

บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 วัตถุดิบ และสารเคมี

3.1.1 วัตถุดิบ

ทองคำ เงิน และ ทองแดงที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทดลองจะมีความบริสุทธิ์ 99.9% ขึ้นไป โดยทองคำที่ใช้จะอยู่ในลักษณะที่เป็นแท่ง ส่วนเงิน และทองแดงอยู่ในลักษณะที่เป็นเม็ด ค่าความบริสุทธิ์ของวัตถุดิบแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงความบริสุทธิ์ของวัตถุดิบ

ชนิดของ โลหะ	ค่าความบริสุทธิ์
ทองคำ (Au)	99.99%
เงิน (Ag)	99.9%
ทองแดง (Cu)	99.9%

3.2 วิธีดำเนินการทดลองและขั้นตอนการทดลองโดยละเอียด

3.2.1 การเตรียมตัวอย่างทดลอง และตรวจสอบสมบัติของตัวอย่างระหว่างการทดลอง

3.2.1.1 การเตรียม และตรวจสอบแท่งทองคำก่อน และหลังการหล่อ

นำทองคำ เงิน และทองแดงที่มีลักษณะที่เป็นแท่ง และเม็ดมาชั่งตามน้ำหนักส่วนผสมที่กำหนดไว้คือ 58.5wt.%Au-16.5wt.%Ag-25.0wt.%Cu แล้วจากนั้นนำมาหลอมเพื่อผลิตเป็นชิ้นงานทดสอบ จากการทดลองกับทองคำกะรัตชุดแรกที่ผ่านมาหลอมด้วยเปลวไฟจากหัวพ่นไฟ (torch) แล้วเทลงในแบบเหล็กซึ่งได้แท่งทองคำที่มีส่วนผสมทางเคมีผิดไปจากที่ต้องการคือได้แท่งทองคำประมาณ 16 กะรัต ที่มีส่วนผสมทางเคมี 66.7wt.%Au-15.10wt.%Ag-18.20wt.%Cu แสดงให้เห็นว่าการใช้หัวพ่นไฟไม่เหมาะที่จะใช้ผลิตชิ้นงานทดสอบแม้ว่าจะเป็นกรรมวิธีที่ใช้กันมาแต่ดั้งเดิม อย่างไรก็ตามทองคำกะรัตดังกล่าวยังคงถูกทดลองเพียงบางส่วนเพื่อ

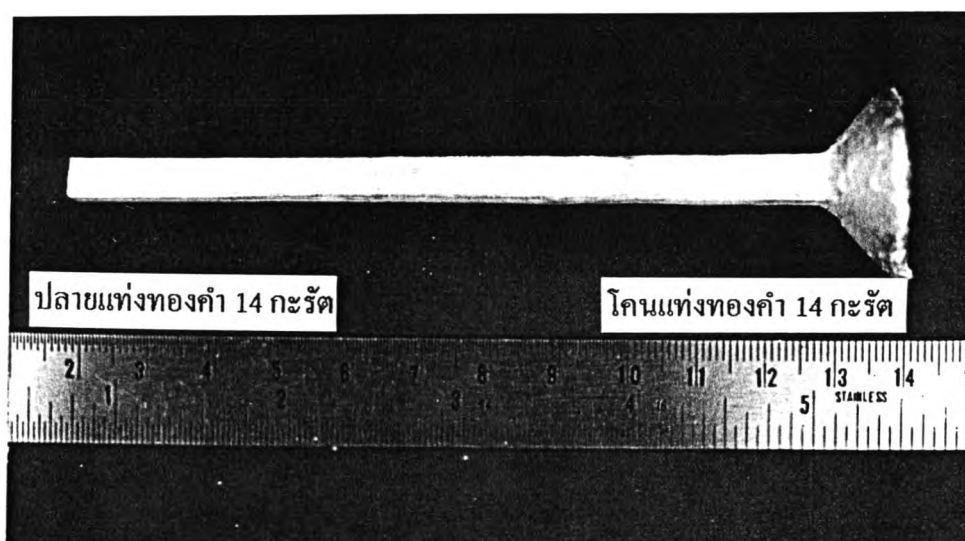
เปรียบเทียบกับชิ้นงานทองคำ 14 กระรัต ทองคำผสมชุดที่สองถูกหลอมด้วยเตาไฟฟ้าแบบเหนี่ยวนำภายใต้ก๊าซปกคลุมอาร์กอน โดยเทโลหะหลอมเหลวลงสู่แบบปูนที่รองรับอยู่ด้านล่างเมื่อได้ชิ้นงานทดลองที่มีลักษณะเป็นแท่งสี่เหลี่ยมมีฐานกรวยกลมแล้วดังภาพที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีเมื่อตรวจสอบด้วยวิธี Fire Assay และ Gravimetric จากบริษัท Bangkok Assay Office ได้ค่าส่วนผสมทางเคมีดังนี้

