และการตอบรับรังสีเอ็กซ์ต้องเป็นแบบเชิงเส้นคือ ถ้ามีรังสีเอ็กซ์ตกกระทบมากก็สามารถตรวจวัดรังสีเอ็กซ์มากในการทำงานเหมือนกัน ถ้ามีรังสีเอ็กซ์ตกกระทบน้อยก็สามารถตรวจวัดรังสีเอ็กซ์น้อย ทั้งนี้ระดับของ

สัญญาณรบกวนจะต้องมีน้อยด้วยเช่นกัน ซึ่งโดยทั่วไปการตอบสนองต่อรังสีเอ็กซ์ จะขึ้นอยู่กับความถี่หรือความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์และที่สำคัญก็คือตัวตรวจวัดจะต้องมีเสถียรภาพดี

2.8.2.2 การเตรียมตัวอย่าง

การเตรียมตัวอย่างเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากในการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคซึ่งการที่จะเตรียมตัวอย่างให้ได้ค่านั้นหมายถึงการทำให้ตัวอย่างมีการกระจายตัวของอนุภาคในของเหลวที่เป็นตัวกลางเป็นไปอย่างสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่เกาะติดกันหรือรวมกันเป็นกลุ่มก้อน (aggregate) และไม่มีฟองอากาศในสารแขวนลอยนั้น รวมถึงมีความเข้มข้นที่เหมาะสมต่อการวัดปริมาณการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ และการที่จะทำให้สามารถวิเคราะห์ขนาดอนุภาคได้อย่างถูกต้องแม่นยำนั้นนอกจากจะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบสำคัญ 2 ประการคือ ประการคือ การใช้เครื่องได้อย่างถูกต้องและการกระจายตัว (dispersion) ของอนุภาคที่ใช้ในการวิเคราะห์แล้วยังต้องคำนึงถึงสิ่งต่างๆดังต่อไปนี้

1) แรงเฉือน (shear force)

สารตัวอย่างจะประกอบด้วยอนุภาคขนาดต่างๆกันมากมายอนุภาคเหล่านี้อาจอยู่เป็นอนุภาคเดี่ยว (individual particle) หรืออยู่ติดกันเป็นกลุ่มอย่างหลวมๆ โดยไม่มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันหรือยึดติดกันด้วยแรงยึดเหนี่ยวที่เกิดจากประจุไฟฟ้า (floculate) ซึ่งการที่จะทำให้สารตัวอย่างเหล่านี้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและไม่เกาะติดกันสามารถทำได้โดยการใช้แรงเฉือนเข้ามาช่วยทำให้อนุภาคกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น เช่น เครื่องกวน (stirrer) เครื่องผสม (blender) เครื่องปั่นสะเทือนด้วยคลื่นเสียงอัลตราโซนิกส์ หรือ อัลตราโซนิกส์โพรบ (ultrasonic probe) ซึ่งการใช้แรงเฉือนจะขึ้นกับชนิดของเครื่องมือและเวลาที่ใช้ในแต่ละตัวอย่างเพราะถ้าใช้แรงเฉือนในปริมาณที่มากหรือน้อยเกินไป ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะแตกต่างกันด้วยเช่นกัน

2) สารลดแรงตึงผิว (surfactant)

ในกรณีที่อนุภาคเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนด้วยแรงยึดเหนี่ยวที่เกิดจากประจุไฟฟ้าต้องใช้สารเคมีที่เรียกว่า “สารลดแรงตึงผิว” ช่วยในการลดประจุไฟฟ้าที่ผิวหรือสลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาคเนื่องจากโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะเข้าไปดูดซับบนผิวของอนุภาคทำให้อนุภาคแยกออกจากกันได้โดยวิธีการกวน ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่เลือกใช้นั้นจะต้องไม่เป็นตัวทำลายและมีความหนาแน่นน้อยกว่าสารที่นำมาวิเคราะห์และ โดยทั่วไปควรจะเลือกสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิก (anionic) กับสารที่มีสภาพเป็นด่างส่วนสารที่มีสภาพเป็นกรดหรือกลางควรเลือกสารลดแรงตึงผิวประเภทแคตไอออนิก (cationic) และถ้าจะให้อนุภาคมีการกระจายตัวที่ดีควรใช้ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในช่วง 0.1 ถึง 10 เปอร์เซ็นต์

3) ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

ค่าความหนาแน่นของอนุภาคที่จะนำมาวิเคราะห์ต้องมากกว่าค่าความหนาแน่นของของเหลวที่เป็นตัวกลาง

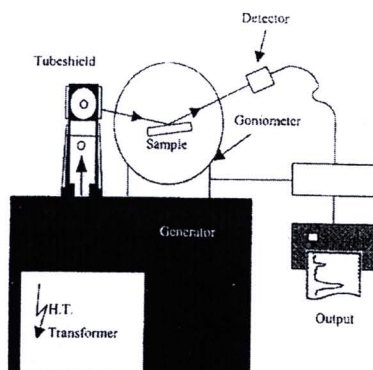
4) การดูคลื่นรังสีเอ็กซ์

สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ต้องเป็นสารอนินทรีย์ที่มีความสามารถในการดูคลื่นรังสีเอ็กซ์ได้มากกว่าของเหลวที่เป็นตัวกลาง

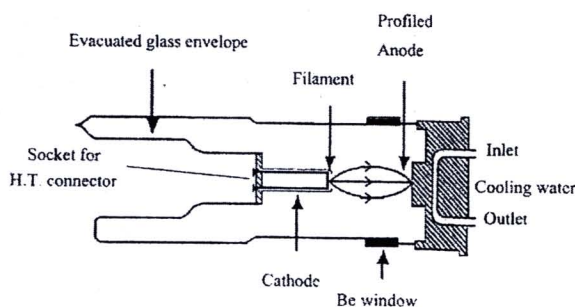
2.9 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน [27]

เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงร่างผลึก (crystallography) เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับตรวจสอบสมบัติของวัตถุดิบ และผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตขั้นตอนต่างๆ

