บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 เครื่องหล่อแบบต่อเนื่อง (continuous casting melting machine) Model: MINI

3.1.1.1 เตาหลอมแบบเหนี่ยวนำไฟฟ้า (induction furnace) พร้อมเครื่องระบายความร้อนด้วยน้ำไหลวนภายในแบบระบบปิด

3.1.1.2 เทอร์โมคัปเปิล

3.1.1.3 เบ้าหลอมกราไฟต์

3.1.1.4 แท่งกราไฟต์กวนน้ำโลหะ

3.1.1.5 แท่งเหล็ก

3.1.1.6 แม่พิมพ์

3.1.2 เครื่องมือวิเคราะห์

3.1.2.1 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical microscope)

3.1.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกวาด (Scanning electron microscope,SEM) ยี่ห้อ JEOL model: JSM-6400

3.1.2.3 Energy Dispersive X-ray Spectrocopy(EDX)

3.1.2.4 เครื่องทดสอบแรงดึง (Universal tensile testing machine)

3.1.2.5 เครื่องทดสอบความแข็งแบบไมโครวิคเกอร์ (Microvickers hardness testing machine) ด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ระบบดิจิตอลรุ่น MVH1/H2/H3

3.1.2.6 เครื่องมือวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีโดยวิธี ICP (Inductively couple plasma)

3.1.2.7 เครื่องวัดค่าสีบนผิววัสดุสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) ด้วยเครื่อง Spectrophotometer GRET AG – SPM 50

3.2 วัตถุดิบ

3.2.1 เม็ดโลหะเงิน

3.2.2 เม็ดโลหะทองแดง

3.2.3 เม็ดโลหะสังกะสี

3.2.4 ผงโลหะซิลิคอน

3.3 สารเคมี

3.3.1 โซเดียมซัลไฟด์ (Na_2S)

3.3.2 ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S)

3.3.3 กรดกำมะถัน (H_2SO_4)

3.3.4 ไฮโดเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

3.3.5 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)

3.3.6 น้ำกลั่น

3.3.7 แอลกอฮอล์

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 เตรียมมาสเตอร์อัลลอยของทองแดงซิลิคอน (ที่มีอัตราส่วนทองแดง:ซิลิคอน เท่ากับ 90:10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) โดยคำนวณและชั่งน้ำหนักของคอปเปอร์ซิลิไซด์ (ทองแดง:ซิลิคอน เท่ากับ 70:30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) และทองแดงบริสุทธิ์แล้วนำไปหลอมในเตาหลอมแบบเหนี่ยวนำไฟฟ้า (induction furnace)จากนั้นเทลงแบบ จะได้มาสเตอร์อัลลอยที่มีรูปร่างเป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 1 cm x 1 cm x 10 cm

3.4.2 เตรียมส่วนผสมและอุปกรณ์ในการหลอมและหล่อโลหะผสมเงินเกรด 940 ทั้ง 10 ชุดการทดลอง โดยชั่งน้ำหนักเม็ดเงินบริสุทธิ์ เม็ดทองแดงบริสุทธิ์ มาสเตอร์อัลลอยของทองแดงซิลิคอน ให้ได้ปริมาณส่วนผสมดังต่อไปนี้

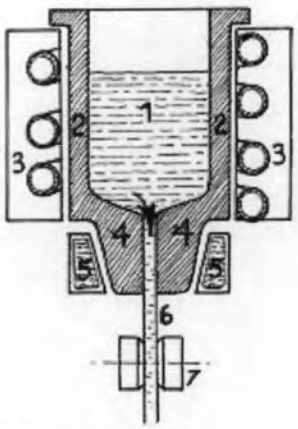
ตารางที่ 3.1 แสดงส่วนผสมของโลหะผสมเงินเกรด 940 ที่ใช้หลอมและหล่อ

โลหะผสม ชุดที่	ปริมาณส่วนผสม (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)			
	เงิน	ทองแดง	สังกะสี	ซิลิคอน
1	94	4.73	1.17	-
2	94	4	2	-
3	94	3	3	-
4	94	2	4	-
5	94	3.95	2	0.05
6	94	2.95	3	0.05
7	94	1.95	4	0.05
8	94	3.9	2	0.1
9	94	2.9	3	0.1
10	94	1.9	4	0.1

หมายเหตุ: การคำนวณเปอร์เซ็นต์ซิลิคอนมาจากมาสเตอร์อัลลอย ซึ่งมีอัตราส่วนทองแดง : ซิลิคอนคือ 90:10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

