



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนากระบวนการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิต
กึ่งแข็งโดยเทคนิคคูลลิ่งเพลท

โดย นางสาวนุชธนา พูลทอง และคณะ

กุมภาพันธ์ 2552

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนากระบวนการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิต กึ่งแข็งโดยเทคนิคคูลลิ่งเพลท

คณะผู้วิจัย

1. นางสาวนุชชนา พูลทอง
2. นางสาวกฤษณา พูลสวัสดิ์
3. Prof.Dr.Hiroyuki Nomura
4. Dr.John T. H. Pearce

สังกัด

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
Tokai Polytechnic College, JAPAN
ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้นำเอากระบวนการทางกลร่วมกับเทคนิคคูลิ่งเพลทมาใช้ในการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิตเกรด A356 การทางกลในสถานะกึ่งแข็งช่วยในการปรับปรุงความสามารถในการเปียกระหว่างอนุภาคผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และอะลูมิเนียม การทางกลทำในหลายเงื่อนไขที่แตกต่างกันและผลกระทบจากการทางกลเป็นสิ่งที่ถูกนำมาศึกษา เทคนิคคูลิ่งเพลททำให้เกิดเกรนกลมละเอียด การปรับปรุงความสามารถในการเปียก (wettability) ของอนุภาค SiC เป็นสิ่งที่นำมาศึกษาโดยแบ่งออกเป็นการทำ oxidation treatment การเติมแมกนีเซียมในอะลูมิเนียม และการเคลือบผิวอนุภาค SiC ด้วยเทคนิค sol-gel ผลการวิจัยพบว่าการเติมอนุภาค SiC ลงในโลหะผสมที่มีของแข็งบางส่วนที่มีความหนืดสูงช่วยป้องกันอนุภาคจากการลอยตัว และ การเกาะกลุ่ม อย่างไรก็ตามอนุภาค SiC ที่ไม่ได้ทำการเตรียมผิวเกือบทั้งหมดเกิดการหลุดออกมาจากโลหะพื้นเมื่อทำการขัดหยาบและขัดละเอียดเนื่องจากการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างโลหะพื้นและอนุภาคผง SiC ในทางตรงกันข้ามอนุภาคผงที่มีการทำ oxidation treatment และการเคลือบผิวด้วย sol-gel มีการยึดติดที่ดีระหว่างสารเสริมแรงและโลหะพื้น ทั้งนี้เนื่องมาจากการเกิดขึ้นของซิลิกา (SiO_2) บนผิวของอนุภาคผง SiC นอกจากนี้ยังพบว่าการเติมแมกนีเซียมซึ่งทำหน้าที่เหมือนสารเพิ่มความสามารถในการเปียกสามารถเพิ่มความสามารถในการเปียกระหว่าง SiC และอะลูมิเนียม พบการเกิดเฟสซิลิกอนยูเทคติก (eutectic silicon) เกิดขึ้นที่บริเวณผิวของอนุภาค SiC ระหว่างการเย็นตัวอาจจะเป็นผลเนื่องมาจากการเกิดนิวคลีเอชันซึ่งเป็นอิทธิพลจากอนุภาค SiC ข้อดีของกระบวนการโลหะกึ่งแข็งเมื่อเทียบกับงานหล่อทั่วไปคือการป้องกันการเกิดเฟสอะลูมิเนียมคาร์ไบด์ (Al_4C_3) ที่ก่อให้เกิดอันตราย เนื่องจากอุณหภูมิในการทำงานต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมหลอมเหลวและอนุภาค SiC ที่จะทำให้เกิดเฟส Al_4C_3

Abstract

The research has used a mechanical stirring technique plus cooling plate technique for the fabrication of Al matrix composites based on Alloy 356. Stirring in a semi-solid state helps to promote wettability between SiC particles and Al-Si alloys. Stirring of these mixtures was performed under several different conditions, and the effect of this stirring action on the wettability enhancement was studied. The cooling plate technique produces fine globular grain structures. Improvement of the wettability of SiC particles was carried out, employing the oxidization of SiC particles, the use of wetting agents by adding magnesium into the matrix and the coating of SiC particles using a sol gel technique. It was found that the introduction of SiC particles into partially solidified alloy with high viscosity prevents the particles from floating, and agglomerating. However, untreated SiC particles are mostly detached from the Al matrix during the grinding and polishing of the composite suggesting poor adhesion and hence poor wettability between the matrix and the particles. On the contrary, oxidized SiC particles and sol-gel silica coated SiC particles indicate good binding between reinforcement and matrix. This is due to the formation of the SiO_2 layer on the surface of SiC particles. Furthermore, the use of magnesium as a wetting agent was found to promote wettability of SiC with A356 alloy. The eutectic silicon phase formed on the surface of SiC particles during solidification due to nucleation effects provided by the particles. The merit of semi-solid processing compared with ordinary casting process is the prevention of detrimental interfacial products Al_4C_3 formation because the working temperature is lower than the reaction temperature between molten Al and SiC to form Al_4C_3 .

Executive Summary

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่มีโครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกล และความต้านทานการสึกหรอที่ดีขึ้น โดยการนำเอาข้อดีของคอมโพสิตและกระบวนการขึ้นรูปโลหะกึ่งแข็งมารวมเข้าด้วยกัน วัสดุที่เลือกคืออะลูมิเนียมเกรด A356 และวัสดุเสริมแรง (reinforcement) คือซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) กระบวนการขึ้นรูปโลหะกึ่งแข็งเลือกใช้สองเทคนิคประกอบกันคือการกวนด้วยแรงทางกล (mechanical stirring) โดยใช้แท่งกวนทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม และเทคนิคคูลลิ่งเพลท (cooling plate technique) ขั้นตอนในการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิตเริ่มจากการเติมอนุภาคผง SiC ลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลว ผสมเข้ากันด้วยแรงทางกลที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิหลอมเหลวเล็กน้อย จากนั้นเทน้ำอะลูมิเนียมลงในแบบหล่อโลหะผ่านคูลลิ่งเพลท โดยอุณหภูมิของน้ำโลหะบนคูลลิ่งเพลทจะอยู่ในช่วงกึ่งแข็ง

จากการวิจัยพบปัญหาว่าอนุภาค SiC เกิดการลอยตัวอยู่บริเวณด้านบนของอะลูมิเนียมหลอมเหลว ทำให้เมื่อเย็นตัวลงอนุภาค SiC มีการกระจายตัวที่ไม่ดีนัก โดยมีบางส่วนเกิดการเกาะกลุ่ม และบางส่วนมีลักษณะเกาะกันเป็นชั้นอยู่บริเวณด้านบนชิ้นงาน เมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) พบการหลุดของอนุภาคผงและพบรอยแยกระหว่างเนื้ออะลูมิเนียมและอนุภาคผง ซึ่งเกิดจากการยึดเกาะระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาคผงไม่ดี ทำให้มีการหลุดของอนุภาคผงในขณะขัดชิ้นงาน ดังนั้นก่อนที่จะทำการวิจัยและพัฒนาตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ต่อไป จึงได้ปรับเปลี่ยนวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้มาเป็นการศึกษาการเพิ่มความสามารถในการเปียก (wettability) ซึ่งเป็นปัญหาเบื้องต้น

กระบวนการในการเพิ่มความสามารถในการเปียกของอนุภาค SiC ด้วยอะลูมิเนียมหลอมเหลวสามารถทำได้หลายวิธี วิธีที่เลือกศึกษามี 3 วิธี คือ 1) การทำให้อนุภาค SiC เกิดซิลิกา (SiO_2) ที่ผิว โดยวิธีการอบผง SiC ที่อุณหภูมิ 1050°C 2) เติมน้ำมันเชื่อมในปริมาณร้อยละหนึ่งโดยน้ำหนักลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลวที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว 3) การทำให้อนุภาค SiC เกิด SiO_2 ที่ผิวโดยวิธี sol-gel ซึ่งเตรียมจากการผสม TEOS (tetraethylorthosilicate) เอทานอล น้ำ และกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เข้าด้วยกัน และนำ SiC มาทำการเคลือบผิว 3 รูปแบบคือ 3.1) เคลือบด้วย sol-gel 1 ชั้น (single layer) 3.2) ทำ sol-gel 2 ชั้น (double layer) 3.3) ทำการอบ SiC ให้เกิด SiO_2 ที่ผิวและนำมาทำ sol-gel 1 ชั้น (dual layer) จากนั้นนำอนุภาค SiC ที่เตรียมด้วยวิธีต่างๆ มาวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD และตรวจสอบสภาพผิวด้วย SEM และนำอนุภาค SiC ที่เตรียมด้วยวิธีต่างๆ กันมาทดสอบผสมเข้ากับอะลูมิเนียมหลอมเหลวในปริมาณร้อยละห้าโดยน้ำหนัก ผลการตรวจสอบพบว่า การยึดเกาะระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC ที่ผ่านการอบดีขึ้น ไม่พบการหลุดของอนุภาค SiC และพบว่าช่องว่างระหว่างผิวสัมผัสของอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC น้อยลงมาก สำหรับการเติมน้ำมันเชื่อมลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลวให้ผลการยึดเกาะเช่นเดียวกับชิ้นงานที่เติมอนุภาคผงที่ผ่านการอบให้เกิด SiO_2 ที่ผิว ในขณะที่การยึดเกาะระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC ที่ทำ sol-gel ไม่ดี พบการแตกออกของชั้นเคลือบปนอยู่ในโครงสร้างพื้นของอะลูมิเนียม ทั้งนี้เนื่องมาจากผิวเคลือบที่ได้จากการทำ sol-gel มีรอยแตกอยู่ก่อน เมื่อนำมาเติมน้ำมันเชื่อม แล้วทำการกวนด้วยแรงทางกล ทำให้ผิวเคลือบแตกออกมาได้ ดังนั้นจึงปรับเปลี่ยนปริมาณส่วนผสมของ sol-gel ให้เหมาะสมที่ทำให้ผิวเคลือบไม่เกิดการแตกออก และมีความหนาเพียงพอที่จะทำให้เพิ่มความสามารถในการยึดเกาะของอะลูมิเนียม ผลการวิจัยพบว่าเมื่อลดปริมาณของ TEOS ลงครึ่งหนึ่งจากส่วนผสมแรกทำให้ได้ผิวเคลือบที่มีความหนาในระดับที่ไม่เกิดการแตกร้าวของผิวเคลือบ

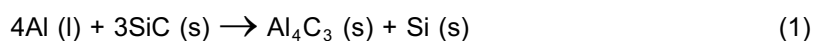
สำหรับชิ้นงานที่ได้มีสมบัติทางกลไม่สูงนัก เนื่องจากพบปัญหาพรุนภายในชิ้นงานจากการดึงก๊าซเข้าไปภายในจากกระบวนการโลหะกึ่งแข็ง ซึ่งจะทำการศึกษาเพื่อแก้ปัญหาต่อไปในงานวิจัยที่ได้รับทุนพัฒนา ศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ จากสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ประจำปี 2552 ในหัวข้อเรื่อง “การผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิตโดยการหล่อแบบรีโอ ร่วมกับการหล่อแบบกดอัด”

