# บทที่ 3

## ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่อง Hot Pressing High Multi 5000 FV PHP-R-5-FRET-25

| | |
|---|---|
| Model | FVPHP-R-FRET-25 |
| Pressforce | 5 tons |
| Test-Piece (mm.) | 120 dia. x 110 h. |
| Temperature (°C) | Maximum 2,300 °C Normal 2,200 °C |
| Trial for Temp. Risc 60 min. | Ordinary up to 2,200 °C |
| Temperature Controller | PID |
| Vacuum Degree | 6.65 x $10^{-3}$ Pa (5 x $10^{-5}$ Torr) |
| Atmosphere | $N_2$, Ar : Automatic Pressure Control 0.05 - 9.5 kg./$cm^2$ |
| Electric Power | 30 50/80 Hz 200/220 V 30 kVA |
| Cooling Water | 35 l/min., 2 - 4 kg./$cm^2$ |

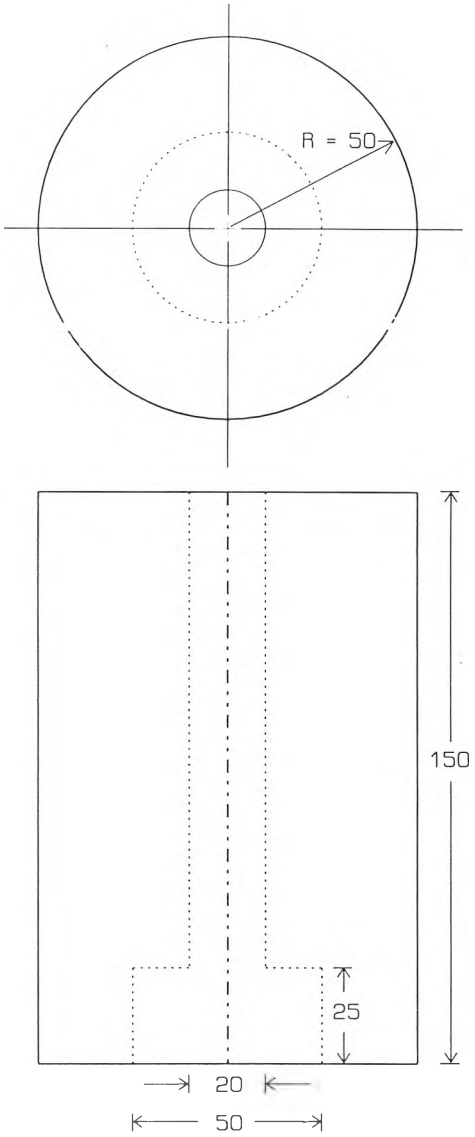
3.1.2 เครื่อง Shimadzu Universal Testing Machine สามารถใช้แรงดึงสูงสุดได้ 10 ตัน สามารถติดเตาไฟฟ้าเพื่ออบชิ้นงานที่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 1,200 °C ควบคุมความเร็วในการทดสอบด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

3.1.3 แม่พิมพ์และแท่งอัดกราไฟต์เกรนละเอียดดังรูปที่ 3.1 และ 3.2

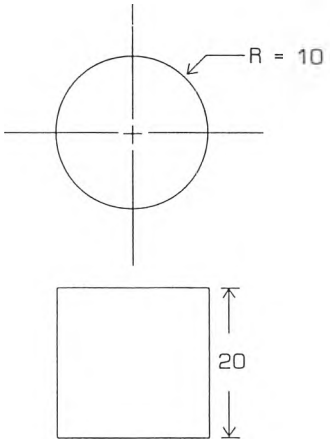
3.1.4 เตาอบชิ้นงาน ตั้งอุณหภูมิได้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 1,200 °C และมีท่อต่อเข้ากับถังกาซไนโตรเจนหรือกาซอื่นตามความต้องการเพื่อควบคุมบรรยากาศภายในเตา สำหรับการอบชุบชิ้นงานด้วยความร้อน

3.1.5 ผงโลหะ INCONEL 718 นำเข้ามาจากบริษัท INCO ประเทศสหรัฐอเมริกา ซึ่งมีส่วนประกอบทางเคมีดังแสดงไว้ในภาคผนวก

3.1.6 นิกเกิลเบสซุปเปอร์อัลลอยด์เกรด INCONEL 718 แบบ Wrought จากบริษัทการบินไทย จำกัด (มหาชน) ตามมาตรฐาน AMS 5662 E ขนาดชิ้นงานมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 1.5 นิ้ว




รูปที่ 3.1 แม่พิมพ์กราไฟต์พร้อมขนาด (หน่วย : มิลลิเมตร / มาตราส่วน 1 : 2)




รูปที่ 3.2 แท่งอัดกราไฟต์พร้อมขนาด (มาตราส่วน 1 : 1)

3.2 ขั้นตอนการตรวจสอบรูปทรง การกระจายตัวของขนาดและโครงสร้างจุลภาคของผงโลหะ

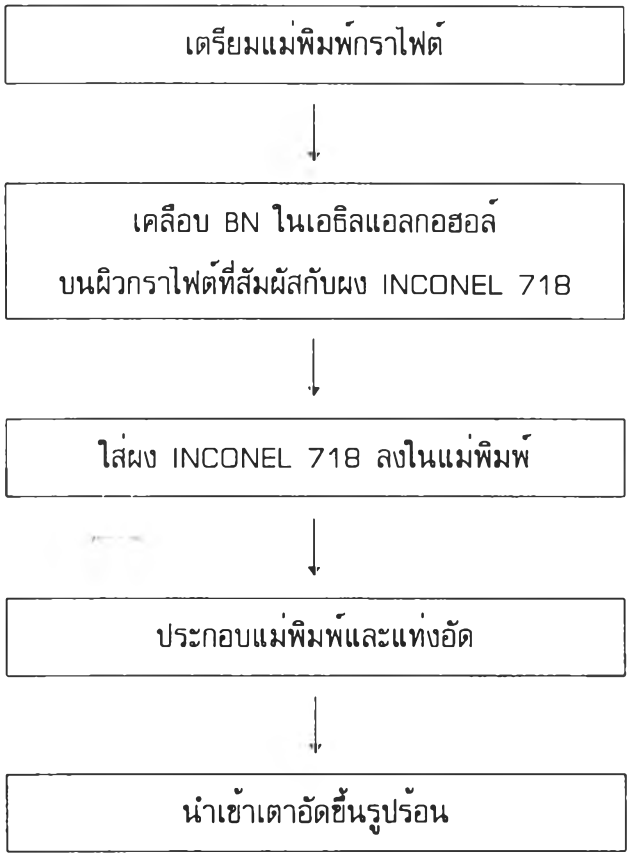
3.2.1 นำผง INCONEL 718 มาโรยบนแถบกาวคาร์บอน จากนั้นนำเข้าตรวจสอบรูปทรงและขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบกวาด (SEM)

3.2.2 นำผง INCONEL 718 มาตรวจสอบการกระจายตัวของขนาด โดยวิธี Sieve Analysis ตามมาตรฐาน ASTM E11 โดยใช้เวลา 15 นาที และ Amplitude = 50

3.2.3 นำผง INCONEL 718 มาทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค โดยการขัดด้วยกระดาษทรายและผงเพชรขนาด 0.1 μm. แล้วนำมาทำการกัดผิวด้วย Marble Solution จากนั้นจึงทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดา

3.3 ขั้นตอนการผลิต INCONEL 718 ด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน

3.3.1 เตรียมตัวอย่างดังรูปที่ 3.3




รูปที่ 3.3 แผนภูมิการขึ้นรูปผง INCONEL 718

3.3.2 นำตัวอย่างทั้งหมดที่เตรียมไว้ใส่ลงในเตาอัดขึ้นรูปร้อน ทำการอัดด้วยแรงดัน 31.2 MPa แล้วจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิโดยใช้อัตราการเพิ่มความร้อน ~10 °C/นาที จนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการ โดยควบคุมบรรยากาศแบบสุญญากาศที่ $10^{-2}$ Torr

3.3.3 หา Holding Time โดยสังเกตจากระยะยุบตัวครั้งสุดท้าย ซึ่งเป็นระยะกดที่มากที่สุด แล้วนำมากำหนดเป็น Holding Time ที่ต้องใช้ในการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน

3.3.4 เมื่อได้ Holding Time ตามทีตองการจึงทำการปลดอุณหภูมิให้ลดลง แต่ยังคงไว้ซึ่งแรงดัน จนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องจึงทำการปลดแรงดันและสุญญากาศภายในเตา

3.3.5 นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์กราไฟต์ แล้วทำการกลับด้านของชิ้นงานเพื่อทำซ้ำเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนแรงกดจาก 1 ตัน เป็น 0.5 ตัน เพื่อให้ความหนาแน่นของอีกด้านของชิ้นงานเพิ่มขึ้น ทำให้สามารถผลิตชิ้นงานสำหรับใช้ในการทดสอบคุณสมบัติด้านแรงดึงที่อุณหภูมิสูงได้ เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการนี้จะได้ชิ้นงานเพื่อทำการทดลองในขั้นต่อไป

## 3.4 เงื่อนไขในการผลิตชิ้นงานด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน

เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อนของผง INCONEL 718 และเวลาที่ใช้ในการคงอุณหภูมิที่มีผลต่อค่าความหนาแน่นและความสามารถในการผลิตชิ้นงานเพื่อให้ได้ขนาดตามที่ต้องการ (ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1)

ตารางที่ 3.1 การแปรผันอุณหภูมิในกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน

| เงื่อนไขการทดลองที่ | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| อุณหภูมิ (°C) | 1,100 | 1,125 | 1,150 | 1,200 | 1,225 | 1,250 | |
| เวลาที่คงไว้ (ชม.) | 1 | 3 | 2 | 2 | 1 | 1 | 1.5 |
| จำนวนชิ้นงาน (ชิ้น) | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 2 | 2 |

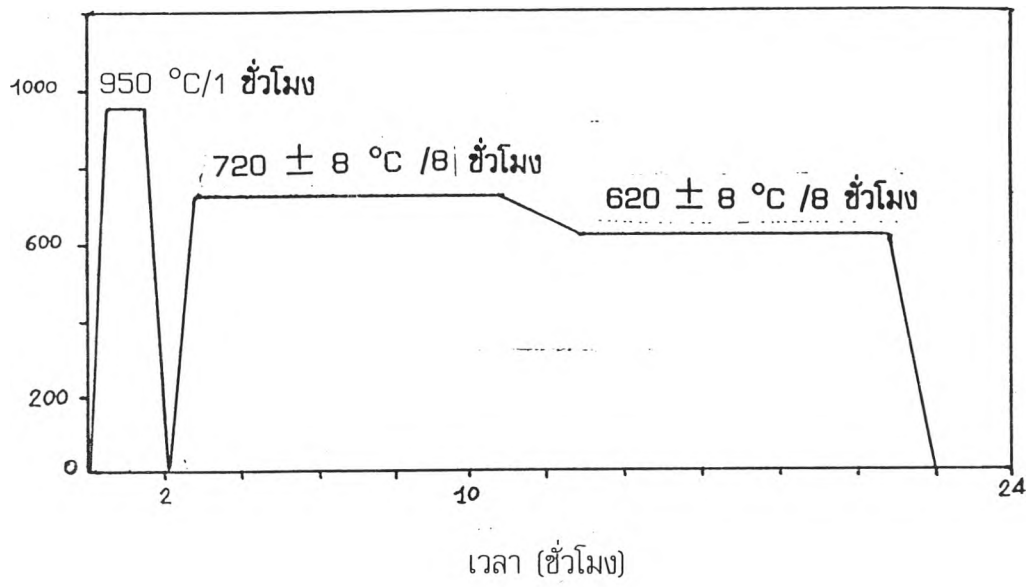
## 3.5 ขั้นตอนการทำ SHT

เพื่อเป็นการปรับโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อน โดยการอบในเตาที่ถูกควบคุมบรรยากาศด้วยการใช้กาซไนโตรเจนปกคลุมชิ้นงาน ซึ่งมี 2 ขั้นตอนดังนี้

3.5.1 Solution Heat Treatment 950 °C/1 hr./AC

3.5.2 Aging 720 ± 8 °C/8 hr./FC (55 ± 8 °C/hr.) จนกระทั่งถึง 620 ± 8 °C/8 hr./AC

ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.4




รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนการทำ SHT

## 3.6 การตรวจสอบความหนาแน่น

สำหรับชิ้นงานที่ใช้อุณหภูมิ 1,100 - 1,200 °C จะทำการตัดชิ้นงานส่วนบนมาทำการวิเคราะห์ แต่สำหรับชิ้นงานที่ใช้อุณหภูมิ 1,225 °C และ 1,250 °C จะทำการวิเคราะห์ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ผ่านการกลึงแล้ว มาทำการวิเคราะห์โดยวิธีการแทนที่น้ำ ดังแสดงรายละเอียดในภาคผนวก

3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์และกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบกวาด (SEM)

ทำการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปจากผง INCONEL 718 และชิ้นงานจาก บริษัทการบินไทย จำกัด (มหาชน) โดยชิ้นงานที่ขึ้นรูปโดยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อนและทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคทั้งก่อนและหลังการทำ SHT

จากนั้นนำชิ้นงานทั้ง 2 ชนิดมาตัดตามภาคตัดขวาง ขัดชิ้นงานตัวอย่างด้วยกระดาษทรายและขัดเงาด้วยผงเพชรขนาด 0.3 และ 0.1 μm. ตามลำดับ แล้วจึงกัดผิวด้วยน้ำยา Marble Solution ซึ่งประกอบด้วย

$CuSO_4 . 5H_2O$ 10 % + HCl (35 ± 2 %) 90 % by Volume

เป็นเวลา 5 วินาทีที่อุณหภูมิห้อง

3.8 ขั้นตอนการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

3.8.1 นำชิ้นงาน Wrought และที่ผลิตโดยกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อนที่ผ่านการทำ SHT มาตัดตามภาคตัดขวาง ให้มีความหนาไม่เกิน 1.5 มม. ทำการขัดด้วยกระดาษทรายและผงเพชรขนาด 0.3 และ 0.1 μm. ตามลำดับ จนกระทั่งได้ความหนา ~0.1 มม. แล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการกัดผิวด้วยไฟฟ้า (Electro Etching) โดยใช้สารละลายที่มีส่วนผสมของ Electrolyte ดังต่อไปนี้

$H_3PO_4$ (85 %) 42 % + $H_2SO_4$ 34 % + $H_2O$ 24 % by Volume

แล้วนำชิ้นงานที่ต้องการวิเคราะห์ต่อกับขั้วบวกและต่อแท่ง INCONEL 718 เข้ากับขั้วลบ

3.8.2 เมื่อต่อวงจรเสร็จแล้วจึงทำการปล่อยกระแส โดยใช้ค่าความต่างศักย์ ~ 2 - 5 V และกระแส ~1 A โดยใช้อุณหภูมิห้องในการกัดผิวด้วยไฟฟ้า

3.8.3 เมื่อได้ชิ้นงานที่มีความบางขนาดแสงส่องผ่านได้ จึงนำไปเตรียมชิ้นงานเพื่อทำการตรวจสอบ Precipitate Phase โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องผ่าน (Transmittion Electron Microscope : TEM) ซึ่งวิธีการเตรียมตัวอย่างเช่นนี้เรียกว่า Window Technique

## 3.9 การตรวจสอบความแข็ง

นำชิ้นงานมาตัดตามภาคตัดขวาง ขัดด้วยกระดาษทราย และขัดเงาด้วยผงเพชรขนาด 0.3 μm. แล้วจึงนำมาวัดความแข็งของชิ้นงานด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบไมโครวิคเกอร์ โดยใช้น้ำหนักกด = 300 g. เวลากด 20 วินาที และ Rockwell C โดยใช้น้ำหนักกด = 150 kg. เวลากด 15 วินาที

## 3.10 การตรวจสอบระดับการกระจายตัวของความพรุน

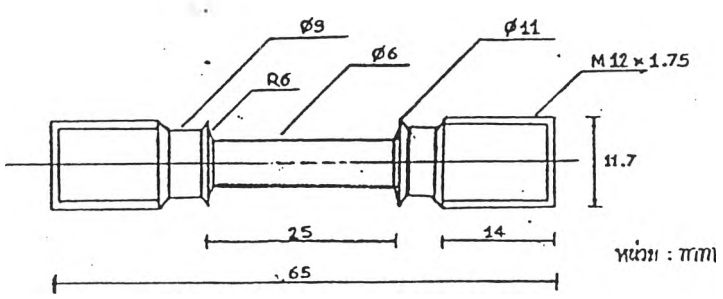
ทำการตัดชิ้นงานตามด้านยาวของชิ้นงาน และนำมาวิเคราะห์ความพรุนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope : SEM) ซึ่งจะทำเฉพาะชิ้นงานที่อัดด้วยอุณหภูมิ 1,225 และ 1,250 °C/1 ชม. เท่านั้น

## 3.11 การทดสอบคุณสมบัติด้านแรงดึงที่อุณหภูมิสูง

นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูปร้อนด้วยอุณหภูมิต่อไปนี้

ก. 1,225 °C/1 ชั่วโมง ; SHT
ข. 1,250 °C/1 ชั่วโมง ; SHT
ค. 1,250 °C/1.5 ชั่วโมง ; SHT

และชิ้นงานจาก บริษัท การบินไทย จำกัด (มหาชน) มาทำการกลึงขึ้นรูปให้ได้ขนาดและรูปทรงตามรูปที่ 3.5




รูปที่ 3.5 ขนาดของชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบ

ทำการดึงที่อุณหภูมิ 650 °C และใช้ Strain Rate = 0.005 นาที โดยการวัดระยะยืดด้วยการใช้ Extensometer ที่มีกำลังขยาย 2.5 เท่า Load Cell = 10 Ton โดยที่ Gauge Length ของชิ้นงาน = 25 มม. และ Diameter ของชิ้นงาน = 6 มม. โดยการตั้งข้อมูลสำหรับการทดสอบคุณสมบัติด้านแรงดึงที่อุณหภูมิสูงด้วยเครื่อง Universal Tensile Testing ดังต่อไปนี้

| | | |
|---|---|---|
| Test Mode | = | Stroke Tension Up Start |
| Test Speed | = | 0.125 mm./min. |
| Load Cell Capacity | = | 10,000 kgf |
| Full-Scale Load | = | 5,000 kgf |
| Data Processing Mode | = | Load-Extension |
| Full Scale Extension | = | 50 mm. |
| Extensometer used up to | = | 50 mm. |

การอบชิ้นงานที่เครื่อง Universal Tensile Testing ใช้เตาไฟฟ้าแบบ Induction โดยใช้อัตราการเพิ่มความร้อนประมาณ 8 °C/min. จนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 649 ± 2 °C คงไว้ 15 นาที ก่อนทำการดึงชิ้นงานทดสอบ

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



แผนผังขั้นตอนการดำเนินงาน