ตารางที่ 3.2 แสดงผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของทองคำ 14 กระรัตที่ใช้ในการ ทดลอง

ตำแหน่ง	Au (wt.%)	Ag (wt.%)	Cu (wt.%) balance
ปลายแท่ง	58.7965	14.5138	26.6897
โคนแท่ง	59.3024	14.5931	26.1045
ค่าเฉลี่ย	59.0495	14.5535	26.3971

ตัดส่วนที่เป็นฐานที่เป็นทางเข้าน้ำโลหะออก และแบ่งแท่งทองคำที่เหลือออกเป็น 2 ส่วนเท่าๆ กัน ตรวจสอบค่าส่วนผสมทางเคมี และตรวจดูโครงสร้างจุลภาคแท่งทองคำพร้อมทั้งวัดค่าความแข็ง โดยอุณหภูมิหลอมเหลวของทองคำ 14 กระรัต ประมาณ 900°C

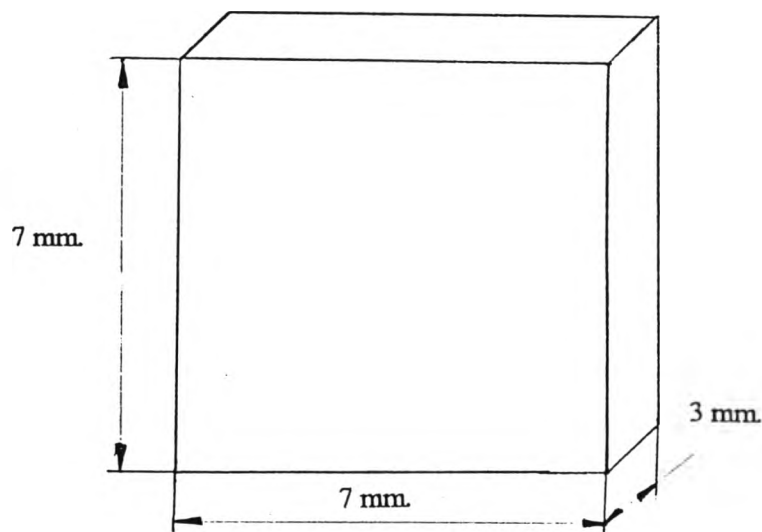
อุณหภูมิเตาน้ำโลหะ	982°C
อุณหภูมิแม่พิมพ์ปูน	410°C (ขณะเทน้ำโลหะ) และ 145°C (ก่อนชุบน้ำ)
เข็นตัวในเตา	2 นาที
เข็นตัวนอกเตา	7 นาที



ภาพที่ 3.1 แสดงแท่งทองคำ 14 กระรัต ที่ได้จากการหลอมด้วยเตาเหนี่ยวนำไฟฟ้า ชุดที่ 2

3.2.1.2 การเตรียม และตรวจสอบทองคำกะรัตเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการอบเป็นเนื้อเดียว

จากแท่งทองคำที่แบ่งออกเป็น 2 ส่วน นำส่วนหนึ่งมาแบ่งย่อยเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการอบเป็นเนื้อเดียว โดยขนาดของชิ้นงานที่ทำการทดลองมีขนาดดังรูปที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 แสดงภาพจำลองของขนาดชิ้นงานที่ใช้ในการทดลองอบเป็นเนื้อเดียว

โครงสร้างจุลภาคของทองคำ 16 และ 14 กะรัต มีโครงสร้างแบบเดนไดรต์ จากการวัดระยะห่างของแขนเดนไดรต์ลำดับที่ 2 (Secondary Dendrite Arm Spacing) โดยวัดจากกึ่งกลางแขนเดนไดรต์ถึงกึ่งกลางแขนเดนไดรต์ถัดไปเพื่อใช้ในการคำนวณ ระยะเวลาการอบเป็นเนื้อเดียวโดยประมาณ มีค่าดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงระยะห่างแขนเดนไดรต์ในทองคำกะรัตที่ใช้ในการทดลอง

กะรัต	บริเวณปลายแท่ง (mm.)	บริเวณโคนแท่ง (mm.)	ค่าเฉลี่ย (mm.)
16	0.021	0.022	0.022
14	0.040	0.050	0.045

จากการตรวจสอบค่าส่วนผสมทางเคมีของแกนเดนไดรต์ และช่องระหว่างแกนเดนไดรต์
ได้ค่าส่วน ผสมทางเคมีดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงค่าส่วนผสมทางเคมีของแกนเดนไดรต์ และช่องระหว่างแกนเดนไดรต์

กะรัต	แกนเดนไดรต์			ช่องว่างแกนเดนไดรต์		
	Au (wt.%)	Ag (wt.%)	Cu (wt.%)	Au (wt.%)	Ag (wt.%)	Cu (wt.%)
16	64.12	11.53	24.35	72.52	18.42	9.06
14	51.49	18.70	29.80	41.85	36.53	21.62
	Au (at.%)	Ag (at.%)	Cu (at.%)	Au (at.%)	Ag (at.%)	Cu (at.%)
16	40.0	12.5	47.5	54.0	25.0	21.0
14	29.0	19.0	52.0	23.9	37.5	38.6

การคำนวณหาระยะเวลาที่ใช้ในการอบเป็นเนื้อเดียว สามารถหาได้จากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ได้จากการคำนวณตามสมการของดาร์กเคน (Darken 's Law) และกราฟสัมประสิทธิ์การแพร่จากการทดลองของ M. Badai (1969)⁽⁹⁾

การคำนวณทั้ง 2 วิธี จะแสดงในภาคผนวก ข. โดยระยะเวลาอบเป็นเนื้อเดียวที่ได้ของทองคำ 16 กะรัตจะมีค่าประมาณ 20-50 นาที และทองคำ 14 กะรัตจะมีค่าประมาณ 1-2 ชั่วโมง จึงสามารถกำหนดสถานะในการทดลองได้ดังนี้

เวลาที่ใช้ในการอบ 16 กะรัต	10 ,20 ,30 ,40 ,60 ,120 นาที
14 กะรัต	60 ,90 ,120 ,150 ,180 ,240 ,360 นาที
อุณหภูมิอบเป็นเนื้อเดียว	800°C
ก๊าซปกคลุม	3% H ₂ + N ₂ balance
อุณหภูมิการชุบ	น้ำ + น้ำแข็ง 0 ± 2°C

3.2.1.3 การขึ้นรูปเป็นคัวยการรีด

จากแท่งทองคำที่ผ่าน และไม่ผ่านการอบเป็นเนื้อเดียว นำมาขึ้นรูปเป็นคัวยการรีดเป็นเส้นลวด ด้วยเครื่องรีดมาตรฐานที่ใช้อุณหภูมิเครื่องประดับในประเทศ

จะทำการเก็บตัวอย่างทุกๆ ช่วง 2 ร่องรีด (16 ,32 ,47 ,57 ,65 ,71 ,78 ,82 ,85 ,88 %R.A.) ทำการรีดอย่างต่อเนืองจนเริ่มเกิดความเสียวหาบบนเส้นลวด



ภาพที่ 3.3 แสดงเครื่องรีดลดขนาดเป็นเส้นลวดที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1.4 การอบอ่อน

ชิ้นงานที่ผ่านการรีดเป็นเส้นลวดจนมีขนาดสุดท้ายที่ 88%R.A. หรือขนาด 2.2*2.3 มม. จะนำมาอบอ่อน เพื่อลดความเครียดในเนื้อวัสดุ โดยกำหนดสถานะในการทดลองดังนี้

เวลาที่ใช้ในการอบอ่อน	30 นาที
อุณหภูมิอบอ่อน	650°C
ก๊าซปกคลุม	3% H ₂ + N ₂ balance
อุณหภูมิการชุบ	น้ำ + น้ำแข็ง ใกล้เคียง 0 ± 2°C

3.2.1.5 การอบเพิ่มความแข็ง

ชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนมาแล้ว จะนำมาอบเพิ่มความแข็งเพื่อต้องการดูปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในเนื้อชิ้นงาน โดยกำหนดสถานะในการทดลองดังนี้

เวลาที่ใช้ในการอบเพิ่มความแข็ง	60 นาที
อุณหภูมิอบเพิ่มความแข็ง	350°C
ก๊าซปกคลุม	3% H ₂ + N ₂ balance
อุณหภูมิการชุบ	น้ำ + น้ำแข็ง ใกล้เคียง 0 ± 2°C

