บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินงาน

3.1.1 อุปกรณ์ในการทำแม่พิมพ์ยาง

3.1.1.1 กรอบอะลูมิเนียมวัดขนาดแม่พิมพ์ (Aluminium mold frame)

3.1.1.2 ยางสำหรับทำแม่พิมพ์ (Mold rubber)

3.1.1.3 มีดผ่าแม่พิมพ์ (Mold knife)

3.1.1.4 หัวจุกทางน้ำโลหะเข้า (Spure former)

3.1.1.5 ต้นแบบตัวเรือน (Jewelry model)

3.1.1.6 เครื่องอัดแม่พิมพ์ยาง (Vulcanizer machine)

3.1.2 อุปกรณ์ในการหล่อเทียนและติดต้น

3.1.2.1 เครื่องฉีดเทียน (Wax injector)

3.1.2.2 เทียน (Wax)

3.1.2.3 สเปรย์ แป้ง และแปรงสำหรับทำความสะอาดแม่พิมพ์ยาง

3.1.2.4 ฐานยาง (Sprue base)

3.1.2.5 หัวแร้งไฟฟ้า

3.1.3 อุปกรณ์ในการทำแม่พิมพ์ปูนหล่อและอบเผา

3.1.3.1 กระบอกหล่อ

3.1.3.2 ปูนปลาสเตอร์หล่อแบบต้นเทียน

3.1.3.3 ถังผสมปูนหล่อ

3.1.3.4 เครื่องผสมปูนหล่อ

3.1.3.5 เครื่องสุญญากาศ (Vacuum machine)

3.1.3.6 กระบอกตวงน้ำและตาชั่ง

3.1.3.7 เตาอบแม่พิมพ์

3.1.4 อุปกรณ์ในการหล่อและหลอมโลหะ

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.4.1 เตาหล่อและหลอมแบบสุญญากาศ Yasui VPC(Vacuum pressure casting machine) พร้อมอุปกรณ์ที่ใช้ในการหลอมโลหะ

3.1.4.2 กระบอกหล่อที่ได้จากการอบเผาแม่พิมพ์ปูนหล่อ

3.1.4.3 อุปกรณ์อื่นๆที่ใช้ในการหลอมและหล่อโลหะ

3.1.4.4 เครื่องทำความสะอาดชิ้นงานความดันสูง

3.1.5 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.5.1 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope)

3.1.5.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope)

3.1.5.3 Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

3.1.5.4 เครื่องทดสอบแรงดึง (Universal Tensile Testing machine)

3.1.5.5 เครื่องวัดความแข็งแบบไมโครวิคเกอร์ (Vickers Hardness Testing machine)

3.1.5.6 เครื่องมือวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (Atomic Absorption Spectroscopy; AAS)

3.2 วัตถุดิบ

3.2.1 เม็ดโลหะเงินบริสุทธ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์

3.2.2 เม็ดโลหะทองแดงบริสุทธ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์

3.2.3 เม็ดโลหะผสมทองแดงและดีบุก : 89%Cu-11%Sn โดยน้ำหนัก

3.3 สารเคมี

3.3.1 แอลกอฮอล์

3.3.2 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)

3.3.3 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์(H_2O_2)

3.3.4 กรดกัดแก้ว (HF)

3.3.5 น้ำกลั่น

3.3.6 ผงเพชร (Diamond paste) ขนาด 3, และ ¼ ไมครอน

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 สืบค้นข้อมูลจากเอกสารต่างๆทั้งในประเทศและต่างประเทศ

3.4.2 ศึกษาส่วนผสมทางเคมีของโลหะทองแดงผสมดีบุกที่นำมาใช้เป็นวัตถุดิบ

3.4.3 ทดลองหล่อชิ้นงานและศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกลของชิ้นงานหล่อ

3.4.3.1 ทำต้นแบบตัวเรือนแผ่นสี่เหลี่ยมผืนผ้าที่ทำจากโลหะเงินสเตอร์ลิง ขนาดกว้าง 9 มิลลิเมตร ยาว 26 มิลลิเมตร และหนา 1.5 มิลลิเมตร และต้นแบบที่ใช้ทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E 8M-96 มาทำแม่พิมพ์ยางเพื่อใช้ในการฉีดเทียนและนำไปหล่อต่อไป

3.4.3.2 ฉีดเทียนที่หลอมละลายให้เข้าไปในแม่พิมพ์ยางด้วยเครื่องฉีดเทียน ได้แบบเทียนลักษณะสี่เหลียมผืนผ้าและลักษณะตามแบบมาตรฐาน ASTM E8 M-96

3.4.3.3 นำแบบเทียน (Wax pattern) ที่ได้มาติดต้นเทียนเพื่อจัดให้เป็นกลุ่มอย่างมีระเบียบเพื่อสามารถหล่อชิ้นงานได้ครั้งละจำนวนมาก

3.4.3.4 ชั่งน้ำหนักต้นเทียนที่ได้ เพื่อนำไปคำนวณหาส่วนผสมโลหะที่ต้องการหล่อ

3.4.3.5 นำต้นเทียนใส่ในกระบอกหล่อแล้วตวงอัตราส่วนระหว่างปูนหล่อและน้ำให้เหมาะสม โดยให้น้ำมีน้ำหนัก 37 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักปูนหล่อ

3.4.4 ผสมปูนหล่อกับน้ำด้วยเครื่องผสมปูนหล่อ แล้วดูดอากาศออกจากเนื้อปูนหล่อด้วยเครื่องสุญญากาศ (Vacuum machine) หลังจากนั้นเทปูนลงในกระบอกหล่อ แล้วดูดอากาศออกอีกครั้ง

3.4.5 รอให้กระบอกปูนหล่อแห้งโดยทิ้งไว้ในสภาวะปกติแล้วนำกระบอกปูนหล่อเข้าเตาอบเผาแม่พิมพ์ปูนหล่อ เพื่อขจัดเทียนออกจากแม่พิมพ์ปูนหล่อ โดยเพิ่มอุณหภูมิเตาขึ้นช้าๆแล้วคงที่ไว้ที่อุณหภูมิ 580 °C ใช้เวลาในการอบเผาทั้งสิ้นประมาณ 12 ชั่วโมง

3.4.6 เตรียมส่วนผสมและอุปกรณ์ในการหล่อและหลอมโลหะผสมเงินสเตอร์ลิงทั้ง 8 ชุด โดยชั่งน้ำหนักเม็ดเงินบริสุทธิ์ 99.99% เม็ดทองแดงบริสุทธิ์ 99.99% และโลหะผสมทองแดง-ดีบุก 89 : 11 โดยน้ำหนัก ให้มีปริมาณดีบุกดังนี้ 0, 0.33, 0.39, 0.46, 0.52, 0.59, และ 0.65 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก หลอมและหล่อโลหะผสมด้วยเครื่องหลอมและหล่อแบบสุญญากาศแล้วหล่อที่อุณหภูมิ 1010°C สำหรับโลหะเงินสเตอร์ลิงผสมทองแดงและโลหะเงินสเตอร์ลิงผสมทองแดงและดีบุก

3.4.7 นำแม่พิมพ์ออกจากเครื่องหล่อโลหะ ทิ้งไว้ให้โลหะเย็นตัวลงประมาณ 30 นาที แล้วนำแม่พิมพ์ไปทำความสะอาดชิ้นงานหล่อด้วยเครื่องฉีดน้ำความดันสูง เพื่อทำลายปูนหล่อออกจากกระบอกหล่อ

3.4.8 นำต้นชิ้นงานโลหะที่ได้ทำความสะอาดด้วยการจุ่มกรดกัดแก้วเพื่อกัดผิวชิ้นงานให้สะอาด ตัดแต่งและขัดชิ้นงาน เพื่อนำไปทดสอบต่อไป

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมของเงินสเตอร์ลิงที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับชุด	ส่วนผสม (%wt)		
	เงิน	ทองแดง	ดีบุก
1	92.5	7.50	-
2	93.5	6.50	-
3	93.5	6.17	0.33
4	93.5	6.11	0.39
5	93.5	6.04	0.46
6	93.5	5.98	0.52
7	93.5	5.91	0.59
8	93.5	5.85	0.65

3.4.9 ศึกษากระบวนการบ่มเพิ่มความแข็ง โดยนำชิ้นงานมาบ่มเพิ่มความแข็ง วิเคราะห์ วัดค่าความแข็งและค่าแรงดึง

3.4.9.1 นำชิ้นงานหล่อที่ได้จากแบบหล่อด้นเทียนมาทำการอบชุบทางความร้อน (Heat Treatment) เพื่อเพิ่มสมบัติทางกลโดยอุณหภูมิในการอบให้เป็นเนื้อเดียวกันคือ 750 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4.9.2 จุ่มลงในน้ำอย่างรวดเร็วเพื่อลดอุณหภูมิลงถึงอุณหภูมิห้อง

3.4.9.3 บ่มเพิ่มความแข็งชิ้นงานที่ผ่านการอบเป็นสารละลายของแข็งเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิ 260°C และ 350°C โดยใช้ระยะเวลาการบ่ม 0, 7, 15, 30, 60, 120 และ 240 นาที ตามลำดับ

3.4.9.4 นำชิ้นงานหล่อที่ได้จากแบบหล่อต้นเทียนและหลังจากการบ่มเพิ่มความแข็งมาทดสอบแรงดึง ค่าความแข็ง ทดสอบหาจุดหลอมเหลวจากเครื่อง DTA ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง วิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีด้วย AAS และ ICP

3.4.9.5 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

3.4.10 การตรวจสอบสีผิวหลังจากทำการอบให้ความร้อน

3.4.10.1 นำชิ้นงานส่วนที่เป็นลำต้นมาตัดเป็นท่อนรูปทรงกระบอก ทั้ง 8 ส่วนผสม มาเตรียมผิวโดยขัดผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ

3.4.10.2 นำชิ้นงานที่ขัดผิวแล้วไปอบให้ความร้อนในเตาที่สภาวะบรรยากาศที่อุณหภูมิ 750°Cเป็นเวลา 1ชม.

3.4.10.3 นำออกจากเตา ทิ้งไว้ให้เย็นตัวในอากาศ แล้วสังเกตดูสีผิวของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปบันทึกผล

3.4.10.4 วิเคราะห์และสรุปผล

3.5 ระเบียบและวิธีการตรวจสอบวิเคราะห์ผล

3.5.1 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุเงิน ทองแดง ด้วยเครื่องมือ Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

ส่งชิ้นตัวอย่างทดสอบไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุเงิน ทองแดงและดีบุก ที่บริษัท ยูมิคอร์ พรีเซียส เมทัลส์ (ประเทศไทย) จำกัด ด้วยเครื่องมือ AAS

การวิเคราะห์ปริมาณของธาตุด้วย AAS ทำได้โดย

3.5.1.1 ชั่งตัวอย่างไว้ปริมาณ 0.3 กรัม ละลายในกรดไนตริกเข้มข้นจำนวน 10 มิลลิเมตร

3.5.1.2 ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง จนละลายหมดแล้วจากนั้นผสมน้ำให้ได้ปริมาตรรวม 50 มิลลิลิตร

3.5.1.3 จากนั้นทำการวิเคราะห์ปริมาณของทองแดง โดยนำไปเผาด้วย air-acetylene โดยใช้ความร้อนประมาณ 2300 °C เพื่อทำให้สารละลายเกิดการแตกตัวเป็น

อะตอมอิสระ แล้วทำการฉายลำแสงที่เป็นสเปกตรัมของธาตุทองแดงเพื่อกระตุ้นอะตอมอิสระให้เข้าสู่สภาวะ excited state

3.5.1.4 ตรวจวัดค่าพลังงานของสเปกตรัมเทียบกับตอนเริ่มต้น จะทำให้ทราบพลังงานส่วนที่ถูกดูดกลืนไป แล้วนำค่าที่ได้มาเทียบกับค่ามาตรฐานของเครื่องมือ จะทำให้ทราบว่าชิ้นงานที่นำมาทดสอบมีส่วนผสมของโลหะที่ต้องการทราบเป็นปริมาณเท่าใด

3.5.2 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุดีบุก ด้วยเครื่องมือ ICP

ส่งชิ้นตัวอย่างทดสอบไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุดีบุก ที่ศูนย์พัฒนาอัญมณีและเครื่องประดับแห่งชาติ ด้วยเครื่องมือ ICP

การวิเคราะห์ปริมาณของธาตุด้วย ICP ทำได้โดย

3.5.2.1 ชั่งตัวอย่างปริมาณ 0.3 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นจำนวน10 มล.

3.5.2.2 ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง จนละลายหมดแล้ว จากนั้นผสมน้ำให้ได้ปริมาตรรวม 50 มล.

3.5.2.3 จากนั้นทำการวิเคราะห์สารละลายโดยสารละลายจะถูกเปลี่ยนให้เป็นละอองแล้วถูกพาเข้าพลาสมาของ ICP torch ซึ่งสารละลายจะแห้งเป็นไอกลายเป็นอะตอมแล้วเกิดการกระตุ้น อะตอมที่ถูกกระตุ้นจะเปล่งแสงซึ่งมีลักษณะเฉพาะออกมา

3.5.2.4 แสงที่เกิดขึ้นนี้จะผ่านเข้าไปในเครื่องสเปกโทรมิเตอร์ เพื่อแยกเอาเฉพาะแสงที่ต้องการวัดที่ความยาวคลื่นที่ต้องการ แล้วให้แสงดังกล่าวตกลงบนดีเทคเตอร์ เพื่อวัดออกมาเป็นสัญญาณซึ่งสามารถเปลี่ยนเป็นความเข้มข้นได้