3.4.3 ตั้งค่าอุณหภูมิของเตาหลอมไว้ที่ 900 °C สำหรับโลหะผสมกลุ่มที่ไม่มีการเติมซิลิคอน ส่วนโลหะผสมกลุ่มที่มีการเติมซิลิคอนตั้งค่าอุณหภูมิของเตาหลอมไว้ที่ 920 °C และอุณหภูมิแม่พิมพ์ไว้ที่ 700 °C เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึงประมาณ 500 °C เทส่วนผสมที่เตรียมไว้ลงไปหลอมและหล่อโลหะทีละชุดๆ ละ 300 กรัม ทั้ง 10 ชุด ด้วยเครื่องหล่อแบบต่อเนื่องจะได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแท่งลวดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.5 มิลลิเมตร

3.4.4 จากนั้นตัดชิ้นงานเพื่อนำไปทดสอบโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกล



1. MOLTEN METAL
2. CRUCIBLE
3. INDUCTION FURNACE
4. DIE
5. WATER
6. METAL ROD
7. PULLING BAR

ก) ข)

รูปที่ 3.1 ภาพแสดง ก) กระบวนการหล่อแบบต่อเนื่อง ข) เครื่องหล่อแบบต่อเนื่อง (continuous casting melting machine) Model: MINI

3.5 รายละเอียดขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดลอง

3.5.1 การผลิตแท่งลวดเงิน

ด้วยกระบวนการหล่อแบบต่อเนื่อง ดังรายละเอียดตามรูปที่ 3.1 โดยชิ้นงานทดลองจะมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.5 มิลลิเมตร ภายหลังการหล่อ และแบ่งชิ้นงานออกเป็น 3 ประเภท ดังนี้

1. ประเภทไม่ผ่านการอบโฮโมจิไนเซชัน (สภาพหล่อ)
2. ประเภทผ่านการอบโฮโมจิไนเซชัน 750 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที
3. ประเภทผ่านการอบโฮโมจิไนเซชัน 750 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที

ซึ่งในการอบโฮโมจิไนเซชัน 750 องศาเซลเซียส นาน 30 และ 60 นาที โดยมีการป้องกันการเกิดออกไซด์ที่ผิวด้วยการคลุมบรรยากาศในเตาด้วยก๊าซไนโตรเจน จากนั้นนำชิ้นงานออกจากเตาแล้วปล่อยให้เย็นในอากาศ

3.5.2 การลดขนาด (reduction of area)

นำชิ้นงานทั้ง 3 ประเภท ในหัวข้อ 3.5.1 จะถูกลดขนาดด้วยเครื่อง hand mill โดยในการลดขนาดจะเริ่มลดจากแท่งลวดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.5 มิลลิเมตร จนได้เส้นผ่านศูนย์กลางสุดท้าย คือ 0.68 มิลลิเมตร

ภาพแสดงเครื่องลดขนาด

3.5.3 การอบอ่อน (annealing)

ภายหลังจากการลดขนาดชิ้นงานทั้ง 3 กลุ่ม ในหัวข้อ3.5.2 จากนั้นแบ่งชิ้นงานออกเป็นประเภทเพื่ออบอ่อนที่อุณหภูมิ 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส นาน 30, 45 และ 60 นาที โดยมีการป้องกันการเกิดออกไซด์ที่ผิวด้วยการคลุมบรรยากาศในเตาด้วยก๊าซไนโตรเจน จากนั้นนำชิ้นงานออกจากเตาแล้วปล่อยให้เย็นในอากาศ

ตารางที่ 3.2 ขนาดของชิ้นงานทดลองที่อัตราการลดขนาดต่างๆ

อัตราการลดขนาด %	0	89	99
เส้นผ่านศูนย์กลาง (มิลลิเมตร)	5.5	1.8	0.68

3.6 ระเบียบและวิธีการตรวจสอบ

3.6.1 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.6.1.1 เตรียมชิ้นงานโดยการตัดชิ้นงานในระนาบตัดขวางเพื่อดูโครงสร้างจุลภาค จากนั้นทำการเตรียมผิวชิ้นงานโดยการขัดชิ้นงานถึงกระดาษทรายเบอร์ 2000 แล้วขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 3,1 และ ¼ ไมครอน ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากนั้นล้างคราบสกปรกด้วยน้ำและอัลกอฮอล์ เป่าให้แห้ง แล้วกัดผิวชิ้นงานด้วยสารละลาย 50%H_2O_2 + 25%NH_4OH + 25%H_2O โดยปริมาตร ประมาณ 3-5 วินาที

3.6.1.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง แล้วถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยายขนาด 50 เท่า

3.6.1.3 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด (SEM) พร้อมกับตรวจสอบปริมาณธาตุผสมในเฟสหรือโครงสร้างที่พบด้วย EDX เพื่อหาชนิดของเฟส

3.6.2 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุทองแดง สังกะสีและซิลิคอนด้วยเครื่องมือ ICP

3.6.2.1 ชั่งตัวอย่างไว้ปริมาณ 0.3 กรัม ละลายในกรดไนตริกเข้มข้นจำนวน 10 มิลลิลิตร

3.6.2.2 ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง จนละลายหมด จากนั้นผสมน้ำให้ได้ปริมาณรวม 100 มิลลิลิตร

3.6.2.3 จากนั้นทำการวิเคราะห์สารละลายโดยสารละลายจะถูกเปลี่ยนให้เป็นละอองแล้วถูกพาเข้าพลาสมาของ ICP torch ซึ่งสารละลายจะแห้งเป็นไอกลายเป็นอะตอมแล้วเกิดการกระตุ้น อะตอมที่ถูกกระตุ้นจะเปล่งแสงซึ่งมีลักษณะเฉพาะออกมา

3.6.2.4 แสงที่เกิดขึ้นจะผ่านเข้าไปในเครื่องสเปกโทรมิเตอร์ เพื่อแยกเอาเฉพาะแสงที่ต้องการวัดที่ความยาวคลื่นที่ต้องการ แล้วให้แสงดังกล่าวตกลงบนดีเทคเตอร์เพื่อวัดออกมาเป็นสัญญาณซึ่งสามารถเปลี่ยนเป็นความเข้มข้นได้

3.6.3 การทดสอบความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test)

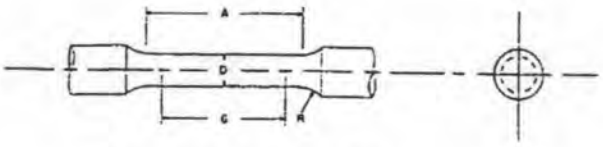
3.6.3.1 ขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 2000 แล้วขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 3,1 และ ¼ ไมครอน ตามลำดับ ล้างคราบสกปรกด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เป่าให้แห้ง

3.6.3.2 วัดค่าความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ตามมาตรฐาน ASTM E 92-82[27] ด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ด้วยน้ำหนักกด 25 กรัม เป็นเวลา 10 วินาที วัดขนาดรอยกดทั้งสองแกน โดยเครื่องจะคำนวณค่าความแข็งเป็น

หน่วยวิกเกอร์ จากนั้นเปลี่ยนบริเวณกดใหม่ จำนวน 3 รอยกด แล้วนำค่าที่ได้มาเฉลี่ยหาค่าความแข็งของชิ้นงานนั้นๆ

3.6.4 การทดสอบแรงดึง (Tensile Test)

ตัดชิ้นงานสภาพหลังหล่อ ชิ้นงานผ่านการอบโฮโมจิไนเซชันที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส นาน 30 และ 60 นาที จากนั้นกลึงให้มีขนาดตามมาตรฐาน ASTM E8M-96[28] ดังรูปที่ 3.2 ส่วนชิ้นงานที่ผ่านการลดขนาดเหลือเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.8 มิลลิเมตร ตัดให้มียาว 30 เซนติเมตร แล้วทดสอบแรงดึง



G = Gage length = 20.0 ± 0.1 mm.
D = Diameter = 4.0 ± 0.1 mm.
R = Radius of fillet, min = 4 mm.
A = Length of reduced section, min = 24 mm.

รูปที่ 3.2 มิติของชิ้นงานสำหรับการทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E8M-96

การทดสอบแรงดึงเส้นลวดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.5 และ 1.8 มิลลิเมตรเพื่อหาค่าต่างๆ เช่น ค่าแรงดึงสูงสุด และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวมาทำการเปรียบเทียบ วิเคราะห์และสรุปผล

3.6.5 การทดสอบความต้านทานการหมอง

3.6.5.1 ตัดชิ้นงานสภาพหลังหล่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.5 มิลลิเมตร แล้วนำไปรีดเป็นแผ่นบาง ขนาด 1x3 เซนติเมตร จำนวน 5 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่างแล้วขัดผิวหน้าทั้ง 2 ด้าน ด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 2000

3.6.5.2 วัดค่าความสว่าง L^* และค่าสี a^*, b^* ก่อนการทดสอบด้วยเครื่อง Spectrophotometer GRET AG – SPM 50 มุม 2 องศา , D65A เพื่อนำไปคำนวณตามสมการข้างล่าง

$$DE^* = [(L^*_2 - L^*_1)^2 + (a^*_2 - a^*_1)^2 + (b^*_2 - b^*_1)^2]^{1/2}$$

โดย L^*_2, L^*_1 คือ ค่าความสว่างของชิ้นงานก่อนและหลังทดสอบ

a^*_2, a^*_1 คือ ค่าสีแดง-เขียวของชิ้นงานก่อนและหลังทดสอบ

b_2, b^*_1 คือ ค่าสีน้ำเงิน-เหลืองของชิ้นงานก่อนและหลังการทดสอบ

3.6.5.3 แขวนชิ้นงานไว้เหนือสารละลายอิ่มตัวของโซเดียมซัลไฟด์ในภาชนะที่มีฝาปิด เป็นเวลา 30, 60, 120, และ 180 นาที

3.6.5.4 นำชิ้นงานหลังการทดสอบการหมองไปวัดค่าความสว่างและค่าสีของชิ้นงาน

3.6.5.5 นำค่าต่างๆ ที่ได้มาคำนวณหาค่าการเปลี่ยนแปลงของสีผิวชิ้นงานของแต่ละชุดการทดลองแล้วนำมาสรุปผล

3.6.6 การทดสอบการกัดกร่อนของโลหะผสมเงินที่ผสมสังกะสีและซิลิคอน ด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าโดยเทคนิคโพเทนซิโอไดนามิก (Potentiodynamic Technique)

3.6.6.1 เตรียมผิวชิ้นงานโดยการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 2000 ล้างชิ้นงานด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ แล้วเป่าให้แห้ง เก็บไว้ในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.6.6.2 ติดตั้งเครื่องโพเทนชิโอสแตทกับเซลไฟฟ้าเคมี โดยชิ้นงานต่อกับขั้วไฟฟ้าโลหะทดสอบ (working electrode; WE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode; RE) คือ ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) และขั้วไฟฟ้าวัดกระแส (counter electrode; CE) คือแท่งแพลตตินัม (Pt rod) พร้อมทั้งจุ่มเทอร์โมมิเตอร์ในสารละลายเพื่อวัดอุณหภูมิ

3.6.6.3 วัดเส้นโพลาไรเซชันของชิ้นงาน โดยแบ่งชิ้นงานออกเป็น 2 กลุ่ม คือ กลุ่มแรกทดสอบชิ้นงานในสารละลายที่มีเกลือโซเดียมคลอไรด์ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และกลุ่มที่สองทดสอบในสารละลายชนิดเดียวกันแต่ปล่อยก๊าซไฮโดเจรซัลไฟด์ในสารละลายจนอิ่มตัว โดยใช้อัตราการป้อนศักย์ไฟฟ้า (potential scanning rate) 0.1 มิลลิโวลต์ต่อวินาที พื้นที่ของโลหะทดสอบที่จุ่มในสารละลายเท่ากับ 1.8 ตารางเซนติเมตร

3.6.6.4 หาค่า E_{corr}, E_{pp}, E_p และ I_{corr} จากเส้นโพลาไรเซชันที่ได้ แล้วคำนวณหาค่าอัตราการกัดกร่อน จากสมการข้างล่าง

$$CR = (3272 \cdot I_{corr} \cdot EW)/(d \cdot A) \qquad \text{(สมการที่ 3.1)}$$

โดย CR = corrosion rate (mm/year)

I_{corr} = corrosion current density (A)

EW = equivalent weight (g)

d = density (g/cm^3)

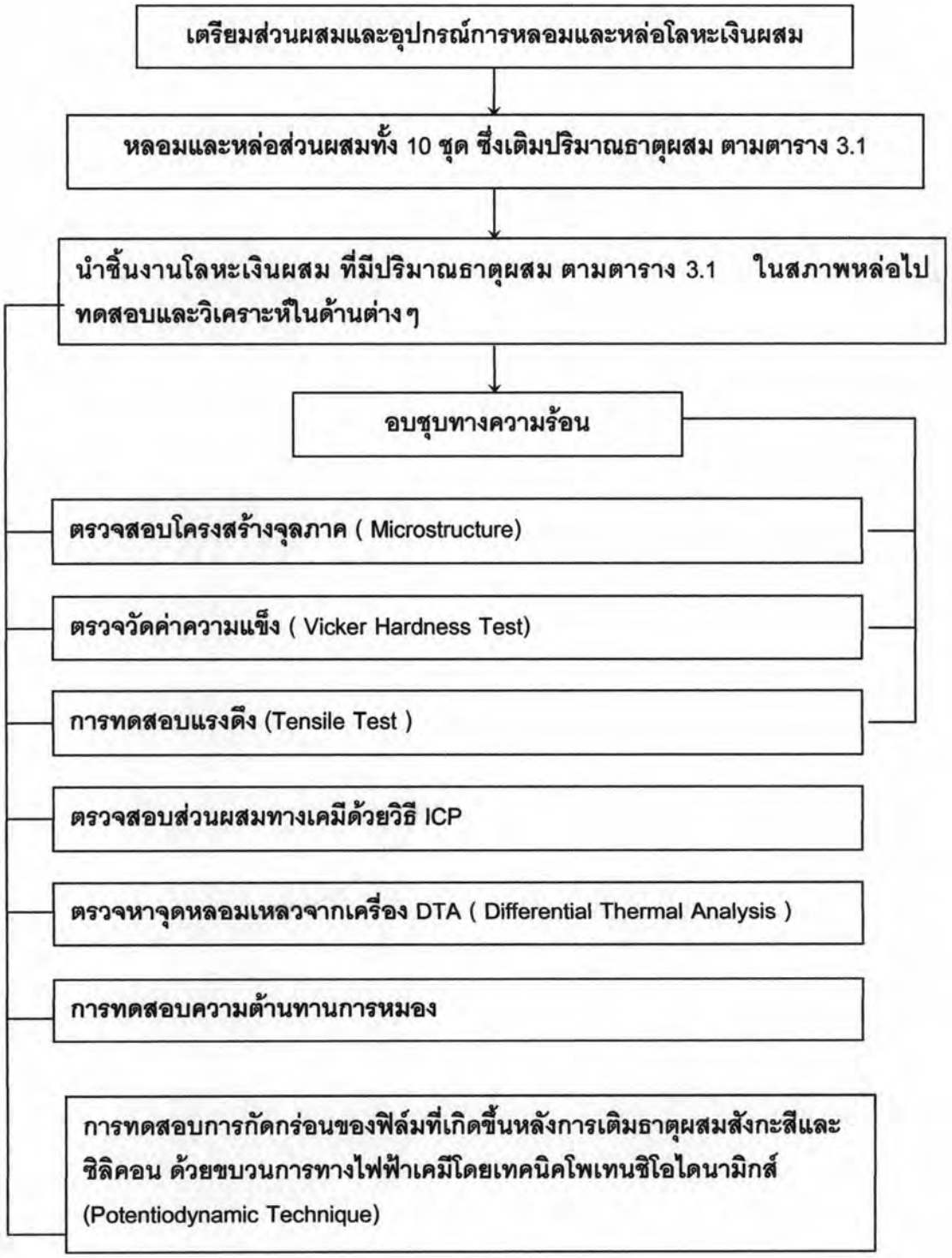
A = surface area (cm^2)

3.6.6.5 วิจารณ์พฤติกรรมการกัดกร่อนของโลหะทดสอบและสรุปผล

3.6.7 การตรวจหาจุดหลอมเหลวจากเครื่อง DTA (Differential Thermal Analysis)

นำตัวอย่างชิ้นงานไปตัดให้มีขนาดเล็กๆ จากนั้นนำไปตะไบให้ได้น้ำหนักประมาณ 200 มิลลิกรัม แล้ววางไว้ในเครื่อง DTA บรรยากาศไนโตรเจน โดยให้ความร้อนด้วยอัตรา $10^{o}C$ ต่อนาที โดย DTA จะเป็นเทคนิคที่ใช้วัดความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างชิ้นตัวอย่างกับวัสดุอ้างอิงซึ่งใช้อะลูมินาโดย ถูกวัดในรูปฟังก์ชั่นของอุณหภูมิเพื่อวัดหาจุด Liquidus และ Solidus ได้ จากนั้นนำค่าที่ได้มาวิเคราะห์และสรุปผล

แผนภูมิกระบวนการทดลอง



I 2529684 X