

### บทที่ 3

## กระบวนการดำเนินงานวิจัย

### 3.1 เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

#### 3.1.1 เตาหลอมอินดักชัน และอุปกรณ์หล่อหลอมโลหะ

- 3.1.1.1 เตาหลอมแบบเหนี่ยวนำไฟฟ้า ( Induction Furnace ) พร้อมเครื่องระบายความร้อนด้วยน้ำไหลเวียนภายในแบบระบบปิด
- 3.1.1.2 เทอร์โมคัปเปิลชนิด R-Type วัดอุณหภูมิช่วง 700-1700 °C (  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  )
- 3.1.1.3 เบ้าหลอมกราไฟต์ขนาดปริมาตร 620 ลูกบาศก์เซนติเมตร ( ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร และความลึก 13 เซนติเมตร )
- 3.1.1.4 แท่งกราไฟต์กวนน้ำโลหะ
- 3.1.1.5 ท่อเซรามิกอะลูมินา 60 % ทนอุณหภูมิ 1300 C ขนาด 6\*10\*30 ม.ม.ปลายเปิด 2 ข้าง และขนาด 2 x 4 x 30 ม.ม. ปลายเปิด 2 ด้าน
- 3.1.1.6 รางหล่อ และแบบหล่อโลหะสำหรับเทน้ำโลหะ
- 3.1.1.7 เตาอบ หรือเครื่องพ่นไฟ ( Torch ) เพื่ออุ่นรางเทน้ำโลหะ
- 3.1.1.8 หลอดดูดน้ำโลหะ

#### 3.1.2 เครื่องมือวัดปริมาณออกซิเจนในโลหะหลอมเหลวอุณหภูมิสูง

เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบของแข็งออกไซด์ หรือ Oxygen Probe ชนิด DI. จากบริษัท Ceramics Oxide Fabrication จำกัด ประเทศออสเตรเลีย

#### 3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

- 3.1.3.1 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง ( Optical Microscope )
- 3.1.3.2 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด ( Scanning Electron Microscope ) และ EDX
- 3.1.3.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจน ( Elco Oxygen Analyser )
- 3.1.3.4 เครื่องมือวิเคราะห์ผิววัสดุ ( X-Ray Photo Electron Spectroscopy หรือ XPS )
- 3.1.3.5 เครื่องมือวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี ( Atomic Absorbtion Spectroscope )
- 3.1.3.6 เครื่องมือวัดค่าสีบนผิววัสดุสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ( Spectrophotometer )

### 3.2 วัสดุที่ใช้

- 3.2.1 เม็ดโลหะเงินบริสุทธิ์ ( Fine Silver ) ความบริสุทธิ์ 99.99 %
- 3.2.2 เม็ดโลหะทองแดง ( Cu ) ความบริสุทธิ์ 99.99 %
- 3.2.3 แคลเซียมซิลิไซด์ (  $CaSi_2$  ) ความบริสุทธิ์ 94-96 %
- 3.2.4 แผ่นฟอยล์โลหะเงิน ( Silver Foil ) ความบริสุทธิ์ 99.99 %

### 3.3 สารเคมี

- 3.3.1 กรดซัลฟูริก (  $H_2SO_4$  )
- 3.3.2 กรดโครมิก
- 3.3.3 กรดไฮโดรคลอริก (  $HCl$  )
- 3.3.4 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ หรือน้ำแอมโมเนีย (  $NH_4OH$  )
- 3.3.5 แอลกอฮอล์
- 3.3.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (  $H_2O_2$  )
- 3.3.7 น้ำกลั่น
- 3.3.8 โซเดียมซัลไฟด์ (  $Na_2S$  )

รูปที่ 3.1 เตาอินดักชันและอุปกรณ์พร้อม  
เครื่องระบายความร้อนแบบ  
ไหลเวียนภายใน



### 3.4 ขั้นตอนการทดลอง

#### 3.4.1 กรรมวิธีการหลอมเพื่อวัดออกซิเจนในน้ำโลหะ

- 3.4.1.1 เตรียมส่วนผสมโดยน้ำหนักระหว่างเงินและทองแดง เท่ากับ 92.5 ต่อ 7.5 % โดยให้ใช้น้ำหนักรวม 100 กรัม
- 3.4.1.2 ตั้งค่าอุณหภูมิของเตาหลอมไว้ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  เมื่ออุณหภูมิประมาณ  $600^{\circ}\text{C}$  ทำการเทเม็คโลหะเงินและทองแดงรวมกันในเบ้าหลอมกราไฟต์ จนอุณหภูมิคงที่  $1100^{\circ}\text{C}$  เริ่มจับเวลา แล้วทำการวัดออกซิเจนด้วยวิธีชักตัวอย่างด้วยการดูดน้ำโลหะด้วยท่ออะลูมินา ขนาด  $2 \times 4 \times 30$  มม. ปริมาณ 0.5-1.0 ลบ.ซม. ที่เวลา 0, 3, 5, 7, 10, 15, 19 นาที ตามลำดับในขณะเดียวกันทำการวัดออกซิเจนด้วยเครื่องวัดออกซิเจนทุกครั้งที่ทำกรชักตัวอย่าง เพื่อเปรียบเทียบค่าที่ได้จากทั้ง 2 วิธี
- 3.4.1.3 เหน้าโลหะที่เหลือในเบ้ากราไฟต์ในแบบหล่อโลหะสังเกตุการเกิดออกไซด์ที่ผิว
- 3.4.1.4 วิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนจากตัวอย่างด้วยเครื่องวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนในโลหะ ( Leco Oxygen Analyser, ดูรายละเอียดการวิเคราะห์ในหัวข้อ 3.5.2 )
- 3.4.1.5 คำนวณปริมาณออกซิเจนที่วัดได้ในหน่วยของ emf (Volt ) เป็น % โดยน้ำหนัก จาก Nernst's Equation เปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ทางเคมี
- 3.4.1.6 หลอมส่วนผสมใหม่โดยเปลี่ยนเป็นเดิมด้วยแคลเซียมซิติไซด์ 0.10 wt % ( ห่อด้วยเงินแผ่นบาง ) หลังจากหลอมเงินสเตอร์ลิงที่  $1100^{\circ}\text{C}$  ครบ 1 นาทีทันทีที่เดิมรีบทำการกวนเพื่อให้เกิดการละลายของแคลเซียมซิติไซด์และช่วยให้เนื้อโลหะสม่ำเสมอเร็วขึ้นเป็นเวลาประมาณ 1 นาที นับจากเวลานั้นทำการชักตัวอย่างน้ำโลหะ พร้อมกับวัดออกซิเจนในน้ำโลหะด้วยเครื่องวัดออกซิเจนที่เวลาหลังการกวน 0, 3, 6, 9, 14 นาที ตามลำดับ
- 3.4.1.7 วิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนทั้ง 2 วิธี เพื่อเปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนที่เหลือในโลหะของแข็งกับในโลหะหลอมเหลว
- 3.4.1.8 เตรียมส่วนผสมสำหรับหลอมในครั้งต่อไปโดยเพิ่มปริมาณของแคลเซียมซิติไซด์จาก 0.10 wt % เป็น 0.2, 0.3, 0.5, 0.75, 1.0 % โดยน้ำหนัก ทำการหลอมวิเคราะห์ออกซิเจนเช่นเดียวกับการเดิมด้วย 0.10 wt % ทุกขั้นตอน

### 3.4.2 กรรมวิธีการหลอมเพื่อทดสอบคุณสมบัติอื่น ๆ

- 3.4.2.1 หลอมส่วนผสมเริ่มต้นที่ 1100 °C เช่นเดียวกับการทดลองข้อ 3.4.1 หลังเติมแคลเซียมซัลไฟด์ ทำการกวนเป็นเวลา 1 นาทีจากนั้นทำการเทในแบบหล่อโลหะ โดยใช้ส่วนผสมเริ่มต้นชุดเดียวกับที่ใช้ในข้อ 3.4.1 คือ เงินสเตอร์ลิงที่ไม่เติมแคลเซียมซัลไฟด์ และเติมแคลเซียมซัลไฟด์ 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.75, 1.0 % โดยน้ำหนักจำนวน 2 ชุด โดยใช้เวลาหลอม 1 นาทีและ 6 นาทีหลังการเติมแคลเซียมซัลไฟด์ ตามลำดับ
- 3.4.2.2 หลอมส่วนผสมอีก 2 ชุดคือ เงินสเตอร์ลิงที่เติมแคลเซียมซัลไฟด์ 0.3 และ 0.5 %wt ตามลำดับและทั้งสองชุดใช้เวลาหลอม 3, 9, 14 นาทีหลังการเติมแคลเซียมซัลไฟด์ ก่อนเทโลหะหลอมเหลวลงสู่แบบหล่อ
- 3.4.2.3 ตัดชิ้นงานหล่อทั้งหมดที่เทในแบบหล่อในข้อ 3.4.2.1 ถึง 3.4.2.3 เพื่อทดสอบการหมอง ทดสอบความแข็ง ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค และวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี ( วิธีการทดสอบและวิเคราะห์ในหัวข้อ 3.5 )

### 3.5 วิธีการตรวจวัดออกซิเจน การวิเคราะห์ชิ้นงานตัวอย่างและการทดสอบคุณสมบัติของชิ้นงานหล่อ

#### 3.5.1 การวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีของโลหะผสม

##### 3.5.1.1 การวิเคราะห์ปริมาณของโลหะเงินด้วยการวิเคราะห์ตามมาตรฐาน ISO 11427

1. ตัดชิ้นงานตัวอย่างให้มีขนาดเล็กที่สุดเพื่อให้ง่ายต่อการทำละลายด้วยกรดจนได้ปริมาณ 0.1 กรัม
2. ละลายโลหะตัวอย่างด้วยกรดไนตริกผสมน้ำในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยปริมาตร โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 70°C โลหะเงินจะเกิดปฏิกิริยากับไนเตรทได้สารละลายเงินไนเตรทในน้ำ
3. ทำการไตเตรทเพื่อหาปริมาณของเงินในสารละลาย โดยใช้โพแตสเซียมโบรไมด์ ( KBr ) จนเริ่มเกิดตะกอนของเงินโบรไมด์ ( AgBr ) จำนวนปริมาณของ KBr ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
4. ใช้หลักการไฟฟ้าเคมี โดยมีอิเล็กโทรด Ag / AgBr ใช้สำหรับตรวจสอบการเกิดขึ้นของ AgBr ( Automatic Titration ) กรณีไตเตรทแบบธรรมดาใช้สาร

ละลายโพแทสเซียมไซโอไซยาไนด์ (KSCN) เข้มข้น 10 กรัม ต่อ ลิตร ๖. ใช้น้ำช่วยเฟอริกอะลัม 2-3 หยด สำหรับใช้เป็นอินดิเคเตอร์ ที่จะทำให้เห็นจุดเริ่มเกิดการเปลี่ยนสีในสารละลาย (N-Spot) เป็นสีชมพูอ่อนเกือบขาว

5. ใช้สารละลายมาตรฐาน AgBr ในการทดสอบเปรียบเทียบกับตะกอนที่เกิดขึ้นหลังการไตเตรท กรณีทำการไตเตรทแบบอัตโนมัติ

### 3.5.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณของธาตุผสม Si, Ca ด้วยวิธี Atomic Absorbtion

#### Spectroscopy

1. ชั่งตัวอย่างที่เตรียมไว้ปริมาณ 0.3 กรัม ละลายในกรดไนตริกเข้มข้น จำนวน 10 มิลลิลิตร
2. ใช้เวลา 2 ชั่วโมงให้เกิดการละลายจนหมด แล้วทำการไล่ก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ (สีน้ำตาล) ออกให้หมด จากนั้นผสมน้ำเพิ่ม (Dilute) ให้ได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
3. การวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอนในโลหะผสมโดยวิธี Graphite Furnace Atomic Absorbtion ค่าที่อ่านได้เป็นหน่วยของหนึ่งในพันส่วน ( ppb ) คำนวณกลับให้เป็น % โดยน้ำหนัก
4. การวิเคราะห์ปริมาณของแคลเซียมใช้วิธี Flameless Atomic Absorbtion ค่าที่อ่านได้เป็นหน่วยของหนึ่งในล้านส่วน ( ppm ) คำนวณกลับให้เป็น % โดยน้ำหนัก

### 3.5.2 วิธีการวัดออกซิเจนในโลหะหลอมเหลว

- 3.5.2.1 เตรียมเครื่องมือวัดออกซิเจน ทำการทดสอบการวัดอุณหภูมิของเครื่องวัดออกซิเจนในอากาศปกติก่อน โดยปรับปุ่มมิเตอร์ไปที่ Temp. ค่าที่อ่านได้จะแสดง 0.00 แสดงว่าเครื่องพร้อมใช้งาน ได้ก่อนทำการวัดออกซิเจนในโลหะหลอมเหลว ต้องอุ่นปลายหัววัดออกซิเจนให้ร้อนก่อนเป็นการปรับอุณหภูมิให้แก่อเซรามิก เพื่อป้องกันการแตกของท่อ เซรามิกเมื่อสัมผัสกับโลหะหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1100 °C
- 3.5.2.2 เมื่ออุณหภูมิที่ใช้หลอมโลหะคงที่ 1100 °C ค่อย ๆ จุ่มเฉพาะปลายของหัววัดออกซิเจน ( Sensor ) อย่างช้า ๆ เพื่อจุ่มวัดออกซิเจนซึ่งก่อนการอ่านค่าออกซิเจนที่มีหน่วยเป็นมิลลิโวลต์ควรอ่านค่าอุณหภูมิด้วยทุกครั้งเพื่อตรวจสอบ

ความถูกต้องของเครื่องวัด และการจุ่มวัดแต่ละครั้งไม่ควรนานเกิน 10 วินาที ที่อุณหภูมิ 1100 °C ทั้งนี้เพื่อให้เครื่องวัดทำงานได้สมบูรณ์คือ ค่าระดับของออกซิเจนที่ถูกต้องไม่สามารถวัดได้โดยถูกต้องในทันทีที่จุ่มปลายหัววัดสัมผัสกับโลหะหลอมเหลว โดยทำการจุ่มวัดที่เวลา 0, 5, 10, 15, 20 นาที สำหรับการหลอมเงินสเตอร์ลิงที่ไม่เคมเคลเคลเซียมซิลิไซด์ และสำหรับส่วนผสมเงินสเตอร์ลิงภายหลังการเคมด้วยเคลเคลเซียมซิลิไซด์จุ่มวัดที่เวลา 3, 6, 9, 14 นาที หลังการเคม

3.5.2.3 ก่อนและหลังอ่านค่าออกซิเจนเมื่อทำการวัดต้องอ่านค่าอุณหภูมิทุกครั้งเพื่อทดสอบความถูกต้อง

3.5.2.4 คำนวณออกซิเจนจากค่า emf ที่วัดได้โดยใช้ Nernst 's Equation ( คูภาค - ผนวก ก )

3.5.3 การวิเคราะห์ออกซิเจนด้วยวิธีใช้เครื่องวิเคราะห์ออกซิเจน ( Leco Oxygen - Analyser )

3.5.3.1 ทำการทำความสะอาดผิวชิ้นงานจากการชักตัวอย่าง ด้วยการดัดในกรดซัลฟูริก เข้มข้น 7-10 % หรือซักบางส่วนของผิวตัวอย่างที่ไม่ต้องการออก

3.5.3.2 ตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 1 กรัม แล้วนำไปทดสอบหาปริมาณออกซิเจนโดยอาศัยหลักการของเคมีความร้อน

3.5.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.5.4.1 เตรียมชิ้นงานโดยการตัดชิ้นงานหล่อ แล้วเตรียมผิวโดยการขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายจนถึงขนาด 1200 Grit และ Polishing ด้วยผงเพชรขนาด 9, 6, 3, 1 ไมครอน ตามลำดับ ล้างคราบสกปรกด้วยน้ำและอัลกอฮอล์ เป่าให้แห้ง จากนั้นกัดผิวชิ้นงานด้วยกรดโครโมซิลฟูริกเข้มข้น 0.76 % โดยปริมาตร

3.5.4.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง ถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 200 และ 500 เท่า

3.5.4.3 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง และตรวจสอบปริมาณของธาตุผสมในเฟส หรือโครงสร้างที่พบด้วย EDX