บทนำ

จากความก้าวหน้าของเทคโนโลยีในด้านต่างๆ ของโลกในปัจจุบัน ไม่ว่าจะเป็นอุตสาหกรรมยานยนต์ ยานอวกาศ ระบบการคมนาคมขนส่ง วัสดุอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ หรืออุตสาหกรรมอื่นๆ นำไปสู่การพัฒนาวัสดุที่มีสมบัติหลากหลายเพิ่มมากขึ้นเพื่อให้ทันต่อความต้องการในการพัฒนาอุตสาหกรรมเหล่านั้น วัสดุกลุ่มหนึ่งที่มีการพัฒนามาอย่างต่อเนื่องคือวัสดุในกลุ่ม metal matrix composites (MMCs) วัสดุกลุ่มนี้มีสมบัติโดดเด่นจากการนำเอาสมบัติที่ดีของโลหะพื้น (matrix) มารวมเข้ากับสมบัติของวัสดุเสริมแรง (reinforcement) โดยทั่วไปโลหะพื้นจะมีความเหนียว การนำความร้อน และการนำไฟฟ้าที่ดี ในขณะที่วัสดุเสริมแรงซึ่งส่วนใหญ่เป็นวัสดุกลุ่มเซรามิก มีข้อดีคือความแข็งแรง และ elastic modulus สูง ทนความล้าได้ดี และมีความต้านทานการสึกหรอสูง การที่จะผลิต MMCs ให้มีสมบัติที่ดีมีปัจจัยที่ต้องคำนึงถึงหลายประการ เช่น ชนิดและโครงสร้างของโลหะพื้น ชนิด ขนาด และปริมาณของวัสดุเสริมแรงที่เติม การยึดติดระหว่างโลหะพื้นและวัสดุเสริมแรง รวมทั้งการเลือกกระบวนการผลิต MMCs ซึ่งเป็นสิ่งที่มีความสำคัญเป็นลำดับต้น ๆ โดยในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นไปที่กระบวนการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิตโดยใช้อะลูมิเนียมเกรด A356 และ วัสดุเสริมแรงคือซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาพื้นผิว (interfacial reaction) ระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะพื้น การยึดติดระหว่างโลหะพื้นและวัสดุเสริมแรง โดยเลือกใช้กระบวนการผลิตแบบกระบวนการโลหะกึ่งแข็ง (semi-solid metal processing)

การเกิดปฏิกิริยาพื้นผิวระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะพื้น

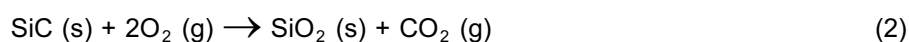
การเกิดปฏิกิริยาพื้นผิวบริเวณผิวสัมผัสระหว่างคาร์ไบด์ชนิดต่างๆ เช่น SiC, Be₄C, TiC รวมทั้งกราฟไฟท์ กับอะลูมิเนียมหลอมเหลวเกิดเป็นเฟส Al₄C₃¹ ดังสมการที่ 1



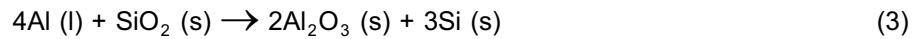
Al₄C₃ อยู่ในรูปชั้นที่ไม่ต่อเนื่อง (discontinuous layer) ในลักษณะคล้ายแท่ง (rod-like)² หรือแผ่นรูปร่างหกเหลี่ยม (hexagonal platelet)^{3,4} ซึ่งไม่ได้ส่งผลต่อความสามารถในการเปียกอย่างมีนัยสำคัญ⁵ แต่เป็นเฟสที่มีความเปราะ ทำให้สมบัติทางกลของอะลูมิเนียมคอมโพสิตลดลง โดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติทางด้านความเหนียว (ductility) และการรับพลังงานของการแตกหัก (energy of fracture) ได้มีการศึกษาวิธีในการหลีกเลี่ยงการเกิดเฟส Al₄C₃ เช่นการเติม ซิลิกอนในอะลูมิเนียม การทำ passive oxidation กับสารเสริมแรง และการเคลือบผิวสารเสริมแรง

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการเติมซิลิกอนในอะลูมิเนียมอย่างน้อยร้อยละ 7 โดยน้ำหนักอะตอมสามารถป้องกันหรือหน่วงการเกิด Al₄C₃ ได้⁴ และพบว่าเมื่อเติมซิลิกอนลงไปมากถึงร้อยละ 18 จะทำให้เฟส Al₄C₃ ไม่สามารถเกิดขึ้นได้ แต่ไม่ได้ช่วยปรับปรุงความสามารถในการเปียก^{4,6}

การทำ passive oxidation กับสารเสริมแรงทำให้เกิดเป็นซิลิกาตามปฏิกิริยาออกซิเดชันแสดงดังสมการที่ (2)⁷



โดยพบว่าชั้นของ SiO_2 บนผิวของอนุภาคผง SiC ที่เติมลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลวมีหน้าที่ 2 ประการคือ 1) ป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง SiC กับอะลูมิเนียมหลอมเหลวแล้วเกิดเป็น Al_4C_3 ดังสมการที่ (1) โดยอะลูมิเนียมหลอมเหลวจะทำปฏิกิริยากับ SiO_2 แทน เกิดเป็น Al_2O_3 ดังสมการที่ (3) ^{8,9}



และ 2) ช่วยปรับปรุงความสามารถในการเปียกด้วยอะลูมิเนียม

การยึดติดระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะพื้น

การยึดติดระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะพื้นเป็นสิ่งที่มีความสำคัญต่อสมบัติของโลหะคอมโพสิต เนื่องจากหน้าที่หลักของสารเสริมแรงคือรับแรง ขณะที่โลหะพื้นซึ่งเป็นตัวยึดวัสดุเสริมแรงทำหน้าที่ส่งและกระจายแรงที่ได้รับจากภายนอกไปยังสารเสริมแรง ¹⁰ การยึดติดระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะพื้นขึ้นอยู่กับความสามารถในการเปียก (wettability) โดยทั่วไปความสามารถในการเปียกของอนุภาคประเภทเซรามิกกับอะลูมิเนียมหลอมเหลวค่อนข้างต่ำ เนื่องจากอะลูมิเนียมหลอมเหลวถูกปกคลุมด้วยชั้นของออกไซด์ซึ่งเป็นตัวขัดขวางการเปียก ¹¹ โดยเมื่อเติมอนุภาคคาร์ไบด์ลงไปจะเกิดการลอยตัวอยู่ด้านบนของอะลูมิเนียมหลอมเหลว

การปรับปรุงความสามารถในการเปียกสามารถทำได้โดยการเติมแมกนีเซียมอย่างน้อยร้อยละหนึ่งโดยน้ำหนัก ^{12,13} แมกนีเซียมเป็นธาตุที่เป็น powerful surfactant มีแรงตึงผิว (surface tension) ต่ำ (0.599 Nm^{-1}) เมื่อเทียบกับแรงตึงผิวของอะลูมิเนียม (0.760 Nm^{-1}) ดังนั้นเมื่อเติมแมกนีเซียมร้อยละหนึ่งลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลวจะทำให้พลังงานพื้นผิว (surface energy) ลดลงจาก 860 dyn cm^{-1} มาเป็น 650 dyn cm^{-1} ¹⁴ นอกจากนั้นแมกนีเซียมยังช่วยป้องกันการเกิดเฟส Al_4C_3 โดยทำให้เกิดเป็นเฟส spinel MgAl_2O_3 แทน ^{15,16}

กระบวนการโลหะกึ่งแข็ง (semi-solid metal processing)

จากการวิจัยของ Prof.Flemings และคณะ ¹⁷ พบว่าการเติมสารเสริมแรงที่ไม่ใช่โลหะลงในโลหะที่มีความหนืดสูงช่วยป้องกันไม่ให้อาหารเสริมแรงเกิดการลอยตัว หรือ การเกาะกลุ่มกันได้ดีกว่าการเติมในสถานะที่เป็นของเหลว กระบวนการโลหะกึ่งแข็งเป็นกระบวนการหนึ่งที่เหมาะสมกับการผลิต MMCs ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการผลิตแบบนี้จะได้โครงสร้างพื้นที่มีลักษณะเกรนกลมและไม่มีโครงสร้างกิ่งไม้ (non-dendritic) ซึ่งทำให้ความต้านทานแรงดึง (strength) และ การยืดตัว (elongation) สูงขึ้น การรวมกระบวนการขึ้นรูปโลหะกึ่งแข็งเข้ากับการผลิต MMCs นอกจากมีข้อดีของลักษณะโครงสร้างพื้นที่เป็นเกรนกลมแล้วยังทำให้การยึดติดระหว่างโลหะพื้นกับวัสดุเสริมแรงเป็นไปได้ดีขึ้น เนื่องจากวัสดุเสริมแรงจะถูกจับไว้ด้วยแรงทางกลโดยอนุภาคของแข็ง (solid particle) ที่เกิดขึ้นมาก่อน ต่อจากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาเคมี (chemical interactions) ระหว่างวัสดุเสริมแรงและโลหะหลอมเหลว ทำให้วัสดุเสริมแรงยึดติดเข้ากับโลหะพื้น ข้อดีอีกประการหนึ่งของกระบวนการผลิต MMCs แบบนี้คือวัสดุเสริมแรงจะไม่จับกันเป็นก้อน (agglomerate) และลอยขึ้นมา เหมือนกับการขึ้นรูปในสถานะของเหลว

กระบวนการผลิตแบบกึ่งแข็งแบ่งออกได้เป็นสองรูปแบบใหญ่ ๆ คือ thixoforming และ rheocasting กระบวนการแบบ thixoforming เป็นกระบวนการที่แบ่งออกเป็นสองขั้นตอน เริ่มต้นจากการเตรียม feedstock

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่มีสมบัติต่างๆ ที่ดีขึ้นโดยใช้กระบวนการผลิตแบบกระบวนการโลหะกึ่งแข็ง โดยศึกษาปัจจัยที่สามารถเพิ่มความสามารถในการเปียระหว่างวัสดุเสริมแรงคือ SiC ซึ่งเป็นอนุภาคที่มีความแข็งสูง และโลหะพื้นคืออะลูมิเนียมผสมเกรด A356 ซึ่งเป็นเกรดที่มีการไหลตัวดีเนื่องจากมี Si เป็นธาตุผสม ช่วงกึ่งแข็งกว้างประมาณ 70°C เหมาะที่จะขึ้นรูปด้วยกระบวนการโลหะกึ่งแข็ง สำหรับกระบวนการผลิตใช้สองเทคนิคประกอบกันคือการกวนด้วยแรงทางกลโดยใช้แท่งกวน และเทคนิคคูลลิ่งเฟลท การกวนในสภาวะกึ่งแข็งช่วยในการปรับปรุงความสามารถในการเปียระหว่างอนุภาคผง SiC และอะลูมิเนียมผสม และเทคนิคคูลลิ่งเฟลททำให้เกิดโครงสร้างที่มีเกรนกลม

วิธีการดำเนินงานวิจัย

1. วัสดุ

1.1 โลหะพื้น

โลหะพื้นที่ใช้ทดลองได้แก่ อะลูมิเนียมผสม เกรด A356 มีองค์ประกอบทางเคมี ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ส่วนผสมทางเคมีของอะลูมิเนียมเกรด A356 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Sn	Ti
6.54	0.323	0.017	0.0154	0.33	0.006	0.009	0.010	0.021

1.2 วัสดุเสริมแรง

วัสดุที่ใช้ทำวัสดุเสริมแรง คือ อนุภาค SiC ขนาดขนาดเฉลี่ย 32–38 μm จากบริษัท SIGMA-ALDRICH

ซึ่งมีสมบัติทางความร้อนของอะลูมิเนียมเกรด A356 และ อนุภาค SiC แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 สมบัติทางความร้อนของอะลูมิเนียมเกรด A356 และ อนุภาค SiC ^{18,19}

Properties	A356	SiC
Thermal conductivity (W/m K)	151.0	83.6
Melting range ($^{\circ}\text{C}$)	550-615	-
Density (g/cm^3)	2.68	3.19
Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6} / \text{K}$)	22	4

2 อุปกรณ์สำหรับการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

2.1 เตาหลอมโลหะ

เตาหลอมโลหะของบริษัท ดีไลท์ โปรดักส์ รุ่น DE-1A ใช้ในการหลอมอะลูมิเนียม

2.2 เตาอบความร้อนสูง

เตาอบความร้อนสูงของบริษัท Linn รุ่น Elektro Therm ใช้อบเพื่อเตรียมผิวของอนุภาค SiC

2.3 ชุดกวนน้ำโลหะ (Mechanical Stirrer)

ชุดกวนน้ำโลหะทำจากแท่งกวนเหล็กกล้าไร้สนิมแสดงดังรูปที่ 1 ปรับความเร็วรอบได้ที่ 100 180 260 340 430 และ 530 rpm หรือ 3, 6, 9, 12, 15 และ 20 V ตามลำดับ

2.4 ชุดรางเท (Cooling Slope)

