บทที่ 3

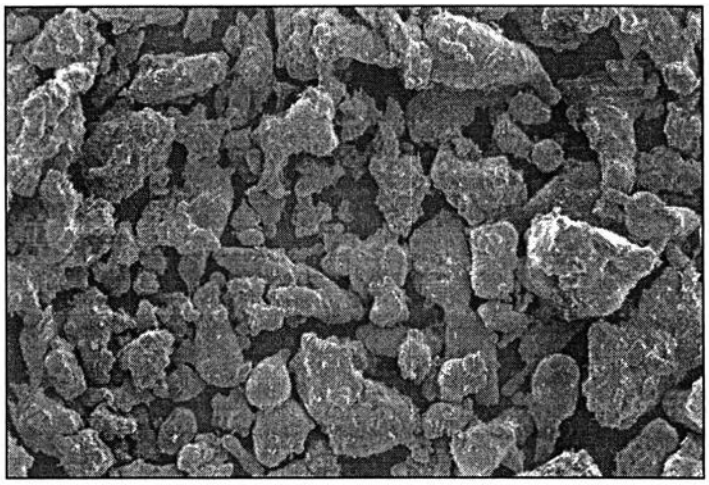
ระเบียบวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุผง

วัสดุผงที่ใช้ในการทดลองนี้มี 3 ชนิด คือ

1) ผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L (ผสม Lithium stearate 1% เป็นตัวประสาน) จากบริษัท Hoganas ประเทศสวีเดน ผ่านการผลิตด้วยวิธี Water atomization ทำให้อนุภาคผงที่ได้มีรูปร่างแบบไม่แน่นอน (Irregular shape) ดังรูปที่ 3.1 ผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L นี้มีส่วนประกอบทางเคมีและสมบัติอื่นๆแสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ



รูปที่ 3.1 ภาพถ่ายผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L (Hoganas) (SEM, x150)

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบทางเคมี (w/o) ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L (Hoganas)

C	S	Fe	Mn	Cr	Si	O	N	Ni
0.01	0.01	Bal.	0.12	12.24	0.84	0.22	0.02	0.61

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 สมบัติอื่นๆของผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L (Hoganas)

ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (Mean particle size)	91.08 μm
ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density)	3.33 g/cm^3
อัตราการไหลตัว (Flow rate)	37.9 s/50g
ความหนาแน่นหลังการขึ้นรูปที่ 600MPa (Green density)	6.54 g/cm^3
ความแข็งแรงหลังการขึ้นรูปที่ 600Mpa (Green strength)	4.5 MPa

2) ผงทองแดง (Infiltrating grade) สำหรับการแทรกซึมและการเผาประสานแบบเฟสของเหลว (Liquid-phase sintering) จากบริษัท OMG ประเทศสหรัฐอเมริกา มีส่วนประกอบทางเคมีและสมบัติอื่นๆดังตารางที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.3 ส่วนประกอบทางเคมีของผงทองแดง (OMG)

Cu	Fe	Mn
94.1	3.5	2.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติอื่นๆของผงทองแดง (OMG)

ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (Mean particle size)	60.06 μm
ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density)	3.10 g/cm^3
อัตราการไหลตัว (Flow rate)	32.0 s/50g
ความแข็งแรงที่ความหนาแน่น 6.7 g/cm^3 (Green strength)	1110 psi
อุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำ Infiltration	1121 ^oC
ความหนาแน่นหลังการเผาประสาน (Sintered density)	7.67 g/cm^3

3) H-WACHS ใช้เป็นตัวประสานโดยผสมกับผงทองแดงก่อนขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่ใช้เป็นตัวแทรกซึม ช่วยให้การยึดเกาะกันของอนุภาคผงทองแดงเป็นไปได้ดีขึ้น โดยเฉพาะในกรณีที่ใช้ผงทองแดงปริมาณน้อยๆ (< 2 กรัม)

3.1.2 แผ่นทองแดง

แผ่นทองแดงบริสุทธ์ 99.9% ที่ผ่านการรีดจนมีความหนา 0.2 มิลลิเมตร ใช้เป็นตัวแทรกซึมแบบหนึ่งในการทำการแทรกซึมเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L

3.1.3 ก๊าซ (บรรยากาศที่ใช้ในการเผาประสาน)

บรรยากาศที่ใช้ในขั้นตอนการกำจัดตัวประสาน (Debinding) ได้แก่ อาร์กอน 99.95% ส่วนบรรยากาศที่ใช้ในการเผาประสานได้แก่ ไฮโดรเจนบริสุทธ์ 99.9%

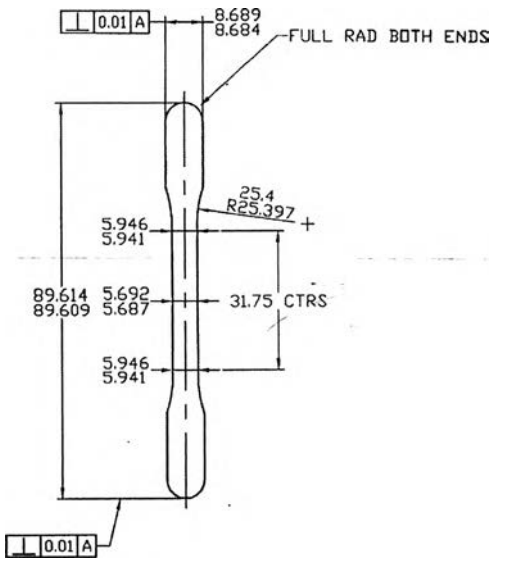
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องวัดขนาดอนุภาค Mastersizer S ver. 2.19
2. ชุดอุปกรณ์ Differential Thermal Analysis (DTA) Perkin Elmer DTA 7
3. ชุดอุปกรณ์ Differential Scanning Calorimeter (DSC) Perkin Elmer DSC 7
4. เครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press) ขนาด 50 ตัน
5. เครื่องชั่งน้ำหนักและชุดอุปกรณ์วัดความหนาแน่น AND GF-300
6. เตาเผาประสาน Linn HT 1800 Vac
7. เครื่องทดสอบความต้านทานแรงดึง Instron UTM 5583
8. เครื่องวัดความแข็ง Instron UHM 250
9. เครื่องตัดชิ้นงาน Buelher
10. เครื่องขึ้นเรือนร้อนชิ้นงาน (Hot mounting) Struers Predopress
11. ชุดขึ้นเรือนเย็นชิ้นงาน (Cold mounting) ได้แก่ เรซินหล่อใส, ตัวทำแข็ง (Hardener)
12. เครื่องขัดชิ้นงาน Struers RotoPol-25
13. กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง Nikon Eclipse E200
14. เครื่อง Scanning Electron Microscope JEOL JSM-5410
15. ชุดทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานด้วยเทคนิค Potentiodynamic 352 SoftCorr III, v. 3.06

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาประสานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L

1) นำผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบความต้านทานแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E 8-96 ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮดรอลิก โดยอัดขึ้นรูปแบบแกนเดี่ยว (Uniaxial press) ด้วยความดัน 600 MPa (38.5 ตัน) เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นก่อนเผาประสาน (Green density) 6.54 g/cm^3 แบบของชิ้นงานแสดงดังรูปที่ 3.2

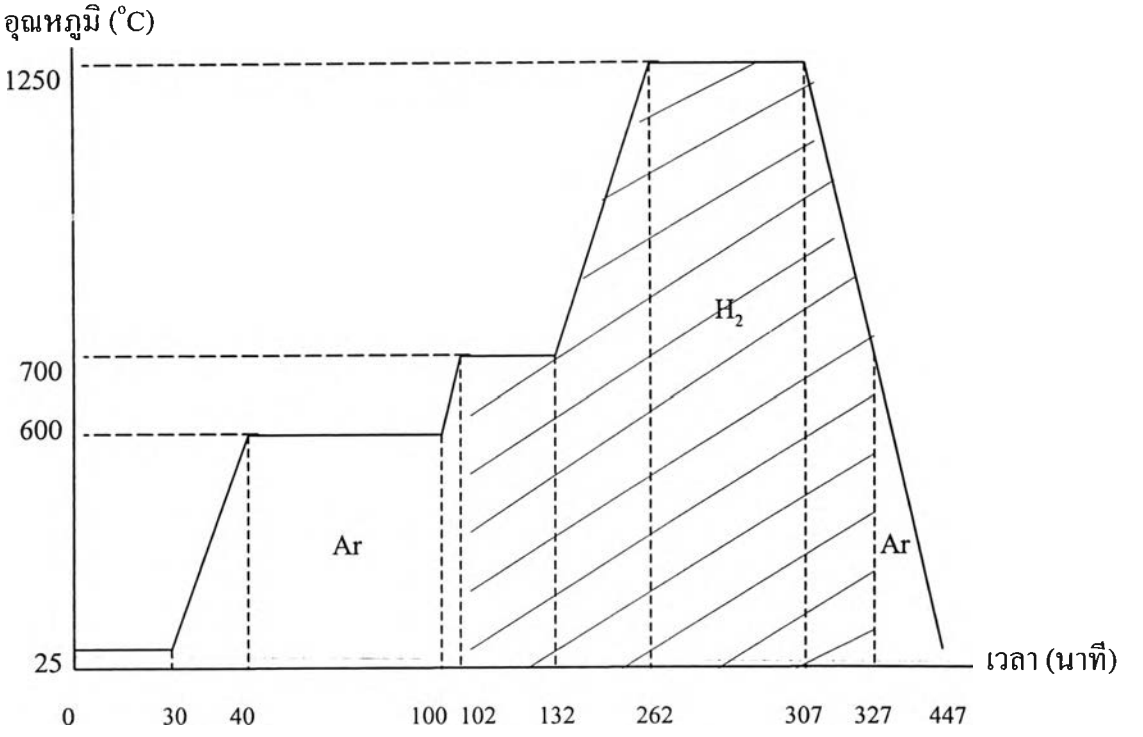


รูปที่ 3.2 ชิ้นงานทดสอบความต้านทานแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E 8-96

2) เผาประสานชิ้นงานโดยในขั้นแรกจะเป็นการเผากำจัดตัวประสานที่อุณหภูมิ 600^{o}C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอนก่อน จากนั้นจึงทำการเผาประสานที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 1250, 1300, 1350, 1400 และ 1450^{o}C เป็นเวลา 45 นาทีภายใต้บรรยากาศไฮโดรเจน ขั้นตอนการเผาประสานแสดงดังรูปที่ 3.3

3) ทดสอบความหนาแน่น (Density) โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของอาคีมีดีส, ความแข็งแรง ณ จุดคราก (Yield strength), ความต้านทานแรงดึง (Tensile strength), ความแข็ง (Hardness) โดยใช้หัวกดแบบร็อคเวลสเกล B (Rockwell Scale B) และโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของชิ้นงานที่ได้ เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเผาประสาน

4) เมื่อได้อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาประสานแล้ว ทำการเผาประสานชิ้นงานที่อุณหภูมิดังกล่าวที่เวลาต่างๆได้แก่ 30, 45 และ 60 นาทีภายใต้บรรยากาศไฮโดรเจน เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเผาประสาน โดยทดสอบสมบัติต่างๆของชิ้นงานที่ได้ตามข้อ 3) อีกครั้ง



รูปที่ 3.3 แผนภูมิการเผาประสานชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L

5) จากผลการทดสอบที่ได้ บันทึกอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมสำหรับการเผาประสานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L เพื่อใช้สภาวะนี้ในการเผาประสานชิ้นงานต่อไป

3.3.2 การแทรกซึมเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L ด้วยทองแดง

ในงานวิจัยนี้ได้ทดลองทำการแทรกซึมทั้ง 2 แบบ คือ แบบ 2 ขั้นตอน (Double-step process) และแบบขั้นตอนเดียว (Single-step process) โดยแต่ละแบบมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

3.3.2.1 การแทรกซึมแบบ 2 ขั้นตอน

1) นำผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบความต้านทานแรงดึงตามรูปที่ 3.2 โดยใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปประมาณ 550 MPa เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นก่อนการเผาประสาน 6.2 g/cm^3

2) ชั่งน้ำหนักและวัดขนาดของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมก่อนเผาประสาน

3) เผาประสานชิ้นงานโดยใช้สภาวะการเผาประสานที่เหมาะสมที่หาได้จากขั้นตอนที่ 3.3.1

4) เตรียมชิ้นงานทองแดงที่จะใช้เป็นตัวแทรกซึม โดยนำผงทองแดงปริมาณ 6 w/o เทียบกับน้ำหนักของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานรูปลิ่ม 3 ชิ้น

5) นำชิ้นงานทองแดงที่ได้ในข้อ 4) ไปวางบนชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการเผาประสานเรียบร้อยแล้วในข้อ 3)

6) ทำการแทรกซึมโดยให้ความร้อนกับชิ้นงานทั้งคู่อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1200°C โดยมีอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) ในช่วงอุณหภูมิ 700-1200 °C เท่ากับ 5°C / min.

7) หลังการแทรกซึม วัดขนาดของชิ้นงานที่ได้เพื่อหาการเปลี่ยนแปลงขนาดและทดสอบสมบัติต่างๆตามขั้นตอนที่ 3.3.1 ข้อ 3) จากนั้นทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานที่ได้ในกรดไนตริก 40 v/o ที่อุณหภูมิห้องด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า (Electrochemical analysis) โดยใช้เทคนิค Potentiodynamic ตามมาตรฐาน ASTM G5 ซึ่งจะสามารถคำนวณหาอัตราการกัดกร่อน (Corrosion rate) ได้จากกฎของฟาราเดย์คือ

$$\text{อัตราการกัดกร่อน} = \frac{I_{corr} \times \text{มวลอะตอมโลหะ} \times k}{A \times n \times D} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (2.1)$$

เมื่อ I_{corr} = กระแสไฟฟ้าที่ทำให้เกิดการกัดกร่อน (μA)

A = พื้นที่ผิวของชิ้นงานที่สัมผัสกับสารละลาย (cm^2)

D = ความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)

n = จำนวนอิเล็กตรอนของชิ้นงานในปฏิกิริยาการกัดกร่อน

k = ค่าคงที่ที่คิดรวมจากการแปลงหน่วยและเวลา มีค่าเท่ากับ

- 0.129 สำหรับอัตราการกัดกร่อนที่มีหน่วยเป็น mpy
- 0.00327 สำหรับอัตราการกัดกร่อนที่มีหน่วยเป็น mmpy
- 3.27 สำหรับอัตราการกัดกร่อนที่มีหน่วยเป็น μpy

3.3.2.2 การแทรกซึมแบบขั้นตอนเดียว

1) นำผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบความต้านทานแรงดึงตามรูปที่ 3.2 โดยใช้ความดันในการอัดขึ้นรูป 600 MPa เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นก่อนซินเทอริง 6.54 g/cm^3

2) เตรียมทองแดงที่จะใช้เป็นตัวแทรกซึมปริมาณ 2%, 4%, 6%, และ 8% ของน้ำหนักชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม โดยเตรียมทองแดงเป็น 3 แบบดังนี้คือ

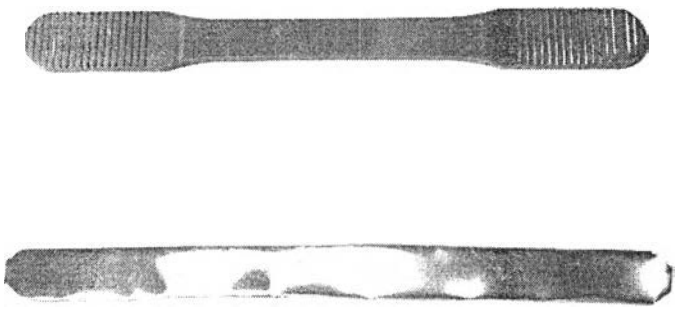
- ใช้ผงทองแดง (ไม่ผสมตัวประสาน) อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบแรงดึงโดยให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเท่ากับชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม

- ใช้ผงทองแดงผสม H-WACHS 25% อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบแรงดึงโดยให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเท่ากับชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดังแสดงในรูปที่ 3.4 (a)

- ใช้แผ่นทองแดงบริสุทธ์หนา 0.2 มิลลิเมตร ตัดให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดใกล้เคียงกับพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมมากที่สุดดังแสดงในรูปที่ 3.4 (b)

(a)

(b)

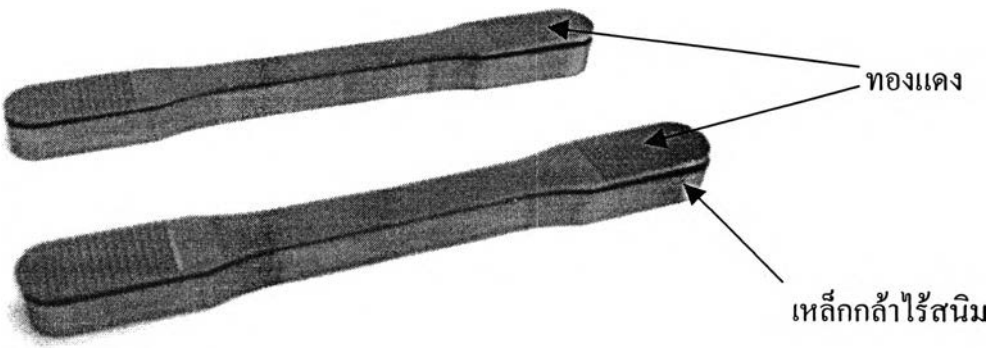


รูปที่ 3.4 ลักษณะของทองแดงที่ใช้เป็นตัวแทรกซึม
(a) ชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากผงทองแดงผสม H-WACHS (b) แผ่นทองแดงบริสุทธ์

3) หาจุดหลอมเหลวและอุณหภูมิการสลายตัวของ H-WACHS ด้วยชุดอุปกรณ์ DTA และ DSC เพื่อใช้เป็นข้อมูลในขั้นตอนการกำจัดตัวประสาน ในกรณีที่ใช้ตัวแทรกซึมแบบที่สองคือแบบผงทองแดงผสม H-WACHS 25%

4) ชั่งน้ำหนักและวัดขนาดของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมก่อนทำการแทรกซึม

5) นำทองแดงที่เตรียมได้มาวางบนชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดังรูปที่ 3.5 แล้วทำการเผาประสานชิ้นงานตามปกติตามสภาวะการเผาประสานที่หาได้ในขั้นตอนที่ 3.3.1 โดยที่อุณหภูมิตั้งแต่ 700^{o}C ขึ้นไปให้มีอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) เท่ากับ 5^{o}C / min.



รูปที่ 3.5 ลักษณะการวางทองแดงบนชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมในการแทรกซึม

6) หลังการแทรกซึม วัดขนาดของชิ้นงานเพื่อหาการเปลี่ยนแปลงขนาดและทดสอบสมบัติต่างๆตามขั้นตอนที่ 3.3.1 ข้อ 3) จากนั้นทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานที่ได้ในกรดไนตริก 40 v/o ที่อุณหภูมิห้องด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า (Electrochemical analysis) โดยใช้เทคนิค Potentiodynamic ตามมาตรฐาน ASTM G5 ดังที่ได้กล่าวข้างต้น

3.3.3 การเผาประสานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L แบบเฟสของเหลว

1) ผสมผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 409L กับผงทองแดง โดยใช้ผงทองแดงปริมาณ 2%, 4%, 6%, และ 8% ของน้ำหนักชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม แล้วอัดขึ้นรูปผงผสมเป็นชิ้นงานทดสอบความต้านทานแรงดึงดังรูปที่ 3.2 ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮดรอลิก โดยใช้ความดันในการอัดขึ้นรูป 600 MPa

2) ชั่งน้ำหนักและวัดขนาดของชิ้นงานที่ได้ก่อนเผาประสาน

3) ทำการเผาประสานชิ้นงานตามปกติตามสภาวะการเผาประสานที่เหมาะสมที่ได้หาไว้ในหัวข้อที่ 3.3.1 โดยในช่วงอุณหภูมิ 700-1350°C ปรับให้มีอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) เท่ากับ 5°C / min. เช่นกัน

4) หลังจากเผาประสาน วัดขนาดของชิ้นงานและทดสอบสมบัติต่างๆเหมือนของชิ้นงานที่ผ่านการแทรกซึมด้วยทองแดงเพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้