หอสมุดกลาง ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

ระเบียบวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุในการทดลอง

3.1.1 วัสดุผง

วัสดุผงในการทดลอง คือ ผงเหล็กกล้าผสมโครเมียมและโมลิบดีนัม เกรด SCM 415 จากบริษัท Atmix corporation รหัสสินค้า KIP 4100V สมบัติทั่วไปของวัสดุผงนี้ ได้แก่ มีลักษณะเป็นผงหยาบสีโลหะเข้ม มีความหนาแน่นปรากฏ (Apparent Density) 2.84 g/cm^3 เมื่อทำการอัดขึ้นรูปด้วยความดันอัด 588.4 MPa มีค่าความหนาแน่นกรีน 6.96 g/cm^3 และมีปริมาณการสูญเสีย 0.50 vol% นอกจากนี้ ยังมีส่วนประกอบทางเคมีและการกระจายตัวของขนาดผง ดังที่แสดงในตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบทางเคมีของผงโลหะ SCM 415 ในการทดลอง

ส่วนประกอบทางเคมี (%)							
C	Cr	Mo	Mn	O	P	Si	S
0.003	1.03	0.30	0.72	0.234	0.015	0.01	0.009

ตารางที่ 3.2 การกระจายตัวของขนาดผงโลหะ SCM 415 ในการทดลอง

ขนาดผงโลหะ (μm)	Weight %
180 -250	2.2
150 – 179	9.5
106 – 149	26.5
75 – 105	30.0
63 – 74	9.1
45 – 62	11.0
< 45	11.7

3.1.2 ชิ้นงานเปรียบเทียบ

ชิ้นงานเปรียบเทียบเป็นเหล็กกล้าผสมโครเมียมและโมลิบดีนัม เกรด SCM 415 ผลิตจากกระบวนการรีดมีรูปร่างเป็นทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร หนา 10 มิลลิเมตร

3.1.3 สารเติมแต่ง

1. Zinc stearate[16] สูตรเคมี $Zn(C_{18}H_{35}O_2)_2$ มวลโมเลกุล 632.2 g/mol สมบัติทางกายภาพทั่วไป ได้แก่ ไม่ละลายในน้ำหรือแอลกอฮอล์ แต่สามารถละลายในเบนซีน ความหนาแน่น 1.095 g/cm^3 จุดหลอมเหลว 120 – 130°C ทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่น

2. กราไฟต์[17] เป็นอัญรูปหนึ่งของธาตุคาร์บอน สมบัติทางกายภาพทั่วไป รูปผลึกเป็นแผ่นบาง ๆ ทึบแสง อ่อนนุ่ม สีเทาเข้มถึงดำ เนื้ออ่อน เป็นตัวนำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี ความหนาแน่น 2.27 g/cm^3 จุดหลอมเหลว 3550°C จุดเดือด 3825°C ซึ่งกราไฟต์ทำหน้าที่เป็นธาตุผสม

3.1.4 ก๊าซ

1. ก๊าซอาร์กอน (Argon gas, Ar) สำหรับขั้นตอนการกำจัดสารเติมแต่ง
2. ก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen gas, H_2) สำหรับขั้นตอนการเผาผนึก

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องหาขนาดอนุภาคโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์ Master Sizer
2. เครื่องหาความหนาแน่นอนุภาคโดยหลักการแทนที่ปริมาตรก๊าซ Ultrapycnometer
3. เครื่อง X-Ray Fluorescence Spectrometer (XRF)
4. เครื่องผสมผงแบบ Double cone
5. เครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮโดรลิก DORST TPA 50/4
6. เตาเผาผนึก Linn High Therm HT 1800 Vaccum
7. เตาชุบแข็งผิว
8. อุปกรณ์ชั่ง ตวง วัด และเครื่องมือพื้นฐานในห้องปฏิบัติการ
9. เครื่องทดสอบความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์
10. เครื่องทดสอบความแข็งแบบ HRC
11. เครื่องทดสอบแรงดึง Instron UTM8801 พร้อม Extenso meter

12. ชุดอุปกรณ์เตรียมชิ้นงานได้แก่ เครื่องตัด, เครื่องอัดชิ้นงานด้วยเรซินแบบร้อน และเครื่องขัด
13. กล้องจุลทรรศน์แบบแสงพร้อมชุดถ่ายภาพ
14. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดพร้อมอุปกรณ์ EDS
15. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของลำแสงเอ็กซ์ (XRD)
16. เครื่องสเปกโทรมิเตอร์
17. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุคาร์บอนและกำมะถัน C-S Meter

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การวิเคราะห์ผงโลหะกับสารเติมแต่ง

3.3.1.1 ส่วนประกอบทางเคมี

เตรียมผงโลหะ SCM 415 โดยการอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำไปทำการวิเคราะห์ปริมาณธาตุคาร์บอนและกำมะถัน ด้วยเครื่อง C-S Meter และทำการวิเคราะห์ปริมาณธาตุอื่น ๆ ด้วยเครื่อง XRF

3.3.1.2 รูปร่างอนุภาค

นำผงโลหะ SCM 415 มาถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดที่กำลังขนาด 25 -1000 เท่า

3.3.1.3 ขนาดอนุภาค

เตรียมผงโลหะ SCM 415 และ กราไฟต์ โดยการอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และนำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องหาขนาดอนุภาคโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์ Master Sizer ทำการวิเคราะห์ 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.3.1.4 ความหนาแน่นเชิงปริมาตร

เตรียมผงโลหะ SCM 415 โดยการอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และนำการวิเคราะห์ความหนาแน่นเชิงปริมาตร (Bulk Density) ด้วยเครื่องหาความหนาแน่นอนุภาคโดยหลักการแทนที่ปริมาตรก๊าซ Ultrapycnometer ซึ่งในการทดลองที่ใช้ก๊าซฮีเลียม ทำการวิเคราะห์ 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.3.2 การผสมผงโลหะกับสารเติมแต่ง

การผสมผงโลหะกับสารเติมแต่ง เริ่มจากตวงส่วนผสมตามสูตรที่แสดงในตารางที่ 3.3 โดยจำกัดปริมาณผงโลหะ 850 กรัมต่อหนึ่งขวดผสม เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการผสม เทส่วนผสมรวมกันในขวดผสมปิดฝาให้แน่น แล้วนำเข้าเครื่องผสมผง ใช้อัตราการหมุนประมาณ 60 - 70 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หรือจนกว่าส่วนผสมกลายเป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนของส่วนผสมสูตรต่าง ๆ

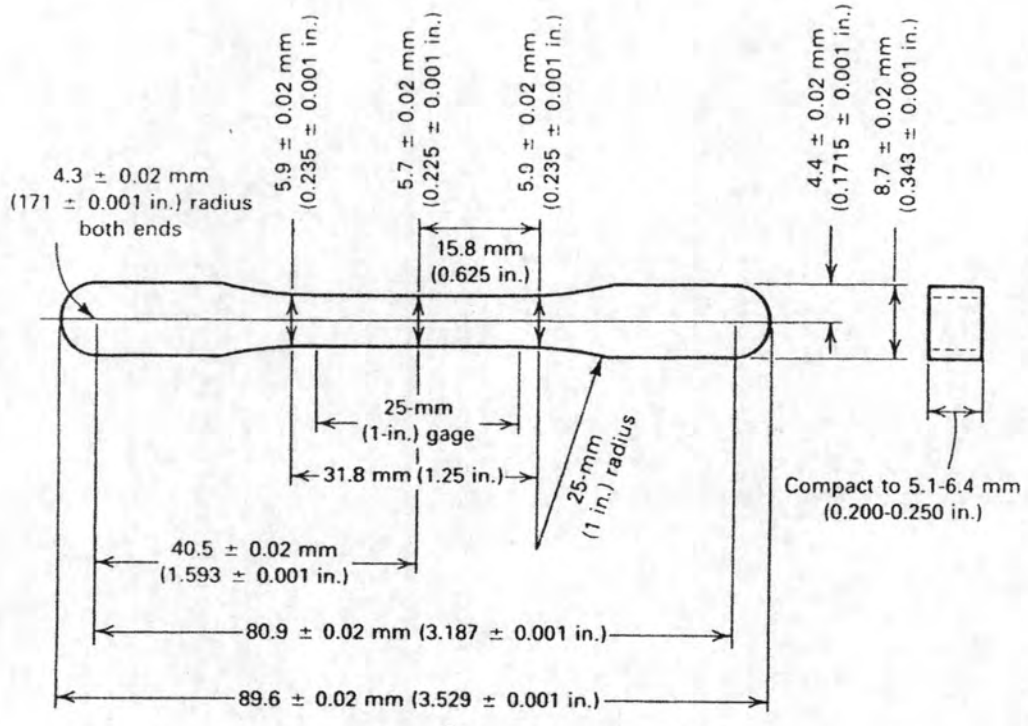
สูตร	ผงโลหะ (g)	Zinc Stearate		กราไฟต์	
		g	weight %	g	weight %
1	850	8.5	1.0	-	-
2	850	8.5	1.0	1.70	0.2
3	850	8.5	1.0	2.55	0.3

3.3.3 การอัดขึ้นรูป

นำส่วนผสมจากข้อ 3.3.2 มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานกรีน ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮโดรลิก DORST TPA 50/4 เป็นชิ้นงานทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E8-96 ดังรูปที่ 3.1 โดยควบคุมค่าแรงอัดในช่วง 100 - 400 KN สำรวจความผิดปกติภายนอกชิ้นงานด้วยสายตาและตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ จากนั้นนำข้อมูลมาประมวลเป็นแผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับความดันอัด โดยค่าความดันอัดคือ ค่าแรงอัดหารด้วยพื้นที่สัมผัสกระบอกอัด (631.7475 mm^2) เพื่อเลือกเงื่อนไขการขึ้นรูปซึ่งใช้แรงอัดต่ำสุด แต่ได้ชิ้นงานกรีนที่สมบูรณ์ และความหนาแน่นกรีนประมาณ 6.96 g/cm^3 สุดท้ายขึ้นรูปชิ้นงานตามเงื่อนไขดังกล่าว ซึ่งแสดงในตารางที่ 3.4 ด้วยส่วนผสมสูตร 1 จำนวน 90 ชิ้น สูตร 2 และ 3 จำนวนสูตรละ 30 ชิ้น แล้วนำชิ้นงานไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

ตารางที่ 3.4 การตั้งค่าเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮโดรลิก DORST TPA 50/4

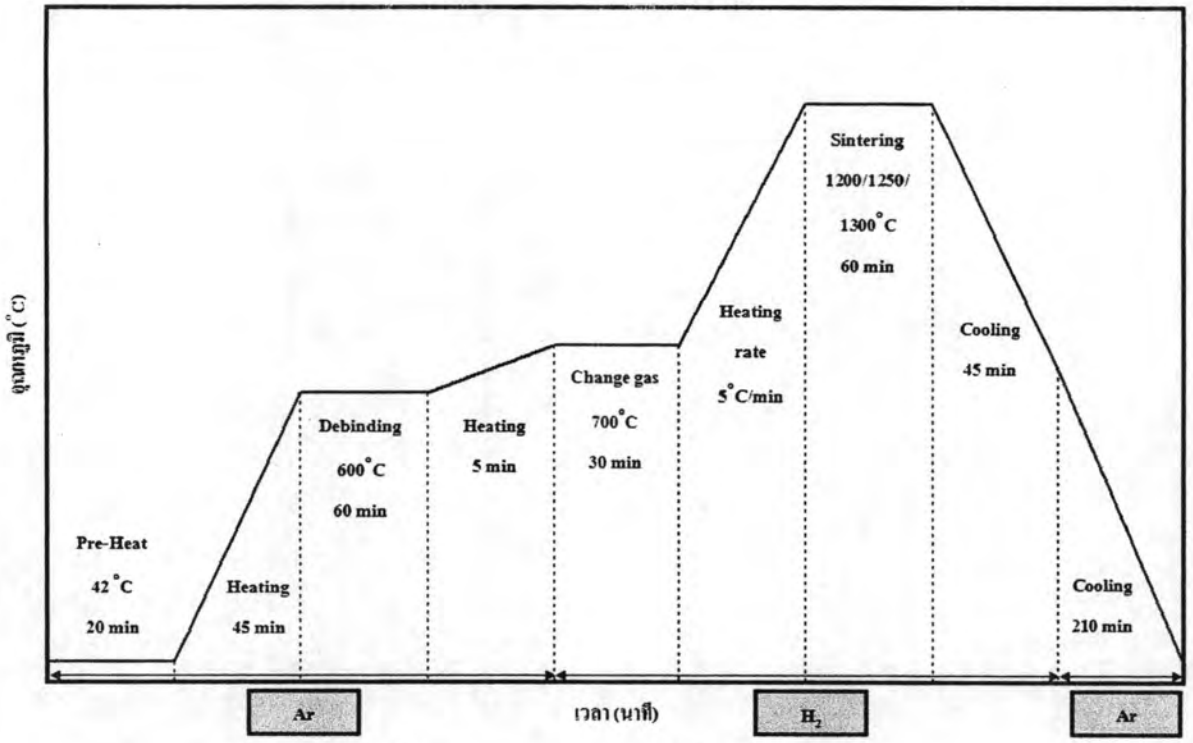
ตัวแปร	ระยะ (mm)
PTA	3.25
Up Punch	115.15



รูปที่ 3.1 ชิ้นงานทดสอบแรงดึง[11]

3.3.4 การกำจัดสารเติมแต่งและการเผาผนึก

นำชิ้นงานกรีน จากข้อ 3.3.3 มากำจัดสารเติมแต่งโดยความร้อน และทำการเผาผนึกแบบ single step ด้วยเตาเผา Linn High Therm HT 1800 Vaccum โดยมีแผนภูมิแสดงขั้นตอนการดำเนินการดังในรูปที่ 3.2 และควบคุมอัตราการไหลของก๊าซประมาณ 250 ลิตรต่อชั่วโมง จำนวน 5 ชุด จำนวนชิ้นงานชุดละ 30 ชิ้น ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.3 เมื่อการเผาผนึกเสร็จสิ้น นำชิ้นงานแต่ละชุดจำนวน 15 ชิ้น แยกไว้เพื่อทำการขัดผิวแข็งในขั้นตอนต่อไป แล้วนำชิ้นงานที่เหลือมาทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล ส่วนประกอบทางเคมี และโครงสร้างจุลภาค เพื่อทำการวิเคราะห์และประมวลผล



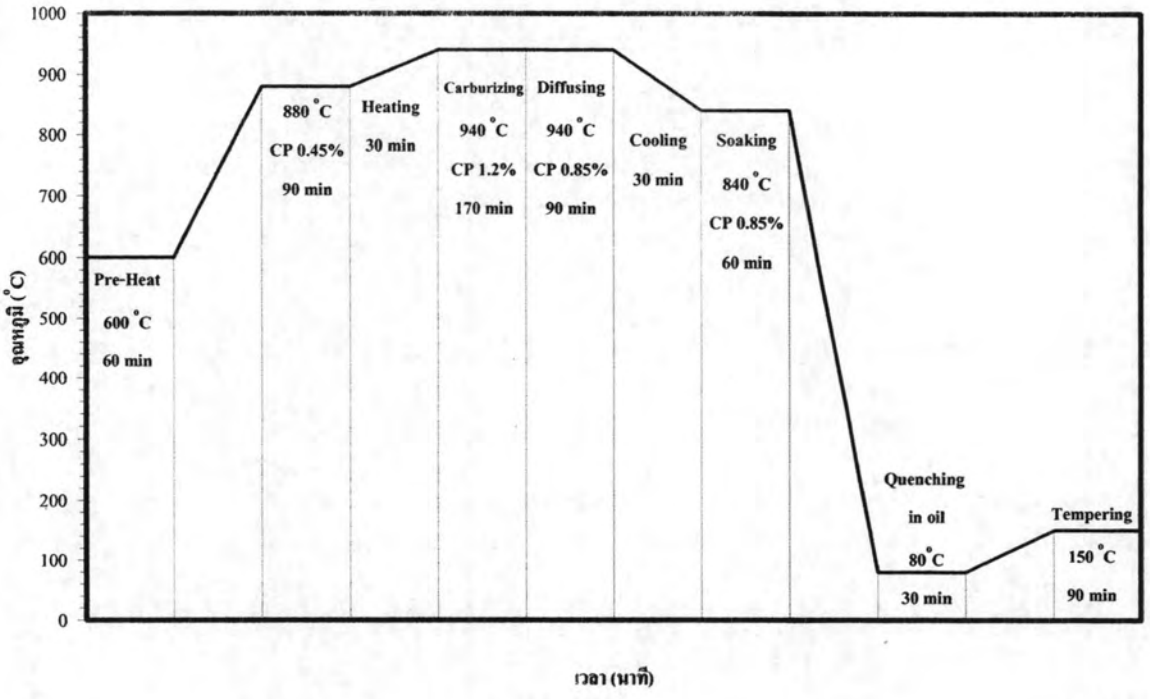
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการกำจัดสารหล่อลื่นและการเผาผนึก

ตารางที่ 3.5 รายละเอียดการกำจัดสารเติมแต่งและการเผาผนึก

ชุดการทดลอง	สูตรส่วนผสม	การกำจัดสารเติมแต่ง			การเผาผนึก		
		อุณหภูมิ (°C)	เวลา (min)	บรรยากาศ	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (min)	บรรยากาศ
1	1	600	60	Ar	1200	60	H_2
2	1	600	60	Ar	1250	60	H_2
3	1	600	60	Ar	1300	60	H_2
4	2	600	60	Ar	1300	60	H_2
5	3	600	60	Ar	1300	60	H_2

3.3.5 การชุบแข็งผิว

นำชิ้นงานจากข้อ 3.3.4 จำนวนชุดละ 15 ชิ้น พร้อมกับชิ้นงานเปรียบเทียบ มาทำการชุบแข็งผิว ด้วยวิธีก๊าซคาร์บูไรซิ่ง ที่อุณหภูมิ 940 °C โดยก๊าซที่ใช้ได้จากการให้ความร้อนก้อนกราไฟต์ จากนั้นนำไปผ่านกรรมวิธีทางความร้อน ดังรายละเอียดในรูปที่ 3.3 เพื่อปรับปรุงสมบัติของชิ้นงาน แล้วนำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล ส่วนประกอบทางเคมี และโครงสร้างจุลภาคต่อไป



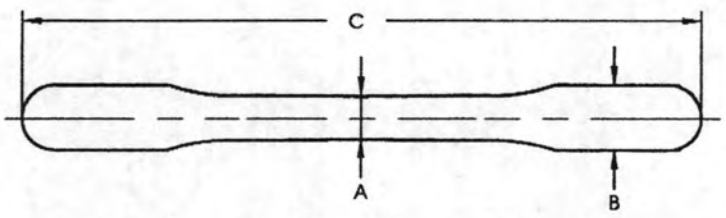
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการชุบแข็งผิวและกรรมวิธีทางความร้อน

3.4 การทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงานทดสอบ

3.4.1 สมบัติทางกายภาพ

3.4.1.1 ขนาด

การวัดขนาดของชิ้นงาน ทำโดยใช้เวอร์เนียวัดขนาดชิ้นงาน โดยทำการวัด 3 ตำแหน่งต่อชิ้น ตามที่แสดงในรูปที่ 3.4 โดยทำการวัดชิ้นงานทุกชิ้น แล้วหาค่าเฉลี่ย เพื่อเป็นข้อมูลสำหรับการออกแบบแม่พิมพ์ต่อไป



รูปที่ 3.4 ตำแหน่งการวัดขนาดของชิ้นงาน

3.4.1.2 ความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน

การหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน ใช้วิธีการแทนที่น้ำ โดยเอาชิ้นงานมาชั่งบนเครื่องชั่งน้ำหนัก เพื่อหาน้ำหนักชิ้นงานในอากาศ จากนั้นนำชิ้นงานมาชุบในแอลกอฮอล์ เพื่อป้องกันการเกิดฟองอากาศบริเวณผิว นำไปชั่งน้ำหนักในน้ำ และใช้ข้อมูลมาคำนวณหาความหนาแน่นตามสมการที่ 3.1 โดยใช้ชิ้นงาน 7 ชิ้นต่อชุดการทดลอง และหาค่าเฉลี่ยจากค่ากลาง 5 ค่า

$$\frac{(W_a - W_w)}{D_w} = \frac{W_a}{D} \qquad \ldots (3.1)$$

เมื่อ W_a คือ น้ำหนักชิ้นงานที่ชั่งได้ในอากาศ (g)

W_w คือ น้ำหนักชิ้นงานที่ชั่งได้ในน้ำ (g)

D_w คือ ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm^3) ณ 25 °C เท่ากับ 0.997 g/cm^3

D คือ ความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)

นำค่าความหนาแน่นเฉลี่ย มาคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ได้ดังในสมการที่ 3.2 และนิยามค่าความแตกต่างนั้นเป็นปริมาณรูพรุนในชิ้นงานซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 3.3

$$D_r = \frac{D}{D_0} \times 100 \qquad \ldots (3.2)$$

$$\%P = 100 - D_r \qquad \ldots (3.3)$$

เมื่อ D_r คือ ความหนาแน่นสัมพันธ์ (%)

D คือ ความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)

D_0 คือ ความหนาแน่นทางทฤษฎี (g/cm^3)

$\%P$ คือ ปริมาณของรูพรุนในชิ้นงาน (%)

3.4.2 สมบัติทางกล

3.4.2.1 การทดสอบแรงดึง

การทดสอบความต้านทานแรงดึงและการยืดตัวของชิ้นงาน สามารถทดสอบโดยเครื่องทดสอบแรงดึง Instron UTM8801 พร้อม ExtensoMeter โดยใช้ชิ้นงานตัวอย่างจำนวน 5 ชิ้นต่อชุดการทดลอง แล้วหาค่าเฉลี่ยจากค่ากลาง 3 ค่า โดยค่าที่ได้จากการทดสอบได้แก่ ค่าความคราก (Yield strength), ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (Ultimate tensile strength), ค่าการยืดตัว (Elongation)

3.4.2.2 ความแข็ง

การทดสอบความแข็งของชิ้นงานก่อนชุบแข็งผิว เริ่มจากนำชิ้นงานมาทำการตัดให้มีขนาดเล็ก นำชิ้นงานไปอัดด้วยเรซิน โดยมี หน้าตัดขวางและผิวอยู่ด้านบน แล้วขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 120, 220, 500, 800 และ 1000 ตามลำดับ จากนั้นทำการวัดความแข็งด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ ด้วยแรงกด 50 กรัม ทดสอบชิ้นละ 2 ตำแหน่ง คือบริเวณผิวและกึ่งกลางชิ้นงาน ตำแหน่งละ 5 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ยจากค่ากลาง 3 ค่า รวมทดสอบ 3 ชิ้นต่อชุดการทดลอง ขณะที่ชิ้นงานเปรียบเทียบวัดเฉพาะหน้าตัดขวาง 5 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ยจากค่ากลาง 3 ค่า จำนวน 3 ชิ้น

การทดสอบความแข็งของชิ้นงานหลังชุบแข็งผิว เตรียมชิ้นงานเช่นเดียวกับชิ้นงานก่อนชุบแข็ง จากนั้นทำการวัดความแข็งด้วยเครื่องทดสอบความแข็งหน่วย HRC ทดสอบชิ้นละ 2 ตำแหน่ง คือบริเวณผิวและกึ่งกลางชิ้นงาน ตำแหน่งละ 5 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ยจากค่ากลาง 3 ค่า รวมทดสอบ 3 ชิ้นต่อชุดการทดลอง ขณะที่ชิ้นงานเปรียบเทียบใช้เครื่องทดสอบความแข็งแบบไมโครวิกเกอร์ ด้วยแรงกด 500 กรัม จากตำแหน่งผิว ไล่เข้าไปเว้นระยะห่าง 0.20 มิลลิเมตร ตำแหน่งละ 1 จุด

3.4.3 ส่วนประกอบทางเคมี

การตรวจสอบส่วนประกอบทางเคมี เนื่องจากในงานวิจัยนี้ให้ความสำคัญกับปริมาณคาร์บอนในชิ้นงาน ดังนั้นการตรวจสอบธาตุองค์ประกอบจึงใช้เพราะเครื่อง C-S Meter เท่านั้น โดยตรวจสอบ 2 ตำแหน่งของชิ้นงาน คือบริเวณผิว และกึ่งกลางชิ้นงาน เตรียมชิ้นงานโดยการกลึงชิ้นงาน แล้วนำเศษจากการกลึงไปตรวจสอบด้วยเครื่อง C-S Meter ดังนั้นปริมาณคาร์บอนที่ได้จึงเป็นปริมาณคาร์บอนรวมทั้งบริเวณเนื้อพื้นและรูพรุน ขณะที่ชิ้นงานเปรียบเทียบตรวจสอบด้วยเครื่องสเปกโทรมิเตอร์

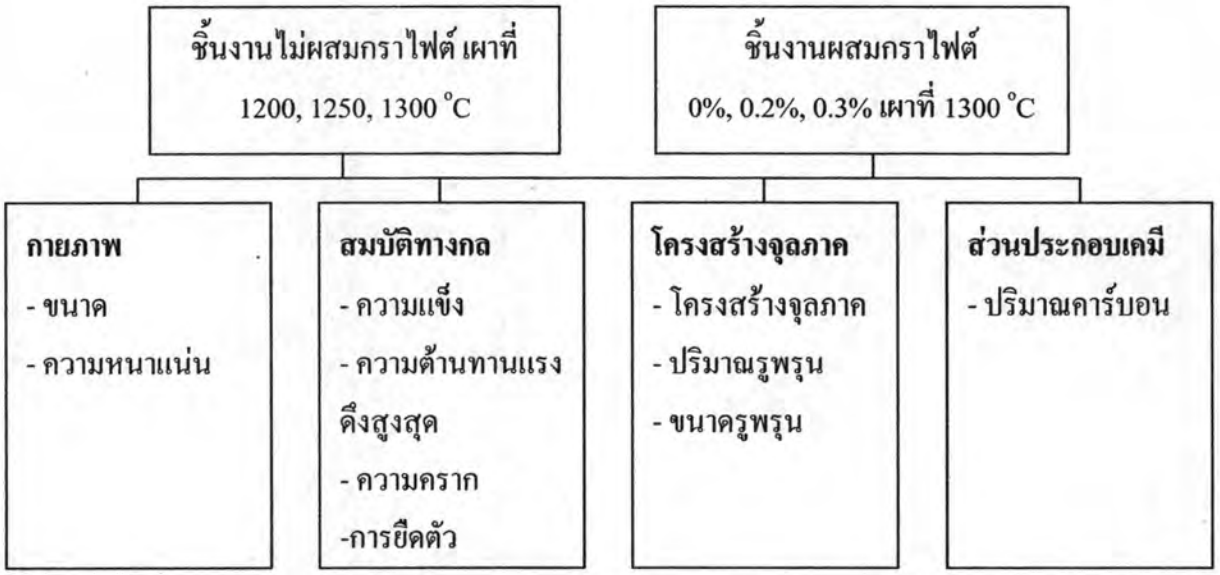
นอกจากนี้ยังตรวจสอบส่วนประกอบเคมีเฉพาะจุดบนชิ้นงาน โดยการใช้ชิ้นงานสำหรับถ่ายโครงสร้างจุลภาค ตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดพร้อมอุปกรณ์ EDS

3.4.4 โครงสร้างจุลภาค

การถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาค เริ่มจากนำชิ้นงานมาทำการตัด โดยตั้งฉากกับผิวชิ้นงาน แล้วนำไปอัดด้วยเรซิน โดยพื้นที่หน้าตัดขวางและบริเวณผิวอยู่ด้านบน แล้วขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 120, 220, 500, 800, 1000, 1200 และ 2400 ตามลำดับ จากนั้นนำไปขัดบนผ้าสักหลาดโดยผงเพชรขนาด 3 และ 1 ไมครอนตามลำดับ และกัดด้วยสารละลาย 2% Nitral (2 ml HNO_3 , 98 ml Ethanol) จากนั้นทำการถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด ด้วยกำลังขยายต่าง ๆ

3.5 สรุป

สามารถสรุปรายละเอียด สำหรับการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิเผาผนึกและปริมาณคาร์บอน ทั้งก่อนและหลังการชุบแข็งผิวได้ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 รายละเอียดการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิเผาผนึกและปริมาณคาร์บอน ก่อนและหลังการชุบแข็งผิว