2.9.1 หลักการทำงานของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

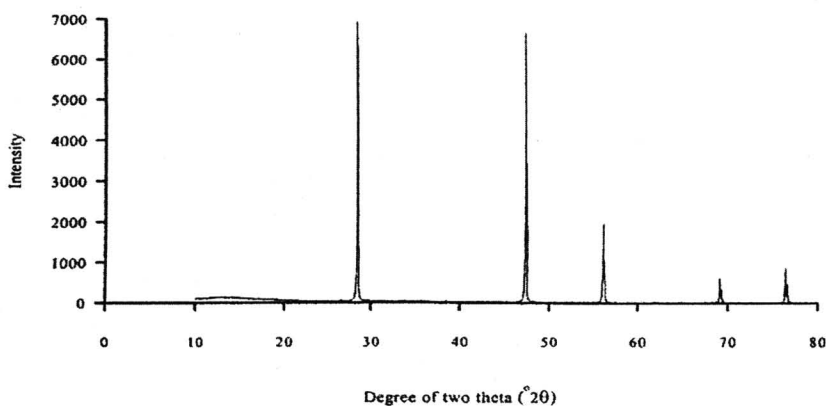


รูป 2.40 หลักการทำงานของเครื่องเอกเรย์ดิฟแฟรกชัน [27]



รูป 2.41 ส่วนประกอบของหลอดผลิตรังสีเอ็กซ์ [27]

กระแสไฟฟ้าแรงดันสูง (high-tension transformer) ทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขั้วแคโทดทำให้ไส้ร้อนขึ้น อิเล็กตรอนไปจับกันหนาแน่นบริเวณไส้ ดังนั้นค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดเพิ่มสูงขึ้นทำให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้าที่ขั้วแอโนดมีการปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาผ่านหน้าต่างที่ทำด้วยเบอริลเลียม (Be window) หลอดรังสีเอ็กซ์ (แสดงในรูป 2.41) มีหลายชนิดเรียกชื่อตามชนิดของโลหะที่ใช้ทำแอโนดเช่น Mo W Cr Cu Co Ag Fe ซึ่งจะให้รังสีเอ็กซ์ที่มีค่าความยาวคลื่นต่าง ๆ กัน ดังนั้นจึงควรเลือกใช้ให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์แต่โดยทั่วไปมักนิยมใช้ Cu ซึ่งให้ค่าความยาวคลื่น (λ) เท่ากับ 1.543 อังสตรอม จะมีทั้ง K_α และ K_β สำหรับการวิเคราะห์นี้มีความจำเป็นต้องใช้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดียว (monochromatic X-ray) ดังนั้นจึงต้องใช้แผ่นกรองเบต้าเพื่อกำจัด K_β เพื่อให้เหลือเพียง K_α อย่างเดียว การเลือกแผ่นกรองเบต้าควรเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของหลอดรังสีเอ็กซ์โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับมวล (mass absorption coefficient) จากนั้นรังสีเอ็กซ์ K_α จะถูกบีบให้เป็นลำแคบลงโดยโคเวอ์เจเนสลิค ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านโคเวอ์เจเนสลิคจะตกกระทบลงบนตัวอย่างซึ่งติดไว้กับแกนของโกนิโอเมเตอร์ (goniometer) รังสีที่สะท้อนกลับจากตัวอย่างจะผ่านไปยังรีซีฟิงสลิคและเข้าไปยังหน่วยรับสัญญาณเพื่อแปลงสัญญาณออกมาในรูปดิฟแฟร็กโตแกรม (diffractogram) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และค่าความเข้มของรังสีแสดงในรูป 2.42



รูป 2.42 ดิฟแฟร็กโตแกรมของแผ่นซิลิกอน [27]

ปัจจุบันมีองค์กร JCPD (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ได้ทำการวัดและเก็บรวบรวมข้อมูลของสารประกอบต่างๆ มากกว่า 60,000 ชนิด ทั้งในรูปแบบการ์ด (card) และคอมแพคดิส (compact disk หรือ CD) ซึ่งง่ายและสะดวกมากขึ้นในการวิเคราะห์เฟสของสาร

ตัวอย่าง โดยนำดิฟแฟรกโตแกรมและค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้จากการทดลองมาเปรียบเทียบกับดิฟแฟรกโตแกรมและข้อมูลมาตรฐานจากฐานข้อมูลของ JCPD

2.9.2 การวิเคราะห์ปริมาณ

ปริมาณของสารตัวอย่างแต่ละเฟสสามารถคำนวณได้จากค่าความเข้มสัมพัทธ์ (relative intensity) ของพีกสูงสุดโนดิฟแฟรกโตแกรมตัวอย่าง เปรียบเทียบกับพีกตำแหน่งเดียวกันในโนดิฟแฟรกโตแกรมมาตรฐาน โดยหาค่าความเข้มของพื้นหลังออก ดังแสดงในสมการ 2.14

$$\text{ปริมาณของสารตัวอย่าง(\%)} = \frac{I(\text{sample}) - I(\text{background})}{I(\text{standard}) - I(\text{background})} \times 100 \quad (2.14)$$

2.9.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

สารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน โดยทั่วไปจะอยู่ในรูปของของแข็งเป็นผงละเอียดขนาดเล็กลงกว่า .45 ไมคอน และ อัดด้วยแรงกระทำสม่ำเสมอเท่ากันทุกทิศทาง บริเวณผิวหน้าของตัวอย่างจะต้องเรียบสม่ำเสมอ ตัวอย่างที่ดีจะต้องมีการจัดเรียงตัวของผลึกอย่างอิสระ (random orientation)

- 1) นำชิ้นตัวอย่างมาบดเป็นผงละเอียดด้วยครกบดอลูมินา (alumina mortar)
- 2) ร่อนผงละเอียดผ่านตะแกรงเบอร์ 325 เมช
- 3) นำผงที่ได้มาทำการอัดลงในที่ใส่ตัวอย่าง

ข้อควรระวัง

- 1) การอัดผงตัวอย่างควรอัดด้วยแรงดันที่สม่ำเสมอ ไม่ควรกดแรงมากนักเพราะอาจทำให้ผลึกตัวอย่างเกิดความเครียดและให้ค่ามุมที่ผิดพลาดได้
- 2) ตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ต้องมีผิวหน้าเรียบมีความหนาไม่ต่ำกว่า 20 ไมคอน
- 3) ตัวทำละลาย (solvent) หรือตัวยึดประสานที่ใช้ในการเตรียมจะต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง

หมายเหตุ

ในกรณีที่ผงตัวอย่างมีปริมาณน้อยมากควรผสมกับตัวยึดประสานหรือตัวทำละลายให้มีลักษณะเปียกและหนืด เพื่อยึดติดแผ่นแก้วหรือแผ่นซีริกานิดผลึกเดี่ยวที่ไม่แสดงดิฟแฟรกโตแกรม

2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) [28]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (electron microscope) เกิดจากการคิดค้นเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการมองเห็นวัตถุของกล้องจุลทรรศน์ให้สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิม โดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอนที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสงและใช้เลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้ามาแทนเลนส์กระจก และมีตัวตรวจวัดที่จะจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่าง จากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพต่อไป ผลที่ได้คือ ภาพของวัตถุหรือตัวอย่างที่กำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่า ถึงระดับมากกว่า 100,000 เท่า (กล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาสามารถทำกำลังขยายได้เต็มที่ไม่เกิน 3000 เท่า) และ สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร (nanometer) ในขณะที่กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงส่องสว่างธรรมดามีกำลังแยกแยะใช้ดูวัตถุเล็กสุดเพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น

ในกรณีที่เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุประกอบอยู่ด้วยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนวิเคราะห์ (analytical electron microscope) โดยในการวิเคราะห์ธาตุจะเป็นการวิเคราะห์เฉพาะจุด (spot analysis) หรือพื้นที่เล็กๆ ที่ใช้อิเล็กตรอนเป็นหัววัด เรียกว่า อิเล็กตรอนโพรบไมโครแอนาไลซิส (Electron Probe Microanalysis, EPMA) โดยใช้การวิเคราะห์ธาตุด้วยการวัดรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว (characteristic x-ray) ซึ่งมีทั้งแบบเวฟเลงท์ดิสเพอร์ซีฟเอกซเรย์สเปกโตรโฟเมทรี (Wavelength Dispersive X-ray Spectrophotometry, WDS) และแบบเอนเนอร์ยีดิสเพอร์ซีฟเอกซเรย์สเปกโตรโฟโตเมทรี (Energy Dispersive X-ray Spectrophotometry, EDS)

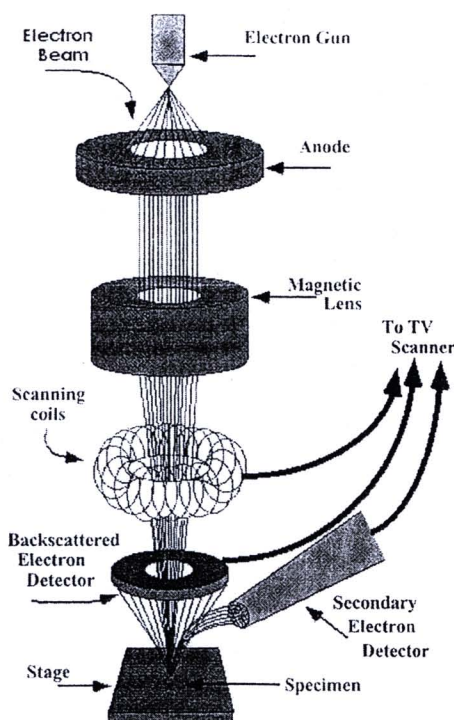
ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สัญญาณภาพที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron detector, SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือ ใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron detector, BSE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้น ดังนั้นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบนี้จะสามารถประกอบอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ได้ทั้งแบบ EDS และ WDS เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ธาตุโดยอาศัยหลักการแยกรังสีตามระดับพลังงาน

2.10.1 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง

ในเครื่อง SEM ประกอบไปด้วยส่วนประกอบหลักๆ ที่สำคัญ (ตามรูป 2.42) ดังต่อไปนี้

- 1) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron source)
- 2) อิเล็กโตรแมกเนติกเลนส์ (electromagnetic lens) หรือ ขดลวดทำหน้าที่ควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอน
- 3) บั๊มสุญญากาศ และ ระบบควบคุมความดัน (control pressure system)
- 4) ช่องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber)

- 5) ตัวตรวจวัดสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal detector)
- 6) อุปกรณ์สร้างภาพ (imaging devices)



รูป 2.43 ส่วนประกอบและหลักการทำงานเบื้องต้นของ SEM [28]

2.10.1.1 แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน

แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนเป็นส่วนที่อยู่บนสุดของคอลัมน์ มีหลอดทั้งสแตนที่ปิดตัวเป็นรูปตัววี อยู่ในโลหะรูปกรวย (wehnelt cylinder) ที่มีรูตรงกลาง เมื่อให้กระแสไฟฟ้าแรงดันสูงตั้งแต่ 1 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอน โวลต์เข้ามาทำให้หลอดฟิลาเมนต์ที่มีความร้อนสูงและทำให้ประจุอิเล็กตรอนกระจายออกมา จากนั้นอิเล็กตรอนจะถูกดึงลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นอานอด และผ่านสนามแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งทำหน้าที่รวบรวมประจุอิเล็กตรอนจำนวนมากที่เกิดขึ้นเป็นลำอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นพอสำหรับการส่องกราดลงบนผิวตัวอย่าง

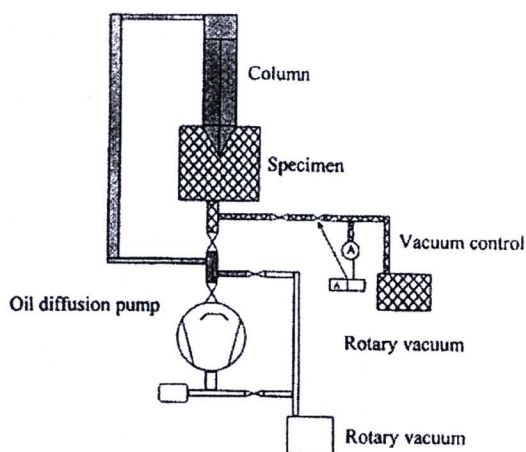
2.10.1.2 อิเล็กตรอนโทรมกเนติกเลนส์

อิเล็กตรอนโทรมกเนติกเลนส์ หรือ ขดลวดทำหน้าที่ควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนเป็นชุดของเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ในการรวบรวมและบังคับประจุอิเล็กตรอนจำนวนมากที่เกิดขึ้นให้มีลักษณะเป็นลำแสงรูปกรวยขนาดเล็กสุดเท่าที่จะเป็นไปได้ โดยให้ไปตกกระทบบนผิวตัวอย่างและใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิ โดยทั่วไปชุดของเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้านี้จะวางเรียงซ้อนเป็นระยะห่างกันพอประมาณ 2 ถึง 3 ชุด โดยในแต่ละชุดจะมี

ช่อง (aperture) รับแสงประกอบอยู่ทำหน้าที่กำหนดให้ลำอิเล็กตรอนที่ผ่านลงมาเป็นกรวยที่สมมาตรที่สุด

2.10.1.3 ปัมสุญญากาศและระบบควบคุมความดัน

เนื่องจากภายในคอลัมน์ของ SEM จำเป็นต้องทำงานภายใต้ภาวะความดัน เพื่อป้องกันไม่ให้ลำอิเล็กตรอนถูกทำให้กระเจิงกลับด้วยแก๊สอะตอม ด้วยเหตุนี้เองตัวอย่างที่ใช้ศึกษาโดยเครื่อง SEM จำเป็นต้องเป็นตัวอย่างที่ไม่มีมีความดันไอสูง ซึ่งเครื่อง SEM รุ่น XL30CP นี้สามารถทำความดันได้ทั้งระบบสุญญากาศต่ำ (low vacuum ,LV system) และระบบสุญญากาศสูง (high vacuum ,HV system) สาเหตุสำคัญที่จำเป็นต้องปรับสภาพภายในคอลัมน์ให้เป็นสุญญากาศโดยเฉพาะส่วนบนที่เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนก็เพื่อให้สามารถควบคุมลำอิเล็กตรอนได้ แต่ก็จะทำให้ความดันสุญญากาศในช่องใส่ตัวอย่างที่อยู่ส่วนล่างสูงตามไปด้วยถึงระดับประมาณ 10^{-5} ทอร์ ซึ่งจะมีผลตามตัวอย่างบางชนิดที่มีความชื้น และในตัวอย่างที่ไม่นำไฟฟ้าจะเกิดการตกค้างของประจุบนผิวตัวอย่างมาก ทำให้สัญญาณภาพที่ได้ไม่ดีเท่าตัวอย่างที่นำไฟฟ้า ดังนั้นการใช้ระบบควบคุมความดันที่สามารถปรับสภาพความดันในช่องใส่ตัวอย่างให้มีความดันสุญญากาศต่ำในช่วงกว้างประมาณ 0.1 ถึง 2 มิลลิบาร์ จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่ไม่นำไฟฟ้าได้



Vacuum system of XL with CP

รูป 2.44 ระบบความดันสุญญากาศของ SEM [28]

2.10.1.4 ช่องใส่ตัวอย่าง

ส่วนนี้จะอยู่ล่างสุดเป็นส่วนช่องว่างใต้เลนส์ชุดสุดท้ายมีขนาดกว้างพอที่จะติดตั้งอุปกรณ์ใช้รวบรวมสัญญาณต่างๆ ที่เกิดขึ้นเนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างตัวอย่างและลำอิเล็กตรอน

ได้แก่ SE detector BSE detector และตัวตรวจวัดสัญญาณเอ็กซ์เรย์ในอุปกรณ์วิเคราะห์แบบ EDS เป็นต้น โดยมีส่วนสำคัญคือ แท่นวางตัวอย่าง ซึ่งมีอุปกรณ์ใช้ในการควบคุมการเคลื่อนของแท่นดังกล่าวไปมาได้อย่างน้อย 6 ทิศทาง ทั้งในแนวนอน (4ทิศทาง) และแนวตั้ง (2ทิศทาง) และสามารถควบคุมการเอียง(tilt) และการหมุน(rotate)ของตัวอย่างได้

2.10.1.5 ตัวตรวจวัดสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์

ตัวตรวจวัด ที่ใช้มีด้วยกัน 3 ชนิด ได้แก่ SE detector BSE detector c และ X-ray detector ซึ่งมีการติดตั้งและจัดวางท่ามุมที่ได้รับระดับกับแท่นวางตัวอย่างต่างๆ กัน เพื่อให้สามารถรวบรวมสัญญาณที่เกิดให้ได้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้ โดยใน SE detector จะใช้หัววัดรังสีชนิดพลาสติกเรืองแสงกึ่งตัวนำ BSE detector จะใช้หัววัดรังสีโซลิดสเตทไดโอด (Solid-State Diode , SSD) ตัวตรวจวัดชนิดกระเจิงกลับความดันไฟฟ้าต่ำ (backscatte low voltage detector) และตัวตรวจวัดรังสีเอ็กซ์จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภท Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์

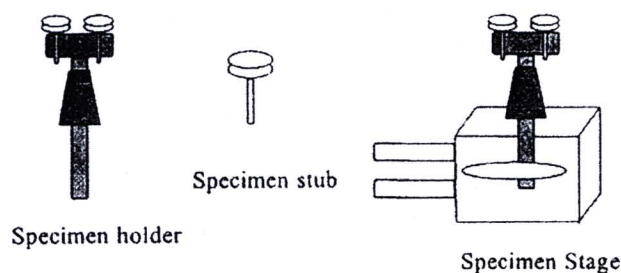
2.10.2 การเตรียมตัวอย่าง

ในห้องวางตัวอย่างของเครื่อง SEM มีแท่นควบคุมการเคลื่อนที่ของฐานใส่ตัวอย่าง(specimen holder) ที่มีตัวอย่างติดบนก้านวางตัวอย่าง (specimen stub) วางอยู่บนฐานใส่ตัวอย่าง(ตามรูป 2.45) ในการเตรียมตัวอย่างนั้นก็เพื่อให้ตัวอย่างอยู่ในสภาพที่พร้อมก่อนการวิเคราะห์ทดสอบ ซึ่งสามารถแยกอธิบายการเตรียมตัวอย่างเป็นขั้นตอนได้ดังนี้

2.10.2.1 การติดตัวอย่างบนแท่นวางตัวอย่าง

- 1) กรณีตัวอย่างเป็นชิ้นงาน ก่อนนำเข้าศึกษาในเครื่องต้องทำการติดชิ้นงานเข้ากับก้านวางตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่ทำด้วยโลหะจำพวกเหล็ก อลูมิเนียม ทองเหลือง ทองแดง มีลักษณะเป็นรูปทรงกลมมีก้านที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูงพอเหมาะใส่ได้พอดีกับช่องว่างในฐานวางตัวอย่าง และใช้สารยึดติดตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่ใช้วัสดุจำพวกเทปกาวยสองหน้า (double-stick tape) เทปกาวยคาร์บอน (carbon stick tape) หรือน้ำยาทาเล็บเป็นต้น วิธีการทำโดยการทาหรือติดสารยึดติดตัวอย่างลงบนแผ่นหน้าของก้านวางตัวอย่าง และติดตัวอย่างด้านที่ไม่ต้องการศึกษาลงบนแผ่นหน้าก้านวางตัวอย่างทิ้งไว้ให้ติดสนิทหรือแห้งคิระยะหนึ่งในกรณีที่ตัวอย่างไม่นำไฟฟ้าต้องนำตัวอย่างนั้นไปผ่านขั้นตอนการฉาบผิวด้วยโลหะก่อนนำไปศึกษา
- 2) กรณีตัวอย่างเป็นผงมักใช้สารยึดติดตัวอย่างจำพวกที่เป็นเทปกาวยสองหน้าหรือเทปกาวยคาร์บอนติดด้านบนของก้านวางตัวอย่างและโรยผงตัวอย่างให้กระจายลงบนด้านหน้าก้านวางตัวอย่างที่มีเทปกาวยอยู่จากนั้นใช้ลูกยางเป่าลมและปัดฝุ่นและเศษของผงตัวอย่างที่ไม่ยึดติดบนก้านวางตัวอย่างออก หรือ

ใช้เครื่องเป่าลมเป่าซ้ำอีกครั้งเพื่อให้เศษฝุ่นละอองที่ยังตกค้างออกไปจากตัวอย่าง จากนั้นจึงนำเข้าเครื่อง SEM เพื่อทำการศึกษาคือไปหรือทำการฉาบผิวด้วยโลหะกรณีตัวอย่างไม่นำไฟฟ้า



รูป 2.45 ลักษณะอุปกรณ์ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง [28]

2.10.2.2 การเคลือบ (coating) ผิวชิ้นงาน

ในการเคลือบหรือฉาบผิวตัวอย่างนิยมใช้สารตัวนำไฟฟ้าจำพวกโลหะหนักที่มีโมเลกุลขนาดเล็กเช่น คาร์บอน(carbon, C) ทอง (gold, Au) และ โลหะผสมทอง-พัลลาเดียม (gold-palladium alloy, Au-pd) เป็นต้น โดยมีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มสมบัติในการนำไฟฟ้าให้กับตัวอย่างทั้งนี้มีหลักการเบื้องต้นของการฉาบผิวคือต้องกระทำภายใต้ภาวะสุญญากาศ และ ให้กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมเพื่อให้โลหะหนักเปลี่ยนสภาพจากแท่งโลหะมาเป็นโมเลกุลและตกลงบนผิวตัวอย่างในอัตราส่วนเดียวกัน ทำให้โลหะฉาบผิวตัวอย่างได้เป็นเนื้อเดียวกัน

ชนิดตัวอย่าง

- 1) วัสดุนำไฟฟ้า (conducting materials) จำพวกโลหะต่างๆที่ผ่านการขัดผิว (polishing) หรือกัดผิว (etching) เรียบร้อยแล้ว สามารถนำมาวางติดบนแท่งวางตัวอย่างเพื่อนำเข้าศึกษาโดย SEM ได้เลย
- 2) วัสดุไม่นำไฟฟ้า (non- conducting materials) ได้แก่ วัสดุจำพวกพอลิเมอร์ เซรามิกและวัสดุชีวภาพ เป็นต้น โดยวัสดุที่เป็นฉนวนนี้จะก่อให้เกิดความผิดปกติจากประจุ (charging artifacts) คือปรากฏการณ์ที่มีประจุไฟฟ้าสถิต หรือการสะสมของประจุอิเล็กทรอนิกส์จำนวนมากที่ผิวของวัตถุทำให้ภาพที่ได้มีความสว่างจ้าผิดปกติจนมองรายละเอียดอื่นๆไม่เห็น ในการศึกษาดังกล่าวจำพวกนี้จึงต้องแก้ไขโดยลดการสะสมของประจุจำนวนมากเหล่านี้ซึ่งทำได้โดยการให้แรงดันไฟฟ้าจำนวนน้อย (5 ถึง 15 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์) หรือการทำให้ตัวอย่างนำไฟฟ้าได้ดีขึ้นโดยการฉาบผิวด้วยโลหะหนักที่มีโมเลกุลขนาดเล็กๆ เช่น ทอง คาร์บอน พัลลาเดียมและโลหะผสมทอง-พัลลาเดียม เป็นต้น

ข้อควรระวังในการใช้งาน

- 1) หลีกเลี่ยงการติดตั้งเครื่อง SEM ในตำแหน่งที่ใกล้เครื่องมือที่ใช้สนามแม่เหล็กสูงๆ เช่น เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance , NMR) แมสสเปกโตรมิเตอร์ อิเล็กตรอนสปินเรโซแนนซ์ (Electron spin Resonance , ESR) เป็นต้น เพราะสนามแม่เหล็กดังกล่าวจะไปรบกวนการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้ทั้งนี้รวมถึงเครื่องมือที่ก่อให้เกิดแรงสั่นสะเทือนด้วยเพราะจะไปรบกวนการทำงานของเครื่องทำให้ประสิทธิภาพการทำงานของเครื่องที่มีความไวสูงลดลง
- 2) ในการศึกษาตัวอย่างที่มีลักษณะพื้นผิวราบเรียบจะพบว่าสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่ตรวจวัดได้จะมีน้อย ทั้งนี้เนื่องจากพื้นผิวที่ราบเรียบสม่ำเสมอตลอดโดยทั่วจะทำให้ประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมาในทุกๆทิศทางโดยรอบพื้นผิว จึงเพียงบางส่วนเท่านั้นที่ตรงกับตำแหน่งของตัวตรวจวัดที่วางทำมุมอยู่กับตัวอย่างทำให้ได้ภาพที่มีความเปรียบต่าง(contrast) น้อยภาพที่ได้จึงไม่ชัดเจน การแก้ไขสามารถทำได้โดยการเอียงตัวอย่างให้ทำมุมลาดเอียงกับตัวตรวจวัดเพิ่มขึ้นเพื่อให้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดไปบนพื้นที่ผิวได้กว้างขึ้น ทำให้ประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่ตรวจวัดได้มีจำนวนมากขึ้น สัญญาณภาพที่ได้จึงดีขึ้น
- 3) ในเครื่อง SEM ที่ใช้ระบบทำความดันสุญญากาศชนิดออยล์ปั๊ม (Oil Diffusion Pump, ODP) เมื่อใช้เป็นเวลานาน ๆ จะมีไอน้ำมันไปเกาะที่แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนและชุดเลนส์ในคอลัมน์ได้ ซึ่งเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ภาพที่ได้ไม่ชัดเจน จึงควรมีการตรวจสอบและทำความสะอาดส่วนประกอบสำคัญดังกล่าวตามระยะเวลาตรวจเช็คภาพเครื่องประจำปี หรือทำการตรวจสอบทุกครั้งที่สงสัยว่าความสกปรกดังกล่าวอาจเป็นสาเหตุทำให้คุณภาพที่ได้ด้อยลง
- 4) ควรมีเครื่องควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ (voltage stabilizer) ติดตั้งอยู่คู่กับเครื่อง SEM เพื่อป้องกันปัญหากระแสไฟฟ้าไม่สม่ำเสมอ อันจะก่อให้เกิดอันตรายต่อระบบการทำงานของ SEM ได้
- 5) ควรตรวจสอบความสะอาดของตัวตรวจวัดสัญญาณด้วยเช่นกัน ในกรณีที่สงสัยว่าคุณภาพของภาพที่ด้อยลงนั้นมีสาเหตุมาจากความไม่สะอาดของตัวตรวจวัดสัญญาณ เนื่องจากมีสิ่งสกปรกเข้าไปเกาะจับบนผิวหน้าของตัวตรวจวัดสัญญาณ หากยังมีสภาพคงเดิมคือยังไม่ได้ภาพที่ดีขึ้นก็อาจเป็นได้ว่าอุปกรณ์ดังกล่าวเกิดการเสื่อมสภาพไปตามการใช้งานก็จำเป็นต้องเปลี่ยนตัวตรวจวัดใหม่
- 6) ในตัวอย่างที่มีลักษณะพื้นผิวบาง มีรูพรุน และไม่แข็ง เช่น ตัวอย่างพอลิเมอร์บางตัวนั้นการให้ความดันไฟฟ้าขนาดสูง(15 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์)จะทำให้ลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานทะลุผ่านพื้นผิวดังกล่าว ทำให้ภาพที่ได้ไม่ชัดเจนและถูกต้องตามความต้องการ ดังนั้นควรทำการศึกษาดูอย่างชนิดที่ความดันไฟฟ้าต่ำ ๆ (15 ถึง 15 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์)

- 7) ในการศึกษาตัวอย่างที่จำเป็นต้องฉาบผิวด้วยโลหะนั้น ควรนำตัวอย่างนั้นเข้าศึกษาโดยทันทีที่เตรียมเสร็จ เนื่องจากเมื่อเวลาผ่านไปนาน ๆ คุณภาพหรือปริมาณของชั้นผิวโมเลกุลโลหะที่ฉาบอยู่จะลดลงไป ทำให้ต้องเคลือบซ้ำใหม่ หรือถ้าจำเป็นต้องเก็บตัวอย่างที่ฉาบผิวไว้เพื่อศึกษาในคราวต่อไป ก็ควรจะจัดเก็บในภาชนะดูความชื้นที่ปราศจากละอองฝุ่น
- 8) เนื่องจากใน SEM แต่ละรุ่น แต่ละบริษัทผู้ผลิตจะมีลักษณะการติดตั้งตำแหน่งของตัวตรวจวัดสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ที่ตำแหน่งและมุมต่างกัน จึงมีระยะการทำงานที่เหมาะสมไม่เท่ากัน ดังนั้นจึงไม่มีระยะการทำงานที่เหมาะสมตายตัวในการใช้ SEM ทุกรุ่นอาทิเช่น ในเครื่องรุ่นที่ทางสถาบันฯ มีอยู่นี้จะมีค่าระยะการทำงานที่เหมาะสมทั้งสำหรับการศึกษาภาพด้วย SEM และวิเคราะห์ธาตุแบบ EDS ที่ 10 นาโนเมตร ซึ่งค่านี้อาจจะไม่ใช้ระยะการทำงานที่เหมาะสมในเครื่อง SEM ชนิดหรือรุ่นอื่นก็ได้

2.11 การวัดความหนาแน่นแบบมวลรวม (Bulk Density) [21]

วิธีวัดความหนาแน่นของวัสดุที่ลักษณะเป็นเซรามิก เมทัลเคลย์ หรือวัสดุที่มีรูพรุนในเนื้อวัสดุ จะใช้วิธีวัดความหนาแน่นตามหลักการของอาร์คิมิดีส โดยมีหลักการอยู่ว่า น้ำหนักของวัสดุที่อยู่ในน้ำจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักที่ชั่งในอากาศลบด้วยแรงลอยตัว การวัดความหนาแน่นลักษณะนี้เรียกว่า การวัดความหนาแน่นแบบมวลรวม ซึ่งมีสูตรที่คำนวณดังนี้

$$\frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \rho_{st} \quad (2.15)$$

เมื่อ W_1 เป็นน้ำหนักของชิ้นงานในอากาศ (g)
 W_2 เป็นน้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำ (g)
 W_3 เป็นน้ำหนักของชิ้นงานที่ผ่านการดัมในน้ำเดือด ให้อนุภาคของน้ำแทรกซึมเข้าไปในช่องว่างภายในชิ้นงาน แล้วปล่อยชิ้นงานทิ้งไว้ 1 คืน ทำการเขี่ยรอบนอกให้แห้ง แล้วชั่งน้ำหนักในอากาศ (g)
 ρ_{st} เป็นความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง

2.12 การทดสอบความแข็ง (Hardness Test) [29]

ความแข็ง (Hardness) เป็นสมบัติหนึ่งของผิววัสดุ หมายถึงค่าความต้านทานในการเปลี่ยนแปลงขนาด รูปร่าง หรือการเกิดรอยขีดขีดเสียหายบริเวณพื้นผิววัสดุ การทดสอบความแข็งของวัสดุมี

หลายวิธี และการทดสอบความแข็งเพียงวิธีเดียวไม่สามารถตอบเกี่ยวกับสมบัติที่แท้จริงของวัสดุได้อย่างสมบูรณ์ บางครั้งอาจต้องนำผลการทดสอบที่ได้ไปเปรียบเทียบกับผลการทดสอบความแข็งวิธีอื่นๆ โดยใช้ชิ้นทดสอบเดียวกัน การทดสอบความแข็งแต่ละวิธีมีจุดประสงค์ของการทดสอบความแข็งแตกต่างกัน เช่น การทดสอบบางวิธี ผลการทดสอบบอกถึงความยากง่ายในการแปรรูปวัสดุนั้นๆ หรืออาจบอกถึงความต้านทานการสึกหรอ ความต้านทานต่อการนำไปตกแต่งด้วยเครื่องจักร หรือสมบัติในการที่จะนำไปทำขดลวดสปริง ซึ่งจะเห็นว่าการทดสอบความแข็งให้ความหมายได้กว้างหลายประการ และยังไม่มีการเปรียบเทียบข้อดี ข้อเสียของการทดสอบความแข็งแต่ละวิธีไว้ เพียงแต่มีข้อกำหนดเกี่ยวกับขีดจำกัดของการทดสอบ แต่ละวิธีไว้เท่านั้น

การทดสอบความแข็ง หากแบ่งประเภทของการทดสอบความแข็งตามลักษณะการทดสอบ อาจแบ่งได้เป็น 2 ‘ แบบ คือ การทดสอบความแข็งโดยการขูดขีด การขีดสี (Scratching) และการทดสอบความแข็งจากการใช้แรงกดให้เกิดรอยที่ผิว (Indentation)

2.12.1 วัดความต้านทานต่อการขีดข่วน (Resistance to Scratching)

โดยการทดสอบการขีดข่วน (Scratching Hardness Test) เป็นวิธีการทดสอบความแข็งที่ได้รับความนิยม และนิยมใช้ของนักธรณีวิทยาที่ใช้ในการทดสอบความแข็งของหินหรือแร่ การทดสอบโดยการขีดข่วนเป็นวิธีการทดสอบที่สะดวกรวดเร็วเพราะอาศัยหลักการที่ว่าวัสดุที่แข็งกว่าจะสามารถขีดข่วนเป็นรอยบนผิววัสดุที่อ่อนกว่าได้ แต่วัสดุที่อ่อนกว่าจะไม่สามารถขีดข่วนเป็นรอยบนผิววัสดุที่แข็งกว่าได้

MINERAL	SCALE NUMBER
Talc	—1—
Gypsum	—2—
Calcite	—3—
Fluorite	—4—
Apatite	—5—
Orthoclase	—6—
Quartz	—7—
Topaz	—8—
Corundum	—9—
Diamond	—10—

รูป 2.46 แสดงความแข็งของแร่ชนิดต่าง ๆ [29]

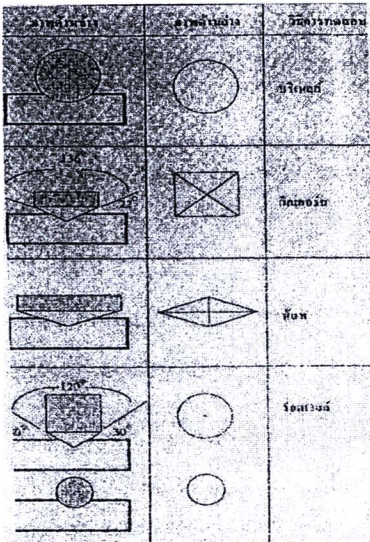
2.12.2 วัดความต้านทานต่อการกดให้เกิดรอยกดถาวร

การทดสอบโดยการกดให้เกิดรอยกด (Indentation Hardness Test) เป็นวิธีการทดสอบความแข็งที่นิยมใช้ในงานวิศวกรรมเพราะเป็นวิธีการทดสอบที่ได้มาตรฐาน ให้ผลการทดสอบที่ถูกต้องแน่นอน และสามารถระบุค่าความแข็งได้ เนื่องจากใช้เครื่องทดสอบที่เป็นมาตรฐานในการทดสอบ

สำหรับหลักการของการทดสอบความแข็งโดยวิธีนี้คือ ใช้เครื่องทดสอบกดบนผิวชิ้นทดสอบ ทำให้เกิดรอยบุ๋มถาวร (Permanent Indentation) แล้ววัดขนาดความโตหรือความลึกของรอยบุ๋ม ถ้าทดสอบกับวัสดุอ่อนก็จะทำให้เกิดรอยบุ๋มขนาดใหญ่หรือลึกมาก แต่ถ้าทดสอบกับวัสดุแข็งก็จะทำให้เกิดรอยบุ๋มขนาดเล็กหรือลึกลึกน้อย จากหลักการดังกล่าวได้ถูกนำไปสร้างเครื่องทดสอบมาตรฐานและวิธีการทดสอบที่เป็นมาตรฐานดังนี้

- 1) การทดสอบความแข็งบริเนลล์ (Brinell Hardness Test)
- 2) การทดสอบความแข็งวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test)
- 3) การทดสอบความแข็งน็อยพ (Knoop Hardness Test)
- 4) การทดสอบความแข็งร็อกเวลล์ (Rockwell Hardness Test)

ความแตกต่างของการทดสอบทั้ง 4 ประเภทที่เห็นได้ชัดเจนคือความแตกต่างของลักษณะหัวเข็มทดสอบ หรือรูปร่างของเข็มทดสอบ (Shape of Indentation) โดยหน่วยของการวัดความแข็งด้วยเครื่องทดสอบเพื่อหาความต้านทานต่อการกดให้เกิดรอยบุ๋มถาวรจะมีหน่วยการวัดเป็น กิโลกรัม ต่อตารางมิลลิเมตร



รูป 2.47 แสดงหัวกดทดสอบของวิธีการทดสอบแต่ละประเภท [29]

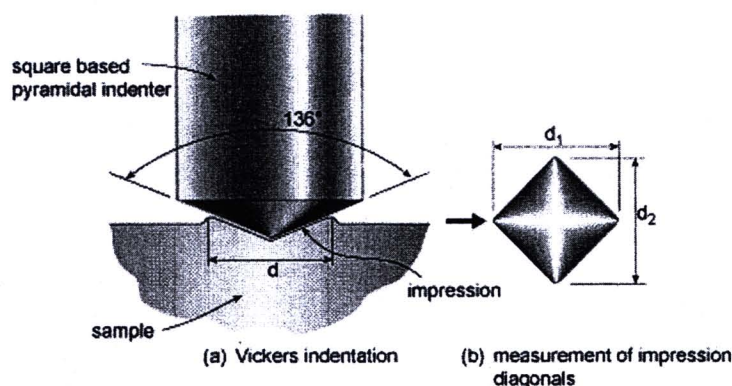


2.12.3 การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test)

เป็นการทดสอบความแข็ง โดยใช้หัวกดเพชรมีลักษณะเป็นปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมแสดงในรูป 2.48 โดยที่ปลายหัวกดทำมุม 136° ซึ่งเป็นมุมที่มีองศาใกล้เคียงกับหัวกดลักษณะกลมมากที่สุด เป็นเวลา 10 – 15 วินาที ค่าความแข็งจะคำนวณจากแรงกดที่กระทำต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่เช่นเดียวกับการทดสอบแบบบริเนลล์ แต่วิธีนี้หัวกดที่ใช้จะเป็นเพชรซึ่งมีความแข็งสูงมาก ดังนั้นในการใช้งานจึงสามารถวัดค่าความแข็งได้ตั้งแต่โลหะที่นิ่มมาก จนถึงโลหะที่แข็งมาก (ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ประมาณ 5 - 1500) โดยไม่ต้องเปลี่ยนหัวกด จะเปลี่ยนก็เฉพาะแรงกดเท่านั้น โดยมีตั้งแต่ 1 – 120 kgf ขึ้นอยู่กับความแข็งของโลหะที่ทดสอบ ซึ่งทำให้วิธีนี้มีข้อได้เปรียบกว่าการทดสอบความแข็งแบบบริเนลล์ คือ ลดข้อจำกัดในเรื่องความหนาของชิ้นงานทดสอบเนื่องจากหัวกดเพชรมีขนาดเล็กมาก

$$HV = 1.854P / d^2$$

เมื่อ	HV	เป็นค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (kgf/mm^2)
	P	เป็นแรงกด (kgf)
	D	เป็นขนาดเส้นทแยงมุมเฉลี่ยของค่า d1 และ d2 (mm)



รูป 2.48 แสดงลักษณะของหัวกดเพชรของการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ [29]

- ลักษณะของหัวกดที่ทำมุม 136° ขณะกดลงไปบนชิ้นงาน
- ลักษณะการวัดเส้นทแยงมุม

ข้อควรระวังสำหรับการวัดความแข็งแรงด้วยวิธีนี้ได้แก่

- 1) การเลือกใช้น้ำหนักกดมีผลต่อความแข็งแรง คือ ถ้าเลือกน้ำหนักน้อยเกินไป จะได้ค่าความแข็งแรงที่ผิด แต่ถ้าใช้น้ำหนักกดมากเกินไป อาจทำให้เกิดปัญหาเกี่ยวกับหัวกดเพชรตอนคลายหัวกดได้
- 2) ผิวของชิ้นงานทดสอบต้องไม่มีออกไซด์หรือสิ่งแปลกปลอม การเตรียมผิวของชิ้นทดสอบต้องใช้ความระมัดระวังอย่างมาก และหลีกเลี่ยงกรรมวิธีร้อน (Heating) หรือกรรมวิธีเย็น (Cold Working)
- 3) ความหนาของชิ้นงานทดสอบควรมากกว่าอย่างน้อย 1.5 เท่าของเส้นทะแยงมุมของรอยกด และหลังจากการทดสอบวัดความแข็งแรง ไม่ควรมีการเปลี่ยนแปลงใดๆ ให้เห็นทางด้านหลัง (อีกด้านหนึ่ง) ของชิ้นงานทดสอบ
- 4) การอ่านค่าความยาวเส้นทะแยงมุม จะขึ้นกับสายตาของแต่ละคน ดังนั้นควรให้คนใดคนหนึ่งเป็นผู้อ่านค่า

วิธีทดสอบนี้ไม่เป็นที่นิยมในการใช้งานสำหรับภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากข้อจำกัดที่ทดสอบได้ช้า ต้องมีการเตรียมผิวที่ดีเพื่อให้ได้ค่าเส้นทะแยงมุมของรอยกดที่แน่นอน และมีโอกาสผิดพลาดในการวัดระยะเส้นผ่านศูนย์กลางได้