3.5.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.5.3.1 เตรียมชิ้นงานโดยการตัดชิ้นงานหล่อ แล้วเตรียมผิวโดยการขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000และ1200 ตามลำดับ แล้วขัดละเอียด(Polishing) ด้วยผงเพชรขนาด 3, 1 และ ¼ ไมครอน ตามลำดับ ล้างคราบสกปรกด้วยน้ำและอัลกอฮอล์ เป่าให้แห้ง

3.5.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด (SEM) พร้อมกับ ตรวจสอบปริมาณของธาตุผสมในเฟสหรือโครงสร้างที่พบด้วย EDX

3.5.3.3 จากนั้นนำไปกัดผิวชิ้นงานด้วยสารละลาย 50%H_2O_2+25%NH_4O+25%H_2O โดยใช้เวลาประมาณ 5-10 วินาที

3.5.3.4 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงแล้วถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 100 , 200 และ 500 เท่า

3.5.3.5 วิเคราะห์และสรุปผล

3.5.4 การตรวจวัดค่าความแข็ง

3.5.4.1 ขัดชิ้นงานให้ได้ระนาบและขนานกันทั้ง 2 ด้านด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และ 1200 แล้วขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 3, 1, และ ¼ ไมครอนตามลำดับ ล้างคราบสกปรกด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เป่าให้แห้ง

3.5.4.2 วัดค่าความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ระบบดิจิตอลตามมาตรฐาน ASTM E92-82 โดยใช้น้ำหนักกด 1 กิโลกรัม เป็นเวลา 10 วินาที

3.5.4.3 วัดขนาดรอยกดทั้ง 2 แกน (d_1และd_2) แล้วคำนวณค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV)

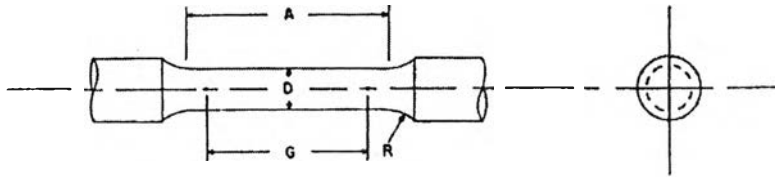
3.5.4.4 หาค่าเฉลี่ยของความแข็งแล้ววิเคราะห์และสรุปผล

3.5.5 การตรวจหาจุดหลอมเหลวจากเครื่อง DTA(Differential Thermal Analysis)

นำตัวอย่างชิ้นงานไปตัดให้มีขนาดเล็กๆ จากนั้นนำไปตะไบให้ได้น้ำหนักประมาณ 200 มิลลิกรัม แล้ววางไว้ในเครื่อง DTA บรรยากาศไนโตรเจน โดยให้ความร้อนด้วยอัตรา 10°C ต่อนาที โดย DTA จะเป็นเทคนิคที่ใช้วัดความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างชิ้นตัวอย่างกับวัสดุอ้างอิง ซึ่งใช้อะลูมินาโดย ถูกวัดในรูปฟังก์ชั่นของอุณหภูมิเพื่อวัดหาจุด Liquidus และ Solidusได้

3.5.6 การทดสอบแรงดึง

ต้นแบบชิ้นงานทดสอบตามมาตรฐาน ASTM E 8M-96 ดังรูปที่ 3.1 จะถูกนำไปทำเป็นแม่พิมพ์ยางเพื่อใช้สำหรับหล่อชิ้นงาน



G-Guagelength = 20.0 ± 0.1 mm

D-Diameter = 4.0 ± 0.1 mm

R-Radius of fillet =4.0 mm

A-Length of reduced section = 24.0 mm

รูปที่ 3.1 ภาพชิ้นงานทดสอบแรงดึง(18)

3.5.6.1 นำชิ้นงานทั้ง 8 ชุด ที่มีส่วนผสมของเงินสเตอร์ลิงทั้งในสภาพหล่อและภายหลังทำการอบชุบทางความร้อน มาทดสอบแรงดึงด้วย เครื่องทดสอบแรงดึง Universal tensile test ระบบอัตโนมัติ ขนาด 150 kN รุ่น series IX โดยบริษัท Instron Corporation กำหนดความเร็วในการดึง 0.5 มิลลิเมตรต่อนาทีเพื่อหาค่าต่างๆ คือ ค่าแรงดึงสูงสุด(Tensile Strength) ค่าแรงดึงที่จุดคราก(Yield Strength) ค่ามอดุลัสยืดหยุ่น(Young's Modulus) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (%Elongation)

3.5.6.2 วิเคราะห์และสรุปผล

แผนภูมิกระบวนการทดลอง