3.2.2 ระเบียบ และวิธีการตรวจสอบวิเคราะห์ผล

3.2.2.1 การตรวจสอบค่าส่วนผสมทางเคมี

ตรวจค่าส่วนผสมทางเคมีด้วย EDX (Energy Dispersive X-Ray)

เตรียมชิ้นงานทดสอบโดยขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600-1200 แล้วขัดละเอียดด้วยผงเพชร ขนาด 6 -1/4 μm. กัดด้วยสารละลาย 10% KCN + 10% (NH₄)₂S₂O₃ (เจือจางด้วยน้ำ) หรือ Conc. HCl + Conc. HNO₃ อัตราส่วน (3:1)

3.2.2.2 การตรวจสอบขนาดเกรน

เตรียมชิ้นงานตรวจสอบขนาดเกรน โดยกัดด้วยสารละลาย 10% KCN + 10% (NH₄)₂S₂O₃ วัดขนาดด้วยวิธี Lineal Intercept หรือ Heyn ตามมาตรฐาน ASTM ที่ E 112

3.2.2.3 การตรวจวัดค่าความแข็ง

ตรวจวัดค่าความแข็งแบบ ไมโครวิกเกอร์ ด้วยน้ำหนักกด 300 กรัม เวลา 20 วินาที วัดระยะอินเดนท์ทั้ง 2 แกน คำนวณค่าความแข็งวิกเกอร์ หน่วย (Pa) จากสมการ

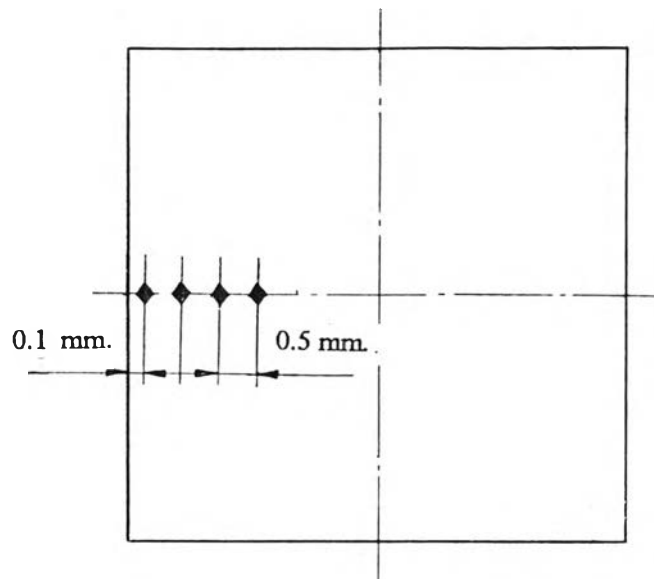
$$HV = 1.8544 P / a^2$$

$$P = \text{น้ำหนักกด (Kg.)}$$

$$a = \text{ระยะอินเดนท์ (mm.)}$$

การวัดความแข็งที่ผิวชิ้นงานที่ผ่านการรีดจะทำการวัด โดยวางชิ้นงานทดสอบนอนราบลงบนแท่นวัดความแข็ง ส่วนความแข็งภายในชิ้นงานจะทำการวัดบนหน้าตัดขวาง

ของชิ้นงาน รอยวัดแรกห่างจากผิวชิ้นงาน 0.1 มม. รอยวัดต่อๆ ไปห่างจากรอยแรกทุกๆ 0.5 มม.
 ดังภาพที่ 3.4



ภาพที่ 3.4 แสดงลักษณะวิธีการวัดค่าความแข็งชิ้นงานทดสอบ

3.2.2.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ตรวจสอบเพื่อดูการเปลี่ยนแปลงทางจุลภาคของทองคำที่ผ่านการทดลอง
 ในขั้นตอนต่างๆ เตรียมชิ้นงานทดสอบดูโครงสร้างจุลภาคได้ด้วยสารละลาย

10% KCN + 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	1-6 นาที	เพื่อแสดงขอบเกรน
Conc. HCl + Conc. HNO_3 อัตราส่วน (3:1)	1-3 วินาที	เพื่อแสดงรายละเอียดภายใน เกรน
30% (Conc. HCl + Conc. HNO_3) อัตราส่วน (3:1) เจือจางด้วยน้ำ		เพื่อแสดงรายละเอียดภายใน เกรน

3.3 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลอง

