บทที่ 3

ระเบียบวิธีการทดลอง

3.1 วัตถุดิบที่ใช้ และการเตรียม

เตรียมโลหะทองคำผสม 18 กะรัต (75 %Au) จากแท่งทองคำบริสุทธิ์ , เม็ดทองแดงและเงินบริสุทธิ์ ซึ่งมีความบริสุทธิ์ดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยการหลอมที่อุณหภูมิ 1,100 °C ด้วยเตาเหนี่ยวนำไฟฟ้า (Induction furnace) แล้วเทลงในแบบที่ทำด้วยเหล็กกล้า ให้ได้แท่งทองคำผสม 18 กะรัต ขนาดหน้าตัดประมาณ 6X15 mm^2 แท่งทองคำที่เตรียมมีทั้งหมดสี่แท่งซึ่งมีส่วนผสมทางเคมีต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 แสดงความบริสุทธิ์ของโลหะ ทองคำ , ทองแดง และ เงินบริสุทธิ์ที่ใช้

ชนิดของโลหะ	ค่าความบริสุทธิ์
แท่งทองคำ (Au) บริสุทธิ์	99.99 %
เม็ดทองแดง (Cu) บริสุทธิ์	99.9 %
เม็ดเงิน (Ag) บริสุทธิ์	99.9%

ตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมทางเคมีของแท่งทองคำผสม 18 กะรัตที่เตรียมสำหรับการทดลอง

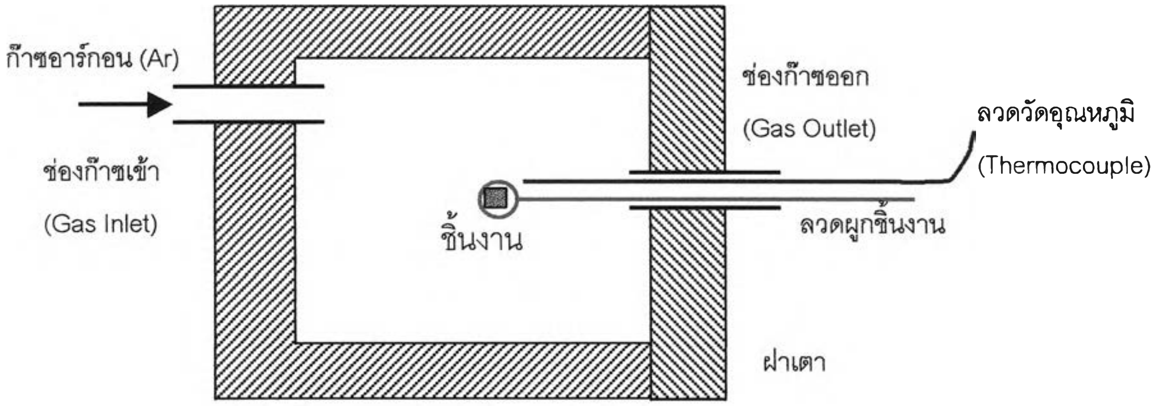
ชิ้นงาน	ส่วนผสมทางเคมี (%) *		
	Au	Cu	Ag
750Au-050Cu-200Ag	74.878	5.388	19.734
750Au-100Cu-150Ag	74.597	12.527	12.876
750Au-150Cu-100Ag	75.096	16.005	8.899
750Au-200Cu-050Ag	74.401	21.301	4.298

หมายเหตุ * ปริมาณ Au และ Ag วัดด้วยวิธี Gravimetric ส่วน ปริมาณ Cu ได้จากการคำนวณ

3.2 เครื่องมือ / อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1) เตาอบ (Furnace) ที่ใช้ และการใส่ชิ้นงาน

เตาอบที่ใช้ :	เตามัฟเฟิล (Muffle furnace) ซึ่งมีลักษณะดังรูปที่ 3.1
การควบคุมบรรยากาศ :	ปกคลุมด้วยก๊าซอาร์กอน 99.9 % โดยการเป่าเข้าทางช่องก๊าซเข้า (Gas Inlet) ของเตาด้วยอัตรา 10 ลิตร/นาที นานอย่างน้อย 10 นาที จากนั้นลดลงเป็น 6 ลิตร/นาที ตลอดการใช้งาน
การควบคุมอุณหภูมิ :	ยึดตามอุณหภูมิที่อ่านได้จากลวดวัดอุณหภูมิ (Thermocouple)ที่สอดเข้าทางช่องก๊าซออก (Gas Outlet) ของเตา ให้ปลายของลวดวัดอุณหภูมิอยู่ใกล้กับตำแหน่งของชิ้นงานมากที่สุด ช่วงอุณหภูมิที่สามารถควบคุมได้แสดงดังตารางที่ 3.3
การใส่ชิ้นงาน :	เมื่ออุณหภูมิเตาที่อ่านจาก ลวดวัดอุณหภูมิได้ตามที่ต้องการ จึงใส่ชิ้นงานซึ่งผูกด้วยลวดเข้าทางช่องก๊าซออกโดยไม่ต้องเปิดฝาเตา ทั้งนี้เพื่อป้องกันการลดลงของอุณหภูมิจากการเปิดฝาเตาเพื่อใส่ชิ้นงาน



รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะเตาอบและการใส่ชิ้นงาน

3.2.2) เครื่องวัดอุณหภูมิ และลวดวัดอุณหภูมิ

ลวดวัดอุณหภูมิที่ใช้ :	ลวดวัดอุณหภูมิชนิดเค (K-typed thermocouple)
เครื่องวัดอุณหภูมิ :	ยี่ห้อ Kane-May รุ่น KM340

3.2.3) เครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness Tester)

ยีห้อ / รุ่น :	ยี่ห้อ LECO รุ่น M-400H1
อุปกรณ์เสริม :	เครื่องพิมพ์ (Printer) ค่าความแข็งที่วัดได้
มาตรฐานที่ใช้ :	JIS Z 2244

3.2.4) กล้องจุลทัศน์แบบแสง (Optical microscope)

กล้องจุลทัศน์แบบแสง : ยี่ห้อ Nikon รุ่น Epiphot 300

อุปกรณ์เสริม : ติดตั้งอุปกรณ์ถ่ายภาพ พร้อมอุปกรณ์สร้างแถบบอกขนาด (Scale bar) ในภาพ และอุปกรณ์เสริมสำหรับแสดงภาพแบบดีไอซี (DIC Mode) ซึ่งแสดงภาพในรูป 3 มิติ

3.2.5) เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)

ตัวเครื่อง XRD: ยี่ห้อ Phillips รุ่น X'pert PW3710

ตารางที่ 3.3 แสดงช่วงอุณหภูมิเตาที่สามารถควบคุมได้สำหรับอุณหภูมิที่ต้องการต่าง ๆ

ค่าอุณหภูมิที่ต้องการ (°C)	ค่าอุณหภูมิที่ควบคุมได้ (°C)	วิธีการควบคุมอุณหภูมิเตา
100	98 - 101	ควบคุมด้วยมือ (manual)
150	148 – 152	ควบคุมด้วยมือ (manual)
200	198 – 204	ควบคุมอุณหภูมิโดยอัตโนมัติ
270	267 – 274	ควบคุมอุณหภูมิโดยอัตโนมัติ
300	298 – 304	ควบคุมอุณหภูมิโดยอัตโนมัติ
350	348 – 354	ควบคุมอุณหภูมิโดยอัตโนมัติ
800	793 – 807	ควบคุมอุณหภูมิโดยอัตโนมัติ

3.3 ตัวแปรในการทดลอง

3.3.1) ตัวแปรที่จะวัดผล (Response Variables)

- ความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness)
- โครงสร้างจุลภาค (Microstructure)
- โครงสร้างที่เป็นระเบียบ (Ordered Structure)

3.3.2) ตัวแปรที่ต้องการศึกษา (Factors Under Study)

- ส่วนผสมทางเคมีของชิ้นงาน

ทำการทดลองชิ้นงาน 4 ส่วนผสมทางเคมี ดังนี้

- Au 75 wt % Cu 5 wt % Ag 20 wt % (750Au – 050Cu – 200Ag)
- Au 75 wt % Cu 10 wt % Ag 15 wt % (750Au – 100Cu – 150Ag)
- Au 75 wt % Cu 15 wt % Ag 10 wt % (750Au – 150Cu – 100Ag)
- Au 75 wt % Cu 20 wt % Ag 5 wt % (750Au – 200Cu – 050Ag)

- อุณหภูมิในการบ่มเพิ่มความแข็ง (Aging temperature)
    - ค่าปรับเปลี่ยน : 150 , 200 , 270 , 300 และ 350 °C
- เวลาในการบ่มเพิ่มความแข็ง (Aging time)
    - ปรับเปลี่ยนเวลาในการบ่มในช่วง 0 – 180 นาที โดยพิจารณาจากผลการทดลอง ทั้งนี้ เพื่อตัดการทดลองที่ไม่จำเป็น

3.3.3) ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่ (Background Variables) และการควบคุม

- เปอร์เซ็นต์การลดขนาดของชิ้นงานเริ่มต้น
    - ชิ้นงานที่ใช้ในการทดลองทั้งหมด เป็นชิ้นงานที่ผ่านการรีดลดขนาดเป็นแผ่นบาง โดยมีเปอร์เซ็นต์การลดขนาด ในช่วง 90-93 เปอร์เซ็นต์
- อัตราการเย็นตัว และอัตราการรับความร้อนของชิ้นงาน

การควบคุมตัวแปรดังกล่าวทำโดยการควบคุมขนาดของชิ้นงาน อุณหภูมิเตา และอุณหภูมิของน้ำผสมน้ำแข็งที่ใช้เป็น Quenching media ให้คงที่ ตลอดการทดลอง ดังนี้

- ควบคุมชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 6X6 mm^2 หนา 0.5 mm,
- ควบคุมอุณหภูมิของน้ำผสมน้ำแข็งให้อยู่ในช่วง 0 – 2 °C
- ควบคุมอุณหภูมิเตาให้ได้ตามต้องการ ก่อนใส่ชิ้นงาน

- อุณหภูมิและเวลาในการอบเป็นสารละลายของแข็งเนื้อเดียว (Solution treatment)
    - อบที่ 800 °C นาน 60 นาที

3.4 ระเบียบวิธีการทดสอบ/ตรวจวัด ตัวแปรที่จะวัดผล (Response Variables)

3.4.1) การทดสอบความแข็งระดับจุลภาค

- เตรียมผิวชิ้นงานโดยการขัดหยาบ (Grinding) ด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดละเอียด (Polish) ด้วยผงเพชรขนาด 3 ไมครอน , 1 ไมครอน และ ¼ ไมครอน
- ตรวจวัดค่าความแข็งแบบวิคเกอร์ (Vicker) โดยกดด้วยน้ำหนักกด 100 กรัม หรือ 200 กรัม เวลาในการกด (Dwelling time) 10 วินาที หลังจากวัดระยะทะแยงมุมของรอยกด (Indent) ทั้งสองแกนแล้ว เครื่องจะคำนวณเป็นค่าความแข็ง จากสมการข้างล่าง

$$HV = 1.8544P / a^2$$

P = น้ำหนักกด (กิโลกรัม)

a = ระยะทะแยงมุมของรอยกด (มม.)

- ทำการสุ่มวัดความแข็งในจุดต่าง ๆ ของชิ้นงาน 9-12 จุด โดยในแต่ละจุดที่กดวัดความแข็งจะอ่านค่าความแข็ง 2 ครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ยได้เป็นความแข็งเฉลี่ยของแต่ละจุด จากนั้นจึง

นำค่าความแข็งเฉลี่ยที่ได้ทั้งหมด มาคิดค่าเฉลี่ยเป็นความแข็งเฉลี่ยของชิ้นงาน ตำแหน่งในการวัดแต่ละจุดต้องมีจุดศูนย์กลางห่างกันอย่างน้อย 4 เท่าของระยะทะแยงมุมของรอยกด และห่างจากขอบชิ้นงานไม่น้อยกว่า 2.5 เท่าของระยะทะแยงมุมของรอยกด (ตามมาตรฐาน JIS Z 2244)

3.4.2) การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

- เตรียมผิวชิ้นงานด้วยการขัดหยาบ (Grinding) ด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดละเอียด (Polish) ด้วยผงเพชรขนาด 3 ไมครอน , 1 ไมครอน และ ¼ ไมครอน
- กัด (etch) ด้วยสารละลายดังรายละเอียดในตารางที่ 3.4
- ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงโดยใช้การแสดงภาพแบบ DIC ซึ่งจะเห็นภาพโครงสร้างจุลภาคแบบ 3 มิติ

ตาราง 3.4 แสดงรายละเอียดการกัด (Etch) ด้วยสารละลายต่าง ๆ

สารละลาย	เวลาจุ่ม	วัตถุประสงค์
10%KCN + 10%$(NH_4)_2S_2O_3$ อัตราส่วน 1:1	30 - 60 วินาที	แสดงขอบเกรน
30 %ของ [Conc.HCl + Conc.HNO_3 อัตราส่วน 3:1] เจือจางในน้ำ	1-30 วินาที	แสดงรายละเอียดภายในเกรน

3.4.3) การตรวจสอบโครงสร้างที่เป็นระเบียบด้วยเครื่อง XRD

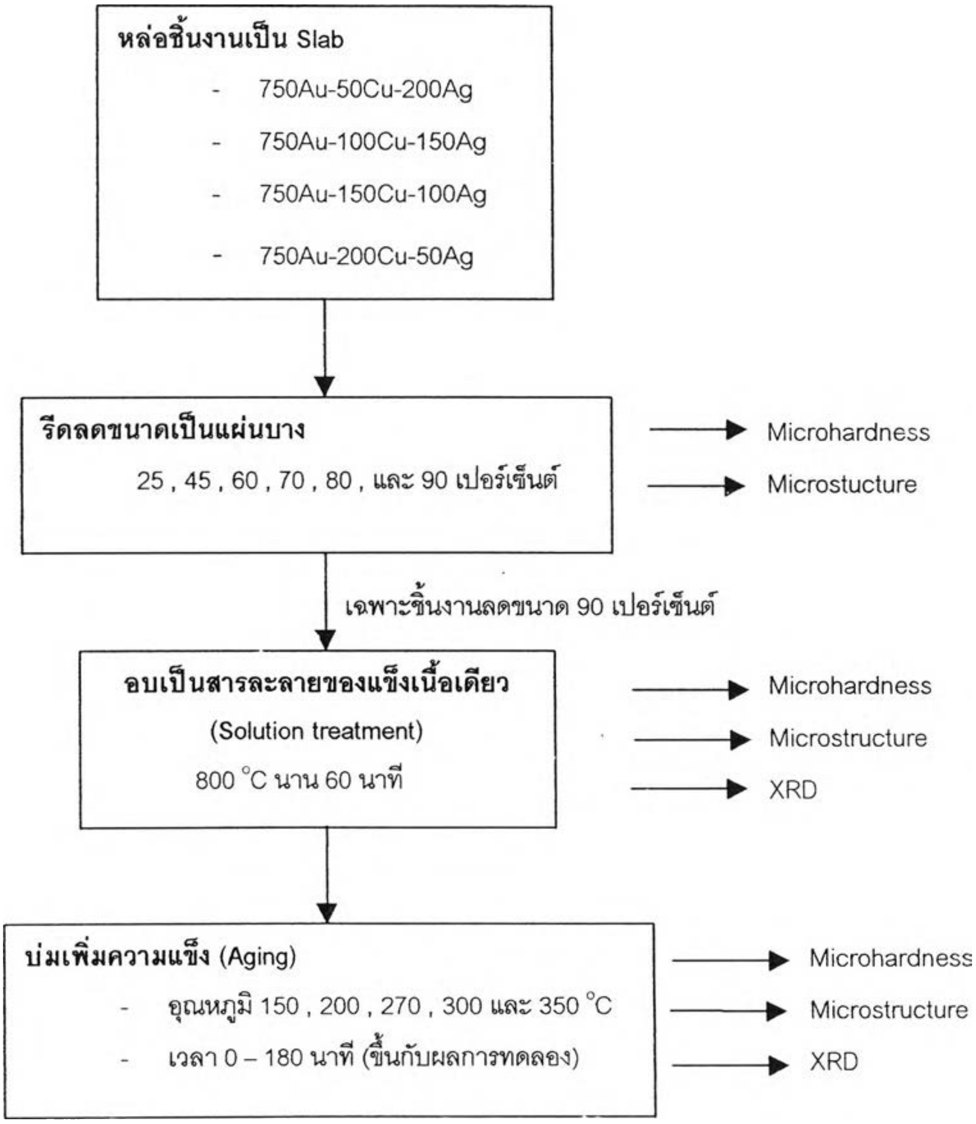
- เตรียมผิวชิ้นงานด้วยการขัดหยาบ (Grinding) ด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วขัดละเอียด (Polish) ด้วยผงเพชรขนาด 3 ไมครอน , 1 ไมครอน และ ¼ ไมครอน
- ทดสอบหา XRD pattern ของชิ้นงาน ที่มุม 2θ ตั้งแต่ 0 ถึง 80 องศา

3.5 ขั้นตอนการทดลอง

ขั้นตอนการทดลอง แสดงดังในรูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทดลอง ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ :

1. เตรียมแท่งทองคำผสมขนาดหน้าตัดประมาณ 6X15 mm^2 4 ส่วนผสม คือ 750Au-50Cu-200Ag , 750Au-100Cu-150Ag , 750Au-150Cu-100Ag และ 750Au-200Cu-50Ag จากผงโลหะทองคำ , เงิน และทองแดง โดยการหล่อในแบบเหล็ก
2. นำชิ้นงานที่ได้ไปรีดลดขนาดเป็นแผ่นบาง โดยมีเปอร์เซ็นต์การลดความหนาเป็น 25 , 45 , 60 , 70 , 80 , และ 90 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิคเกอร์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3. นำชิ้นงานที่ผ่านการรีดลดขนาด 90 เปอร์เซ็นต์ ไปทำการอบเป็นสารละลายของแข็งเนื้อเดียว (Solution treatment) โดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 1 ชั่วโมง แล้วรีบจุ่มในน้ำผสมน้ำแข็งทันที จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิคเกอร์ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง และตรวจสอบโครงสร้างที่เป็นระเบียบด้วยเครื่อง XRD
4. นำชิ้นงานที่ผ่านการอบเป็นสารละลายของแข็งเนื้อเดียวแล้วตามข้อ 3 ไปทำการบ่มเพิ่มความแข็ง (Aging) โดยการบ่มในเตาอบที่อุณหภูมิและเวลาตามที่ต้องการ เมื่อได้เวลาตามที่ต้องการแล้ว ดึงชิ้นงานออกจากเตาแล้วรีบจุ่มในน้ำผสมน้ำแข็งทันที จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิคเกอร์ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง และตรวจสอบโครงสร้างที่เป็นระเบียบด้วยเครื่อง XRD
5. ทำการทดลองซ้ำตามข้อ 4. ตัวแปรต่าง ๆ ตามรายละเอียดในหัวข้อ 3.3.2)



รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทดลอง