

บทที่ 2
การทดลอง

วัตถุดิบและอุปกรณ์ในการทดลอง

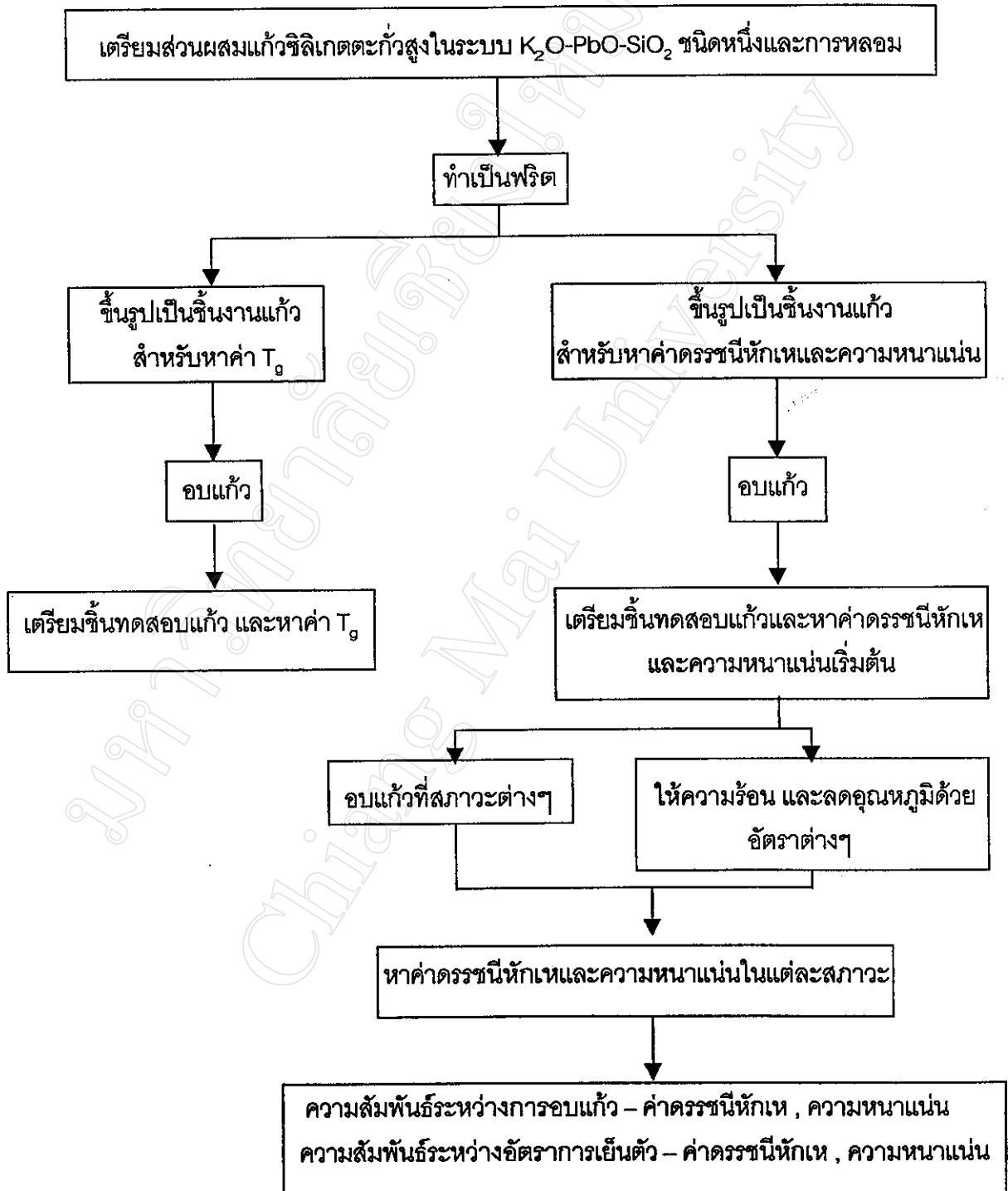
วัตถุดิบในการทดลอง

1. ตะกั่วแดง (Pb_3O_4) เกรดการค้า
2. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) เกรดการค้า
3. ทรายของโรงงานกระจกสยามการ์เดียน จากแหล่งเกาะเสม็ด จ.ระยอง

อุปกรณ์ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งหยาน รุ่น Alsep, A&D co., Ltd., Tokyo, Japan
2. เครื่องชั่งละเอียด รุ่น Sartorius AG, Sartorius, Soweit
3. หม้อบดความเร็วสูงขนาดเล็ก (High speed ball mill)
4. เตาหลอมแก้วและเตาอบแก้วชนิดใช้แก๊สเป็นเชื้อเพลิงที่สร้างขึ้นใช้ทดลองในห้องปฏิบัติการ (ดูภาคผนวก ก และ ข)
5. เตาอบไฟฟ้า รุ่น Ney, 2-525, Series II, Barkmeyer Division Yucaipa, CA., U.S.A.
6. ถ้วยอะลูมินาเพื่อใช้ในการหลอมแก้ว (ดูภาคผนวก ข)
7. แบบพิมพ์โลหะรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. ยาว 10 ซม.
8. แบบพิมพ์โลหะรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด 5x8x1.5 ซม.
9. คีมคีบขนาดใหญ่และเล็ก
10. หัวแก๊สเพื่อให้อุ่นแบบพิมพ์โลหะ
11. ถังมือและหน้ากากกันความร้อน
12. ตะแกรงร่อน ขนาด 120 เมช
13. เครื่องตัดแก้ว รุ่น Struers, Discoplan-TS (ดูภาคผนวก ค)
14. เครื่องขัดแก้ว รุ่น Struers Rotopol-15, A/S DK-2610, Copenhagen, Denmark, 1997. พร้อมด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 500, 1000 และ ผงอะลูมินา ขนาด 1 ไมครอน (ดูภาคผนวก ค)
15. เครื่อง Dilatometer รุ่น MT1000, Technical Operation of Japan
16. นาฬิกาจับเวลา
17. กล้องจุลทรรศน์แบบแสงรุ่น Labophot 2-Pol, Nikon, 461064, Japan พร้อมหลอดไฟเดียม และ Micrometer เพื่อใช้หาค่าครวชนิกเก (ดูภาคผนวก ข)
18. กระจกสไลด์
19. ปีกเกอร์และหลอดวงน้ำหนัก

วิธีการทดลองเพื่อศึกษากระบวนการผ่อนคลายในแก้วซิลิเกตที่มีปริมาณตะกั่วสูงในงานวิจัยนี้
ได้มีแผนการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 17



รูป 17 แสดงแผนการทดลองเพื่อศึกษากระบวนการผ่อนคลายในแก้วซิลิเกตที่มีปริมาณตะกั่วสูง

2.1 การเตรียมส่วนผสมแก้วซิลิเกตตะกั่วสูงในระบบ $K_2O - PbO - SiO_2$ และการหลอมแก้ว

2.1.1 การเตรียมส่วนผสมแก้วซิลิเกตตะกั่วสูงในระบบ $K_2O - PbO - SiO_2$ ชนิดหนึ่ง

ในการทดลองได้เตรียมแก้วซิลิเกตตะกั่วสูงชนิดหนึ่ง โดยได้ให้สนใจส่วนผสมแก้วซิลิเกตตะกั่วที่มีปริมาณตะกั่วสูงสุด ประกอบด้วยปริมาณ (wt%) ของ PbO 70 , K_2O 8 และ SiO_2 22 ทั้งนี้ได้เลือกใช้วัตถุดิบเกรดการค้าที่มีในห้องปฏิบัติการตีกลีเกิด ได้แก่ ตะกั่วแดง โพแทสเซียมคาร์บอเนต และทรายแก้วที่ได้รับความอนุเคราะห์มาจากโรงงานแก้วแห่งหนึ่งในจังหวัดระยอง การเตรียมส่วนผสมของแก้วซิลิเกตตะกั่วสูงดังกล่าว ทำได้โดยชั่งวัตถุดิบแต่ละชนิดในอัตราส่วน (wt%) ของตะกั่วแดง 71.67 โพแทสเซียมคาร์บอเนต 12 และทราย 16.33 เตรียมส่วนผสมในปริมาณ 200 กรัม และทำการบดผสมในหม้อบดความเร็วสูงขนาดเล็กเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำส่วนผสมที่บดผสมเรียบร้อยแล้วใส่ในเบ้าหลอมแก้วเนื้ออะลูมินา เพื่อนำไปหลอมในขั้นตอนต่อไป ทั้งนี้ส่วนผสม 200 กรัม สามารถใส่ในเบ้าหลอมได้ 1 ถ้วย

2.1.2 การหลอมส่วนผสมแก้วซิลิเกตตะกั่วสูง

หลังจากใส่ส่วนผสมในเบ้าหลอมเรียบร้อยแล้ว ได้นำเบ้าหลอมดังกล่าววางไว้ในเตาหลอมที่เป็นเตาหลอมขนาดเล็กใช้แก๊สเป็นเชื้อเพลิง จากนั้นทำการปิดประตูเตาและเริ่มทำการหลอมแก้วโดยเพิ่มอุณหภูมิอย่างต่อเนื่องจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ $950^{\circ}C$ ซึ่งเป็นอุณหภูมิการหลอมตัวของแก้วซิลิเกตตะกั่วสูงชนิดนี้ เมื่ออุณหภูมิในเตาถึง $950^{\circ}C$ แล้ว ทำการแช่ไฟ (Soaking) ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อต้องการให้ส่วนผสมเกิดการหลอมตัวที่สมบูรณ์ และเป็นเนื้อเดียวกันทั้งหมด เมื่อทำการแช่ไฟครบ 2 ชั่วโมงแล้ว ได้นำแก้วเหลวมาทำเป็นฟริดในขั้นตอนต่อไป

2.2 การทำฟริด

หลังจากแช่ไฟที่อุณหภูมิ $950^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเรียบร้อยแล้ว ได้นำแก้วเหลวออกมาทำเป็นฟริด โดยทำการเปิดประตูเตา แล้วใช้คีมโลหะคีบเบ้าหลอมแก้วออกมา ดังแสดงในรูปที่ 18 พร้อมกับเทแก้วเหลวลงในน้ำที่บรรจุในภาชนะทรงสูงทันที ดังแสดงในรูปที่ 19 โดยสิ่งที่ต้องให้ความระมัดระวังได้แก่ การใช้คีมโลหะคีบเบ้าหลอมเพื่อเทน้ำแก้วเหลวลงในน้ำ จะต้องไม่ให้คีมสัมผัสกับน้ำแก้วเหลว เพราะอาจจะทำให้มีสิ่งเจือปนตกลงไปในน้ำแก้วเหลวได้ รวมทั้งการเทน้ำแก้วเหลวจะต้องเทอย่างรวดเร็ว เพื่อป้องกันไม่ให้แก้วมีความหนืดสูงทำให้เทได้ยาก ทั้งนี้การเปิดประตูเตาไม่ต้องลดอุณหภูมิลงและรักษาอุณหภูมิในเตาให้อยู่ที่ $950^{\circ}C$ ตลอด หลังจากที่เทแก้วเหลวลงในน้ำแล้ว แก้วเหลวจะแข็งตัวมีลักษณะเป็นเกล็ดเล็กๆ ที่เรียกว่า “ฟริด (Frit)” จากนั้นกรองฟริดด้วยตะแกรงเบอร์ 120 เมช แล้วนำไปทำให้แห้งจะได้ฟริดครั้งที่ 1



รูป 18 แสดงการเปิดประตูเตาและใช้คีมคีบเบ้าหลอมแก้วออกจากเตาหลอม



รูป 19 แสดงการทำฟritด้วยการเทน้ำแก้วเหลวลงในน้ำ

เหตุผลที่ต้องทำเป็นพริตเนื่องจาก มีความต้องการที่จะให้ได้แก้วที่เป็นเนื้อเดียวกันทั้งหมด ซึ่งการทำเป็นพริตนี้จะช่วยให้แก้วเป็นเนื้อเดียวกันได้ดีขึ้น เนื่องจากส่วนผสมต่างๆ ได้ผ่านการหลอมรวมกันมาแล้ว และเพื่อให้เกิดความแน่ใจว่าได้เนื้อแก้วที่เป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น จึงได้ทำเป็นพริตครั้งที่ 2 โดยนำพริตที่ได้ในครั้งแรกใส่ในเบ้าหลอม แล้วนำกลับเข้าไปหลอมในเตาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 950 °ซ พร้อมกับแช่ไฟเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการเปิดประตูเตาและใช้คีมคีบเบ้าหลอมออกมา เทแก้วเหลวลงในน้ำทันที กรองพริตด้วยตะแกรงเบอร์ 120 เมช แล้วนำพริตไปทำให้แห้ง จะได้พริตครั้งที่ 2 ทั้งนี้ยังคงรักษาอุณหภูมิเตาหลอมให้อยู่ที่ 950 °ซ คงเดิม

เมื่อได้พริตครั้งที่ 2 เรียบร้อยแล้ว จะทำการหลอมพริตอีกครั้งหนึ่งเพื่อให้ได้แก้วเหลวที่จะนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้วต่อไป ซึ่งการหลอมพริตนี้จะทำได้เช่นเดียวกับที่กล่าวมาข้างต้น เพียงแต่ลดอุณหภูมิหลอมลงมาจาก 950 °ซ เป็น 850 °ซ เนื่องจากพริตสามารถหลอมตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำลง และทำการแช่ไฟที่ 850 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2.3 การขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้ว

2.3.1 การขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้วสำหรับหาค่า T_g

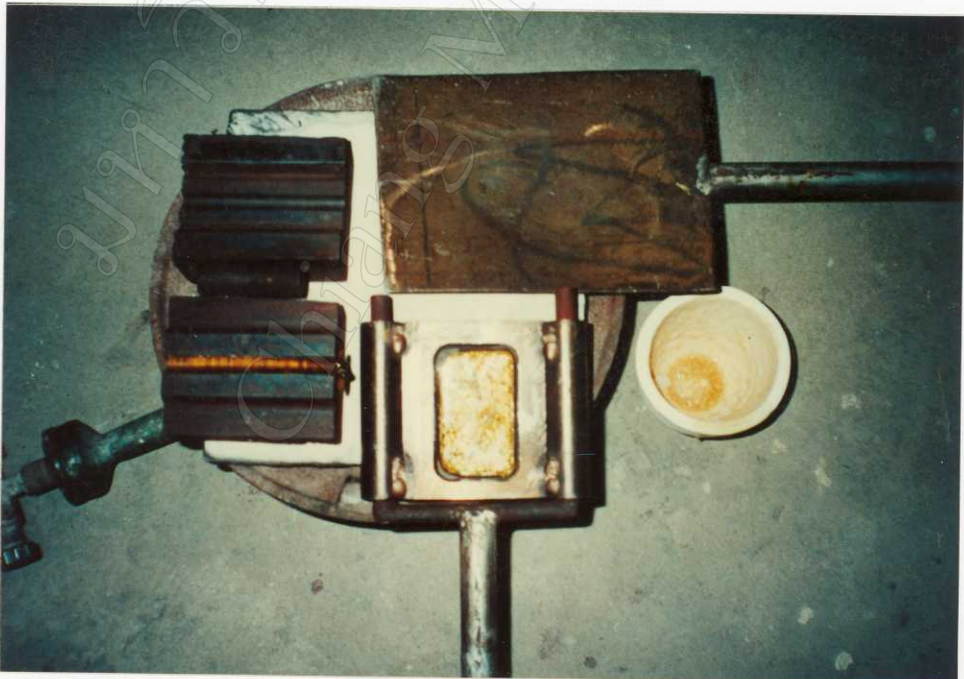
หลังจากหลอมพริตที่ 850 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเรียบร้อยแล้ว ได้นำแก้วเหลวมาทำการขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้วเพื่อใช้หาค่า T_g ต่อไป โดยการขึ้นรูปนี้ใช้วิธีเทน้ำแก้วเหลวลงในแบบพิมพ์โลหะที่มีช่องทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร สูง 10 เซนติเมตร ซึ่งการขึ้นรูปเริ่มจากให้ความร้อนกับแบบพิมพ์โลหะด้วยหัวแก๊สจนมีอุณหภูมิประมาณ 300 °ซ จากนั้นทำการเปิดประตูเตาหลอม แล้วใช้คีมคีบเบ้าหลอมแก้วออกมา พร้อมกับเทน้ำแก้วเหลวลงในช่องของแบบพิมพ์โลหะนั้นจนเต็มช่อง ดังแสดงในรูปที่ 20 ทิ้งไว้สักครู่จนกระทั่งแก้วแข็งตัวจึงถอดออกจากแบบพิมพ์โลหะ และนำแท่งแก้วที่ได้เข้าเตาอบต่อไป

2.3.2 การขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้วสำหรับหาค่าครรชนีหักเหและความหนาแน่น

การขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแก้วในขั้นตอนนี้จะทำได้เช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.1 เพียงแต่เปลี่ยนแบบพิมพ์โลหะทรงกระบอกมาใช้แบบพิมพ์โลหะที่มีร่องรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดกว้าง $\times$ ยาว $\times$ สูง เป็น $5 \times 8 \times 1.5$ เซนติเมตร เมื่อเทน้ำแก้วเหลวลงในแบบพิมพ์โลหะจนเต็มเรียบร้อยแล้ว ทิ้งไว้จนกระทั่งแก้วแข็งตัว ดังรูปที่ 21 จึงถอดออกจากแบบพิมพ์ และนำแผ่นแก้วที่ได้เข้าเตาอบต่อไป



รูป 20 แสดงการเทแก้วเหลวลงในแบบพิมพ์โลหะ



รูป 21 แสดงแก้วเหลวที่แข็งตัวแล้วในแบบพิมพ์โลหะ

2.4 การอบแก้ว

การอบแก้วใช้อุณหภูมิประมาณ 350°C ในเตาอบที่เป็นเตาแก๊ส โดยนำชิ้นงานแก้วทั้งที่เป็นแท่งแก้วทรงกระบอกและแผ่นแก้วทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้าเข้าเตาอบ ทำการแช่ไฟที่อุณหภูมิเป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นลดอุณหภูมิลงมาจนถึงอุณหภูมิห้องอย่างช้าๆ ใช้เวลาประมาณ 6 ชั่วโมง จึงนำชิ้นงานแก้วออกจากเตาอบ

2.5 การเตรียมชิ้นทดสอบแก้วและการหาค่า T_g

2.5.1 การเตรียมชิ้นทดสอบแก้วสำหรับหาค่า T_g

ตัดแท่งแก้วที่ผ่านการอบแก้วมาแล้ว ให้มีขนาดยาวประมาณ 2 เซนติเมตรด้วยเครื่องตัด ดังแสดงในรูปที่ 22 จากนั้นนำชิ้นทดสอบที่ได้ไปขัดให้ผิวหน้าตัดทั้ง 2 ด้านเรียบด้วยเครื่องขัด ดังแสดงในรูปที่ 23 โดยการขัดเริ่มต้นด้วยการใช้กระดาษทรายเบอร์ 180 เพื่อขัดให้รอยตัดที่ผิวแก้วหายไปก่อน จากนั้นใช้กระดาษทรายเบอร์ 500 และ 1000 ขัดผิวแก้วให้ผิวเรียบมากขึ้นตามลำดับ ขั้นตอนสุดท้ายของการขัดจะใช้ผงอะลูมินาที่มีขนาด 1 ไมครอน ขัดจนผิวแก้วเรียบ และมันวาว ทั้งนี้การตรวจสอบผิวแก้วเพื่อดูความเรียบของผิวแก้ว ได้ใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Light microscope) ตรวจสอบ ถ้าผิวแก้วยังมีรอยจากการตัดหรือรอยจากการขัดปรากฏอยู่ จะนำชิ้นทดสอบนั้นไปขัดด้วยผงอะลูมินาอีกครั้งจนกระทั่งไม่ปรากฏรอยใดๆ ที่ผิวแก้ว



รูป 22 แสดงการตัดชิ้นงานแก้วด้วยเครื่องตัด

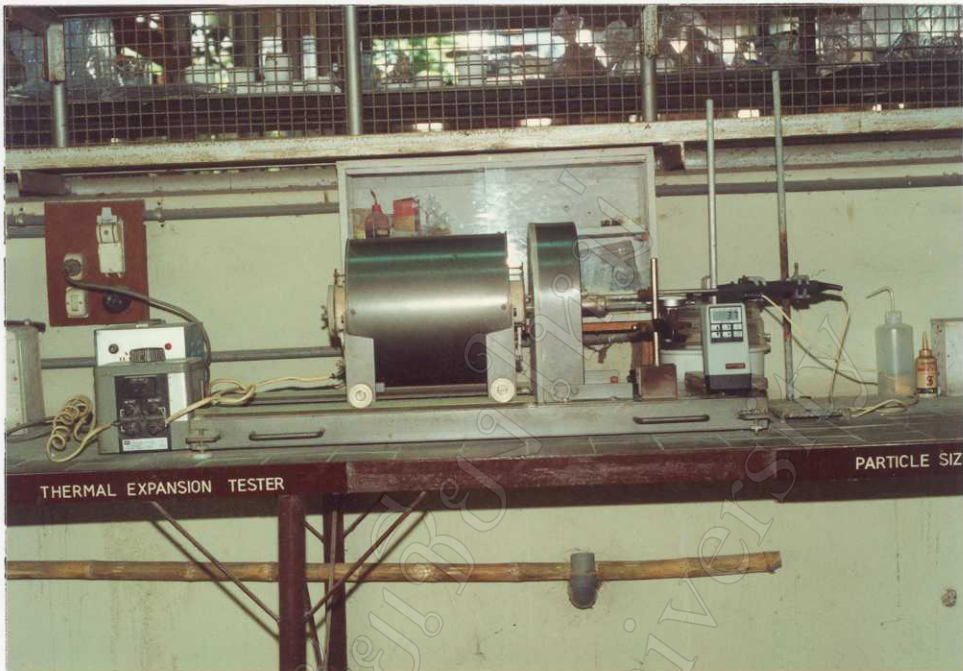


รูป 23 แสดงการวัดขึ้นททดสอบแก้วด้วยเครื่องวัด

2.5.2 การหาค่า T_g

การหาค่า T_g ของขึ้นททดสอบแก้วในการทดลองนี้ ได้ใช้วิธีวัดการขยายตัวของแก้วเมื่อได้รับความร้อนด้วยเครื่อง Dilatometer ซึ่งอุณหภูมิ T_g นี้จะเป็นตัวกำหนดอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองขั้นตอนต่อไป วิธีการวัดค่า T_g ทำได้ดังนี้

1. จัดตั้งเครื่อง Dilatometer ดังรูปที่ 24 โดยส่วนประกอบสำคัญได้แก่ ตัวเตาที่มีขดลวดให้ความร้อนอยู่ภายใน อุปกรณ์ควบคุมอัตราการให้ความร้อน เทอร์โมคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิ อุปกรณ์อ่านค่าการขยายตัวที่เป็น Micrometer
2. วัดความยาวของขึ้นททดสอบแก้วเริ่มต้นด้วยเวอร์เนียร์ บันทึกค่าความยาวเป็น L_0 เซนติเมตร
3. วางขึ้นททดสอบแก้วลงในรางสำหรับวางชิ้นงานภายในตัวเตาแล้วสอดแท่งแก้วซิลิกาตามช่องให้ชนกับปลายของขึ้นททดสอบแก้วเพื่อใช้เป็นก้านหยั่งชิ้นงาน จากนั้นต่อ Micrometer ที่ปลายอีกด้านหนึ่งของแท่งแก้วซิลิกา เพื่อใช้สำหรับวัดค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลง
4. ให้ความร้อนกับขึ้นททดสอบแก้ว โดยควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้ได้ประมาณ $3^\circ\text{C}/\text{นาที่}$
5. อ่านค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลงไปทุกๆ 10°C ที่อ่านจาก Micrometer บันทึกค่าเป็น L เซนติเมตร ทั้งนี้จะวัดค่าความยาวที่เปลี่ยนแปลงจนกระทั่งพบว่าขึ้นททดสอบแก้วเริ่มเกิดการหดตัวจึงหยุดการวัด
6. นำข้อมูลที่ได้ไปเขียนกราฟระหว่าง $\Delta L/L$ กับอุณหภูมิ เพื่อหาค่า T ต่อไป



รูป 24 แสดงการติดตั้งเครื่อง Dilatometer

2.6 การเตรียมชิ้นทดสอบแก้วและการหาค่าครรชนีหักเหและความหนาแน่นก่อนทดลอง

2.6.1 การเตรียมชิ้นทดสอบแก้วสำหรับค่าครรชนีหักเหและความหนาแน่น

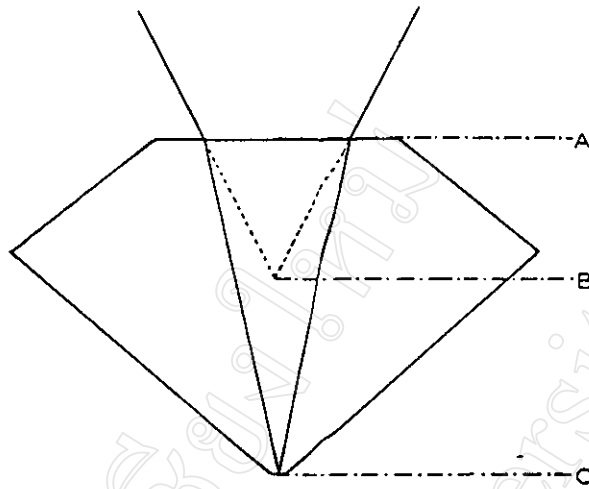
การเตรียมชิ้นทดสอบนี้ได้ใช้เครื่องตัดและเครื่องขัดเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.5.1 โดยนำแผ่นแก้วขนาด $5 \times 8 \times 1.5$ เซนติเมตร ที่ผ่านการอบเรียบรอยแล้ว มาตัดให้มีขนาด 1×1 เซนติเมตร จากนั้นนำชิ้นทดสอบแก้วที่ตัดแล้วมาขัดด้วยเครื่องขัดโดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 180 , 500 และ 1000 และใช้ผงอะลูมินาขนาด 1 ไมครอน ตามลำดับ ซึ่งการขัดนั้นจะขัดทุกด้านของชิ้นทดสอบแก้วให้เรียบและขัดให้เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมขนาด $0.5 \times 0.5 \times 0.3$ เซนติเมตรเท่าๆ กันทุกชิ้น จากนั้นตรวจสอบผิวแก้วด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง ขัดจนกระทั่งไม่ปรากฏรอยใดๆ ที่ผิวแก้ว แล้วจึงจะนำไปวัดค่าครรชนีหักเหและความหนาแน่นก่อนทดลองต่อไป

2.6.2 การวัดค่าครรชนีหักเหก่อนทดลองของชิ้นทดสอบแก้ว

การวัดค่าครรชนีหักเหของชิ้นทดสอบแก้ว ใช้วิธีที่เรียกว่า Direct method ที่อธิบายโดย P.G.Read [20] ซึ่งเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้หาค่าครรชนีหักเหของวัตถุที่มีค่าครรชนีหักเหสูง การวัดด้วยวิธีนี้ได้ใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสงส่องผ่าน และใช้แสงจากหลอดแสงโซเดียม (Sodium lamp) ที่มีความยาวคลื่น 589.3 นาโนเมตร พร้อมกับมีเครื่องวัดระยะโฟกัสที่ติดตั้งอยู่กับกล้องจุลทรรศน์นั้น

หลักการวัด

ให้หลักการปรับจุดโฟกัสที่จุดจุดหนึ่ง (จุดที่ทำเครื่องหมายขึ้นเอง) ผ่านชิ้นทดสอบแก้วด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงส่องผ่าน ซึ่งจะทำให้การปรับจุดโฟกัส 3 จุด ดังแสดงในรูปที่ 25



รูป 25 แสดงจุดไฟกัสทั้ง 3 จุดในการวัดค่าตรรชนีหักเหด้วยเทคนิค Direct method [20]

ตามรูป 25 เมื่อทำเครื่องหมายขึ้นมาจุดหนึ่ง จากนั้นปรับระยะไฟกัสของกล้องจุลทรรศน์ให้มองเห็นเครื่องหมายนั้นชัดเจนที่สุด จะได้ระยะจุดไฟกัส 3 จุดดังนี้

จุดไฟกัสที่จุด C เป็นจุดไฟกัสของกล้องจุลทรรศน์ที่เห็นเครื่องหมายชัดเจน

จุดไฟกัสที่จุด B เป็นจุดไฟกัสที่เห็นเครื่องหมายชัดเจน โดยการมองทะลุผ่านขึ้นทดสอบ แก้วเมื่อวางแก้วทับที่เครื่องหมายนั้น

จุดไฟกัสที่จุด A เป็นจุดไฟกัสที่เห็นผิวด้านบนขึ้นทดสอบแก้วชัดเจน

เมื่อได้ระยะจุดไฟกัสทั้ง 3 จุดเรียบร้อยแล้ว สามารถคำนวณค่าตรรชนีหักเหจากสมการ

$$\text{ค่าตรรชนีหักเห} = \frac{A - C}{A - B} = \frac{\text{ระยะลึกจริง}}{\text{ระยะลึกปรากฏ}}$$

วิธีการวัดค่าตรรชนีหักเห

1. ติดตั้งหลอดแสงโซเดียม, เครื่องวัดระยะไฟกัสซึ่งในการทดลองนี้ใช้ Micrometer ต่อเข้ากับกล้องจุลทรรศน์แบบแสงส่องผ่านดังแสดงในรูปที่ 26

2. วางกระจกสไลด์และยึดติดกับฐานของกล้องจุลทรรศน์ จากนั้นทำเครื่องหมายเป็นจุดเล็ก ๆ จำนวน 1 จุดบนกระจกสไลด์ ปรับระยะโฟกัสของกล้องให้เห็นเครื่องหมายชัดที่สุด พร้อมกับปรับเข็มชี้ของ Micrometer ไปที่ตำแหน่งศูนย์ (จุดโฟกัสที่จุด C ในรูปที่ 25)
3. วางชิ้นทดสอบแก้วบนแผ่นกระจกสไลด์ให้ทับตำแหน่งเครื่องหมายที่ทำไว้ จากนั้น ปรับระยะโฟกัสของกล้องให้เห็นเครื่องหมายผ่านทะลุชิ้นทดสอบชัดเจนที่สุด บันทึกระยะโฟกัส (จุดโฟกัสที่จุด B ในรูปที่ 25)
4. ทำเครื่องหมายบนผิวชิ้นทดสอบแก้วด้านบน จากนั้นปรับจุดโฟกัสของกล้องให้เห็นเครื่องหมายบนผิวชิ้นทดสอบแก้วชัดเจนที่สุด บันทึกระยะโฟกัส (จุดโฟกัสจุดที่ A ในรูปที่ 25)
5. นำระยะโฟกัสทั้ง 3 จุดไปคำนวณหาค่าดัชนีหักเหตามสมการ ทั้งนี้จุด C มีค่าเป็นศูนย์เสมอ
6. ก่อนทำการวัดค่าในชิ้นทดสอบแก้วชิ้นใหม่ จะต้องปรับจุดโฟกัสที่จุด C ให้เป็นศูนย์ทุกครั้ง



รูป 26 แสดงการติดตั้งเครื่องมือและการหาค่าดัชนีหักเหด้วยเทคนิค Direct method

2.6.3 การวัดความหนาแน่นก่อนทดลองของชิ้นทดสอบแก้ว

การวัดความหนาแน่นของชิ้นทดสอบแก้ว ได้ใช้วิธีการชั่งน้ำหนักในน้ำ (Hydrostatic method) ที่อธิบายโดย P.G. Read [20] ซึ่งวิธีนี้เป็นการชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบแก้วในสภาวะอากาศแห้ง และในสภาพที่ถูกแขวนลอยอยู่ในน้ำภายใต้ความดันและอุณหภูมิห้อง จากนั้นคำนวณหาความหนาแน่นได้ดังสมการ

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{W_1 \times \rho_{\text{น้ำ}}}{W_2}$$

W_1 แทน น้ำหนักของชิ้นทดสอบแก้วที่ชั่งในสภาวะอากาศแห้ง (กรัม)

W_2 แทน น้ำหนักของชิ้นทดสอบแก้วที่ชั่งในสภาพแขวนลอยในน้ำ (กรัม)

$\rho_{\text{น้ำ}}$ แทนความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง (กรัม/ลบ. ซม.)

ทั้งนี้ ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลองนั้นดูได้จากมาตรฐาน ASTM [21]

วิธีการวัดค่าความหนาแน่น

1. ชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบแก้วในสภาวะอากาศแห้งบนเครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนักเป็น W_1 กรัม

2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังแสดงในรูปที่ 27 โดยวางบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำกลั่นลงบนเครื่องชั่ง ทำการติดตั้งตะแกรงลวดถ่วงน้ำหนักเข้ากับขาตั้งให้อยู่ในแนวตั้ง จากนั้นหย่อนตะแกรงลวดถ่วงน้ำหนักลงในน้ำ ให้จมอยู่ระดับกึ่งกลางของระดับน้ำในบีกเกอร์ และอยู่ในแนวตั้ง หลังจากนั้นปรับค่าที่อ่านได้จากเครื่องชั่งให้เป็น 0.0000 กรัม

3. หย่อนชิ้นทดสอบแก้วลงในตะแกรงลวดถ่วงน้ำหนัก ดังแสดงในรูปที่ 28 อ่านค่าน้ำหนักแล้วบันทึกเป็น W_2 กรัม

4. ในขณะที่หย่อนชิ้นทดสอบแก้วลงในตะแกรงลวดถ่วงน้ำหนักนั้น ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิของน้ำในบีกเกอร์ จากนั้นนำค่าอุณหภูมิไปเทียบค่าความหนาแน่นของน้ำตาม ASTM [21] บันทึกความหนาแน่นของน้ำขณะทำการทดลอง เป็น $\rho_{\text{น้ำ}}$ (กรัม/ลบ. ซม.)

5. นำค่า W_1 , W_2 และ $\rho_{\text{น้ำ}}$ ที่ได้จากการทดลองมาคำนวณหาความหนาแน่น



รูป 27 แสดงการติดตั้งเครื่องมือในการหาความหนาแน่นด้วยวิธีชั่งน้ำหนักในน้ำ



รูปที่ 28 แสดงการหย่อนชิ้นทดสอบแก้วลงในหลอดวงน้ำหนักที่จมอยู่ในน้ำ

2.7 การอบแก้วที่อุณหภูมิและระยะเวลาต่างๆ

หลังจากที่ทราบค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นเริ่มต้นของชิ้นทดสอบแก้วเรียบร้อยแล้ว ได้นำชิ้นทดสอบแก้วนั้นมาอบภายใต้สภาวะต่างๆ เพื่อดูผลการอบแก้วที่มีต่อค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่น โดยการอบแก้วได้ใช้เตาไฟฟ้าที่สามารถควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ ลดอุณหภูมิ และระยะเวลาแช่อุณหภูมิ (Soaking) ได้แน่นอน ดังแสดงในรูปที่ 29

อุณหภูมิที่ใช้อบแก้วได้เลือกทำ 3 อุณหภูมิ ซึ่งเป็นอุณหภูมิช่วง $T_g \pm 50^{\circ}\text{C}$ ที่ถือว่าเป็นช่วงของการอบแก้ว โดยอุณหภูมิ T_g นั้นทราบได้จากผลการวัดค่า T_g ในหัวข้อ 2.5.2 ดังนั้นอุณหภูมิที่ใช้อบแก้วประกอบด้วย อุณหภูมิ T_g , $T_g + 50^{\circ}\text{C}$ และ $T_g - 50^{\circ}\text{C}$ ส่วนสำหรับชิ้นทดสอบแก้วที่จะนำมาอบในแต่ละอุณหภูมินั้นจะใช้ชิ้นทดสอบแก้ว 5 ชิ้น

การอบแก้วในแต่ละอุณหภูมิกระทำได้ในทำนองเดียวกัน นำชิ้นทดสอบแก้วทั้ง 5 ชิ้น เข้าเตาอบไฟฟ้า เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จนถึงอุณหภูมิอบแก้ว พร้อมกับทำการแช่อุณหภูมิไว้เป็นเวลา 4 เมื่อครบแล้วทำการลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้องด้วยอัตรา $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จากนั้นนำชิ้นทดสอบแก้วออกจากเตาอบ และนำไปวัดค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นหลังอบ 4 ชั่วโมง

เมื่อได้ค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นหลังอบที่ 4 ชั่วโมงแล้ว นำชิ้นทดสอบแก้วเดิมทั้ง 5 ชิ้น กลับเข้าเตาอบอีกครั้ง เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จนถึงอุณหภูมิอบแก้วเช่นเดิม แต่เพิ่มเวลาแช่อุณหภูมิเป็น 8 , 12 , 16 , 20 , 24 , 36 , 48 และ 60 ชั่วโมงตามลำดับ พร้อมกับนำชิ้นทดสอบแก้วไปวัดค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นหลังอบในแต่ละเวลา

เมื่อทำการเปลี่ยนอุณหภูมิในการอบแก้ว จะเปลี่ยนชิ้นทดสอบแก้วใหม่อีก 5 ชิ้น และกระทำการอบแก้วเช่นเดียวกับที่กล่าวมาข้างต้น ทั้งนี้การวัดค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นหลังอบในแต่ละอุณหภูมิและแต่ละระยะเวลาอบแก้ว ได้ใช้วิธีการวัดดังที่กล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 2.6.2 และ 2.6.3 ตามลำดับ จากนั้นนำผลการวัดค่าธรรมเนียกเหและความหนาแน่นหลังอบที่สภาวะต่างๆ มาเขียนเป็นกราฟความสัมพันธ์เทียบกับเวลา เพื่อดูผลของการอบแก้วที่มีต่อดังกล่าว

2.8 การให้ความร้อนและลดอุณหภูมิของชิ้นทดสอบแก้วด้วยอัตราการเย็นตัวต่างๆ

เมื่อได้ค่าความหนาแน่นและค่าธรรมเนียกเหเริ่มต้นของชิ้นทดสอบแก้วเป็นที่เรียบร้อยแล้ว นำชิ้นทดสอบแก้วนั้นมาให้ความร้อน จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตราการเย็นตัวที่แตกต่างกัน เพื่อดูผลของอัตราการเย็นตัวที่มีต่อความหนาแน่นและค่าธรรมเนียกเห โดยในการทดลองได้ใช้เตาไฟฟ้าที่สามารถควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิและลดอุณหภูมิได้ดังแสดงในรูปที่ 29



รูป 29 เตาไฟฟ้าที่ใช้ในการอบแก้ว และให้ความร้อนพร้อมกับลดอุณหภูมิด้วยอัตราการเย็นตัวต่างๆ

การให้ความร้อนแก่ชิ้นทดสอบแก้ว ใช้อุณหภูมิในช่วง T_g ถึงอุณหภูมิที่แก้วเริ่มอ่อนตัว ทั้งนี้ช่วงอุณหภูมิดังกล่าวทราบได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 2.5.2

สำหรับอัตราการเย็นตัวของแก้วได้ทดลองด้วยอัตรา 5 , 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 , 40 , 45 และ 50 °C/นาาที โดยอัตราการเย็นตัวที่ช้า คือ 5 ถึง 20 °C/นาาที จะควบคุมด้วยระบบของเตาไฟฟ้าที่ใช้ แต่ถ้าอัตราที่เร็วขึ้นที่ 25 ถึง 50 °C/นาาที นั้น การควบคุมด้วยระบบของเตาทำได้ยากจึงต้องอาศัยการเปิดประตูเตาที่ละน้อยสลับกับการปิดประตูเตา เพื่อให้อุณหภูมิลดลงตามอัตราที่กำหนดไว้ นอกจากการเปิดประตูแล้วยังจำเป็นต้องใช้พัดลมเป่าเพื่อช่วยทำให้การเย็นตัวที่เร็วขึ้น ทั้งนี้การเปิดประตูเตาและการใช้พัดลมเป่าต้องกระทำอย่างระมัดระวัง เพื่อควบคุมให้อัตราการเย็นตัวคงที่และเป็นไปตามที่กำหนดไว้ทุกๆ อัตรา

การทดลองในแต่ละอุณหภูมิทำได้ในทำนองเดียวกัน โดยนำชิ้นทดสอบแก้วจำนวน 5 ชิ้นเข้าเตาไฟฟ้า ทำการเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 5 °C/นาาที ไปจนถึงอุณหภูมิที่กำหนดไว้ ทำการลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 5 °C/นาาที ถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นนำชิ้นทดสอบแก้วทั้ง 5 ชิ้นไปวัดค่าดรรชนีหักเหและความหนาแน่น หลังลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 5 °C/นาาที เมื่อได้ค่าดังกล่าวแล้วได้นำชิ้นทดสอบแก้วเดิมทั้ง 5 ชิ้น กลับเข้าเตาอีกครั้ง แล้วเพิ่มอุณหภูมิ 5 °C/นาาที จนถึงอุณหภูมิที่กำหนดไว้ จากนั้นลดอุณหภูมิลงมาถึงที่อุณหภูมิห้องด้วยอัตราอื่นๆ ได้แก่ 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 , 40 , 45 และ

50^oซนาที ตามลำดับพร้อมกับนำขึ้นทดสอบแก้วไปวัดค่าดรรชนีหักเหและความหนาแน่นหลังจากลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้องเช่นเดียวกันจนครบทุกอัตรา เมื่อทำการเปลี่ยนอุณหภูมิการทดลอง จะเปลี่ยนขึ้นทดสอบแก้วใหม่อีก 5 ชิ้น และกระทำเช่นเดียวกับที่กล่าวมา นำผลการวัดค่าที่ได้มาเขียนเป็นกราฟความสัมพันธ์เทียบกับอัตราการเย็นตัวลง