ชุดรางเทเป็นท่อเหล็กครึ่งวงกลม ความยาว 500 มิลลิเมตร ปรับองศาได้ ระบายความร้อนด้วยน้ำทางด้านล่าง ใช้งานโดยเทน้ำโลหะผ่านรางเท โดยชุดรางเทแสดงดังรูปที่ 2



รูปที่ 1 ชุดกวนน้ำโลหะ (mechanical stirrer)



รูปที่ 2 ชุดคูลลิ่งเฟลท (cooling slope)

2.5 ชุดวัดอุณหภูมิ และชุดเก็บข้อมูล

ชุดวัดอุณหภูมิ รุ่น 307 Thermometer และสาย thermocouple ชนิด K ใช้วัดอุณหภูมิในขณะที่ทำการหลอมน้ำโลหะ

ชุดเก็บข้อมูลของอุณหภูมิของบริษัท Pico รุ่น TC08 โดยใช้โปรแกรม PLC Recorder เป็นตัวเก็บข้อมูลของอุณหภูมิขณะโลหะหลอมเหลว และจัดเก็บข้อมูลเพื่อทำอัตราการเย็นตัวของโลหะพื้น

2.6 บ้าหลอม

เบ้าหลอมประเภท Metal-Clay ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 80 มิลลิเมตร และสูง 120 มิลลิเมตร

2.7 แบบหล่อ (Mold)

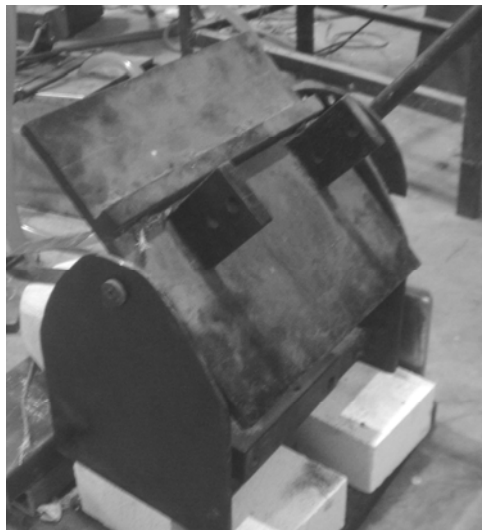
แบบหล่อทำด้วยเหล็ก โดยแบบหล่อมีขนาดกว้าง 60 มิลลิเมตร ยาว 80 มิลลิเมตร และสูง 150 มิลลิเมตร โดยชิ้นงานมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร และยาว 90 มิลลิเมตร โดยแบบหล่อแสดงดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 แบบหล่อ (mold)

2.8 ชุดเอียงเท

ชุดเอียงเทสามารถปรับมุมได้ ใช้สำหรับวางแบบหล่อแล้วเอียงให้รับกับชุดรางเท โดยชุดเอียงเทแสดงดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 ชุดเอียงเท

2.9 อุปกรณ์สำหรับการเตรียมผิวชิ้นงาน

การขัดชิ้นงานเพื่อเตรียมผิวชิ้นงานในทดสอบโครงสร้างทางจุลภาค แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ เครื่องขัดผิวชิ้นงานชนิดหยาบ ของบริษัท Struer รุ่น Knuth-Rotor 2 โดยในการทดลองนั้นเมื่อได้ชิ้นงานมาจะทำการขัดกระดาษทรายที่เบอร์ 800 1,000 และ 1,200 ตามลำดับ จากนั้น ขัดผิวชิ้นงานชนิดละเอียด ด้วยเครื่องของบริษัท Struer รุ่น DAP-V กับผงเพชรขนาด 6 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ

2.10 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical microscope, OM)

กล้องจุลทรรศน์แบบแสงยี่ห้อ Olympus รุ่น BHM-112KL ปรับกำลังขยายได้ 50 100 200 และ 500 เท่า และบันทึกภาพด้วยระบบดิจิทัล เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

2.11 เครื่อง X-Ray Diffraction (XRD)

เครื่อง X-Ray Diffraction ของ บริษัท Bruker AXS รุ่น D8 Discover เพื่อศึกษาเฟสของโลหะพื้นและวัสดุเสริมแรง ศึกษาสารประกอบที่เกิดขึ้นหลังจากทำการหล่อชิ้นงานคอมโพสิต และศึกษาออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวของวัสดุเสริมแรง

2.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของบริษัท JEOL รุ่น JSM-5800 เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของวัสดุเสริมแรง ที่ผ่านการเตรียมด้วยวิธีต่าง ๆ กัน และวัสดุคอมโพสิตจากการทดลอง

2.13 โปรแกรม Sigma Scan Pro 5

โปรแกรม Sigma Scan Pro 5 ลิขสิทธิ์เลขที่ 7240972 เพื่อใช้ศึกษาหาความกลมของเกรน

3 สารเคมี

3.1 สารเคมีสำหรับทำความสะอาดผิวชิ้นงาน สารละลายที่ใช้ในการทำความสะอาดผิวชิ้นงานหลังจากการขัดชิ้นงานคืออะซีโตน (CH_3COCH_3)

3.2 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน สารละลายที่ใช้สำหรับกัดผิวหน้าชิ้นงานเพื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง คือ กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ความเข้มข้นร้อยละ 0.5 โดยปริมาตร

3.3 สารเคมีสำหรับการทดลองด้วยวิธีทาง sol-gel

สารละลายที่ใช้ในการทดลองด้วยวิธีทาง sol-gel คือ สารละลาย เตตระเอทิล ออโทซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate หรือ TEOS) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (Molar) และ เอทานอล (Ethanol)

4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

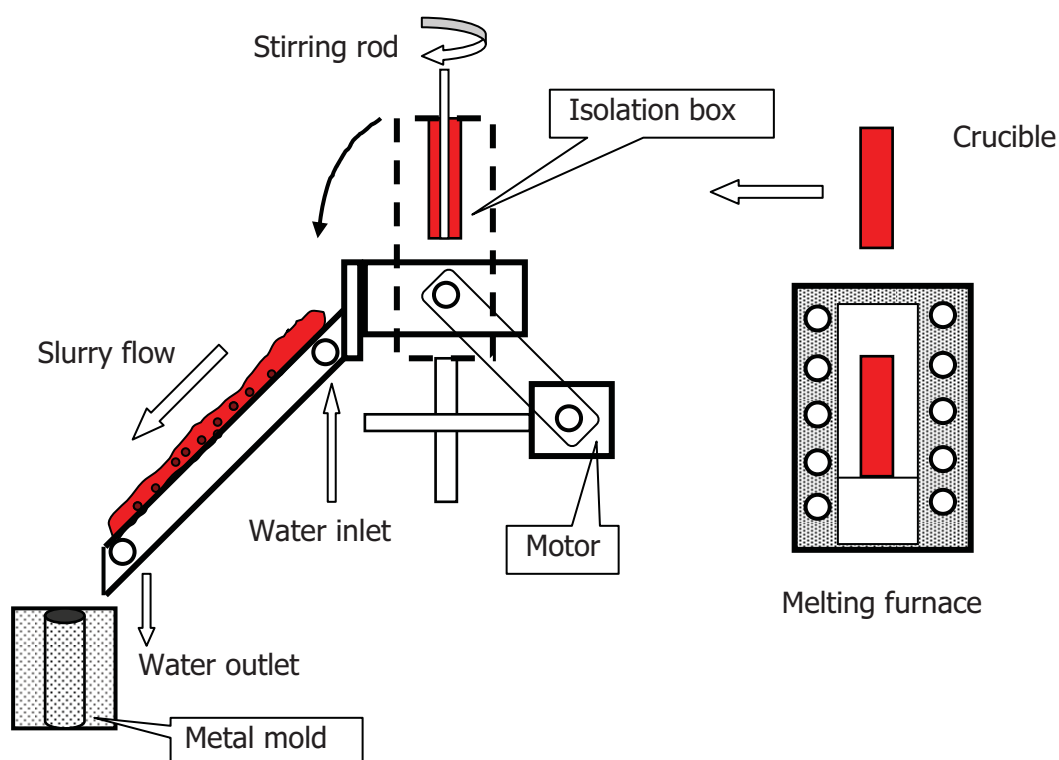
4.1 ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา และโครงสร้างผลึกของอนุภาค SiC

ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาค SiC ด้วยกล้อง SEM และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วย XRD

4.2 ศึกษาปัจจัยที่เหมาะสมในการหล่ออะลูมิเนียมเกรด A356

ศึกษาอัตราการเย็นตัวของอะลูมิเนียมเกรด A356

เพื่อหาช่วงอุณหภูมิในช่วงกึ่งแข็งกึ่งเหลว โดยมีวิธีการทดลองคือนำอะลูมิเนียมไปหลอมที่อุณหภูมิเหนืออุณหภูมิวิกฤต (liquidus temperature) จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวในเตา โดยทำการวัดอุณหภูมิของน้ำโลหะตั้งแต่โลหะหลอมจนถึงช่วงที่โลหะนั้นแข็งตัว ก็จะได้กราฟอัตราการเย็นตัวของโลหะที่ต้องการ



รูปที่ 5 วิธีการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิต

ศึกษาอัตราเร็วในการกวนน้ำโลหะ

โดยปรับเปลี่ยนอัตราเร็วในการกวนน้ำโลหะคือ 100 180 260 340 430 และ 530 รอบต่อนาที เพื่อเลือกอัตราการกวนที่ทำให้ได้เกรนที่มีความกลมมากที่สุด โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- ตัด Ingot อะลูมิเนียมผสม น้ำหนักประมาณ 400 กรัม
- หลอมน้ำโลหะและนำออกมาจากเตา
- กวนน้ำโลหะด้วยอัตราเร็วที่กล่าวมาข้างต้น
- วัดอุณหภูมิให้ได้ตามต้องการ
- เทน้ำโลหะผ่านรางเทลงสู่แบบหล่อ

โดยมีแผนภาพของการทดลองแสดงดังรูปที่ 5

จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้อง OM แล้วใช้โปรแกรม Sigma Scan Pro 5 ในการวิเคราะห์หาความกลมของเกรน

4.3 ศึกษาการเตรียมผิวอนุภาค SiC

การศึกษาการเตรียมผิวอนุภาค SiC เพื่อเพิ่มความสามารถในการเปียกของโลหะพื้นและวัสดุเสริมแรงเข้าด้วยกัน เนื่องจากความสามารถในการเปียกผิวของอะลูมิเนียมผสมกับอนุภาค SiC มีความสามารถในการเปียกผิวต่ำ โดยในการทดลองจะแบ่งวิธีการเตรียมผิวออกเป็น 2 วิธี ดังต่อไปนี้

4.3.1 การเตรียมผิวด้วยวิธี Oxidation Treatment

การเตรียมผิวด้วยวิธีนี้เป็นการสร้างฟิล์มออกไซด์ซิลิกา (SiO_2) บนผิวของอนุภาค SiC โดยใช้เตาอบความร้อนสูงของบริษัท Linn รุ่น Elektro Therm โดยอบที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่บรรยากาศปกติ จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวในเตา เพื่อเพิ่มปริมาณออกไซด์ที่ผิวของอนุภาค SiC จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาค SiC ด้วยกล้อง SEM และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วย XRD

4.3.2 การเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel

4.3.2.1 การเตรียมผิวด้วยวิธี single layer

การเตรียมผิวด้วยวิธีนี้เป็นการสร้างฟิล์มออกไซด์ SiO_2 บนอนุภาค SiC โดยใช้ปฏิกิริยาทางเคมี โดยวิธี sol-gel มีวิธีการเตรียมสารละลาย และสร้างออกไซด์ที่ผิวของอนุภาค SiC ดังต่อไปนี้

- เตรียมสารละลาย โดยผสม TEOS เข้ากับ เอทานอล
- ผสมน้ำเข้ากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (Molar)
- จากนั้น นำสารที่ผสมได้จากข้อที่ 2 เทใส่ลงในสารที่ผสมได้จากข้อที่ 1 และกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- นำอนุภาค SiC ใส่ในสารละลาย แล้วกวนต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- กรองอนุภาค SiC ออกแล้วล้างด้วยเอทานอล
- นำอนุภาค SiC ไปอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายนั้นเกิดเป็นชั้นของ SiO_2 ที่ผิวของอนุภาค SiC
- จากนั้นนำผงที่ผ่านการเตรียมข้างต้น มาผ่านกรรมวิธีทางความร้อน (Heat Treatment) ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ในงานวิจัยนี้ทำการทดลอง 2 ส่วนผสม ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ส่วนผสมสำหรับการทำ sol-gel

Formula	TEOS (ml)	Ethanol (ml)	Water (ml)	HCl (ml)
28TEOS	28	8	32	1
56TEOS	56	8	32	1

4.3.2.2 การเตรียมผิวด้วยวิธี double layer

การเตรียมผิวด้วยวิธีนี้เป็นการสร้างฟิล์มออกไซด์บนอนุภาค SiC โดยใช้วิธี sol-gel มากกว่า 1 ครั้ง โดยในงานวิจัยนี้ทำตามขั้นตอนของการเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel ในหัวข้อ 4.3.2.1 เป็นจำนวน 2 รอบ

4.3.2.3 การเตรียมผิวด้วยวิธี dual layer

การเตรียมผิวด้วยวิธีนี้เป็นการสร้างฟิล์มออกไซด์บนอนุภาค SiC โดยมีวิธีการเตรียมผิว 2 ครั้งคือ ครั้งที่ 1 เตรียมผิวด้วยวิธี oxidation treatment และครั้งที่ 2 เตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel

จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาค SiC ด้วยกล้อง SEM และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วย XRD

4.4 ศึกษาการเกิดเฟส (phase formation) ระหว่างรอยต่อของอะลูมิเนียมและวัสดุเสริมแรง

การศึกษาการเกิดเฟสของวัสดุคอมโพสิตระหว่างอะลูมิเนียมเกรด A356 กับอนุภาค SiC มีวิธีการทดลอง ดังต่อไปนี้

1. ตัดอะลูมิเนียมจำนวน 400 กรัม
2. นำอนุภาค SiC มาห่อด้วยอะลูมิเนียมฟอยด์
3. ผสมข้อ 1 เข้ากับข้อ 2 แล้วนำไปหลอม
4. หลอมน้ำโลหะที่ผสมกับอนุภาค SiC และนำออกมาจากเตา
5. กวนน้ำโลหะด้วยอัตราเร็ว 260 รอบต่อนาที
6. วัดอุณหภูมิให้ได้ตามต้องการ
7. เทน้ำโลหะผ่านรางเทลงสู่แบบหล่อ

โดยการหล่อทำให้ความยาวของรางเท 250 มิลลิเมตร ความชันของรางเท 60 องศา อัตราเร็วในการกวน 260 รอบต่อนาที อุณหภูมิในการเท 620°C และได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบดังต่อไปนี้

ขั้นที่ 1 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ไม่ได้ผ่านการเตรียมผิว ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ขั้นที่ 2 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี oxidation treatment ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมโพสิตด้วยกล้อง SEM และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วย XRD

4.5 ศึกษาความสามารถในการเปียก (Wettability) ระหว่างวัสดุเสริมแรงและอะลูมิเนียม

จากการทำการทดลองหล่อวัสดุคอมโพสิตข้างต้นพบว่ามีสามารถในการเปียกผิวต่ำ ในหัวข้อนี้เป็นการศึกษาเปรียบเทียบการเปียกผิวของโลหะพื้นกับวัสดุเสริมแรงใน 6 ชิ้นงาน ดังต่อไปนี้

ขั้นที่ 1 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ไม่ได้ผ่านการเตรียมผิว ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ขั้นที่ 2 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ไม่ได้ผ่านการเตรียมผิว ร้อยละ 5 โดยปริมาตร และแมกนีเซียม ร้อยละ 1 โดยปริมาตร

ชั้นที่ 3 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี oxidation treatment ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ชั้นที่ 4 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel แบบ single layer ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ชั้นที่ 5 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel แบบ double layer ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

ชั้นที่ 6 หลอมอะลูมิเนียมกับอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel แบบ dual layer ร้อยละ 5 โดยปริมาตร

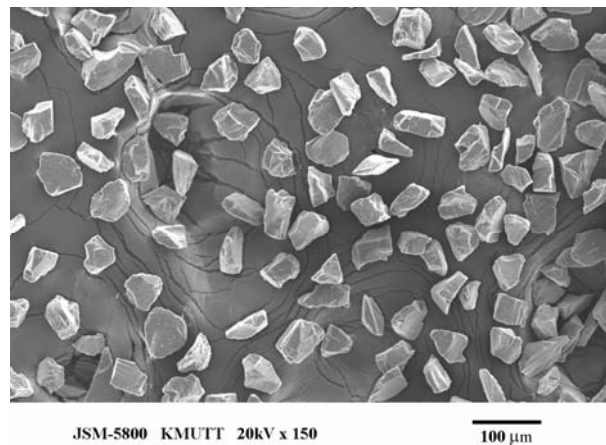
จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้อง OM และทางสัณฐานวิทยาของอนุภาค SiC ด้วยกล้อง SEM

4.6 วิเคราะห์ และสรุปผลการดำเนินงานวิจัย

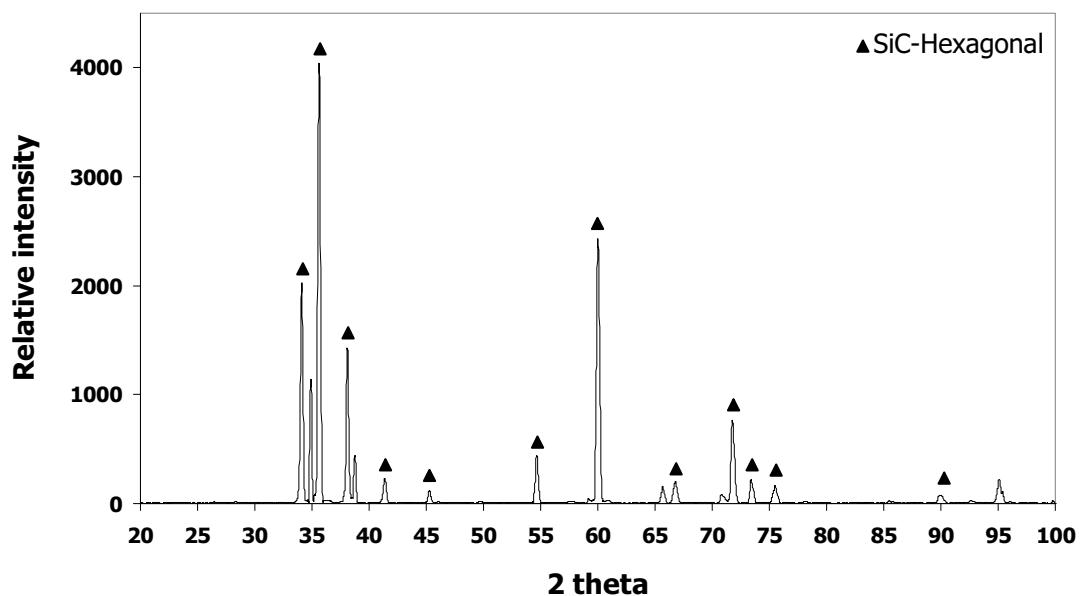
ผลและวิเคราะห์ผลการวิจัย

1. ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และโครงสร้างผลึกของอนุภาค SiC

รูปที่ 6 แสดงภาพ SEM ของอนุภาค SiC ซึ่งเป็นรูปร่างแบบเป็นเหลี่ยมมุม (angular shape) ผล XRD ในรูปที่ 7 แสดงให้เห็นว่าอนุภาค SiC มีโครงสร้างเป็น hexagonal α -SiC ตามมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) หมายเลข 22-1273



รูปที่ 6 รูปร่างและขนาดของอนุภาค SiC

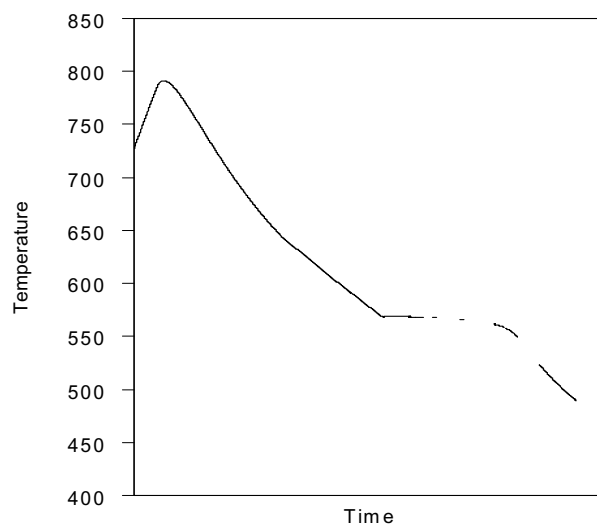


รูปที่ 7 X-ray diffraction pattern ของอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว

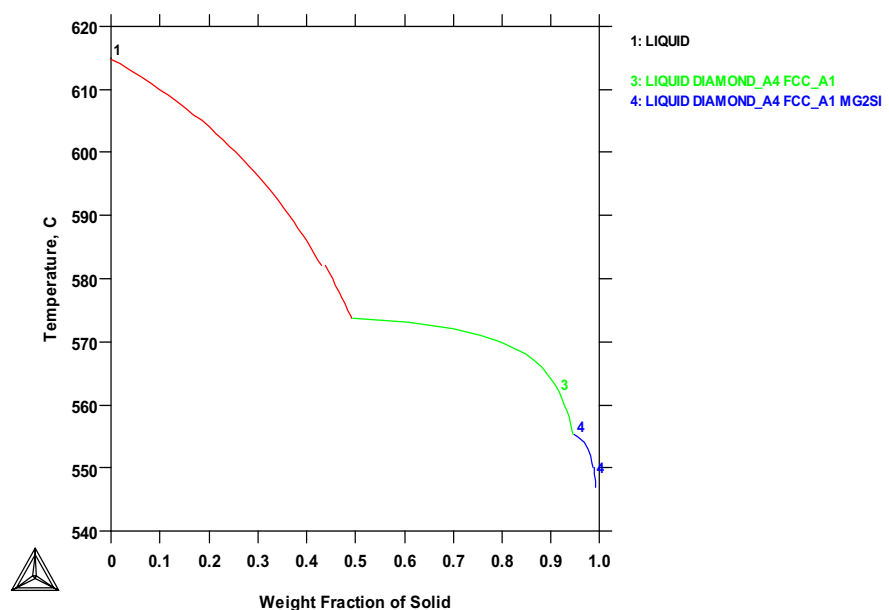
2. ปัจจัยที่เหมาะสมในการหล่ออะลูมิเนียมผสม เกรด A356

ผลการทดลองเพื่อตรวจสอบลักษณะการเย็นตัว (cooling curve)

cooling curve ในรูปที่ 8 แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิต่ำสุดที่จะผลิตอะลูมิเนียมแข็งคือ 570°C ในขณะที่อุณหภูมิเริ่มเกิดการแข็งตัวไม่สามารถเห็นได้อย่างชัดเจนจาก cooling curve เมื่อเปรียบเทียบ cooling curve กับผลที่ได้จากการใช้โปรแกรม Thermo-Calc โดยใช้ข้อมูลทางเทอร์โมไดนามิกส์คำนวณหาความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและสัดส่วนของแข็งของอะลูมิเนียมเกรด A356 ในรูปที่ 9 พบว่าอุณหภูมิในช่วงที่แข็งอยู่ระหว่างอุณหภูมิ $575 - 615^{\circ}\text{C}$ ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าอะลูมิเนียมเกรด A356 มีอุณหภูมิเริ่มเกิดการแข็งตัวที่อุณหภูมิ 615°C และ อุณหภูมิสิ้นสุดการแข็งตัวที่อุณหภูมิประมาณ $570-575^{\circ}\text{C}$ ปริมาณสัดส่วนของแข็งที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการที่แข็งคือ 0.1 ดังนั้นอุณหภูมิเทที่เหมาะสมอยู่ในช่วงอุณหภูมิ $620 - 640^{\circ}\text{C}$



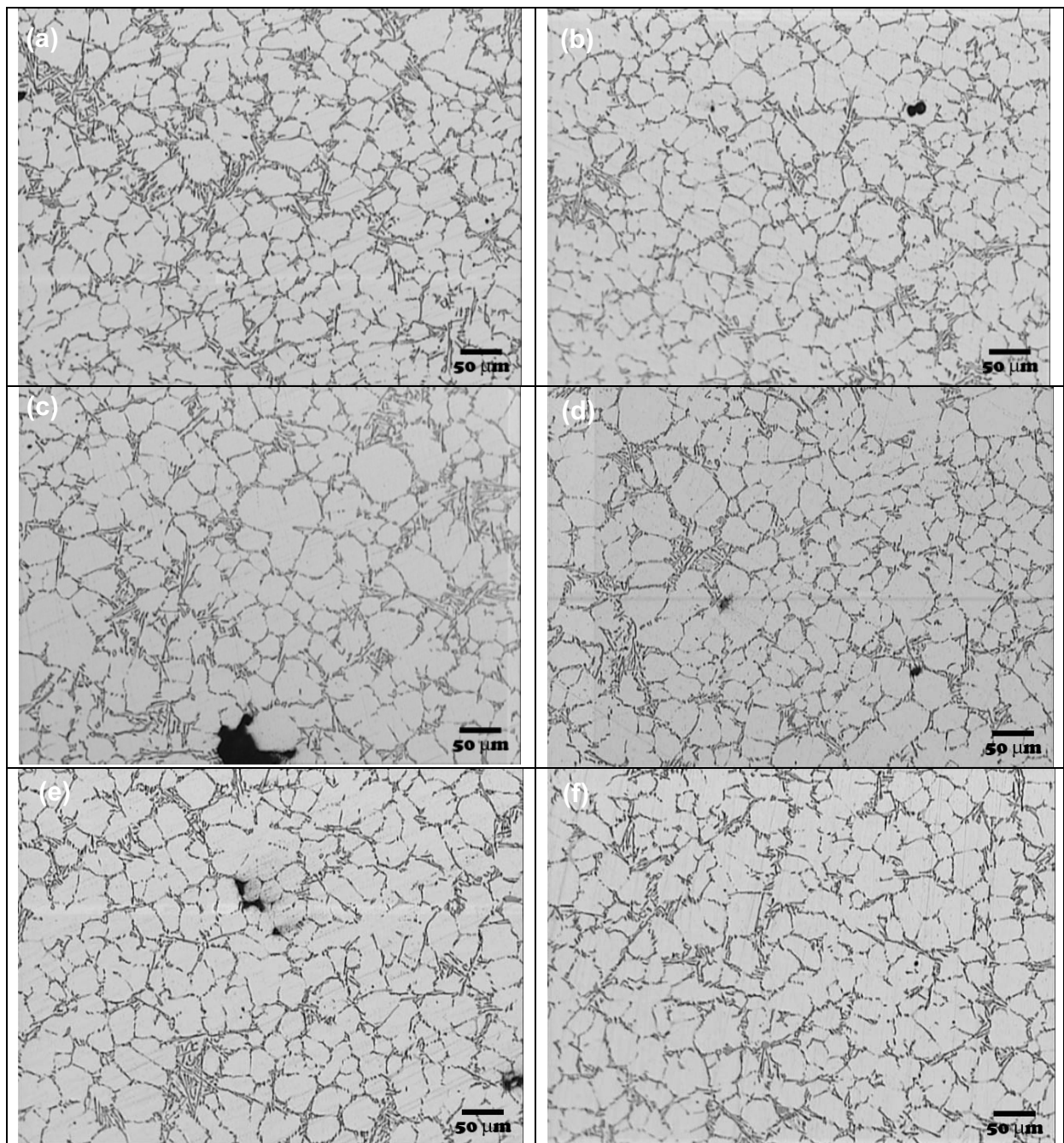
รูปที่ 8 cooling curve ของอะลูมิเนียม เกรด A356



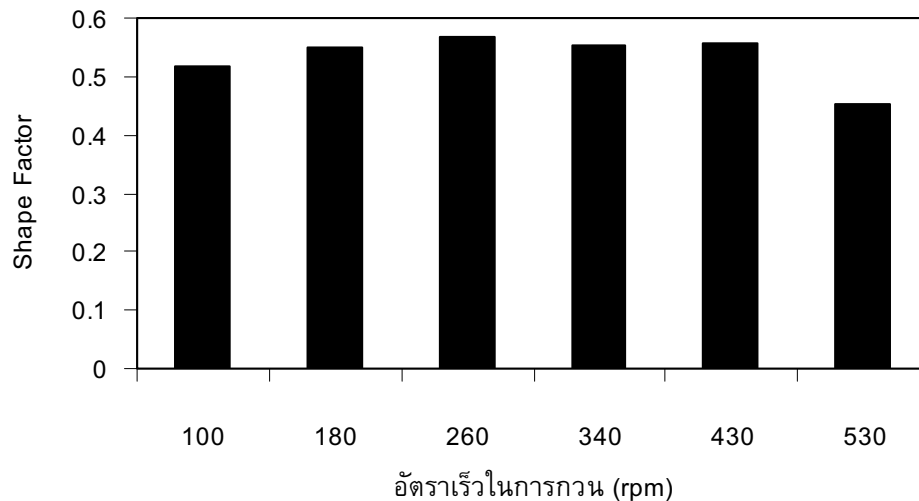
รูปที่ 9 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและสัดส่วนของแข็งของอะลูมิเนียมเกรด A356

ผลการทดลองเพื่อหาความเร็วในการกวน

รูปที่ 10 แสดงโครงสร้างอะลูมิเนียมผสมที่ความเร็วในการกวนแตกต่างกันคือ 100, 180, 260, 340, 430 และ 530 rpm หรือ 3, 6, 9, 12, 15 และ 20 V ตามลำดับ และ รูปที่ 11 แสดงค่าความกลมของโครงสร้าง α -อะลูมิเนียม ในรูปแบบของ shape factor ที่คำนวณได้จากโปรแกรม SigmaScan ซึ่งพบว่าค่าความกลมที่อัตราการกวนต่างกันมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้อัตราการกวนที่ 260 rpm ซึ่งให้ค่าความกลมมากที่สุด



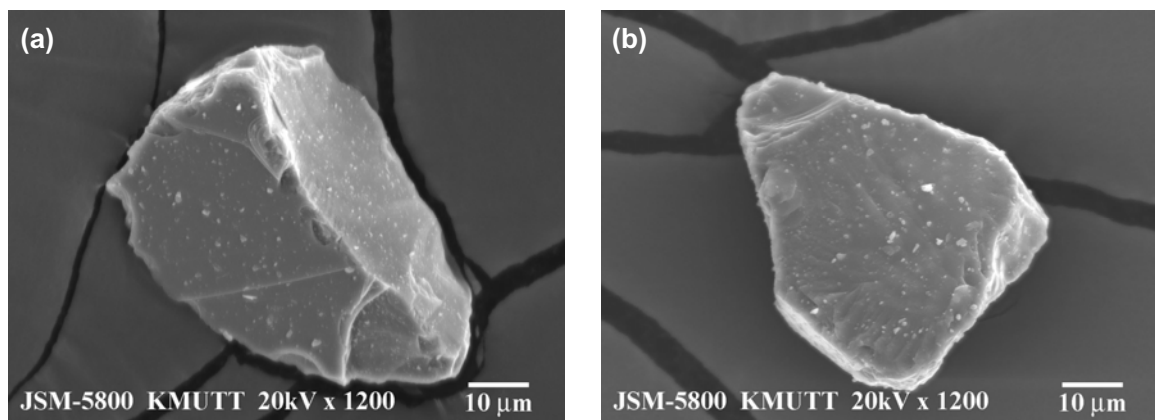
รูปที่ 10 โครงสร้างอะลูมิเนียมผสมที่ความเร็วในการกวนแตกต่างกัน (a) 100 rpm (3V) (b) 180 rpm (6V) (c) 260 rpm (9V) (d) 340 rpm (12V) (e) 430 rpm (15V) (f) 530 rpm (20V)



รูปที่ 11 shape factor ของอะลูมิเนียมผสมที่ความเร็วในการกวนแตกต่างกัน (a) 100 rpm (3V) (b) 180 rpm (6V) (c) 260 rpm (9V) (d) 340 rpm (12V) (e) 430 rpm (15V) (f) 530 rpm (20V)

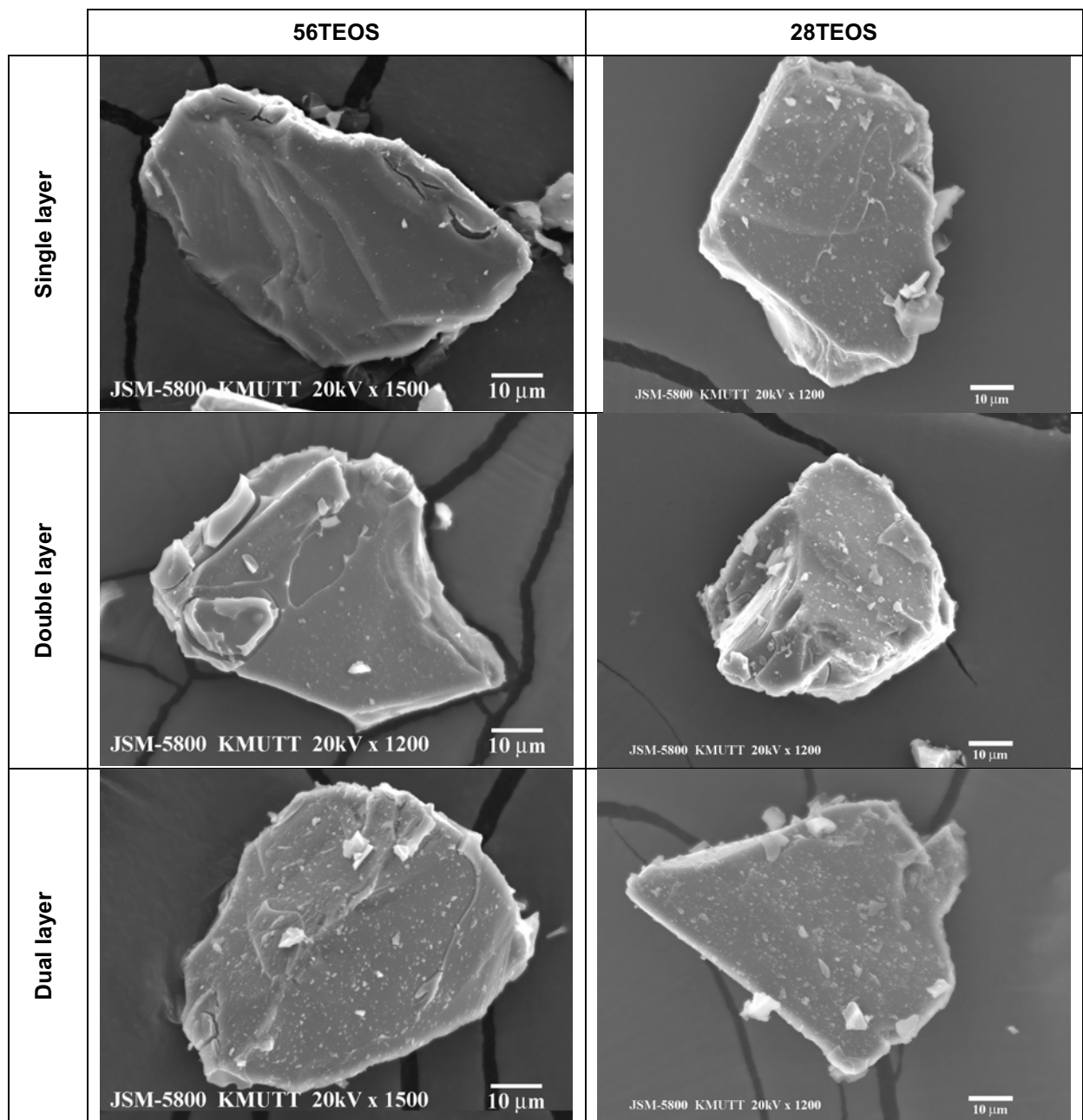
3. การเตรียมผิวอนุภาค SiC

รูปที่ 12 แสดงภาพ SEM ของอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment (12 (a)) และที่ผ่านการทำ oxidation treatment (12 (b)) ลักษณะผิวอนุภาค SiC ไม่มีความแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด ชั้นของ SiO_2 บนอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment ไม่สามารถตรวจสอบได้จากภาพ SEM

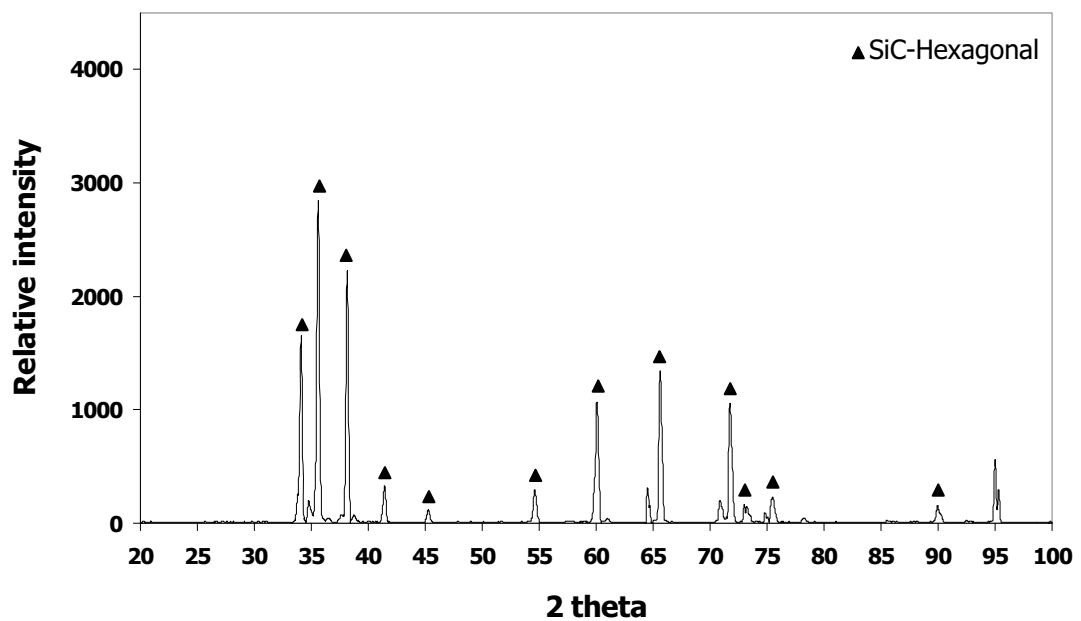


รูปที่ 12 ภาพ SEM ของอนุภาค SiC (a) ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment และ (b) ผ่านการทำ oxidation treatment

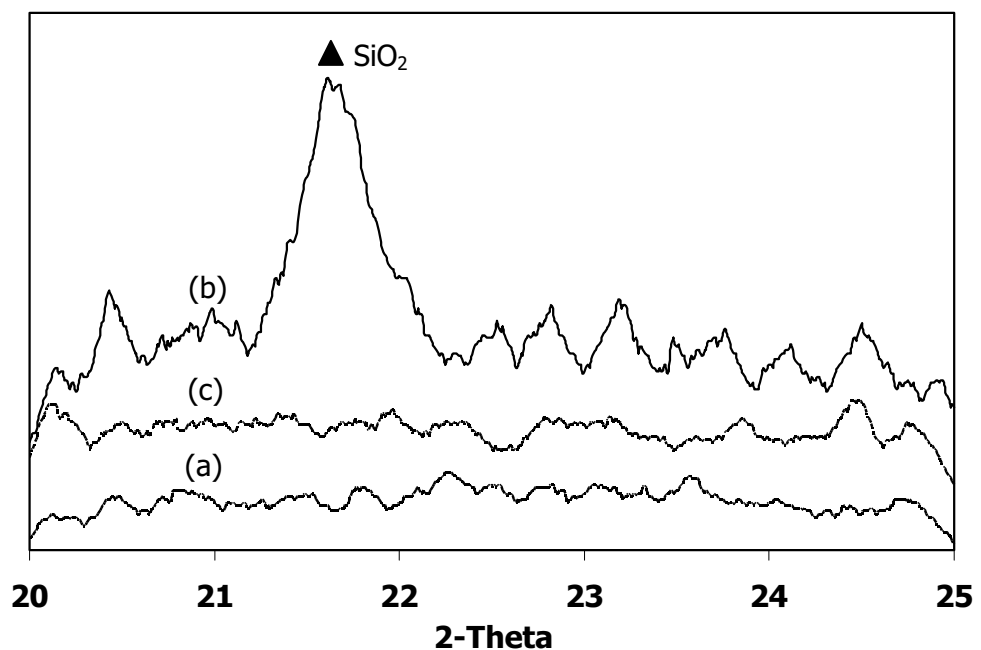
รูปที่ 13 แสดงภาพ SEM ของอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ sol-gel ทั้ง 3 รูปแบบคือ single layer, double layer และ dual layer ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ sol-gel ในรูปที่ 13 (a) พบว่าการเคลือบผิวด้วยการทำ sol-gel ช่วยลดความหยาบผิวลงได้²⁰ การทำ sol-gel ด้วยสูตร 56TEOS พบรอยแตก (crack) ของผิวเคลือบทั้ง 3 วิธี โดยพบมากที่สุด ใน double layer การเกิดรอยแตกเกิดเนื่องมาจากความเค้น (stress) ตกค้างจากชั้นเคลือบที่หนาเกินไป²¹ การทำ sol-gel ด้วยสูตร 28TEOS ซึ่งมีปริมาณของ TEOS น้อยกว่าสูตรแรกครึ่งหนึ่งทำให้ได้ผิวเคลือบที่มีความบางลงและไม่พบรอยแตกเกิดขึ้น สำหรับความแตกต่างระหว่างการทำ sol-gel ทั้ง 3 วิธี คืออนุภาคที่ทำ sol-gel แบบ single layer มี



รูปที่ 13 ภาพ SEM ของอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำการเคลือบด้วยวิธี sol-gel



รูปที่ 14 X-ray diffraction pattern ของอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment



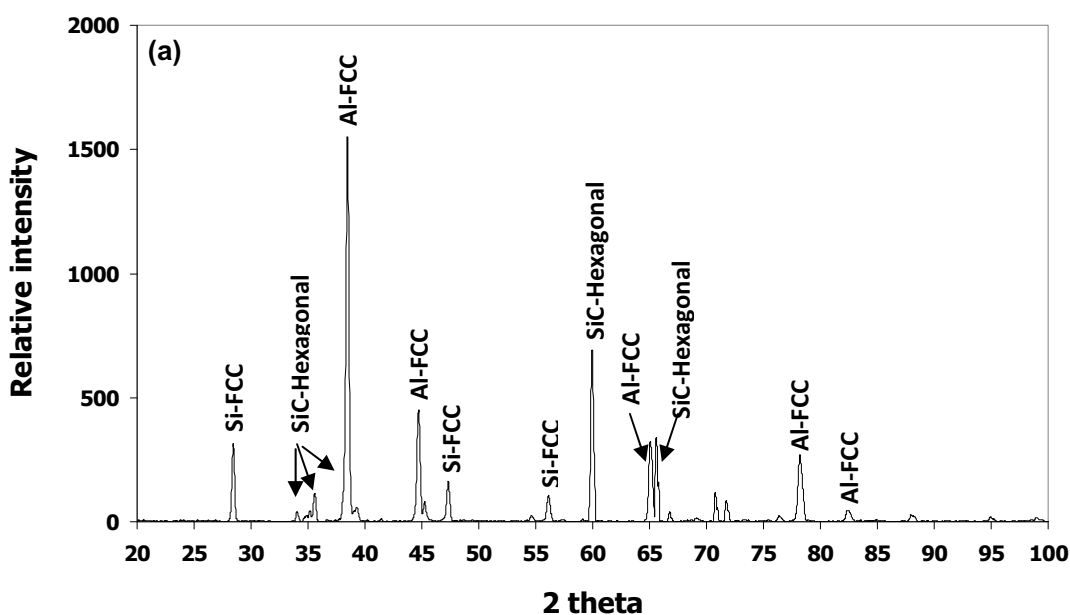
รูปที่ 15 X-ray diffraction pattern ของ (a) อนุภาค SiC ที่ไม่ได้ทำการเคลือบผิว (b) อนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment (c) อนุภาค SiC ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วยวิธี Sol-gel

จากทฤษฎีเบื้องต้นพบว่าอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment จะเกิดขึ้นบางๆ ของ SiO_2 บนอนุภาค ในรูปแบบ amorphous silica และ α -cristobalite²² แต่ผล XRD ของอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment ในรูปที่ 14 ไม่ปรากฏตำแหน่งของ SiO_2 ซึ่งเป็นไปได้ว่าความหนาและปริมาณของ SiO_2 บนอนุภาค SiC น้อยมากจนทำให้ความเข้ม (intensity) ของ X-ray ต่ำมากเกินไปที่จะสังเกตได้

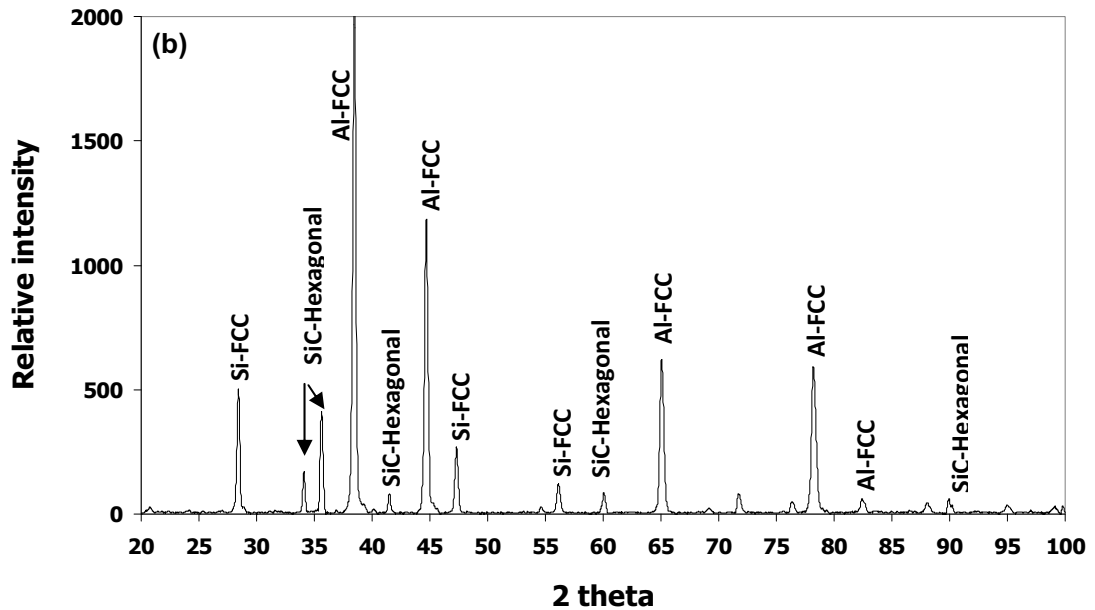
4. การเกิดเฟส (Phase Formation) ระหว่างรอยต่อของอะลูมิเนียมและวัสดุเสริมแรง

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าเมื่อทำการผลิตวัสดุคอมโพสิตโดยกระบวนการหล่ออะลูมิเนียมผสมกับอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิวจะทำให้เกิด เฟส Al_4C_3 บริเวณรอยต่อของอะลูมิเนียมผสมกับอนุภาค SiC ซึ่งเฟสนี้จะส่งผลเสียต่อสมบัติของชิ้นงาน เนื่องจากทำให้ชิ้นงานมีความเปราะ²² ซึ่งวิธีหนึ่งที่ช่วยทำให้ไม่เกิดเฟส Al_4C_3 คือการทำให้อนุภาค SiC เกิด SiO_2 ที่ผิว

รูปที่ 16 แสดงผล XRD ของอะลูมิเนียมคอมโพสิตเปรียบเทียบกันระหว่างการเติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment และการเติมอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment ผลการวิเคราะห์พบว่า XRD ของอะลูมิเนียมคอมโพสิตทั้งสองไม่แตกต่างกัน และไม่ปรากฏเฟสของ Al_4C_3 ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากการผลิตอะลูมิเนียมคอมโพสิตในงานวิจัยนี้เติมอนุภาค SiC ที่อุณหภูมิประมาณ 650°C อุณหภูมินี้ต่ำกว่าอุณหภูมิเริ่มเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมหลอมเหลวและอนุภาค SiC เป็นเฟส Al_4C_3 ซึ่งเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 682°C ¹⁶ ซึ่งเป็นข้อดีของการผลิตแบบกระบวนการหล่อแข็งที่สามารถป้องกันการเกิดเฟส Al_4C_3 เนื่องจากมีอุณหภูมิการทำงานต่ำ



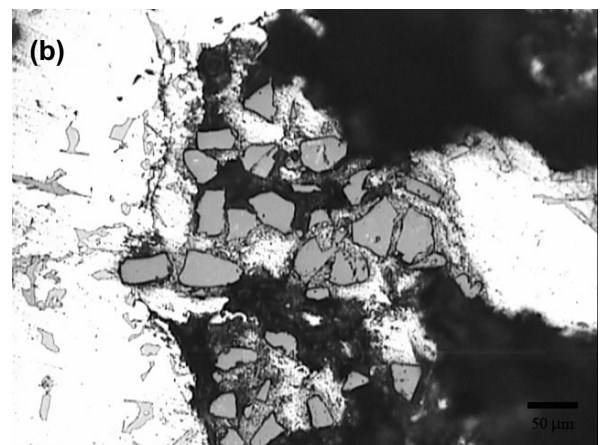
รูปที่ 16 X-ray diffraction pattern ของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติม (a) อนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment และ (b) อนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment



รูปที่ 16 X-ray diffraction pattern ของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติม (a) อนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment และ (b) อนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment (ต่อ)

5. ความสามารถในการเปียก (Wettability) ระหว่างวัสดุเสริมแรงและอะลูมิเนียม

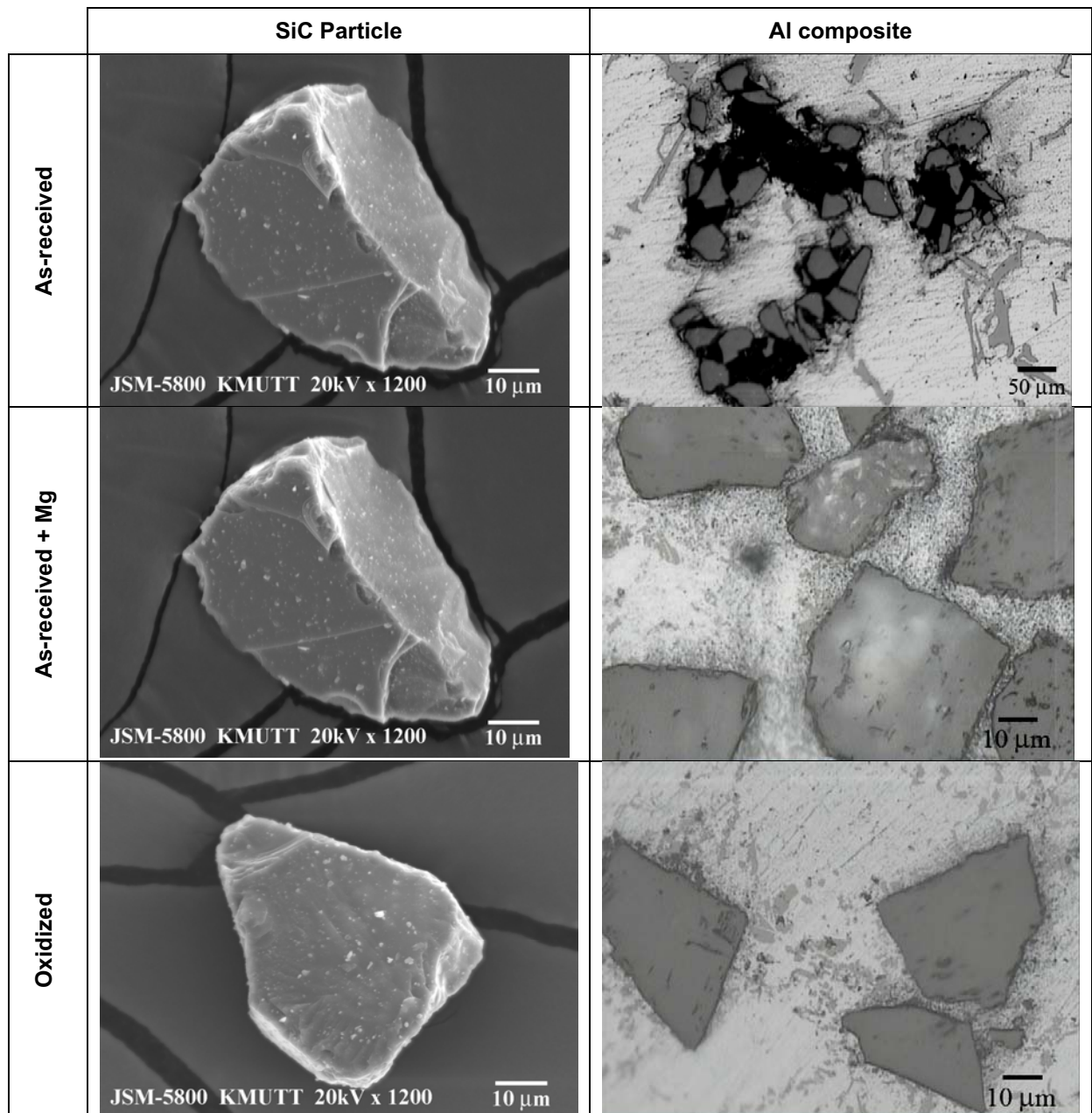
รูปที่ 17 แสดงภาพโครงสร้างอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว จากภาพ 17 (a) พบว่าอนุภาค SiC หลุดออกจากโครงสร้างพื้น ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างการขัดหยาบและขัดละเอียด และ ภาพ 17 (b) แสดงให้เห็นช่องว่างขนาดใหญ่ระหว่างอนุภาค SiC และ โครงสร้างพื้น ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากความสามารถในการเปียกของอนุภาค SiC และอะลูมิเนียมไม่ดี



รูปที่ 17 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว

เมื่อเติมอนุภาค SiC ลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลว อนุภาค SiC เกิดการกระจายตัวโดยแรงกวนทางกล หลังจากหยุดการกวนอนุภาค SiC เกิดการลอยตัวขึ้นมาบนผิวของอะลูมิเนียมหลอมเหลวถึงแม้ว่าความหนาแน่นของอนุภาค SiC สูงกว่าอะลูมิเนียมหลอมเหลว แต่แรงตึงผิวที่สูง (surface tension) ของอะลูมิเนียมหลอมเหลว และ ความสามารถในการเปียกที่ต่ำระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC ทำให้

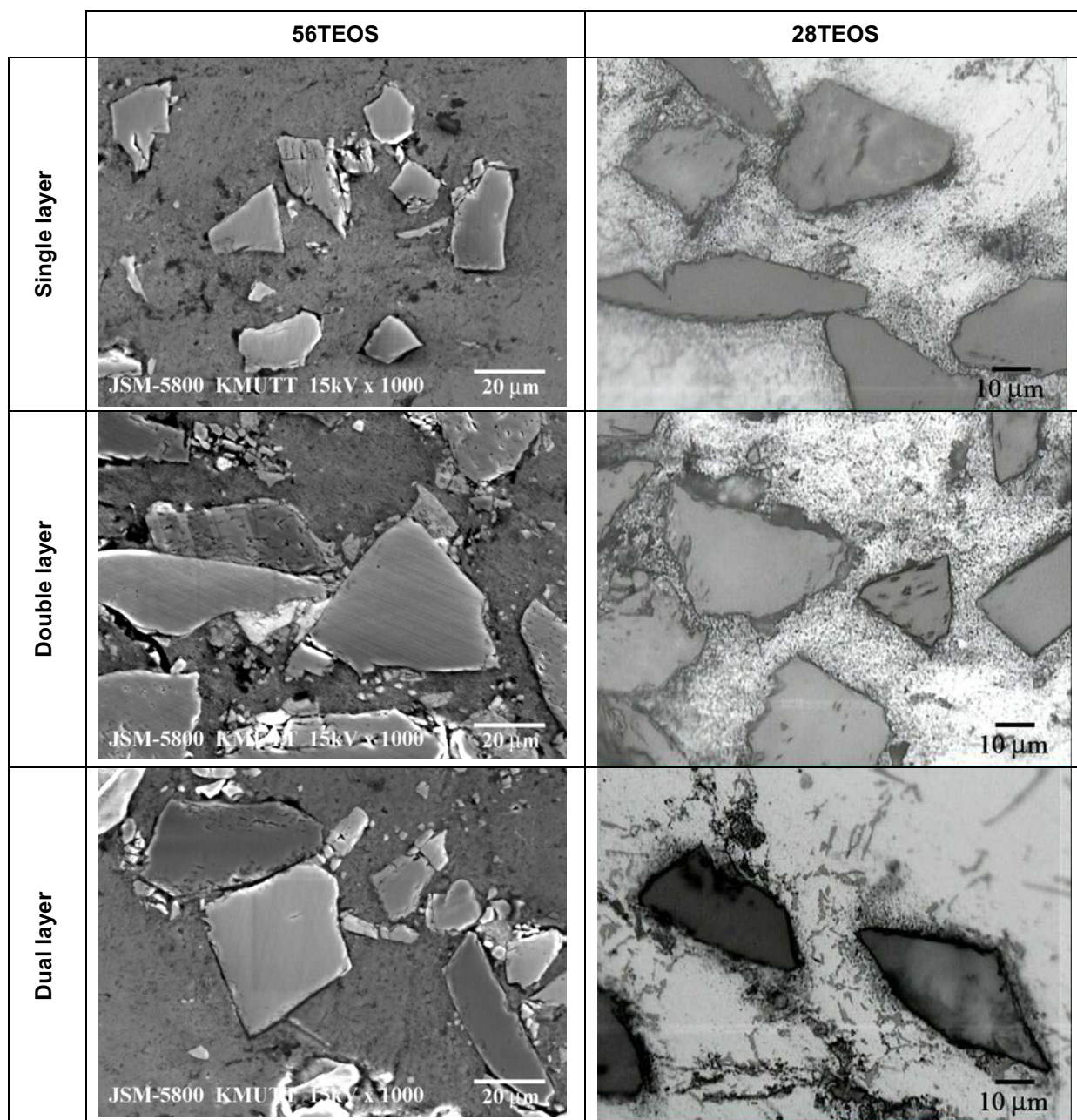
หลังจากอะลูมิเนียมเย็นตัวลงเกิดชั้นของอนุภาค SiC แยกตัวอยู่ด้านบนของชิ้นงานหล่อ และอนุภาค SiC ภายในชิ้นงานหล่อเกิดเป็นสองแบบคือมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและอีกส่วนที่มีการกระจายตัวเป็นกลุ่มๆ ดังแสดงในรูปที่ 17 และ 18



รูปที่ 18 โครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว อะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิวและเติมแมกนีเซียมร้อยละ 1 และ อะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment

ความสามารถในการเปียกระหว่างอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว และ อะลูมิเนียมเมื่อเติมแมกนีเซียมร้อยละ 1 แสดงในรูปที่ 18 พบว่าความสามารถในการเปียกดีขึ้นเห็นได้จากช่องว่างระหว่างอนุภาค SiC และ อะลูมิเนียมลดลง แมกนีเซียมที่เติมลงไปทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาค SiC และ อะลูมิเนียมหลอมเหลว โดยเกิดเป็นเฟส spinel $MgAl_2O_4$ ซึ่งสามารถตรวจพบได้เมื่อมีปริมาณแมกนีเซียมมากขึ้น ในงานวิจัยนี้เฟส $MgAl_2O_4$ ไม่สามารถตรวจสอบได้จาก SEM หรือ XRD

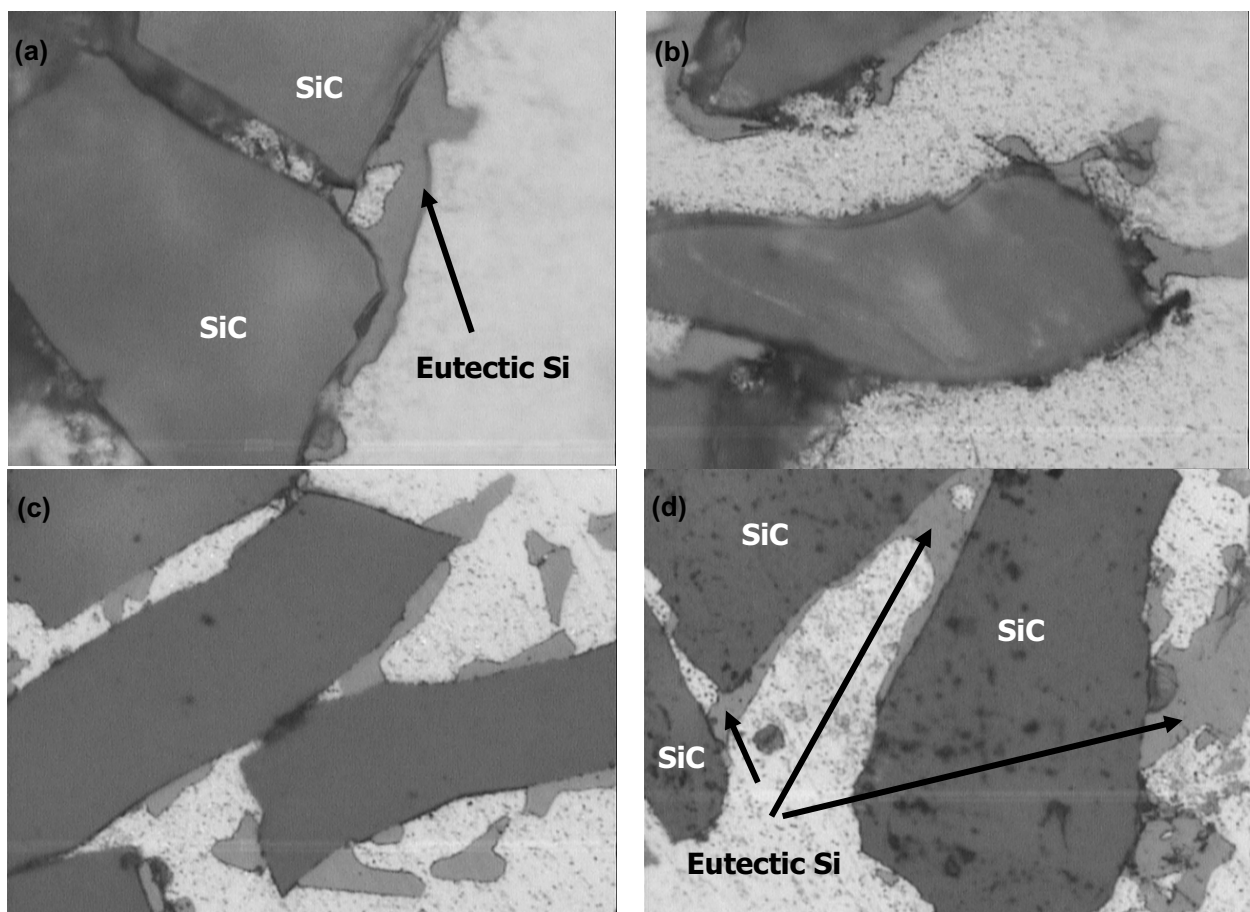
โครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่ได้จากการเติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการทำ oxidation treatment พบว่าความสามารถในการเปียกดีขึ้นเช่นเดียวกับโครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว และ เติมนิกเกิลร้อยละ 1



รูปที่ 19 โครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC เคลือบผิวด้วยวิธี sol-gel

โครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่ได้จากการเติมอนุภาค SiC ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยวิธี sol-gel แสดงดังรูปที่ 19 พบว่าที่ส่วนผสม 56TEOS การยึดเกาะระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC ที่ทำ sol-gel ไม่ดี พบการแตกออกของชั้นเคลือบปนอยู่ในโครงสร้างพื้นของอะลูมิเนียม ทั้งนี้เนื่องมาจากผิวเคลือบที่ได้จากการทำ sol-gel มีรอยแตกอยู่ก่อน เมื่อนำมาเติมลงในอะลูมิเนียม แล้วทำการกวาดด้วยแรงทางกล ทำให้ผิวเคลือบแตกออกมาได้

เมื่อปรับส่วนผสมมาเป็น 28TEOS พบว่าได้ผิวเคลือบที่มีความหนาในระดับที่ไม่เกิดการแตกร้าว เมื่อนำไปทำการผสมเข้ากับอะลูมิเนียมหลอมเหลว พบว่าไม่มีการแตกออกของชั้นเคลือบปนในโครงสร้างพื้น การยึดเกาะระหว่างอะลูมิเนียมและอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ sol-gel ดีขึ้น แต่ยังไม่ดีเท่ากับการเติมแมงกานีสเข้ามาลงในอะลูมิเนียมหลอมเหลวซึ่งให้ผลการยึดเกาะเช่นเดียวกับชั้นงานที่เติมอนุภาคผงที่ผ่านการอบให้เกิด SiO_2 ที่ผิว



รูปที่ 20 โครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว (a) – (b) และ อะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment (c) – (d)

รูปที่ 20 แสดงโครงสร้างของอะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ไม่ผ่านการเตรียมผิว และ อะลูมิเนียมคอมโพสิตที่เติมอนุภาค SiC ที่ผ่านการทำ oxidation treatment จากภาพแสดงให้เห็นเฟสซิลิกอนยูเทคติกปรากฏรอบอนุภาค SiC ซึ่งอนุภาค SiC ทำหน้าที่เป็นแหล่งของการเกิดนิวเคลียส

6. สรุปผลการวิจัย

- 6.1 การทำ oxidation treatment ช่วยในการปรับปรุงความสามารถในการเปียกระหว่างอนุภาค SiC และ อะลูมิเนียม ซึ่งให้ผลเช่นเดียวกับการการเติมแมกนีเซียมลงในอะลูมิเนียมหล่อเหลวโดยทำให้ ช่องว่างระหว่างอนุภาค SiC และอะลูมิเนียมลดน้อยลง
- 6.2 การทำการเคลือบผิวอนุภาค SiC ด้วยวิธี sol-gel ช่วยทำให้ความสามารถในการเปียกระหว่างอนุภาค SiC และ อะลูมิเนียมดีขึ้น ถ้ามีส่วนผสมของ sol-gel ที่เหมาะสม
- 6.3 อนุภาค SiC ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดนิวเคลียสแบบ heterogeneous nucleation ให้กับซิลิกอน-ยูเทคติก
- 6.4 ข้อดีของกระบวนการโลหะกึ่งแข็งเมื่อเทียบกับงานหล่อทั่วไปคือการป้องกันการเกิดเฟส Al_4C_3 ที่ ก่อให้เกิดอันตราย เนื่องจากอุณหภูมิในการทำงานต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง อะลูมิเนียมหล่อเหลวและอนุภาค SiC ที่จะทำให้เกิดเฟส Al_4C_3

Output

1. N. Poolthong, K. Poolsawat, H. Nomura and J.T.H. Pearce, "Enhancing Wettability of SiC in Semi-Solid A356 Aluminum Matrix Composites", Int. Journal of Cast Metals Research, V.21, No.1-3 (2008), pp.203 – 208.
2. N. Poolthong, K. Poolsawat, H. Nomura and J.T.H. Pearce, "Enhancing Wettability of SiC in Semi-Solid A356 Aluminum Matrix Composites", Proceedings of the 10th Asian Foundry Congress, Japan, 21-24 May 2008, pp.186-191.

เอกสารอ้างอิง

-
- ¹ J. Lee, J. Ahn, J. Shim, Z. Shi, and H. Lee, Scripta Materialia, 1999, 41, 8, 895-900.
 - ² R. Y. Lin, Key Engineering Materials, G. M. Newaz, H. Neber-Aeschbacher, F. H. Wohlbiel (Eds.), 104 – 107, 1995, 507
 - ³ J. Lee, S. Park, H. Seok, C. Oh, and H. Lee, Acta Mater. 1998, 46, 8, 2635-2643.
 - ⁴ Jae-Chul Lee, Ji-Young Byun, Sung-Bae Park and Ho-In Lee, Acta Mater., 1998, 46, 5, 1771-1780.

-
- ⁵ Z. Shi, J.-M. Yang, J.C. Lee, Di Zang, H.I. Lee, and Renjie Wu, *Materials Science and Engineering A*, 2001, 303, 46-53.
- ⁶ V. Laurent, D. Chatain, N. Eustathopoulos, *Journal of Materials Science*, 1987, 22, 244-250.
- ⁷ P.L. Ratnaperkhi, J.M. Howe, *Acta Metall. Mater.*, 1994, 42, 3, 811-823.
- ⁸ Z. Shi, S. Ochiai, M. Hojo, J. Lee, M. Gu, H. Lee, R. Wu, *Journal of Materials Science*, 2001, 36, 2441-2449.
- ⁹ V. Laurent, D. Chatanin, E. Eustathopoulos, *Mater. Sci. Eng. A*, 1991, 135, 89-94.
- ¹⁰ J. Hashim, L. Looney, M. S. J. Hashmi, *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 119, 329-335.
- ¹¹ V. Laurent, C. Rado, and N. Eustathopoulos, *Materials Science and Engineering A*, 1996, 205, 1-8.
- ¹² B.C. Pai, Geetha Ramani, R.M. Pillai, and K.G. Satyanarayana, *J.Mater. Sci.*, 1995, 30, 8, 1903-1911..
- ¹³ M. Kobashi, T. Choh, *J. Mater. Sci.* 1993, 28, 684.
- ¹⁴ K. Sukumaran, S.G.K. Pillai, R. M. Pillai, V. S. Kelukutty, B. C. Pai, K. G. Satyanarayana, K.K. Ravikumar, *J. Mater. Sci.*, 1995, 30, 1469-1472.
- ¹⁵ Z.P. Luo, Y.G. Song, and S.Q. Zhang: *Scripta Materialia*, 2001, 45, 1183-1189.
- ¹⁶ A. Urena, M.D. Escalera and L. Gil: *J. Mater. Sci*, 2002, 37, 4633-4643.
- ¹⁷ M.C. Flemings: *Metall. Trans.*, 1991, 22B, 269-293
- ¹⁸ Properties and Selection: Non-ferrous Alloys and Special-purpose Materials, ASM Handbook, Vol.2, ASM Handbook, Vol.2, ASM International, 1992.
- ¹⁹ M. Rodriguez-Reyes, M.I. Pech-Chanul, J.C. Rendon-Angels and J. Lopez-Cuevas, *Composite Science and Technology*, 2006, 66, 1056-1062.
- ²⁰ A. Pardo, M.C. Merino, J. Rams, S. Merino, F. Viejo, and M. Campo, *Oxidation of Metals*, 2005, 63: 215-227.
- ²¹ J. Ram, A. Urena, M.D. Lopez, A.J. Lopez, *Surface & Coatings Technology*, 2006, 201: 3715-3722.
- ²² A. Urena, E. E. Martinez, P. Rodrigo, and L. Gil, *Composite Science and Technology*, 2004, 64, 1843-1854.
- ²³ W. Zhou and Z.M. Xu, *Journal of Materials Processing Technology*, 1997, 63, 358-363.