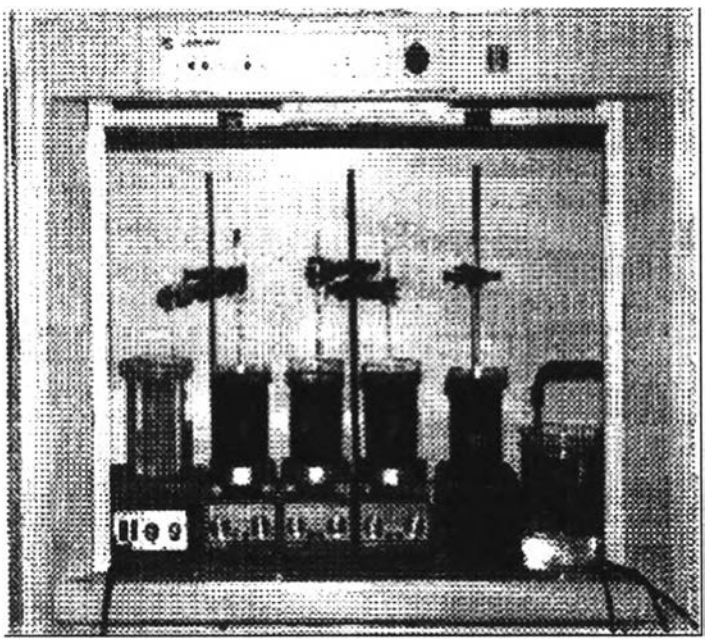
สำนักงานวิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

ระเบียบวิธีวิจัย

งานวิจัยชิ้นนี้จะจำลองกระบวนการกัดผิวจากกระบวนการจริงที่ใช้ภายในโรงงาน หรือที่เรียกว่า pickling simulator[1,7] (แบบจำลองการกัดผิว) โดยจะทดลองจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆกัน แล้วหาอัตราการหลุดออกของสเกลตติยภูมิที่เกิดขึ้นบนเหล็กแผ่นแถบรีดร้อนความหนา 3.2 มม. ซึ่งแบ่งได้เป็น 2 วิธี คือ หาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของชิ้นงาน และตรวจสอบหาความเข้มข้นของอิออนเหล็กที่อยู่ในสารละลายกรด



ภาพที่ 3.1 แบบจำลองการกัดผิว

แบบจำลองการกัดผิวประกอบด้วยบีกเกอร์ใช้แทนถังกรดในกระบวนการจริง และควบคุมอุณหภูมิด้วยเครื่องกวนสารละลาย (hot plate and stirrer) จำนวน 6 ชุด ชุดแรกเรียก preheater สำหรับเพิ่มอุณหภูมิที่ผิวชิ้นงานให้มีอุณหภูมิเท่ากับในถังกรดเพื่อเร่งการเกิดปฏิกิริยา ชุดต่อมาอีก 4 ชุดคือ ถังกรด (acid tank) ที่มีความเข้มข้นต่างกันเรียงจากความเข้มข้นน้อยไปมาก ส่วนชุดสุดท้ายเรียกว่า rinsing tank หรือถังล้าง ใช้สำหรับล้างกรดออกจากผิวชิ้นงาน ในการทดลองอาจไม่จำเป็นต้องใช้ preheater เนื่องจากโรงงานบางแห่งไม่มีขั้นตอนนี้

เมื่อชิ้นงานที่ผิวถูกปกคลุมด้วยสเกลถูกจุ่มลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จะเกิดการละลายของชั้นสเกลทำให้น้ำหนักของชิ้นงานลดลง และทำให้ความเข้มข้นของอิออนเหล็กใน

สารละลายเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนี้จะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ เวลาที่จุ่มชิ้นงาน ฯลฯ ซึ่งจะส่งผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา การศึกษาวิจัยนี้จะช่วยให้หาสมการที่เหมาะสมสำหรับอธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในถังกรด และนำไปทำนายการกัดผิวได้

การศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการกัดผิว โดยใช้แบบจำลองการกัดผิวเป็นวิธีหนึ่งที่สามารถหาอัตราการหลุดออกของสเกลได้อย่างมีประสิทธิภาพ เพราะมีลักษณะใกล้เคียงกับกระบวนการจริงที่ใช้ในโรงงาน ดังนั้นจึงเป็นวิธีที่สามารถประหยัดเวลา และค่าใช้จ่าย เพราะเป็นการทดลองเพื่อหาผลลัพธ์ให้ได้เป็นที่น่าพอใจก่อนที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการจริงต่อไป

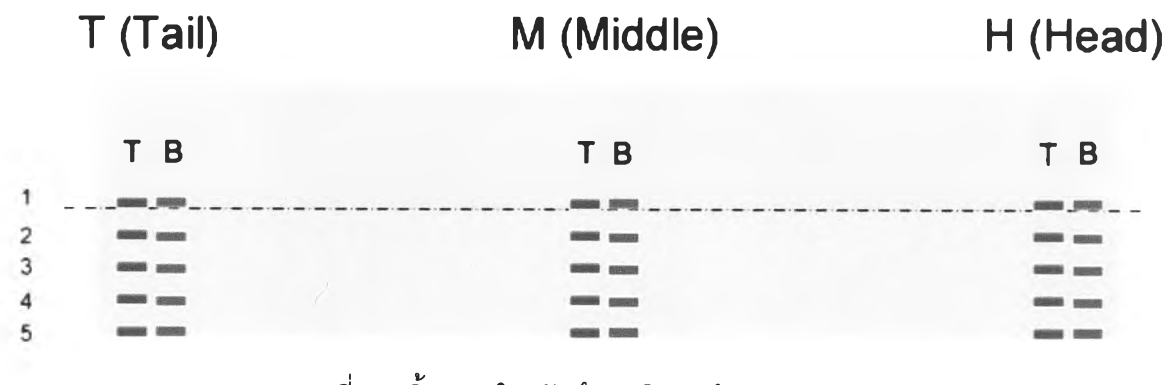
3.1 การศึกษาโครงสร้างของสเกลเบื้องต้น

เหล็กแผ่นแถบรีดร้อนเกรด HR 1 จากบริษัท สหวิริยาสตีลอินดัสตรี จำกัด (มหาชน) ตัดแบ่งจากส่วนต่างๆ ของเหล็กแผ่นแถบรีดร้อนออกมา ดังภาพที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กแผ่นแถบรีดร้อนเกรด HR1

C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo
0.06	0.02	0.01	0.01	0.25	0.055	0.008	0.005
V	Cu	Tl	As	Sn	Al	B	Nb
0	0.026	0.003	0.000	0.000	0.032	0.0002	0

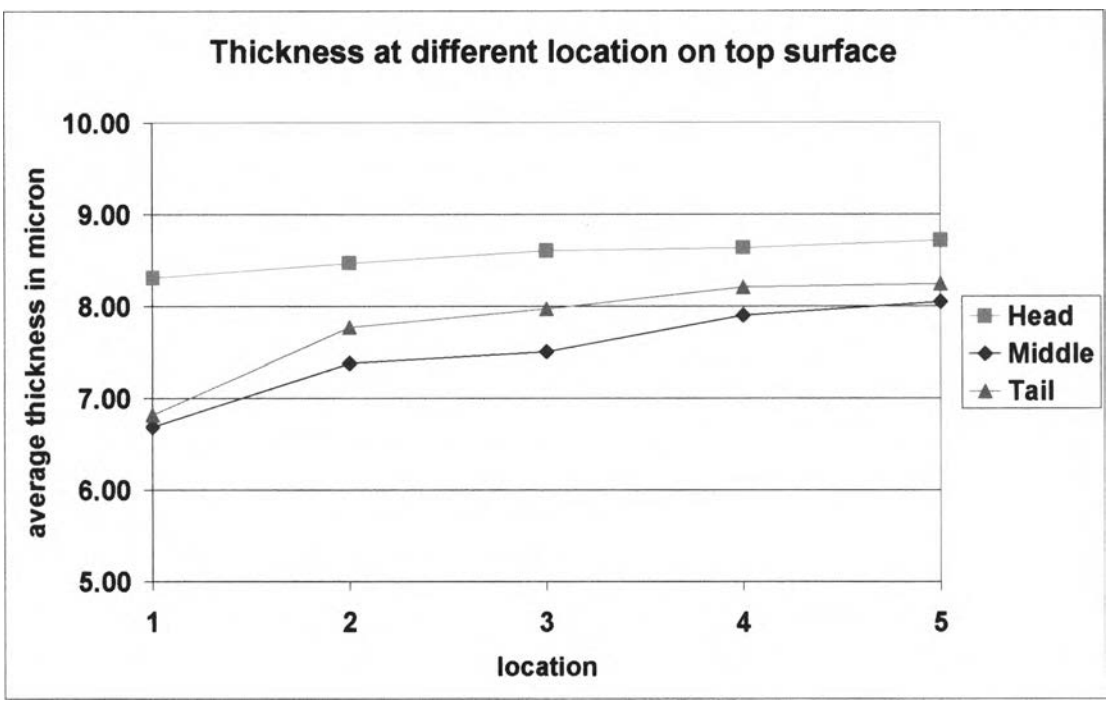
แสดงส่วนผสมในหน่วยเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (% by weight)



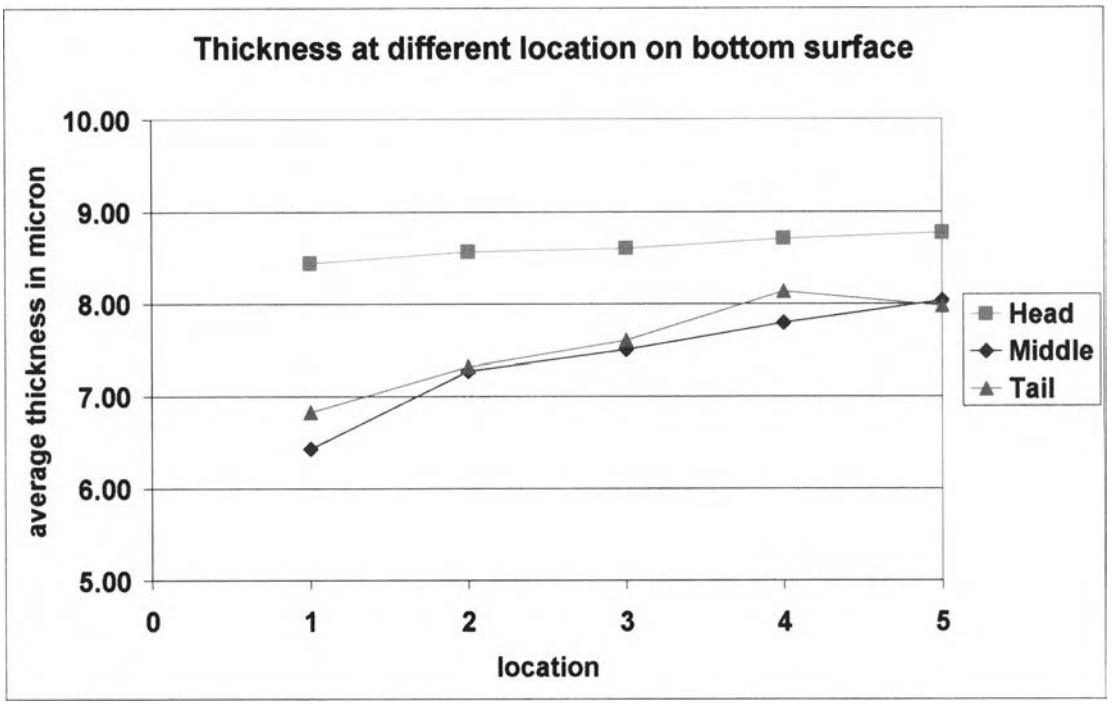
ภาพที่ 3.2 ชิ้นงานสำหรับศึกษาโครงสร้างสเกล

ตัดชิ้นงานจากส่วนหัว (Head, H) ส่วนกลาง (Middle, M) และส่วนท้าย (Tail, T) ของม้วนเหล็กแผ่น แบ่งเป็นส่วนละ 10 ชิ้น สำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาคที่ตำแหน่งต่างๆ ของเหล็กแผ่นแถบรีดร้อน โดยตำแหน่งหมายเลข 1 คือกึ่งกลางแผ่น (center) ไล่ออกมาเรื่อยๆ จนถึงหมายเลข 5 ขอบของเหล็กแผ่น (edge) รวมถึงการดูความแตกต่างระหว่างผิวด้านบน (T) และด้านล่าง (B) ของเหล็กแผ่นแถบรีดร้อนด้วย หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปขัดด้วยกระดาษทราย แล้วดูโครงสร้างสเกล พร้อมทั้งวัดความหนาของชั้นสเกลเพื่อเปรียบเทียบผล

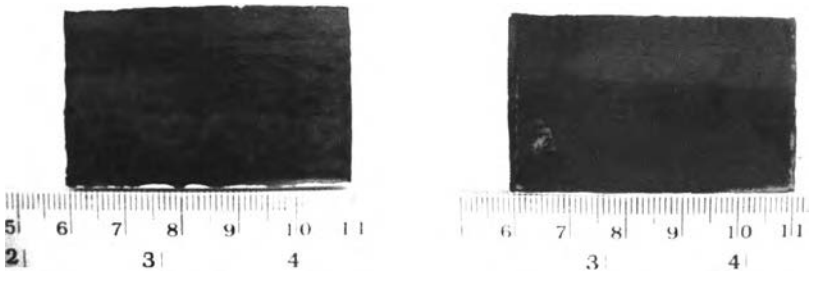
จากภาพที่ 3.3 – 3.4 พบว่าบริเวณส่วนหัวของเหล็กแผ่นมีความหนาของสเกลมากกว่าส่วนท้าย และส่วนกลางตามลำดับ และบริเวณกึ่งกลางแผ่นมีความหนาสเกลน้อยที่สุด สเกลจะหนามากขึ้นเมื่อตำแหน่งชิ้นงานอยู่ใกล้ขอบแผ่นมากขึ้น ดังนั้นบริเวณขอบแผ่นจึงมีความหนามากที่สุด เมื่อพิจารณาความหนาของสเกลเปรียบเทียบระหว่างผิวบน และผิวล่างของม้วนเหล็กแผ่น สเกลที่ผิวด้านล่างจะบางกว่าผิวด้านบนเพียงเล็กน้อยเท่านั้น



ภาพที่ 3.3 ความหนาสเกลของผิวด้านบนที่ตำแหน่งต่างๆ บนม้วนเหล็กแผ่น



ภาพที่ 3.4 ความหนาสเกลของผิวด้านล่างที่ตำแหน่งต่างๆ บนม้วนเหล็กแผ่น

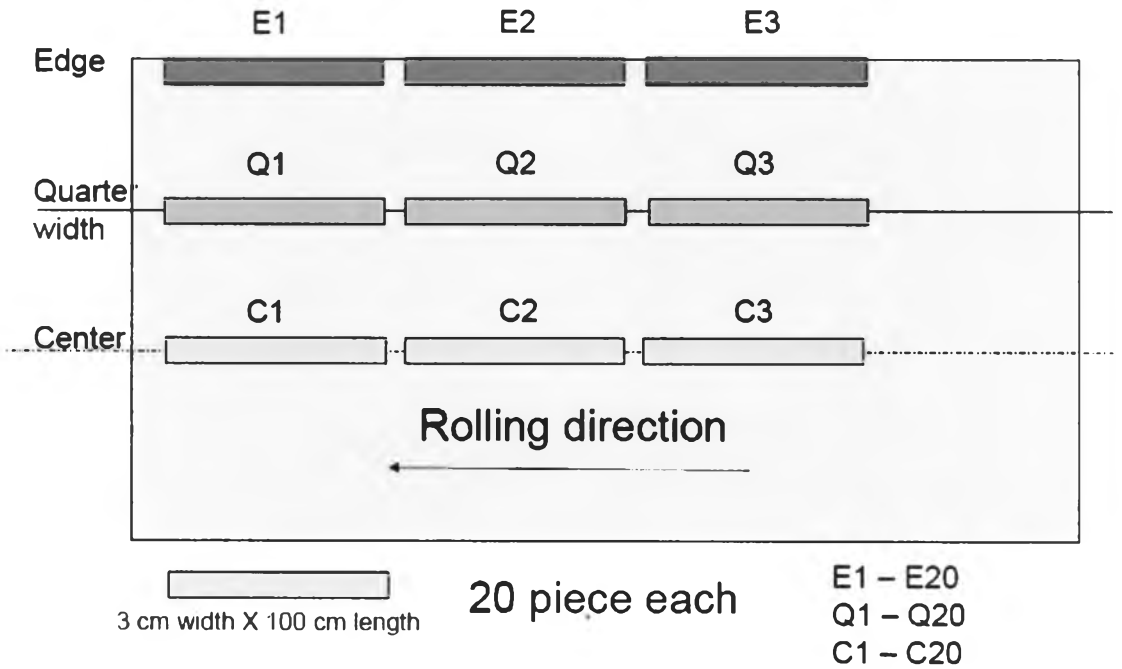


ภาพที่ 3.5 เปรียบเทียบผิวด้านบน (ซ้าย) กับผิวด้านล่าง (ขวา) ของชิ้นงานบริเวณขอบแผ่น

บริเวณขอบแผ่นเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า จะเห็นความแตกต่างของสเกลระหว่างผิวด้านบนกับผิวด้านล่าง ผิวด้านบนจะปกคลุมด้วยสเกลสีน้ำตาลแดงเป็นส่วนใหญ่ แต่ผิวด้านล่างจะมีสเกลสีน้ำตาลแดงอยู่อย่างหนาแน่นบริเวณขอบด้านบน ส่วนบริเวณด้านล่างของชิ้นงานสเกลสีน้ำตาลแดงกระจายตัวอยู่ทั่ว ดังภาพที่ 3.5 เมื่อรวมกับการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสเกลแล้วจึงสรุปได้ว่าจะเลือกชิ้นงานตรงส่วนหัวของเหล็กแผ่นมาศึกษาอัตราการละลายออกของสเกล รวมทั้งเน้นการศึกษาไปที่บริเวณขอบแผ่นที่สเกลจะมีความหนามากที่สุด เพราะจะเป็นจุดที่เกิดปัญหาในกระบวนการกัดผิว ถ้าสเกลที่ขอบแผ่นถูกกำจัดออกจนหมด สเกลบริเวณอื่นๆ ก็ควรจะหมดด้วย

3.2 ชิ้นงานสำหรับการกัดผิว

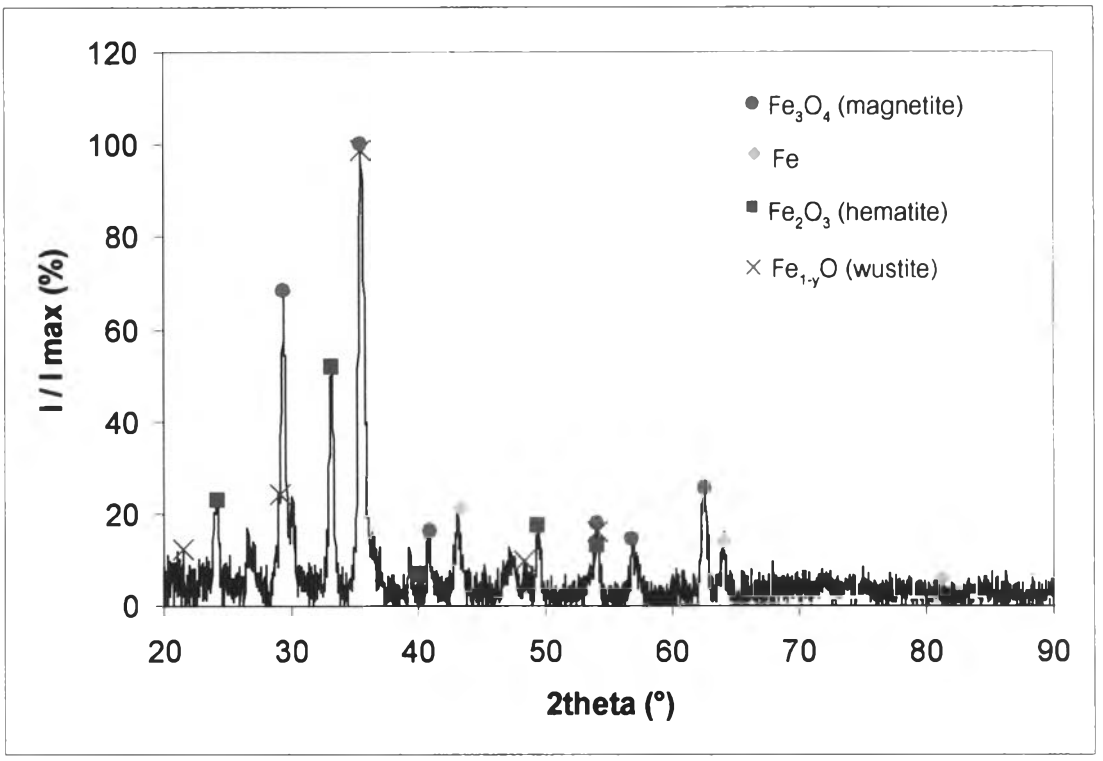
เหล็กแผ่นแถบรีดร้อนเกรด HR 1 จากบริษัท สหวิริยาสตีลอินดัสตรี จำกัด (มหาชน) ซึ่งเป็นเหล็กแผ่นคนละม้วนกับการศึกษาเบื้องต้น ตัดแบ่งจากส่วนหัวของเหล็กแผ่นแถบรีดร้อนออกมา ดังภาพ



