

## บทที่ 3

### ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

#### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เตาเกลือ (salt bath) มีอ่างเกลือทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 230 มิลลิเมตร ความลึกของอ่าง 450 มิลลิเมตร มีเทอร์โมคัพเปิลสำหรับ วัดอุณหภูมิรอบอ่างเกลือและอุณหภูมิภายในอ่างเกลือ อุณหภูมิภายในอ่างเกลือสามารถปรับระดับ ตามที่ต้องการด้วยแผงควบคุม เตาเกลือที่ใช้มีอุณหภูมิสูงสุดในการใช้งาน  $1000^{\circ}\text{C}$

3.1.2 เตา muffle ใช้สำหรับอุ่นชิ้นงานก่อนนำไปเคลือบผิวในอ่างเกลือและ สำหรับอบคลายตัวชิ้นงานภายหลังการเคลือบผิว เตา muffle ที่ใช้มีท่อต่อเข้ากับถังก๊าซไนโตรเจน เพื่อควบคุมบรรยากาศภายในเตาให้เป็นก๊าซไนโตรเจน

3.1.3 เกลือบอแรกซ์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารที่ใช้เป็นตัวทำละลาย

3.1.4 เฟอร์โรไนโอเบียม (Fe-Nb) เป็นสารฟอร์มคาร์ไบด์ที่ใช้ในการทดลองนี้ จากการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย Energy dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) พบว่าประกอบ ด้วยไนโอเบียม 68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เนื่องจากเฟอร์โรไนโอเบียมมีขนาดใหญ่จึงต้องนำมาบด และหุบให้มีขนาดเล็กลงและคัดขนาดโดยร่อนผ่านตะแกรง โดยขนาดที่นำมาใช้ในการทดลองมี ขนาด -45 mesh

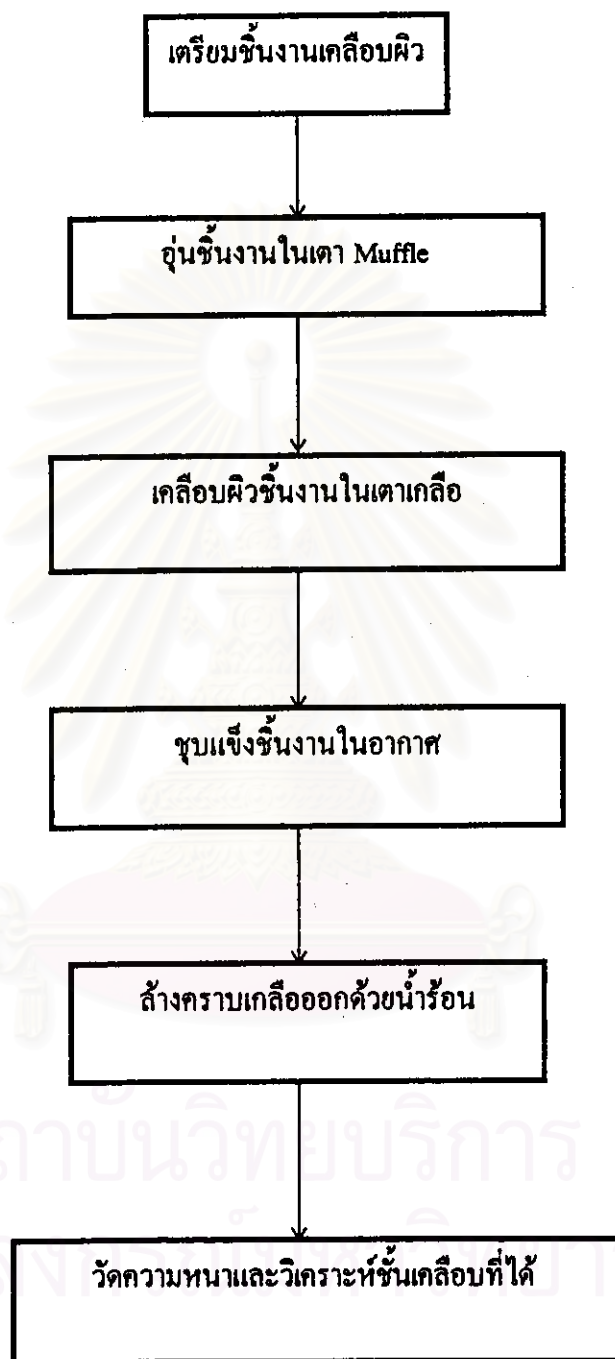
3.1.5 อะลูมิเนียม (Al) เป็นสารที่ช่วยในการเกิดชั้นเคลือบคาร์ไบด์

#### 3.2 ขั้นตอนการทดลองเคลือบผิว

แผนภูมิการทดลองเคลือบผิวแสดงในรูปที่ 3.1

3.2.1 ตัดชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือ D2 และเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ซึ่งมีส่วน ผสมทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 3.1 ให้มีขนาด 25.4 มิลลิเมตร x 25.4 มิลลิเมตรหนา 10 มิลลิเมตร และเจาะรูเล็กๆ ไว้ด้านข้างสำหรับร้อยด้วยลวดเพื่อแขวนชิ้นงานลงในอ่างเกลือ

3.2.2 ชัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 600 เพื่อกำจัดสนิมที่ผิว



รูปที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทดลองเคลือบผิว

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าเครื่องมือ D2 และเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ที่ใช้ในการทดสอบ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

เหล็กกล้า	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Fe
D2	1.09	0.292	0.286	0.022	0.004	12.31	0.740	0.239	1.12	bal.
H13	0.405	0.413	0.790	0.021	0.004	16.91	1.06	0.338	0.041	bal.

### 3.3 เงื่อนไขในการทดลอง

3.3.1 เพื่อศึกษาอิทธิพลของปริมาณอะลูมิเนียม เฟอร์โรไนโอเบียม อุณหภูมิและเวลาต่อความหนาชั้นเคลือบไนโอเบียมคาร์ไบด์ จึงทำการเคลือบผิวเหล็กกล้า D2 ด้วยการแปรผันส่วนผสมของสารที่เติมลงในอ่างเกลือ อุณหภูมิและเวลาในการเคลือบผิวเป็นดังนี้

ก. แปรผันส่วนผสมอะลูมิเนียมในช่วง 0 ถึง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ข. แปรผันปริมาณส่วนผสมเฟอร์โรไนโอเบียมในช่วง 2 ถึง 32 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ค. เคลือบผิวที่อุณหภูมิ 900 ถึง 1000°C

ง. ใช้เวลาการเคลือบผิว 1 ถึง 9 ชั่วโมง

3.3.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของชนิดเหล็กต่อความหนาชั้นเคลือบไนโอเบียมคาร์ไบด์ โดยเคลือบผิวเหล็กกล้า H13 ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 1 ถึง 9 ชั่วโมง และใช้ปริมาณเฟอร์โรไนโอเบียมและอะลูมิเนียมตามผลสรุปที่ได้จากการศึกษาในหัวข้อ 3.3.1

### 3.4 ขั้นตอนการเคลือบผิว

3.4.1 เติมผงบอแรกซ์น้ำหนัก 10 กิโลกรัมลงในอ่างเกลือ ให้ความร้อนจนอุณหภูมิในอ่างเกลือเท่ากับ 800°C เติมเฟอร์โรไนโอเบียมตามปริมาณที่ใช้ลงในอ่างเกลือและคนให้เฟอร์โรไนโอเบียมกระจายในเกลือหลอมเหลว เพิ่มความร้อนจนอุณหภูมิในอ่างเกลือเป็น

850°C ขณะเดียวกันนำชิ้นงานที่จะเคลือบผิวมาอุ่นที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 30 นาที ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนด้วยเตา muffle

3.4.2 เติมอะลูมิเนียมตามปริมาณที่ต้องการลงในอ่างเกลือ และคนให้อะลูมิเนียมหลอมตัวผสมกับเกลือบอแรกซ์หลอมเหลว

3.4.3 นำชิ้นงานออกจากเตา muffle และนำชิ้นงานมาอุ่นต่อในอ่างเกลือที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นปรับอุณหภูมิในอ่างเกลือให้ตรงตามอุณหภูมิที่ต้องการเคลือบผิว เมื่ออุณหภูมิในอ่างเกลือถึงอุณหภูมิที่ต้องการจึงเริ่มจับเวลาเคลือบผิว

3.4.4 เมื่อครบกำหนดเวลา นำชิ้นงานออกจากอ่างเกลือและปล่อยให้เย็นตัวในอากาศ ล้างคราบเกลือบอแรกซ์ที่ติดผิวชิ้นงานออกด้วยน้ำร้อน

### 3.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชั้นเคลือบ

3.5.1 นำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบผิวมาตัดตามภาคตัดขวางและอัดเป็นชิ้นงานตัวอย่างสำหรับทำการวิเคราะห์ ขัดชิ้นงานตัวอย่างด้วยกระดาษทรายและขัดเงาด้วยผงอะลูมินา แล้วจึงกัดผิวด้วยน้ำยา Alcoholic ferric chloride

3.5.2 นำชิ้นงานตัวอย่างมาตรวจสอบผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดา (Optical Microscope) วัดความหนาชั้นเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope, SEM) และวิเคราะห์ธาตุของชั้นเคลือบด้วย EDS

3.5.3 วิเคราะห์ผิวชิ้นงานด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) โดยเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้มีทองแดงเป็นเป้า (target)

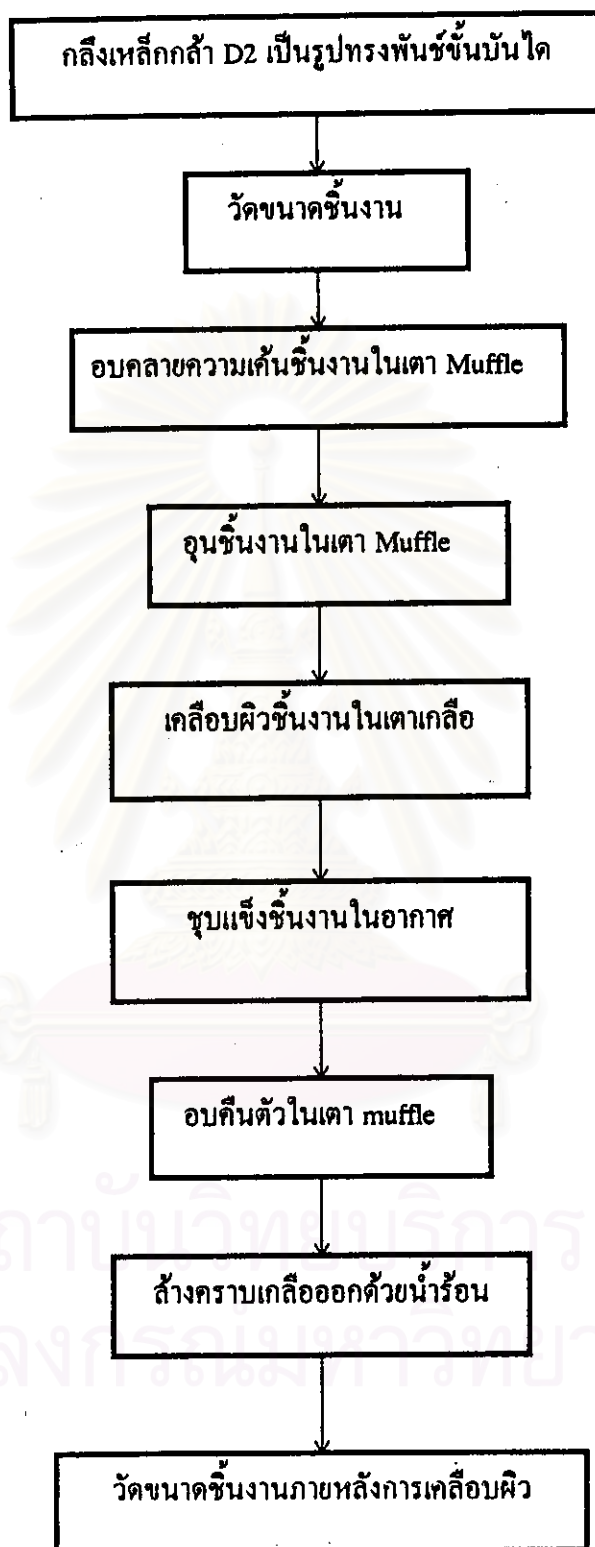
3.5.4 วัดความแข็งของชั้นเคลือบด้วยเครื่องวัดความแข็งไมโครวิกเกอร์

### 3.6 การทดลองหาขนาดที่เปลี่ยนแปลงของชิ้นงานภายหลังการเคลือบผิว

แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทดลองหาขนาดที่เปลี่ยนแปลงแสดงในรูปที่ 3.2

3.6.1 นำเหล็กกล้าเครื่องมือ D2 ส่วนผสมทางเคมีดังตารางที่ 3.4 มากลึงให้มีขนาดและรูปทรงตามรูปที่ 3.1

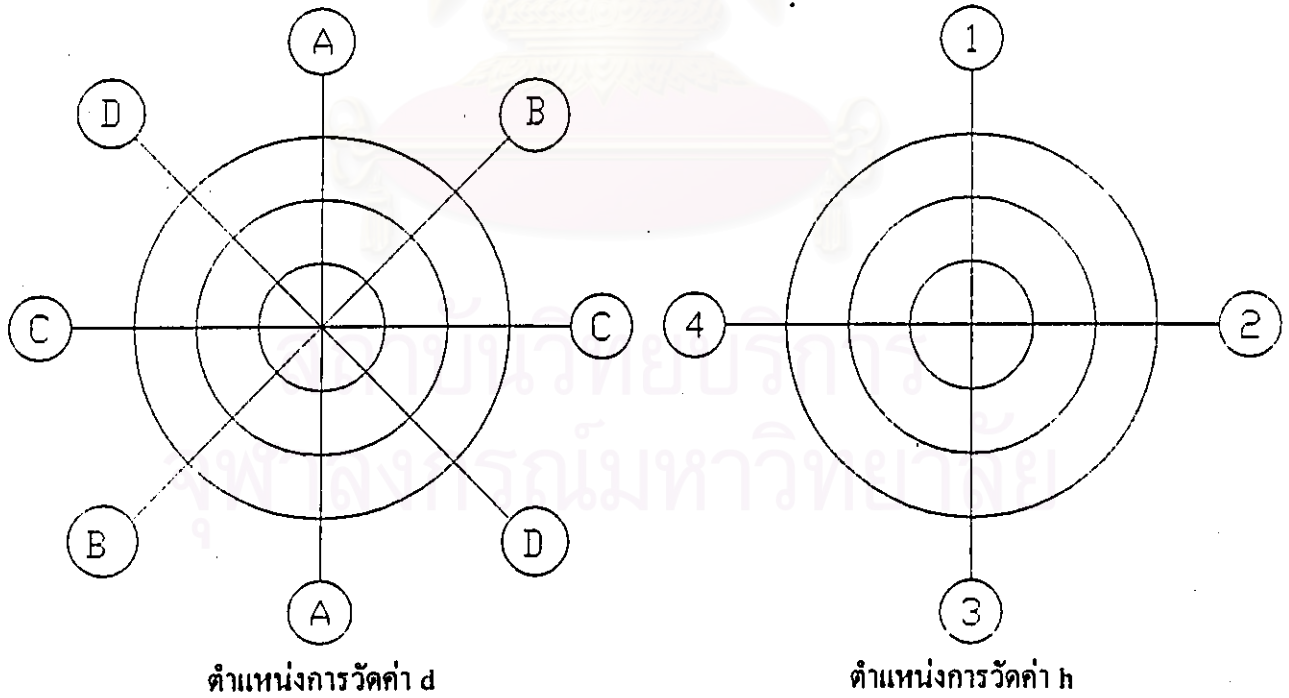
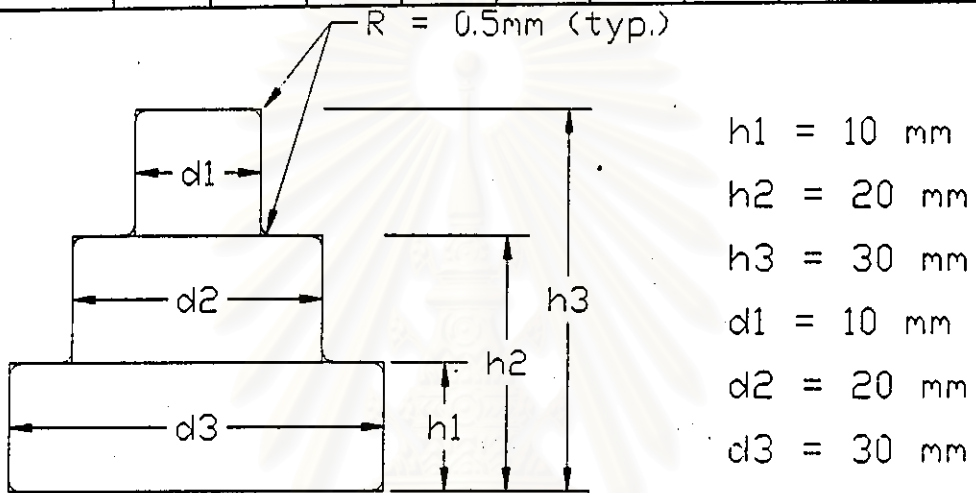
3.6.2 วัดขนาดชิ้นงานตามรูปที่ 3.1 ที่ตำแหน่ง d1, d2, d3, h1, h2 และ h3 ด้วยเครื่องโพรไฟล์โปรเจกเตอร์



รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทดลองการเปลี่ยนแปลงขนาดภายหลังการเคลือบผิว

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าเครื่องมือ D2 ที่ใช้ในการทดสอบหาขนาดที่เปลี่ยนแปลงภายหลังจากการเคลือบผิว (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

เหล็กกล้า	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Fe
D2	1.29	0.350	0.224	0.031	0.019	11.93	0.91	0.21	0.38	bal.



รูปที่ 3.3 รูปทรงและขนาดชิ้นงานที่ใช้ทดสอบการเปลี่ยนแปลงขนาดภายหลังจากเคลือบผิว

3.6.3 หุ้มชิ้นงานด้วยสแตนเลสฟอยล์และนำไปอบคลายความเค้นที่อุณหภูมิ  $650^{\circ}\text{C}$  ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 1 ชั่วโมงด้วยเตา muffle และปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวในเตา

3.6.4 เคลือบผิวชิ้นงานในอ่างเกลือบอแรกซ์ ตามขั้นตอนการเคลือบผิวในหัวข้อที่ 3.4 ที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  เวลาที่ใช้ในการเคลือบ 4 ถึง 9 ชั่วโมง สำหรับปริมาณเฟอร์โรไนโอเบียม และอะลูมิเนียมที่เติมลงในอ่างเกลือจะใช้ตามผลสรุปที่ได้จากการศึกษาในข้อ 3.3.1

3.6.5 หลังจากนำชิ้นงานออกจากเตาเกลือและปล่อยให้เย็นตัวในอากาศแล้ว ทำการอบคืนตัวชิ้นงานที่อุณหภูมิ  $520^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 2 ครั้ง ในเตา muffle

3.6.6 นำชิ้นงานไปล้างเกลือบอแรกซ์ที่ติดค้างอยู่ด้วยน้ำร้อน และวัดขนาดชิ้นงาน ภายหลังกระบวนการเคลือบผิวตามตำแหน่ง  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ ,  $h_1$ ,  $h_2$  และ  $h_3$  ด้วยเครื่องโปรไฟล์โปรเจกเตอร์



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย