สำนักงานวิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่องเชื่อมทิกพัลส์ชนิดกระแสไฟฟ้าคงที่ รุ่น Syncopate 350 ของบริษัท Miller จำกัด

3.1.2 เครื่องตัดชิ้นงาน (precision cutting machine)

3.1.3 แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน

3.1.4 เครื่องกัดชิ้นงาน (milling machine)

3.1.5 กล้องจุลทรรศน์ชนิดแสง (optical microscope)

3.1.6 เครื่องวิเคราะห์ภาพ (image analyzers)

3.1.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด

3.1.8 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนไนโตรเจน (oxygen-nitrogen analyzer)

3.1.9 กระดาษทราย ผงอลูมินา และผ้าขัด สำหรับขัดชิ้นงาน

3.2 เหล็กที่ใช้ในการทดลอง

เหล็ก K1-K4 ที่ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Nisshin Steels จำกัด ซึ่งผ่านการหลอมและตีขึ้นรูปที่อุณหภูมิประมาณ 1150 องศาเซลเซียส มีส่วนผสมทางเคมีและปริมาณออสเทไนต์ดังแสดงตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีและปริมาณออสเทไนต์ผ่านการหลอมและตีขึ้นรูปที่อุณหภูมิประมาณ 1150 องศาเซลเซียส

เหล็ก	เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก										%ออสเทไนต์
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	O	Al	
K1	0.008	0.01	<0.01	0.003	0.0007	7.09	28.17	0.0018	0.0057	0.023	~10
K2	0.005	0.02	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.15	0.1100	0.0039	0.014	~40
K3	0.007	0.04	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.16	0.2300	0.0026	0.022	~52
K4	0.010	0.05	0.02	0.002	0.0010	7.04	28.24	0.3400	0.0035	0.015	~70

เนื่องจากเหล็ก K1-K4 ที่ได้รับความอนุเคราะห์ มีปริมาณออสเทต์ไม่อยู่ในช่วง 40-60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ซึ่งเป็นช่วงที่เหมาะสมทั้งในด้านคุณสมบัติกลและการต้านทานการกัดกร่อน จึงต้องผ่านกระบวนการอบชุบทางความร้อน (heat treatment) ที่อุณภูมิและเวลาดังแสดงในตารางที่ 3.2 เพื่อปรับให้มีปริมาณออสเทไนต์อยู่ประมาณ 40-60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เหล็กที่ผ่านการอบชุบความร้อนตามตารางที่ 3.2 เป็นเหล็กตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.2 สภาวะอบเหล็ก K1-K4 ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วชุบในน้ำเพื่อควบคุมสัดส่วนออสเทไนต์

เหล็ก	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ออสเทไนต์ (เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร)
K1	950	40
K2	1000	51
K3	1050	60
K4	1100	61

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การเชื่อมทิกพัลส์

3.3.1.1 เตรียมชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ K1, K2, K3 และ K4 ให้มีขนาด 30x40x15 มม.

3.3.1.2 ทดลองเชื่อมทิกพัลส์ผ่านชิ้นงานในข้อ 3.3.1.1 เหล็ก K1-K4 โดยไม่เติมลวดเชื่อม กำหนดกระแสไฟพื้น (base current) 35 แอมแปร์ กระแสพัลส์ (pulse current) 135 แอมแปร์ ความถี่พัลส์ (pulse frequency) 1.5/วินาที ความต่างศักย์ 19 โวลท์ ความเร็วการเชื่อม 4.15 มิลลิเมตร/วินาที และใช้แก๊สไนโตรเจนและแก๊สอาร์กอนอัตราการไหล 15 ลิตร/นาที โดยที่จะใช้แก๊สไนโตรเจนผสมในอาร์กอนปริมาณ 1 ถึง 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

3.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคเหล็กที่ผ่านการเชื่อมทิกพัลส์

3.3.2.1 ขัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 80, 180, 240, 320, 600, 800, 1000, 1200, 2000 ตามลำดับ

3.3.2.2 จากนั้นนำชิ้นงานมาขัดละเอียดด้วยผงอลูมินาขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ แล้วจึงนำมาล้างด้วยน้ำ และเป่าให้แห้ง

3.3.2.3 กัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยสารละลายที่มีส่วนผสม กลีเซอรอล 50% กรดไนตริก 25% กรดไฮโดรคลอริก 25% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

3.3.2.4 นำชิ้นงานที่ได้ในข้อ 3.3.2.3 มาตรวจด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง โดยตรวจดูโครงสร้างที่กำลังขยาย 50,100 และ 200 เท่า

3.3.2.5 ตรวจสอบโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกวาด (SEM)

3.3.2.6 ถ่ายภาพเพื่อวัดปริมาณโครงสร้างออสเทไนต์และโครเมียมไนไตรด์ ที่บริเวณเนื้อเชื่อม บริเวณแนวการหลอมเหลว และบริเวณกระทบร้อนดังตัวอย่างรูปที่ 3.2 และ 3.3 และคำนวณหาสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์ด้วยวิธีการปริมาณทางโลหะวิทยา (quantitative metallography) และการหาสัดส่วนเชิงปริมาตรของโครเมียมไนไตรด์ point counting ASTM E562 ตามหัวข้อ 3.3.3 และ 3.3.4 ตามลำดับ

3.3.3 คำนวณหาสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ ด้วยวิธีการปริมาณทางโลหะวิทยา [17] สามารถหาสัดส่วนได้จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดลองที่ผ่านการขัดเงาและกัดกรด วิธีการนี้เป็นการหาสัดส่วนโครงสร้างออสเทไต์เป็นเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เนื่องจากภาพโครงสร้างจุลภาคที่ได้เป็นแบบ 2 เฟส โดยเห็นโครงสร้างเฟร์ไรต์เป็นสีเทา-ดำ และโครงสร้างออสเทไนต์เป็นสีขาว ซึ่งสามารถหาสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์จากสมการ

$$\lambda = (L_3)_\gamma [1- (V_v)_\gamma / (V_v)_\gamma] \quad \text{..... 3. 1}$$

เมื่อ λ = ระยะห่างของ γ โดยเฉลี่ย

$(V_v)_\gamma$ = อัตราส่วนโดยปริมาตรของ γ

$(L_3)_\gamma$ = ระยะเฉลี่ยของ γ ที่เส้นทดสอบลากผ่าน

การหาค่า λ และ $(L_3)_\gamma$ สามารถหาได้จากการลากเส้นทดสอบตัดผ่านโครงสร้างจุลภาคที่ต้องการหาค่าสัดส่วนโดยปริมาตร (volume fraction) ดังแสดงในรูปที่ 3.1

สิ่งที่สำคัญอีกประการหนึ่งในการหาค่าสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์ คือ ต้องพิจารณาถึงค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ที่เกิดขึ้นเพื่อหาขอบเขตความเชื่อมั่นสำหรับค่าสัดส่วนโครงสร้างออสเตนไนท์เฉลี่ยในชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ ดังสมการต่อไปนี้

$$S = \{(1/(n-1) \sum_{i=1}^{n} [\bar{X} - X]^2\}^{1/2} \quad \text{..... 3.2}$$

เมื่อ n = จำนวนครั้งการวัด

X = ค่าจากการวัดปริมาณแต่ละครั้ง

$\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ยเลขคณิตของการวัดปริมาณ

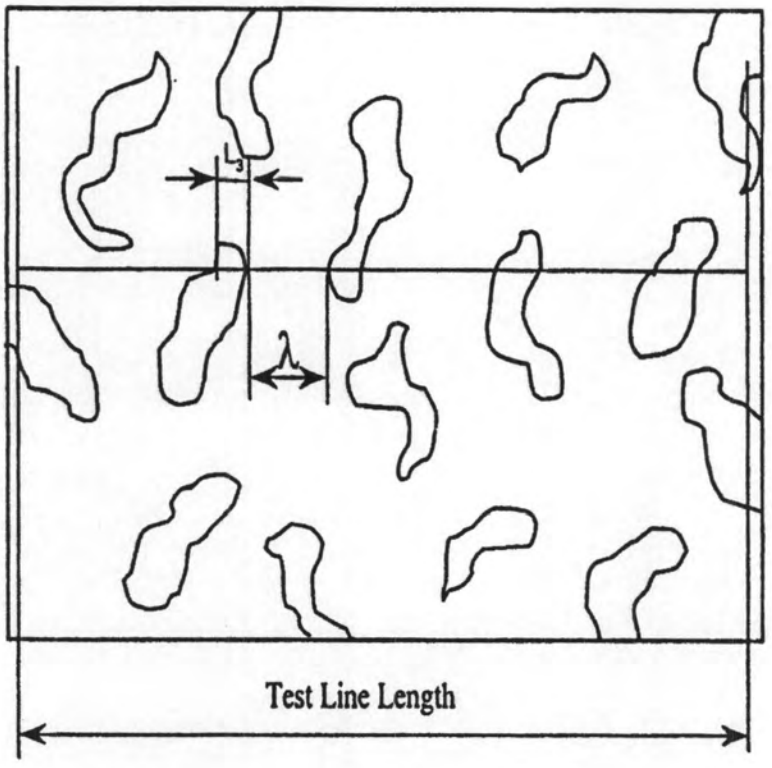
เมื่อกำหนดระดับค่าความเชื่อมั่น 95%จะได้ขอบเขตความเชื่อมั่น (CI) ของค่าเฉลี่ยสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์ในโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ดังสมการต่อไปนี้

$$CI = \pm 1.96S/\sqrt{n} \quad \text{..... 3.3}$$

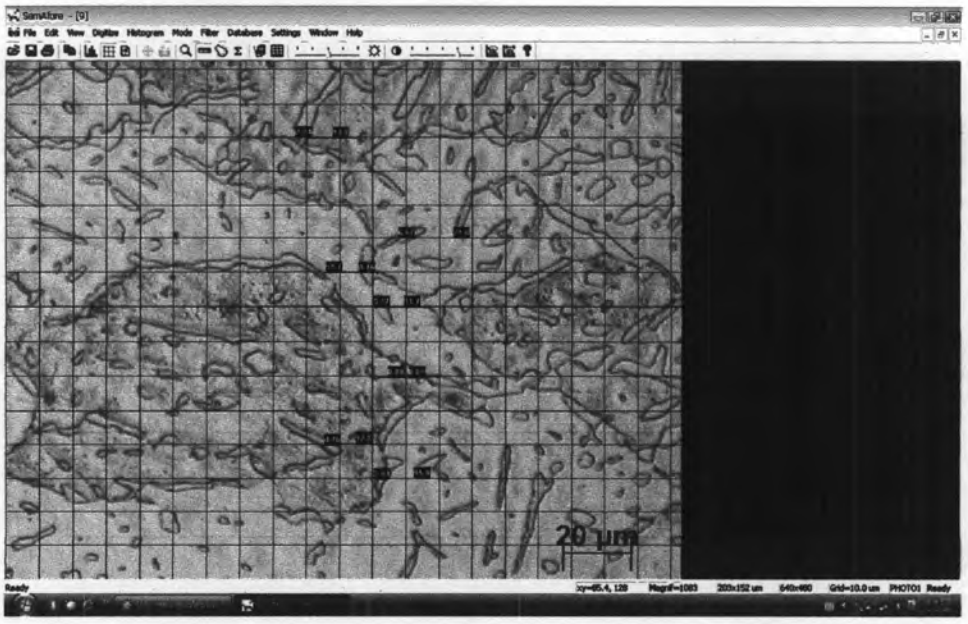
และสัดส่วนโครงสร้างออสเทไนต์เป็นสัดส่วนโดยปริมาตรในชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ ได้ดังสมการ

$$V_v = \bar{X} \pm CI \quad \text{.....3.4}$$

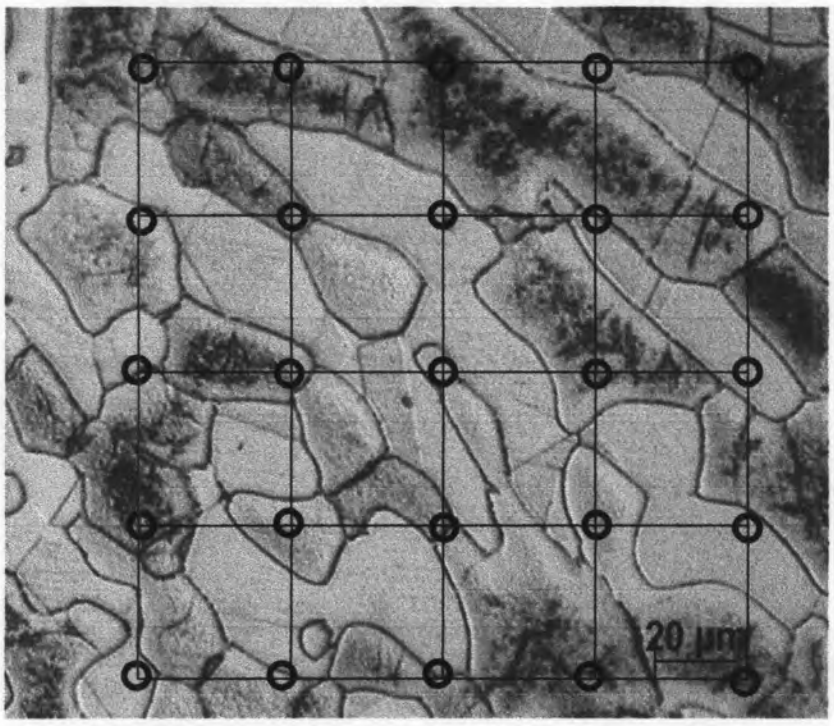
$$\%Error = [CI / \bar{X}] * 100 \quad \text{.....3.5}$$



รูปที่ 3.1 ตำแหน่งการวัดค่า λ และ $(L_3)_\gamma$ จากเส้นทดสอบ



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างภาพสำหรับวัดปริมาณโครงสร้างออสเทไนต์ด้วยวิธีการปริมาณทางโลหะวิทยา (quantitative metallography) ด้วยโปรแกรม semafore



รูปที่ 3.2 ตัวอย่างภาพการวัดปริมาณตะกอนโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธี Point Counting ASTM E562

3.3.4 การหาสัดส่วนเชิงปริมาตรของโครเมียมไนไตรด์โดยวิธี point counting ASTM E562 มีขั้นตอนดังนี้

3.3.4.1 การหาปริมาณสัดส่วนเชิงปริมาตรของเฟสที่สนใจโดยประมาณเพื่อนำค่าที่ได้มาเลือกจำนวณกริด จำนวนพื้นที่ และ เปอร์เซ็นต์ความแม่นยำสัมพันธ์ที่เหมาะสมตามตารางที่ 3.3

3.3.4.2 ถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยายที่สามารถสังเกตขนาดของเฟสที่สนใจได้ชัดเจน นำกริดที่อยู่บนแผ่นพลาสติกโปร่งแสงทาบลงบนภาพถ่าย แล้วนับจำนวนจุดที่ตกลงบนเฟสที่สนใจนับ 1 เมื่อตกภายในเพส และนับ 0.5 เมื่อตกบนขอบของเฟส

3.3.4.3 นำจำนวนจุดที่นับได้มาคำนวณหาค่าต่าง ๆ ดังนี้

3.3.4.3.1 เปอร์เซ็นต์เฉลี่ยของจุด

$$(1/n)\sum_{i=1}^{n} Pp_{(i)} = (1/n)\sum_{i=1}^{n} Pi/p_T \qquad \text{... .....3.6}$$

3.3.4.3.2 ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$SD. = [1/(n-1)\sum (Pp_{(i)} - Pp_{(average)})^2]^{1/2} \qquad \text{.....3.7}$$

P_T = จำนวนจุดบนกริด

P_i = จำนวนจุดที่นับได้ต่อพื้นที่

$Pp_{(i)}$ = $Pi/P_T \times 100$ คือจำนวนจุดบนกริด

$Pp_{(average)}$ = $\frac{1}{(n-1)}\sum_{n-1}^{n} Pp_{(i)}$ คือค่าเฉลี่ยเลขคณิตของ $Pp_{(i)}$

SD. = ค่าประมาณของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

95%CI = $\pm 1.96\ S/\sqrt{n}$

t = factor ตัวคูณสำหรับหาค่า 95% CI

%RA = เปอร์เซ็นต์ความแม่นยำสัมพันธ์

= (95%CI/$Pp_{(average)}$x100

3.3.4.4 การคำนวณหาค่า $Pp_{(average)}$, V_v, 95%CI และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation, SD.)

นับเฟสตามวิธีที่กล่าวไว้ข้างต้น โดยใช้กริดขนาด 25 และนับทั้งหมด 30 พื้นที่นำจำนวนจุดที่ได้ในแต่ละพื้นที่มาหาค่า Pp_i และ $Pp_{(average)}$ แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน และ 95%CI

ตารางที่ 3.3 ข้อแนะนำสำหรับการเลือกขนาดกริด (grid size selection)

การประมาณค่าสัดส่วนปริมาณเฟสที่สนใจ	ขนาดเกรน (Number of Points, P_t)
2 to 5 %	100
5 to 10 %	49
10 to 20 %	25
>20 %	16

ตารางที่ 3.4 การประมาณค่าตัวแปร n จากค่าความแม่นยำสัมพันธ์ที่ออกแบบไว้ และจากสัดส่วนปริมาณเฟสที่สนใจ

Amount of volume fraction, V_v in percent	33 % Relative Accuracy				20 % Relative Accuracy				10 % Relative Accuracy			
	Number of fields n for a grid of P_t=				Number of fields n for a grid of P_t=				Number of fields n for a grid of P_t=			
	16 points	25 points	49 points	100 points	16 points	25 points	49 points	100 points	16 points	25 points	49 points	100 points
2	110	75	35	20	310	200	105	50	1,250	800	410	200
5	50	30	15	8	125	80	40	20	500	320	165	80
10	25	15	10	4	65	40	20	10	250	160	85	40
20	15	10	5	4	30	20	10	5	125	80	40	20

NOTE 1—The given values in the table above are based on the formula:

$$n \simeq \frac{4}{E^2} \frac{100 - V_v}{V_V}$$

where:

E = $0.01 \times$ % RA, and

V_V = is expressed in %.

3.3.5 การวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในเนื้อเชื่อม

3.3.5.1 ล้างชิ้นงานที่ทำการเชื่อมแล้วด้วยอะซิโตนทิ้งไว้ประมาณ 1 ชั่วโมง

3.3.5.2 ตัดชิ้นงานบริเวณเนื้อเชื่อมของเหล็ก K1, K2 K3 K4 ด้วยเครื่องกัด (milling) โดยใช้ดอกกัดขนาด 5 มิลลิเมตรให้ได้ปริมาณ 1กรัม

3.3.5.3 นำชิ้นงานที่ได้มาวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนด้วยเครื่องวิเคราะห์ออกซิเจน – ไนโตรเจนโดยส่งผลวิเคราะห์ที่สถาบันเหล็กและเหล็กกล้า