บทที่ 3

ระเบียบวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการผลิตผงโลหะเงิน

3.1.1.1 ซิลเวอร์ซัลเฟต

3.1.1.2 โลหะโซเดียม

3.1.1.3 แอลกอฮอล์บริสุทธิ์

3.1.1.4 กรีโซรอล

3.1.2 วัสดุที่ใช้ในการจำลองการฉีดขึ้นรูป

3.1.2.1 ตัวประสาน

ตัวประสานที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย โพลีโพพิลีน (PP) พาราฟินแวกซ์ (PW) คานาอูบาแวกซ์ (CW) และ กรดเสตรียริก (SA)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่อง Kneader ; Model PBV-0.3

3.2.2 เตา Debinding

3.2.3 เตา Sintering

3.2.4 เครื่อง Scanning Electron Microscpoe

3.2.5 เครื่อง X-ray diffractometer

3.2.6 เครื่องวัดความแข็ง (Micro hardness tester)

3.2.7 เครื่องชั่งน้ำหนักและเครื่องวัดความหนาแน่น

3.2.8 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง

3.2.9 เครื่อง Laser particle size

3.2.10 เครื่อง sieve shaker

3.2.11 เครื่องUltrapycnometer

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การผลิตผงโลหะเงิน

3.1.1.1 การผลิตซิลเวอร์ซัลเฟต(Ag_2SO_4)

วิธีการผลิตซิลเวอร์ซัลเฟต จะนำเม็ดโลหะเงินมาต้มกับกรดซัลฟูริก (H_2SO_4)ซึ่งโลหะเงินสามารถละลายได้อย่างรวดเร็ว เมื่อต้มกับกรดซัลฟูริก(H_2SO_4)เข้มข้น ปฏิกิริยาเคมีแสดงดังสมการที่ 3-1

$$2Ag\,(s) + 2\,H_2SO_4\,(l) \longrightarrow Ag_2SO_4\,(l) + SO_2\,(g) + 2H_2O\,(g) \quad (3\text{-}1)$$

เมื่อเม็ดโลหะเงินละลายในกรดซัลฟูริกเป็นสารละลายหมดแล้ว ต้มสารละลายต่อไปจนสารละลายอิ่มตัวซึ่งสังเกตได้จากสีของสารละลาย จะเปลี่ยนจากสีใสในตอนเริ่มต้นเป็นสีเหลืองอมส้ม นำสารละลายที่อิ่มตัว เทลงในน้ำกลั่น ผงซิลเวอร์ซัลเฟตจะตกผลึกออกมา มีลักษณะเป็นสีขาว แล้วทำการกรองแยกเอาผง ซิลเวอร์ซัลเฟต ออกมา แล้วนำไปอบให้แห้ง

3.1.1.2 การผลิตสารละลายโซเดียมแอลฮอกไซด์ (C_2H_5ONa)

นำโลหะโซเดียมบริสุทธิ์ผสมกับเอทิลแอลกอฮอล์ตามสัดส่วนทางสมการเคมี ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นดังสมการ 3-2

$$Na\,(s) + C_2H_5OH\,(l) \longrightarrow C_2H_5ONa\,(aq) + 0.5H_2\,(g) \quad (3\text{-}2)$$

3.1.1.3 การผลิตผงโลหะเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟตโดยใช้ โซเดียมแอลฮอกไซด์ (C_2H_5ONa)เป็นตัวรีดิวซ์

$$Ag_2SO_4\,(s) + C_2H_5ONa\,(aq) \longrightarrow 2\,C_2H_5OAg\,(aq) + Na_2SO_4\,(s) \quad (3\text{-}3)$$

นำผงซิลเวอร์ซัลเฟตผสมกับโซเดียมแอลฮอกไซด์ ผงซิลเวอร์ซัลเฟต จะเกิดปฏิกิริยาเคมีกับโซเดียมแอลฮอกไซด์เปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีดำ กวนสารละลายจนผงซิลเวอร์ซัลเฟต ละลายหมด สีสารละลายเป็นสีดำเข้ม

นำกรีโซรอลใส่ในสารละลาย ซึ่งในสารละลายประกอบด้วย ซิลเวอร์แอลฮอกไซด์ กับ โซเดียมไนเตรท ปริมาณกรีโซรอลที่ใช้จะใส่เท่ากับปริมาณของสารละลายที่มีอยู่ แล้วคนสารละลายให้เข้ากัน จากนั้นนำไปต้มบน hot plat โซเดียมไนเตรทที่อยู่ในสารละลาย จะละลายในกรีโซรอล ส่วนแอลกอฮอล์ที่จับอยู่กับไอออนของโลหะเงินจะระเหยออกไป เมื่ออุณหภูมิถึงจุดเดือดประมาณ 100 องศาเซลเซียส เมื่อแอลกอฮอล์ระเหยออกไปหมด ผงโลหะเงินก็จะเริ่มตกผลึกออกมา เริ่มตั้งแต่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นต้นไป ต้มต่อไปจนผงโลหะเงินเกิดจนสมบูรณ์ โดยคงอุณหภูมิไว้ไม่ให้เกิน180องศาเซลเซียสแล้วนำผงเงินที่ได้ไปล้างกรีโซรอลออกโดยใช้เอทิลแอลกอฮอล์ ล้างจนผงโลหะเงินสะอาดไม่มีกรีโซรอลตกค้างอยู่ แล้วนำผงโลหะเงินที่ได้ไปต้มในน้ำกลั่นเพื่อทำความสะอาดอีกครั้ง เป็นเวลา 30- 60 นาที แล้วกรองแยกผงโลหะเงินออกมา นำไปอบให้แห้ง

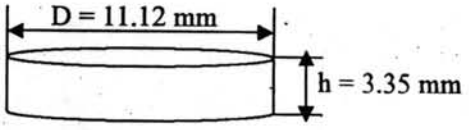
ผงโลหะเงินที่ผลิตได้นำไปตรวจสอบผลึกด้วย เครื่อง X-ray diffractometer ตรวจสอบลักษณะและรูปร่างของผงเงินด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscpoe วัดความหนาแน่นด้วยเครื่อง Ultrapycnometer และวัดขนาดด้วยเครื่อง Laser particle size

3.3.2 การผสม (Mixing)

ก่อนผสมผงโลหะเงิน กับตัวประสาน นำผงโลหะเงินไปคัดแยกขนาดด้วยเครื่อง Sieve Shaker ขนาด 400 mesh แล้ว นำผงโลหะเงินมาผสมกับตัวประสานในอัตราส่วน 61 % ผงโลหะเงิน 39 % ตัวประสานซึ่งประกอบด้วย PP 19.03 % PW 16.17% CW 7.77% และ SA 0.76% โดยปริมาตร นำไปผสมในเครื่อง Twin Screw Kneader เพื่อให้มีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยใช้ความเร็วรอบ 96 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

3.3.3 การจำลองการฉีดขึ้นรูป (Simulation of Injection Molding)

จะใช้วิธีการอัดขึ้นรูป แทนการฉีดขึ้นรูป โดยนำของผสมที่ได้จากการผสมมาอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 11.04 มิลลิเมตร ในปริมาณ 2 กรัม โดยใช้การอัดแบบเย็น ด้วยเครื่องอัดแบบแกนเดียว ใช้แรงในการอัดขึ้นรูป 195.64 เมกะปาสคา โดยของผสมที่ขึ้นรูปแล้วจะมีรูปร่าง และขนาด ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 รูปร่างและขนาดของชิ้นงาน

3.3.4 การกำจัดตัวประสาน (Debinding)

การกำจัดตัวประสานแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน ได้แก่ การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย และการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน

3.3.4.1 การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่ใช้ คือ เฮปเทน (heptane .) ซึ่งมีคุณสมบัติในการละลาย CW , PW , SA โดยจะนำชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูป แช่ในอ่างเฮปเทนที่มีการกวนสารตลอดเวลา สภาวะที่ใช้ในการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย

สภาวะที่	ลักษณะการทดลอง
1	แช่ชิ้นงานในเฮปเทนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 40 องศาเซลเซียส โดยแช่ไว้จนครบ 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 นาที
2	แช่ชิ้นงานในเฮปเทนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 50 องศาเซลเซียส โดยแช่ไว้จนครบ 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 นาที
3	แช่ชิ้นงานในเฮปเทนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 60 องศาเซลเซียส โดยแช่ไว้จนครบ 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 นาที
4	แช่ชิ้นงานในเฮปเทนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 50 องศาเซลเซียส แช่ชิ้นงานไว้ 2 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำกลับไปแช่ในเฮปเทน ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ทำตามขั้นตอนจนครบเวลา 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 นาที โดยเปลี่ยนตัวทำละลายทุก 2 ชั่วโมง

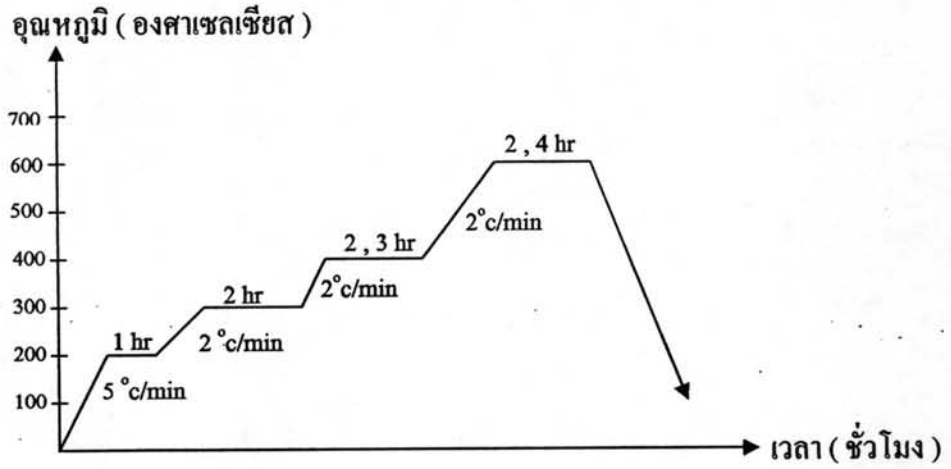
โดยในชั่วโมงแรกของการกำจัดตัวประสานจะแช่ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เพื่อเป็นการละลายตัวประสานที่อยู่บริเวณผิวหน้า และเปิดช่องทางสำหรับการละลายของตัวประสานที่อยู่ภายใน ให้ออกมาสู่ภายนอก หาเปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสาน โดยการชั่งน้ำหนัก

เปรียบเทียบก่อนและหลังกำจัดตัวประสาน และตรวจสอบความเสียหายที่อาจเกิดขึ้นกับชิ้นงาน จากนั้นเลือกสภาวะที่สามารถกำจัดตัวประสานได้ดีที่สุด

$$\% \text{ การกำจัดตัวประสาน} = \frac{(\text{น้ำหนักชิ้นงานก่อนการกำจัดตัวประสาน} - \text{น้ำหนักชิ้นงานหลังการกำจัดตัวประสาน})}{\text{น้ำหนักตัวประสานในชิ้นงานขึ้นรูป}} \times 100$$

3.3.4.2 การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน

นำชิ้นงานที่ผ่านการกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลายแล้วมากำจัดตัวประสานด้วยความร้อน เป็นเวลา 11 ชั่วโมง และ 14 ชั่วโมง จากการตรวจสอบการสลายตัวของตัวประสานด้วย STA บรรยากาศอากาศ เขียนเป็นแผนภูมิการให้ความร้อน ได้ดังรูปที่ 3.2



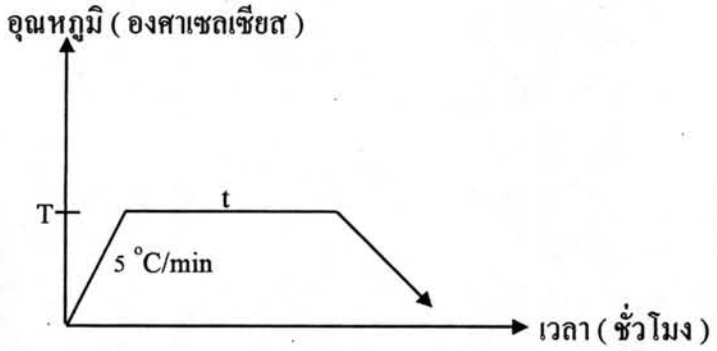
รูปที่ 3. 2 แผนภูมิการให้ความร้อนในการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน

หาเปอร์เซ็นต์การกำจัดตัวประสานโดยการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานเปรียบเทียบก่อนและหลังกำจัดตัวประสาน ตรวจสอบความเสียหายภายนอกที่อาจเกิดขึ้นจากขั้นตอนนี้

3.3.5 การเผาผนึก (Sintering)

การเผาผนึกแบ่งเป็น 2 แบบ คือ การเผาผนึกขั้นตอนเดียวและการเผาผนึกหลายขั้นตอน

3.3.5.1 การเผาผนึกแบบขั้นตอนเดียว

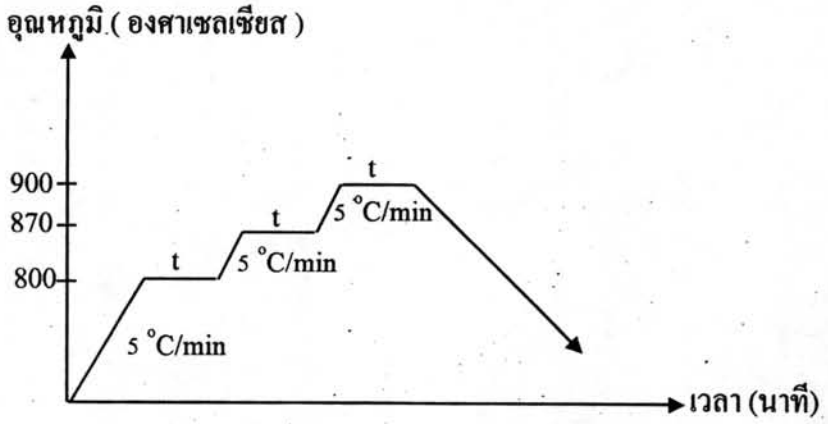


รูปที่ 3.3 แผนภูมิการเผาผนึกขั้นตอนเดียว

ทำการเผาผนึกชิ้นงาน ที่อุณหภูมิ 800 , 870 และ 900 องศาเซลเซียส เวลา 2 , 3 และ 5 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส / นาที บรรยากาศที่ใช้ในการเผาผนึกได้แก่ อากาศ

3.3.5.2 การเผาผนึกแบบหลายขั้นตอน

เนื่องจากความหนาแน่นที่ได้จากการเผาผนึกขั้นตอนเดียวมีค่าน้อย คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นได้เท่ากับ 79.05 เปอร์เซ็นต์ จึงทำการทดลองเผาผนึกหลายขั้นตอน เพื่อเปรียบเทียบผลของความหนาแน่นว่ามีค่าเพิ่มขึ้นหรือไม่



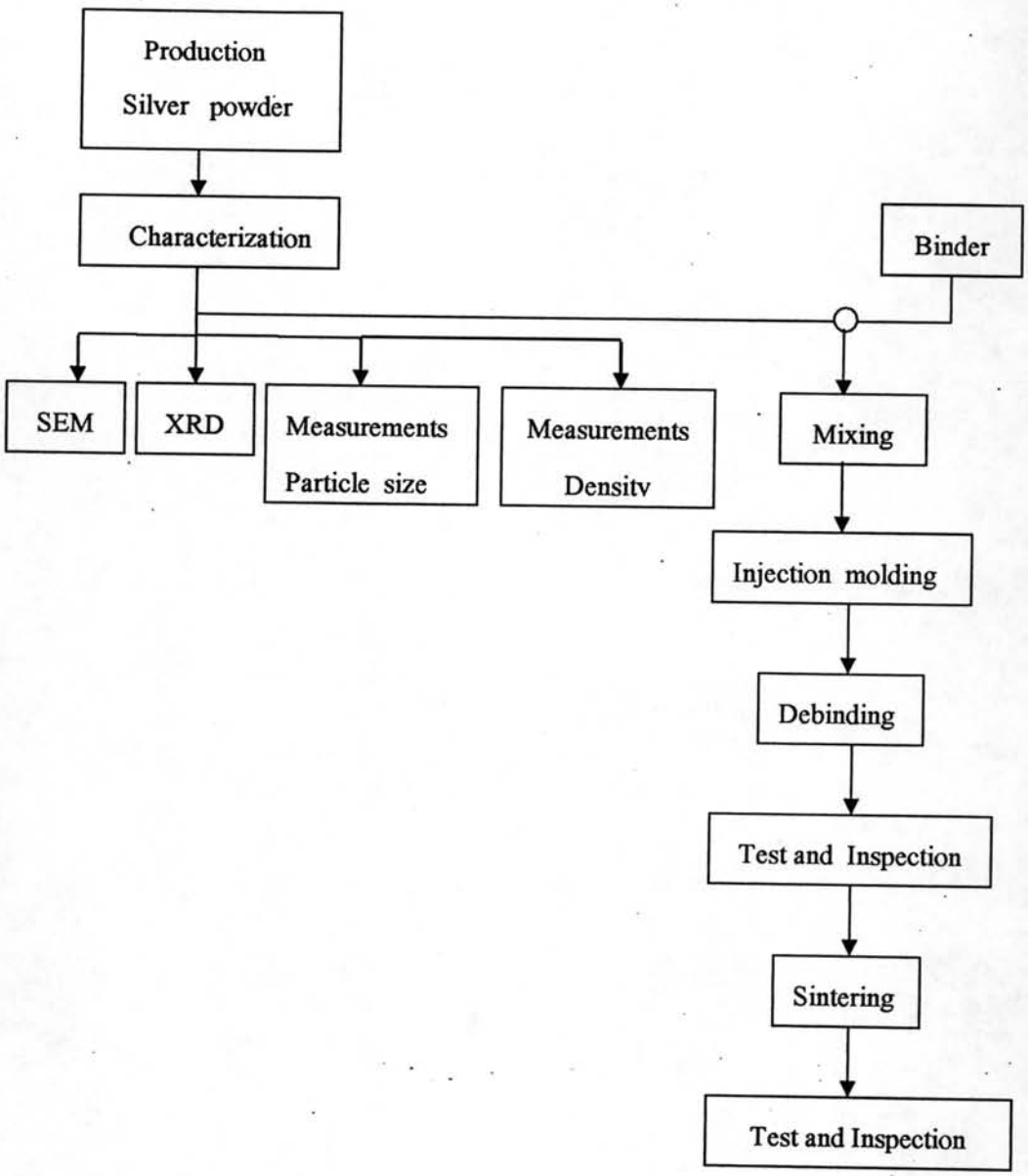
รูปที่ 3.4 แผนภูมิการเผาผนึกหลายขั้นตอน

การเผาผนึกแบบหลายขั้นตอนจะทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิเดียวกัน ตัวแปรในการเผาผนึกคือ เวลา โดย เวลาที่ใช้ได้แก่ 30 นาที 60 นาที 90 นาที และ 120 นาที อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที บรรยากาศที่ใช้ในการเผาผนึก คือ อากาศ

3.3.6 การตรวจสอบชิ้นงาน

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึก วัดความหนาแน่นเปรียบเทียบก่อนและหลังการเผาผนึกด้วยการแทนที่น้ำ วัดการหดตัวโดยเฉลี่ยของชิ้นงานจากขนาดของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงโดยใช้ เวอร์เนียคาลิปเปอร์เป็นเครื่องมือในการวัด วัดความแข็งของชิ้นงานด้วยเครื่องวัดความแข็งในสเกล HV น้ำหนักที่ใช้ในการกดเท่ากับ 25 กรัม เวลา 10 วินาที

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค เพื่อดูลักษณะโครงสร้างโดยรวมของโลหะเงิน ของชิ้นงานหลังทำการเผาผนึก โดยการขัดด้วยกระดาษทราย เบอร์ 180 400 800 1000 2000 และ 4000 ตามลำดับ จากนั้นทำการขัดบนผ้าสักหลาดโดยใช้ผงเพชรขนาด 1 ไมโครเมตร จากนั้นทำการถ่ายรูปโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดสะท้อนแสง



รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการดำเนินการทดลอง