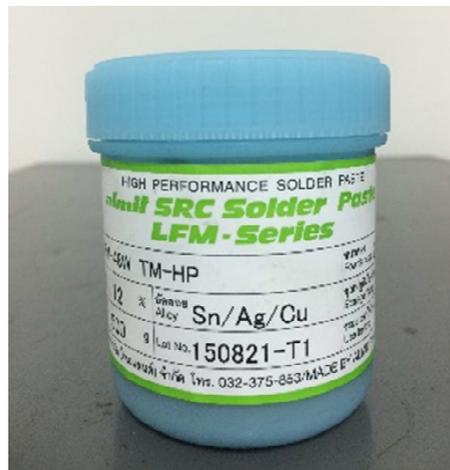


บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 คุณสมบัติของโลหะบัดกรี

โลหะบัดกรีที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ โลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วแบบครีมสูตร Sn-3.0Ag-0.5Cu (SAC305) รุ่น LFM-48W TM-HP จาก บริษัท อัลมิต ไทยแลนด์ จำกัด แสดงดังรูปที่ 3.1 ซึ่งภายในโลหะบัดกรี SAC305 ประกอบไปด้วยผงโลหะที่มีขนาดอนุภาค 20-38 μm ผสานอยู่กับ ฟลักซ์ 12 % โดยโลหะบัดกรี SAC305 มีอุณหภูมิโซลิดัส (Solidus temperature) และ อุณหภูมิลิกวิดัส (Liquids temperature) เท่ากับ 217 และ 220 $^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ ขณะที่ฟลักซ์มีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 80 $^{\circ}\text{C}$ ความหนาแน่นของโลหะบัดกรีแบบครีมมีค่าเท่ากับ 4.17 g/cm^3 และมีค่าความหนืดอยู่ในช่วง 150-300 Pa·s [42]

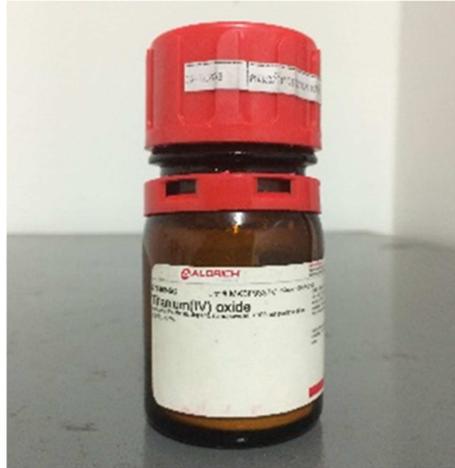


รูปที่ 3.1 โลหะบัดกรี Sn-3.0Ag-0.5Cu (SAC305)

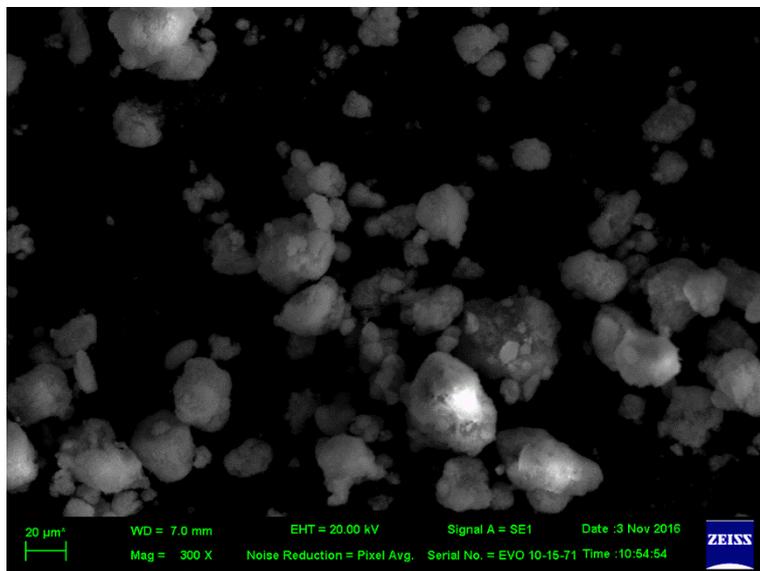
3.2 คุณสมบัติของอนุภาคที่เติมลงในโลหะบัดกรี

3.2.1 อนุภาคนาโน Mn-doped TiO₂

อนุภาคนาโน Mn-doped TiO₂ เป็นอนุภาคนาโนชนิดใหม่ที่เจือด้วยธาตุ Mn ในปริมาณ 1 % จาก บริษัท Aldrich ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ซึ่งอนุภาคนาโนชนิดนี้มีความบริสุทธิ์ 97 % ขนาดอนุภาคเล็กกว่า 100 nm พื้นที่ผิวมีขนาดมากกว่า 14 m^2/g และมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 4.26 g/mL ที่ 25 $^{\circ}\text{C}$ โดยผลการทดสอบลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคนาโน Mn-doped TiO₂ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)แสดงดังรูปที่ 3.3 [43]



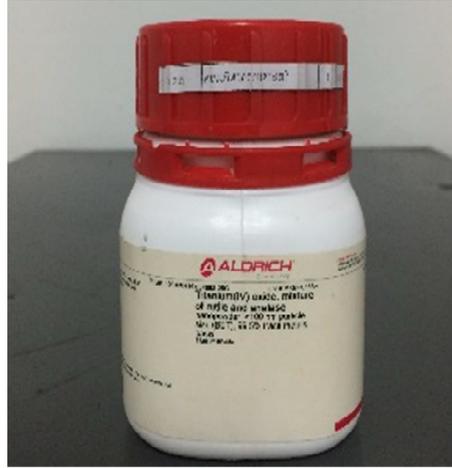
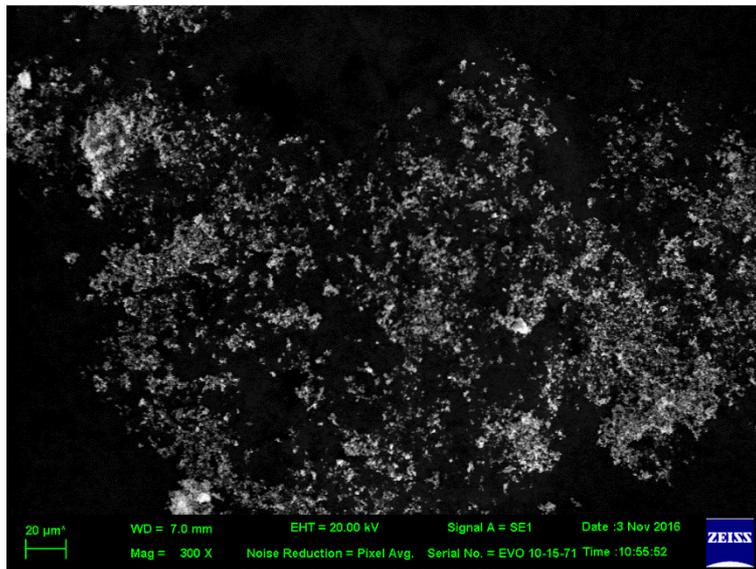
รูปที่ 3.2 อนุภาคนาโน Mn-doped TiO_2



รูปที่ 3.3 ลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันของอนุภาคนาโน Mn-doped TiO_2

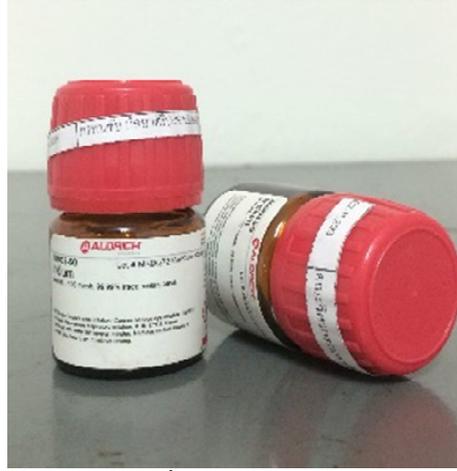
3.2.1 อนุภาคนาโน TiO_2

อนุภาคนาโน TiO_2 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังในรูปที่ 3.4 เป็นผลิตภัณฑ์จาก บริษัท Aldrich ซึ่งอนุภาคนาโนชนิดนี้มีความบริสุทธิ์ 99.5 % มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 100 nm และมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 4.17 g/mL นอกจากนี้อนุภาคนาโน TiO_2 ชนิดนี้ยังมีโครงสร้างผลึกแบบ rutile และ anatase [44] โดยลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันของอนุภาคนาโน TiO_2 แสดงดังรูปที่ 3.5

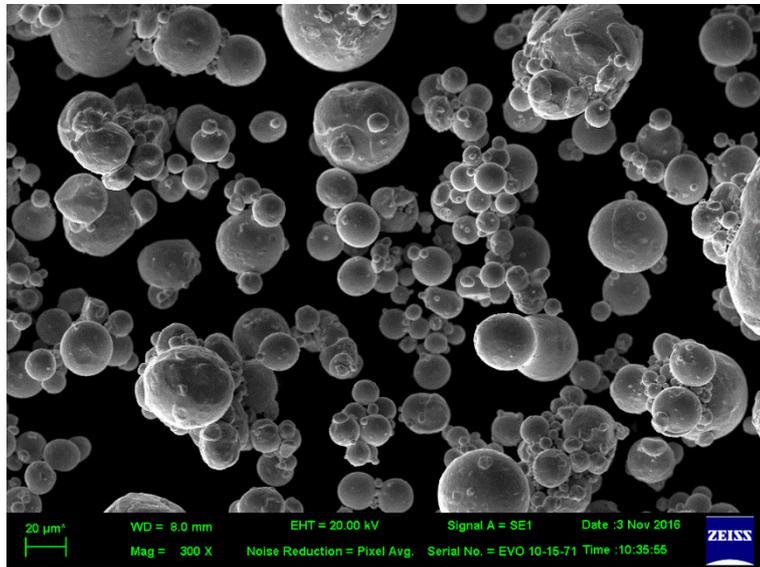
รูปที่ 3.4 อนุภาคนาโน TiO_2 รูปที่ 3.5 ลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันของอนุภาคนาโน TiO_2

3.2.1 อนุภาค In

อนุภาค In ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังในรูปที่ 3.6 เป็นผลิตภัณฑ์จาก บริษัท Aldrich ซึ่งอนุภาคชนิดนี้มีความบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า $149 \mu\text{m}$ ค่าความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ $8.37 \mu\Omega\text{-cm}$ และมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 7.3 g/mL ที่ 25°C [45] โดยลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันของอนุภาค In แสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.6 อนุภาค In



รูปที่ 3.7 ลักษณะพื้นผิวและการรวมตัวกันของอนุภาค In

3.3 การเตรียมโลหะบัดกรีเชิงประกอบนาโน

โลหะบัดกรีเชิงประกอบนาโนแต่ละชนิดได้จากการผสมโลหะบัดกรีพื้นฐานร่วมกับอนุภาคนาโน Mn-doped TiO_2 , TiO_2 , และ In ด้วยวิธีการกวนผสมเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้อนุภาคนาโนกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในเนื้อโลหะบัดกรี โดยการทดลองนี้จะใช้โลหะบัดกรี Sn-3.0Ag-0.5Cu (SAC305) เป็นโลหะบัดกรีพื้นฐาน และผสมอนุภาคนาโนอนุภาคนาโน Mn-doped TiO_2 และ TiO_2 ปริมาณ 0, 0.05, 0.1, 0.5, และ 1% โดยน้ำหนัก ส่วน In จะถูกผสมด้วยปริมาณเพียง 0.5% โดยน้ำหนักเนื่องมาจากเป็นธาตุที่มีราคาสูง โดยส่วนผสมของโลหะบัดกรีแต่ละชนิดแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมของตัวอย่างที่ใช้ทำการทดสอบ

โลหะบัดกรี	ส่วนประกอบ (wt%)			
	SAC305	Mn-doped TiO ₂	TiO ₂	In
SAC305	100	0	0	0
SAC305-0.05Mn-doped TiO ₂	99.95	0.05	0	0
SAC305-0.10Mn-doped TiO ₂	99.90	0.10	0	0
SAC305-0.50Mn-doped TiO ₂	99.50	0.50	0	0
SAC305-1.00Mn-doped TiO ₂	99.00	1.00	0	0
SAC305-0.05Mn-doped TiO ₂ -0.5In	99.45	0.05	0	0.5
SAC305-0.10Mn-doped TiO ₂ -0.5In	99.40	0.10	0	0.5
SAC305-0.50Mn-doped TiO ₂ -0.5In	99.00	0.50	0	0.5
SAC305-1.00Mn-doped TiO ₂ -0.5In	98.50	1.00	0	0.5
SAC305-0.05TiO ₂	99.95	0	0.05	0
SAC305-0.10TiO ₂	99.90	0	0.10	0
SAC305-0.50TiO ₂	99.50	0	0.50	0
SAC305-1.00TiO ₂	99.00	0	1.00	0
SAC305-0.05TiO ₂ -0.5In	99.45	0	0.05	0.5
SAC305-0.10TiO ₂ -0.5In	99.40	0	0.10	0.5
SAC305-0.50TiO ₂ -0.5In	99.00	0	0.50	0.5
SAC305-1.00TiO ₂ -0.5In	98.50	0	1.00	0.5

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การทดสอบอุณหภูมิจุดหลอมเหลว

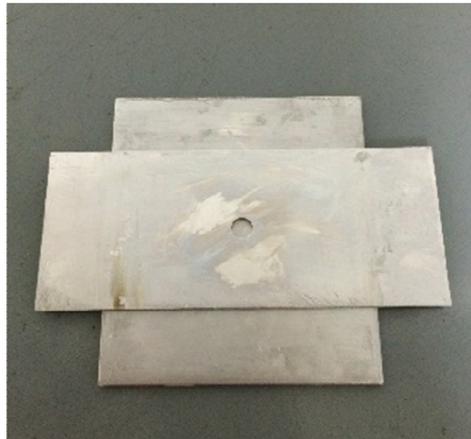
นำโลหะบัดกรีในแต่ละส่วนผสมไปทดสอบอุณหภูมิจุดหลอมเหลวด้วยเครื่อง DSC รุ่น NETZSCH DSC 204 ดังรูปที่ 3.8 การทดสอบจะทดสอบภายใต้บรรยากาศ N₂ ชิ้นงานในการทดสอบแต่ละชิ้นมีน้ำหนักประมาณ 8 mg ซึ่งอัตราการให้ความร้อนอยู่ที่ 10 °C/min โดยเริ่มจากอุณหภูมิตั้งต้นที่ 25 °C จนถึง 350 °C



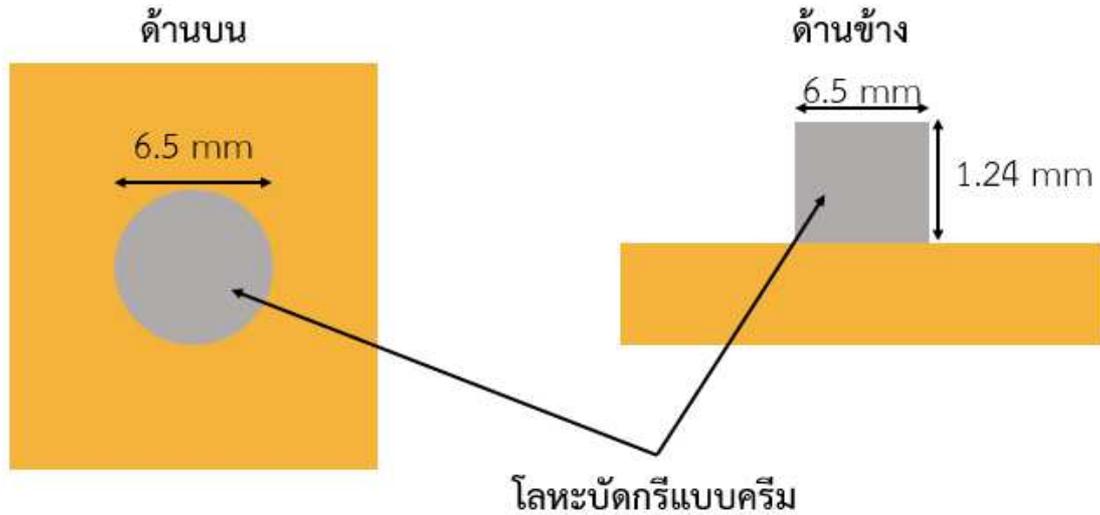
รูปที่ 3.8 เครื่อง DSC สำหรับทดสอบอุณหภูมิจุดหลอมเหลว [46]

3.4.2 การพิมพ์โลหะบัดกรีลงบนแผ่นทองแดง

เริ่มจากการนำแผ่นทองแดงความบริสุทธิ์ 99.99% ชนิด OFHC (Oxygen-free high conductivity) ที่มีขนาด 30x30x0.35 มิลลิเมตร มาทำความสะอาดด้วยสารละลายไฮโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ตามมาตรฐาน JIS Z 3284 จากนั้นนำโลหะบัดกรีแต่ละชนิดมาพิมพ์ลงบนแผ่นทองแดงด้วยแม่พิมพ์เหล็กกล้าไร้สนิม 304 ดังรูปที่ 3.9 โดยชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะเป็นทรงกระบอกที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 mm และสูง 1.24 mm ตามมาตรฐาน JIS Z3198-3:2003 ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.9 แม่พิมพ์โลหะบัดกรี



รูปที่ 3.10 โลหะบัดกรีหลังการพิมพ์

การวัดความสามารถในการพิมพ์ของโลหะบัดกรีนั้น จะทำการวัดปริมาตรของโลหะบัดกรีที่ถูกพิมพ์ลงบนแผ่นทองแดง จากนั้นนำค่าที่วัดได้มาคำนวณหาความสามารถในการพิมพ์ ดังสมการที่ 3.1 โดย $P\%$ คือความสามารถในการพิมพ์ของโลหะบัดกรี V คือ ปริมาตรของโลหะบัดกรีบนแผ่นทองแดงหลังการพิมพ์ และ V_0 คือ ปริมาตรของโลหะบัดกรีที่ถูกบรรจุเต็มปริมาตรของแม่พิมพ์

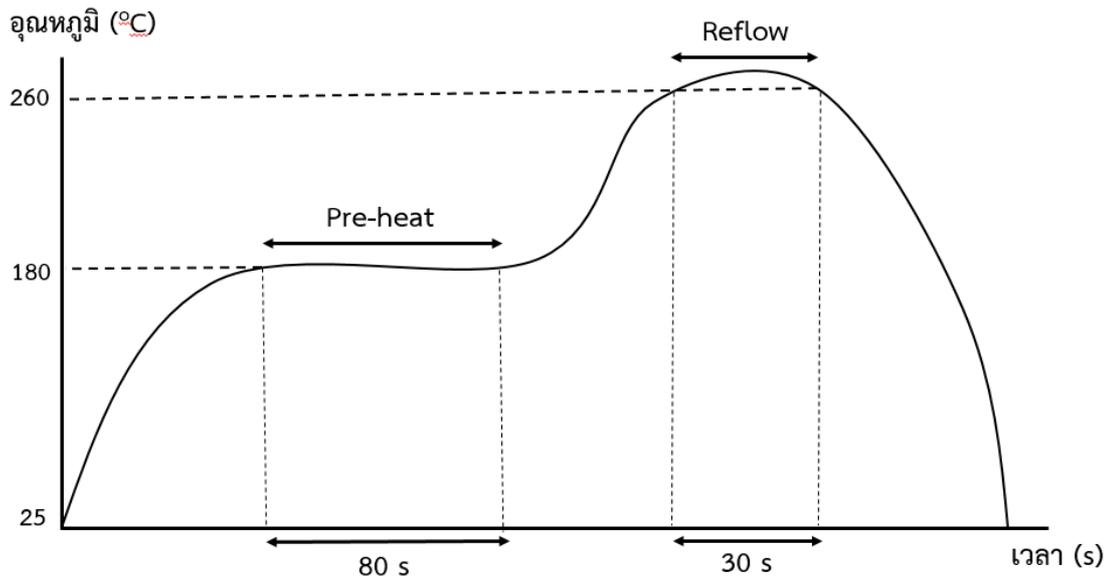
$$P\% = \frac{V}{V_0} \times 100 \quad (3.1)$$

3.4.3 การบัดกรี

นำชิ้นงานที่เตรียมไว้ไปบัดกรี โดยวิธีการ Reflow ด้วยเครื่อง Reflow ยี่ห้อ LPKF รุ่น Protoflow E ดังแสดงในรูปที่ 3.11 การบัดกรีจะบัดกรีที่อุณหภูมิ $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 วินาที ดังแสดง Reflow profile ตามมาตรฐานของ IPC/JEDEC: J-STD-020D-01 [47] ในรูปที่ 3.12 จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวในอากาศและล้างคราบฟลักซ์ออกด้วยเอทานอล โดยชิ้นงานแสดงดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.11 เครื่อง reflow ยี่ห้อ LPKF รุ่น Protoflow E



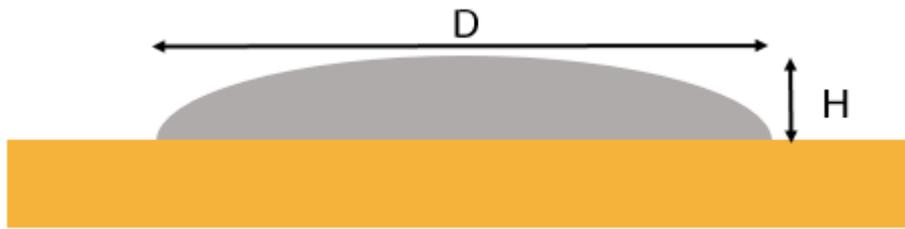
รูปที่ 3.12 Reflow profile



รูปที่ 3.13 ชิ้นงานหลังการบัดกรี

ความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีจะถูกศึกษาในรูปแบบของ ตัวประกอบการกระจายตัว อัตราส่วนการกระจายตัว และมุมสัมผัส ซึ่งการวัดค่าความสามารถในการเปียกนั้น จะใช้ไมโครมิเตอร์วัด ความสูงของโลหะบัดกรีที่จุดสูงสุด และใช้โปรแกรม Image pro express วัดพื้นที่ และเส้นรอบวงของ โลหะบัดกรีบนแผ่นทองแดง จากนั้นนำค่าที่วัดได้จากชิ้นงานมาคำนวณหาตัวประกอบการกระจายตัว อัตราส่วนการกระจายตัว และมุมเปียก

ตัวประกอบการกระจายตัวสามารถหาได้จากสมการที่ 3.2 โดยที่ S_f คือ ตัวประกอบการกระจายตัว H คือ ความสูงของโลหะบัดกรีที่แผ่กระจาย และ D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของโลหะบัดกรีหลังการ บัดกรี ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 ความสูงและเส้นผ่านศูนย์กลางของโลหะบัดกรี

$$S_f = \frac{D - H}{D} \times 100 \quad (3.2)$$

อัตราส่วนการกระจายตัวสามารถหาได้จากสมการที่ 3.3 โดย S_r คือ อัตราส่วนการกระจายตัว A คือ พื้นที่การกระจายตัวของโลหะบัดกรีบนแผ่นทองแดง และ A_0 คือ พื้นที่หน้าตัดของโลหะบัดกรีก่อนการบัดกรี

$$S_r = \frac{A}{A_0} \quad (3.3)$$

มุมเปียกสามารถหาได้จากสมการที่ 3.4 โดย θ คือ มุมเปียกของโลหะบัดกรีหลังการบัดกรี

$$\theta = \arctan\left(\frac{2h}{D}\right) \quad (3.4)$$

3.4.4 การบ่มด้วยความร้อน

หลังจากการบัดกรีนำชิ้นงานแต่ละส่วนผสมบ่มด้วยความร้อนในน้ำมันแร่ (Mineral oil) ด้วยเตาอบแบบท่อ (Tube furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE รุ่น STF 15/450 ดังแสดงในรูปที่ 3.15 ที่อุณหภูมิ 170 °C โดยใช้เวลาในการบ่มที่ 1, 10, 100 และ 1000 ชั่วโมง หลังจากการบ่มปล่อยให้เย็นตัวในอากาศที่อุณหภูมิห้อง สำหรับการตรวจสอบความแปรปรวนของอุณหภูมิ และระยะเวลาการบ่มจะใช้เครื่องเก็บข้อมูลยี่ห้อ YOKOGAWA รุ่น DQA STATION DX 100 ในการบันทึกข้อมูลตลอดเวลาการบ่มดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.15 เตาอบแบบท่อ



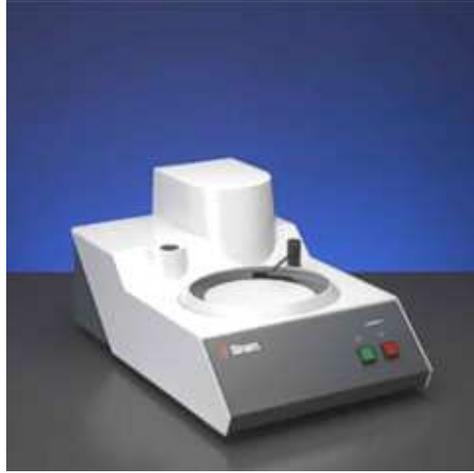
รูปที่ 3.16 เครื่องบันทึกข้อมูล

3.4.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

เพื่อที่จะสังเกตรอยบัดกรี ชิ้นงานจะถูกนำมาทำภาคตัดขวางด้วยเครื่องตัดแรงโน้มถ่วงยี่ห้อ Struers รุ่น Minitom ดังรูปที่ 3.17 และหล่อด้วย Epoxy จากนั้นทำการขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 100, 1000 และ 4000 ตามลำดับ จากนั้นขัดบนผ้าสักหลาดด้วยผงอะลูมินาขนาด 1 และ 0.3 μm ตามลำดับ โดยใช้เครื่องขัดยี่ห้อ Struers LaboPol-1 ดังรูปที่ 3.18 ชิ้นงานที่ผ่านการขัดผิวหน้าแล้วจะมีลักษณะดังรูป 3.19 จากนั้นนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope หรือ SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6510 LV ดังรูปที่ 3.20 เพื่อตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน หลังจากนั้นจะทำการตรวจสอบปริมาณธาตุที่พบบนพื้นผิวชิ้นงานตัวอย่างด้วยวิธี Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ผ่านทางเครื่อง EDX ยี่ห้อ JEOL ที่ติดมากับตัวเครื่อง SEM ซึ่งผลที่ได้จะแสดงธาตุที่ค้นพบในบริเวณที่สนใจ



รูปที่ 3.17 เครื่องตัดแรงโน้มถ่วงยี่ห้อ Struers รุ่น Minitom [48]



รูป 3.18 เครื่องขัดยี่ห้อ Struers LaboPol-1 [49]

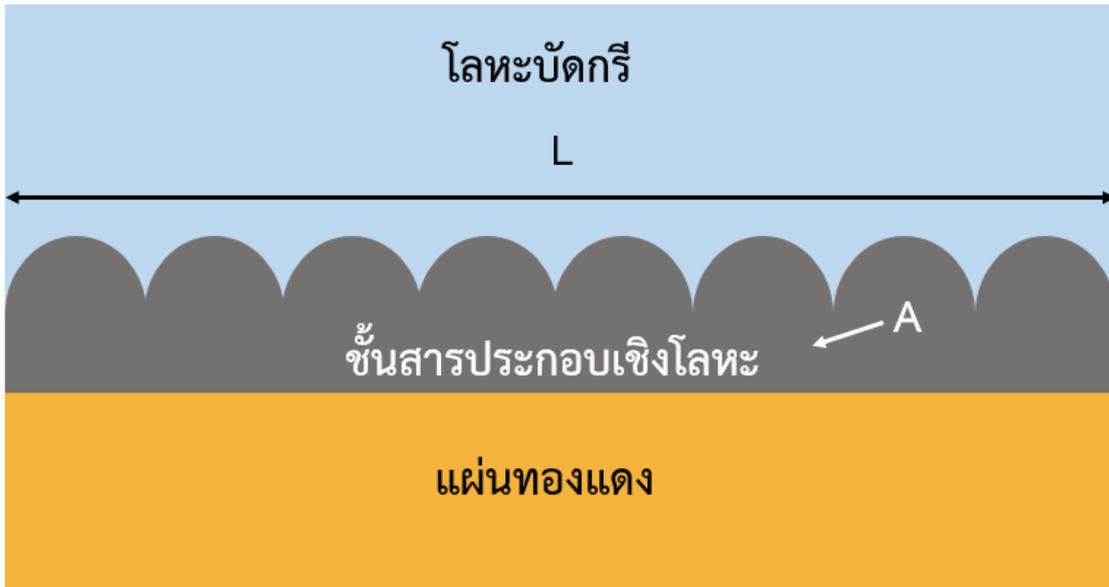


รูป 3.19 ชิ้นงานหลังการขัดผิวหน้า



รูปที่ 3.20 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดยี่ห้อ JEOL JSM-6510 LV [50]

หลังจากตรวจสอบรอยบัดกรีของชิ้นงานแต่ละส่วนผลสมด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ภาพถ่ายที่ได้จากการตรวจสอบชิ้นงานจะถูกนำไปวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะโดยใช้โปรแกรม Image-Pro Express ซึ่งความหนาเฉลี่ยของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (h) จะถูกคำนวณจากสมการที่ 3.5 โดย A คือ พื้นที่เฉลี่ยของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ และ L คือ ความยาวของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ในกรณีที่ชั้นสารประกอบเชิงโลหะมีมากกว่า 1 ชั้น จะทำการวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะแยกกัน ซึ่งตัวแปรต่างๆแสดงดังตัวอย่างในรูปที่ 3.21



รูปที่ 3.21 การวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

$$h = \frac{A}{L} \quad (3.5)$$