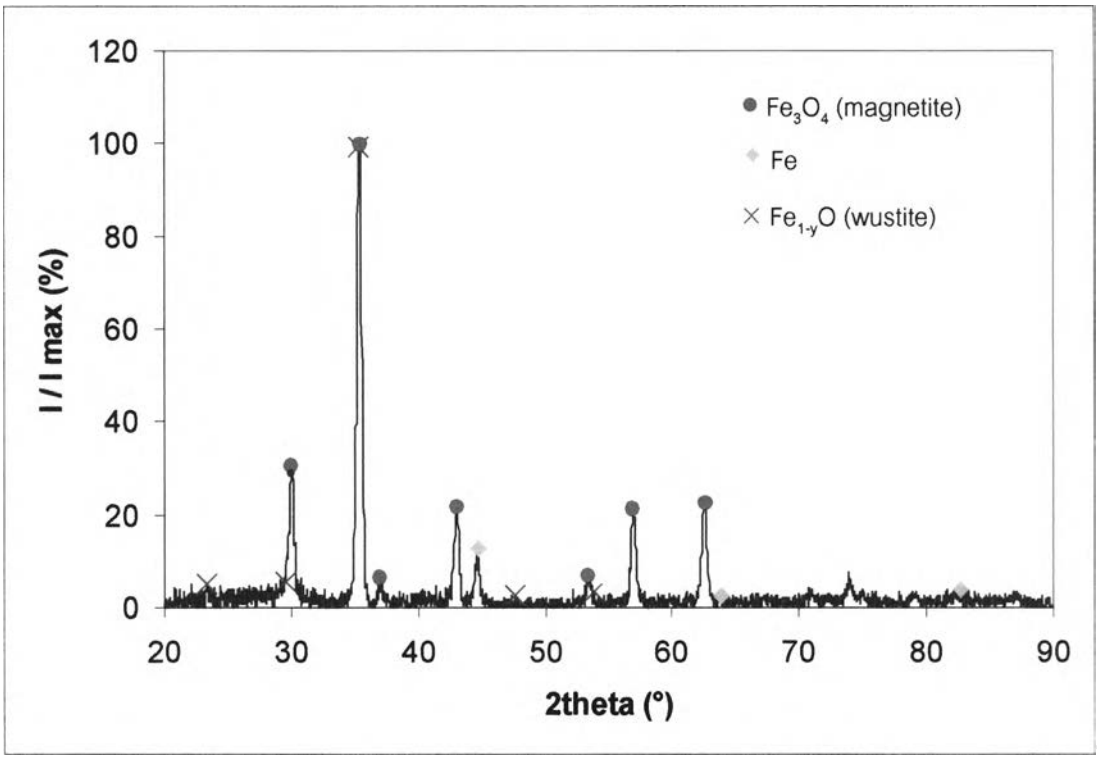
ภาพที่ 3.6 ชิ้นงานสำหรับการกัดผิวจากเหล็กแผ่นแถบรีดร้อน

สุ่มเก็บตัวอย่างชิ้นงานจากแต่ละส่วนจากขอบแผ่น (edge) 1/4 ของความกว้าง (quarter) และกึ่งกลางแผ่น (center) มาตัดให้มีขนาด 1.5 × 1.5 cm เพื่อนำไปตรวจหาชนิดของ oxide ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer: Rigaku

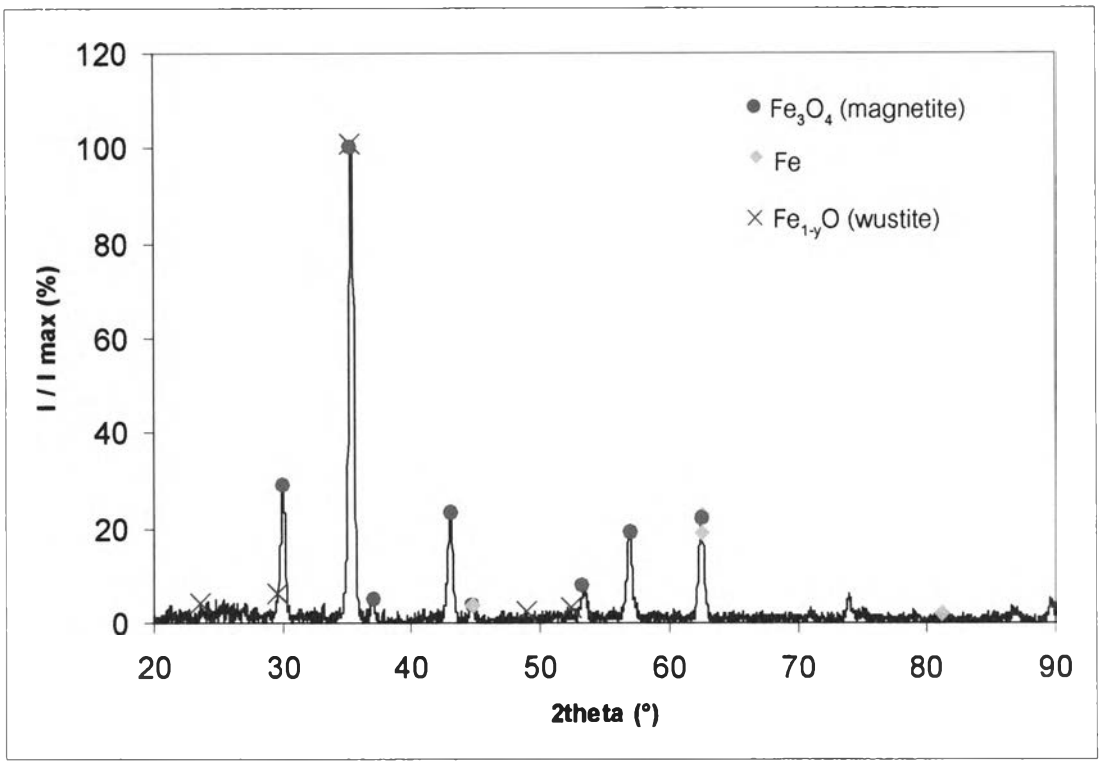
ผลจากเครื่อง XRD นำมาวิเคราะห์หาชนิดของออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นโดยเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS-ICDD (โปรแกรม PCPDFWIN version 2.2) และงานวิจัยที่ได้ศึกษามา[6,10] ทำให้ทราบว่าโครงสร้างสเกลบริเวณขอบแผ่นที่เราเลือกศึกษาวิจัยนั้นแตกต่างจากบริเวณอื่นๆ คือมีเฮมาไตต์ผสมอยู่ด้วย บริเวณอื่นจะพบแต่แมกนีไตต์ (สังเกตจาก peak ที่ชัดเจน) ดังภาพที่ 3.7 - 3.9 ส่วน $Fe_{1-y}O$ นี้คือ วูสไตต์ แต่สัดส่วนของสารประกอบไม่ตรงตามแผนภูมิสมดุล เนื่องจากปริมาณออกไซด์ในเหล็ก และการเย็นตัวที่รวดเร็ว และ peak จาก XRD ที่ได้ไม่ชัดเจนจึงสรุปว่าชิ้นงานที่ใช้ไม่มีวูสไตต์อยู่



ภาพที่ 3.7 ชนิดของ oxide บริเวณขอบแผ่น



ภาพที่ 3.8 ชนิดของ oxide บริเวณ 1/4 ความกว้างของแผ่น



ภาพที่ 3.9 ชนิดของ oxide บริเวณกึ่งกลางแผ่น

เมื่อสุ่มนำตัวอย่างไปดูโครงสร้างจุลภาคพบว่าความหนาของชั้นสเกลจะแตกต่างไปจากความหนาในภาพที่ 3.3 และ 3.4 เพราะชิ้นงานสำหรับการศึกษาสเกลเบื้องต้น กับชิ้นงานที่จะใช้สำหรับการกัดผิวนั้นนำมาจากเหล็กแผ่นคนละม้วนกัน ทำให้ความหนาของชั้นสเกลไม่เท่ากัน เนื่องจากเหล็กแผ่นเย็นตัวไม่สม่ำเสมอ และสภาวะในการม้วนเก็บเหล็กแผ่นอาจจะแตกต่างกัน

ตารางที่ 3.2 ความหนาของสเกลของชิ้นงานสำหรับการกัดผิว

ตำแหน่ง	ความหนาของสเกล (ไมโครเมตร)		
	Edge	Quarter width	Center
ผิวด้านบน	4.98	3.36	4.00
ผิวด้านล่าง	4.64	3.27	3.88
ความหนารวม	9.62	6.63	7.88

ชิ้นงานสำหรับการกัดผิวมีความแปรผันของความหนาสเกลแตกต่างจากภาพที่ 3.3 - 3.4 คือชิ้นงานตำแหน่งกึ่งกลางแผ่นมีความหนาของสเกลมากกว่าชิ้นงานที่ตำแหน่ง 1/4 ของความกว้างเหล็กแผ่น เป็นผลจากการเย็นตัวช้าของบริเวณกึ่งกลางแผ่น แต่ขอบแผ่นสเกลยังคงหนาที่สุด

3.3 สภาวะการทดลอง

การเลือกสภาวะสำหรับการทดลองในงานวิจัยชิ้นนี้จะอ้างอิงมาจากสภาวะในถังกรดจริง (ดูภาคผนวก) จากบริษัท สหวิริยาสตีลอินดัสตรี จำกัด (มหาชน) สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการทดลองจัดเตรียมจากการเจือจางสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37% (w/v) ให้ได้ความเข้มข้นตามที่ต้องการ

ตารางที่ 3.3 สภาวะสำหรับการทดลอง

อุณหภูมิ	70°C	80°C	90°C
ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (g HCl/l)	40	40	40
	70	70	70
	100	100	100
	130	130	130

ในแต่ละสภาวะจะใช้เวลาในการกัดผิวชิ้นงาน คือ 5, 10, 15, 20 และ 30 วินาที ความเร็วรอบของเครื่องกวนสารละลายที่ใช้จะคำนวณมาจากความเร็วที่เหล็กแผ่นวิ่งผ่านถังกรดแต่ละถังกับระยะห่างชิ้นงานจากกึ่งกลางของแท่งแม่เหล็กที่ใช้กวนสารละลาย (magnetic bar) จากข้อมูลที่ได้มาจากโรงงาน เหล็กแผ่นที่มีความหนา 3.2 มม. จะวิ่งผ่านถังกรดแต่ละถังด้วยความเร็ว 133 – 143 เมตรต่อนาที และความยาวของถังกรด 13.7 เมตร เพราะฉะนั้นเหล็กแผ่นจะอยู่ในถังกรดแต่ละถังประมาณ 6 วินาที ดังนั้นต้องใช้ความเร็วในการกวนมากกว่า 2000 รอบต่อนาที (RPM) เพื่อให้ได้สภาวะเหมือนกระบวนการจริง แต่ด้วยข้อจำกัดของเครื่องกวนสารละลายที่ใช้ซึ่งมีความเร็วรอบสูงสุดที่ 1200 RPM ในการศึกษาวิจัยนี้จึงเลือกใช้ความเร็วเพียง 900 RPM เนื่องจากเป็นความเร็วสูงสุดที่ส่งผลกระทบต่อสารละลายน้อย (ถ้าใช้ความเร็วมากกว่านี้สารละลายจะหกออกมาภายนอกบีกเกอร์)

3.4 การเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดลอง

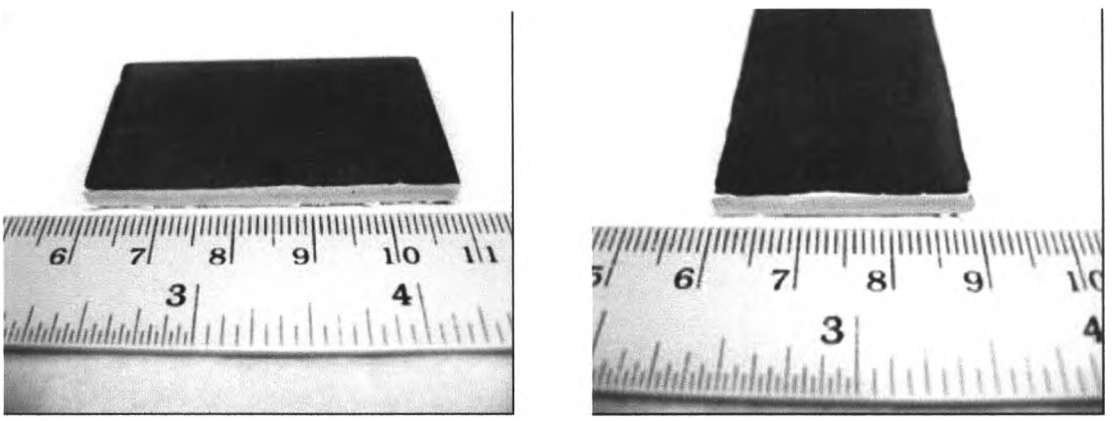
เหล็กแผ่นแถบรีดร้อนเกรด HR1 นำมาตัดแบ่งให้ได้ขนาด 3 × 5 เซนติเมตร การตัดชิ้นงานใช้เครื่องตัดแบบเฉือนเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดสเกลเนื่องจากความร้อนหรือสารเคมีอื่นๆ

(1) ขัดขอบชิ้นงานด้านข้างเล็กน้อยด้วยกระดาษทรายเบอร์ 220 เพื่อให้ผิวชิ้นงานด้านข้างเรียบ

(2) ทาขอบชิ้นงานด้านข้างด้วยสีทากันกรด Epigen 4029FC เพื่อลดผลกระทบที่เกิดจากการกัดผิว เนื่องจากในกระบวนการผลิตนั้นเหล็กแผ่นมีความยาวและความกว้างมาก จึงถือว่าขอบด้านข้างของเหล็กแผ่นไม่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการกัดผิว รอให้สีทากันกรดแห้งและพร้อมสำหรับการทดลอง ใช้เวลาประมาณ 18 ชั่วโมง

(3) วัดพื้นที่ผิวของชิ้นงานทั้งสองด้านด้วยไม้บรรทัดธรรมดา

(4) เก็บชิ้นงานในโถดูดความชื้น (desiccator)



ภาพที่ 3.10 การทาสีกันกรดที่ขอบด้านข้างของชิ้นงาน

3.5 การกัดผิวชิ้นงานด้วยสารละลายไฮโดรคลอริก

3.5.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้

(1) เครื่องกวนสารละลาย (Hot plate and stirrer: Model HP220)

(2) บีกเกอร์

(3) เทอร์โมมิเตอร์

(4) เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง

(5) ที่จับชิ้นงานทำจากแผ่นอะคริลิค

(6) นาฬิกาจับเวลา

(7) กรดไฮโดรคลอริก (HCl)

(8) เอทิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5OH)

(9) เครื่องซีลถุงพลาสติกแบบสุญญากาศ: Petra vacufix

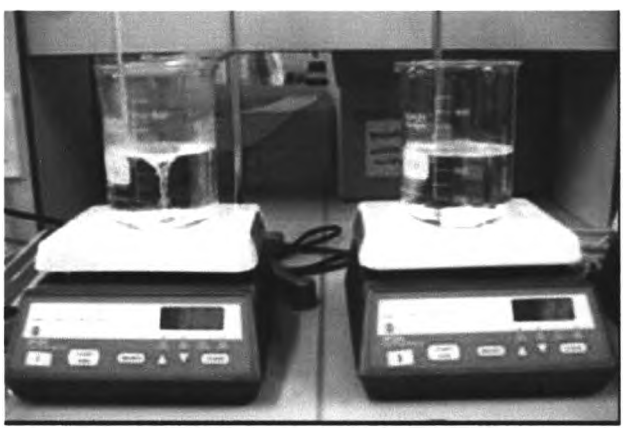
3.5.2 ขั้นตอนการกัดผิวชิ้นงาน

(1) เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกตามความเข้มข้นตามที่กำหนดไว้ แล้วให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ

(2) นำชิ้นงานที่ทาสีกันกรดมาเช็ดทำความสะอาดคราบสกปรกต่างๆ ที่ผิวด้วยเอทิลแอลกอฮอล์

(3) ชั่งน้ำหนักของชิ้นงาน แล้วจึงนำไปใส่ในที่จับชิ้นงาน

(4) จุ่มชิ้นงานลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ใช้เวลา 5, 10, 15, 20 และ 30 วินาที โดยใส่ชิ้นงานในที่จับชิ้นงานที่เตรียมไว้ เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดไว้แล้วนำชิ้นงานล้างด้วยน้ำโดยจุ่มใน rinsing tank เพื่อหยุดปฏิกิริยาระหว่างชิ้นงานกับกรด



ภาพที่ 3.11 ถังกรด (ซ้าย) และถังล้าง (ขวา) สำหรับการทดลอง

ภาพที่ 3.12 ที่ใส่ชิ้นงานทำจากแผ่นอะคริลิคสำหรับการกัดผิว

(5) เช็ดทำความสะอาดด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ทันที ป้องกันไม่ให้เกิดสเกลขึ้นบนผิวชิ้นงานหลังจากการกัดผิว

(6) ชั่งน้ำหนักของชิ้นงานอีกครั้ง แล้วนำชิ้นงานซีลใส่ถุงพลาสติกเก็บในโถดูดความชื้น

(7) สุ่มเก็บตัวอย่างสารละลายเพื่อตรวจหาความเข้มข้นของอิออนเหล็กในสารละลาย

หมายเหตุ: การจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายแต่ละชิ้น จะต้องเปลี่ยนสารละลายกรดไฮโดรคลอริกใหม่ทุกครั้ง เพื่อให้สภาวะเริ่มต้นของสารละลายเหมือนกัน ซึ่งจะถือว่าในสภาวะเริ่มต้นนี้ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกไม่มีอิออนของเหล็กอยู่

3.6 การตรวจวิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารละลาย

ในการทำการทดลองนี้เป็นการเตรียมสารละลายขึ้นมาใหม่สำหรับชิ้นงานแต่ละชิ้น ดังนั้นในตอนเริ่มต้นจะถือว่าไม่มีเหล็กอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเลย ประกอบกับชิ้นงานมีขนาดเล็ก และใช้เวลาจุ่มชิ้นงานน้อย ดังนั้นปริมาณเหล็กที่คาดว่าจะตรวจพบในสารละลายจึงมีค่าต่ำมาก ดังนั้นจึงเลือกใช้วิธี ICP-AES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry) ซึ่งสามารถวิเคราะห์ปริมาณเหล็กในระดับต่ำๆได้โดยมีความแม่นยำสูง (ดูภาคผนวก ค) เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์คือ ICP Atomic Emission Spectrometer Perkin Elmer model PLASMA-1000 ปริมาณเหล็กที่วัดได้มีหน่วยเป็น ppm การเก็บตัวอย่างจากสารละลายจะใช้ปิเปตดูดสารละลายขึ้นมา แล้วนำมาเจือจางเพื่อส่งตรวจวิเคราะห์

การเก็บตัวอย่างสารละลายจะทำหลังจากกัดผิวชิ้นงานเสร็จแล้วประมาณ 10 นาที เนื่องจากต้องทำความสะอาด และจัดเก็บชิ้นงานเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดสเกลเพิ่มขึ้น หลังจากการกัดผิวจะมีสเกลบางส่วนที่ละลายได้น้อย หรืออาจจะไม่ละลายเลยหลุดออกมาเป็นเกล็ดเล็กๆ กลายเป็นตะกอนอยู่ภายในสารละลาย ระหว่างที่เราจัดเก็บชิ้นงานนั้นสเกลเหล่านี้จะละลายลงมาในสารละลายเพิ่มมากขึ้น ถ้ารอให้สเกลเหล่านี้ละลายจนหมด ผลที่ได้จะใกล้เคียงกับน้ำหนักที่ลดลงเพราะการวัดน้ำหนักเป็นการวัดสเกลที่หลุดออกไปจากชิ้นงานหลังการกัดผิวจริงๆ แต่การเก็บตัวอย่างสารละลายทันทีหลังการกัดผิวเสร็จนั้นจะได้ผลการละลายของสเกลจริง สามารถนำมาหาปริมาณสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ไปได้โดยไม่จำเป็นต้องทราบสัดส่วน และชนิดของออกไซด์ ซึ่งเหมาะกับการนำไปใช้ควบคุมความเข้มข้นของสารละลายกรดในกระบวนการผลิต

3.7 การจัดเก็บชิ้นงานหลังการกัดผิว

ชิ้นงานที่ผ่านการกัดผิวแล้ว สเกลที่เหลืออยู่จะบอบบางเป็นพิเศษ ซึ่งพร้อมจะหลุดร่อนออกมาเมื่อสัมผัสกับวัตถุอื่นใด รวมทั้งยังอาจเกิดสเกลเพิ่มขึ้นจากความชื้นในบรรยากาศ ดังนั้น การเก็บชิ้นงานต้องเก็บไว้ในที่แห้ง และต้องใช้ความระมัดระวังเป็นอย่างสูง

วิธีที่ใช้คือ นำชิ้นงานบรรจุใส่ถุง และดูดอากาศออกด้วยเครื่องซีลถุงพลาสติก แล้วนำชิ้นงานไปเก็บรักษาไว้ในโถดูดความชื้นอีกทีหนึ่ง เพื่อป้องกันกรณีที่ถุงมีรอยรั่ว ทั้งจากขอบชิ้นงานและการบรรจุที่ผิดพลาด