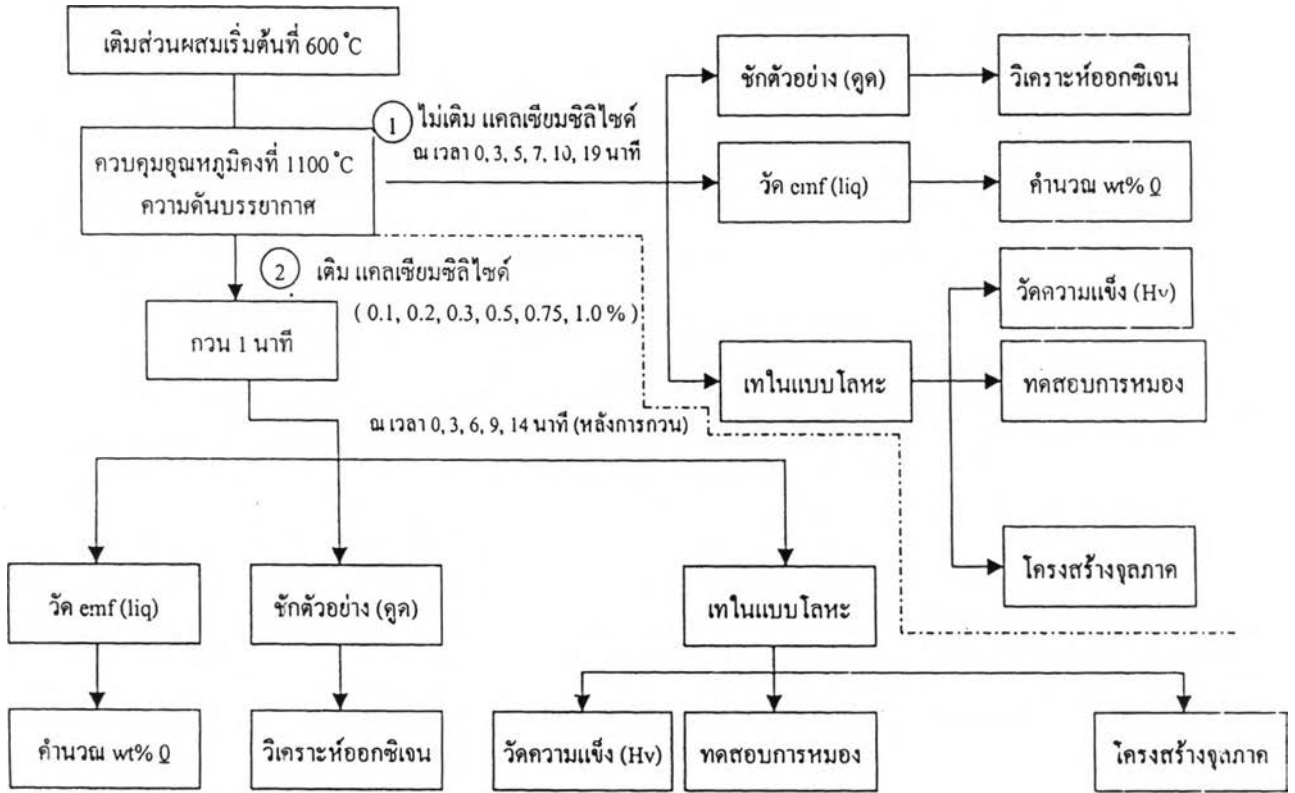
### 3.5.5 ตรวจสอบความแข็ง

- 3.5.5.1 วัดชิ้นงานให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายถึงเบอร์ 1200 วัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 9, 6, 3, 1 ไมครอน
- 3.5.5.2 วัดความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็งไมโครวิกเกอร์

### 3.5.6 การทดสอบความต้านทานการหมอง

- 3.5.6.1 ตัดชิ้นงานหล่อขนาดประมาณ  $1 \times 1$  ซม.หนา 1 มม. จำนวน 4 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่าง วัดผิวทั้งสองด้านด้วยกระดาษทรายขนาดเบอร์ 600
  - 3.5.6.2 ชั่งน้ำหนักชิ้นงานก่อนการทดสอบ และวัดค่าความสว่าง L และค่าสี a, b ก่อนการทดสอบ ด้วยเครื่อง Spectrophotometer GRETAG -SPM50 มุม 2 องศา, D65A
  - 3.5.6.3 แฉวนชิ้นงานไว้เหนือสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นในภาชนะมีฝาปิด สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีผิวชิ้นงานที่เวลาผ่านไป เมื่อครบเวลาทดสอบ 30, 60, 120, 180 นาที นำชิ้นงานออกจากภาชนะทดสอบการหมอง
  - 3.5.6.4 ถ่ายภาพสีผิวชิ้นงาน ชั่งน้ำหนักหลังการทดสอบ และ วัดค่าความสว่าง และสีผิวชิ้นงานหลังการทดสอบ คำนวณค่าการเปลี่ยนแปลงของสีผิวชิ้นงาน
  - 3.5.6.5 วิเคราะห์ผิวด้วยการเกิดซัลไฟด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (XPS)
- 3.5.7 ตรวจสอบวิเคราะห์ผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ  
สำหรับผิวชิ้นงานสภาพหล่อ สภาพผิวของเนื้อชิ้นงานภายในก่อนการทดสอบการหมอง และผิวชิ้นงานหลังการทดสอบการหมอง

### แผนภูมิกระบวนการทดลอง



Nernst's Equation

รูปที่ 3.2 แผนภูมิกระบวนการทดลอง