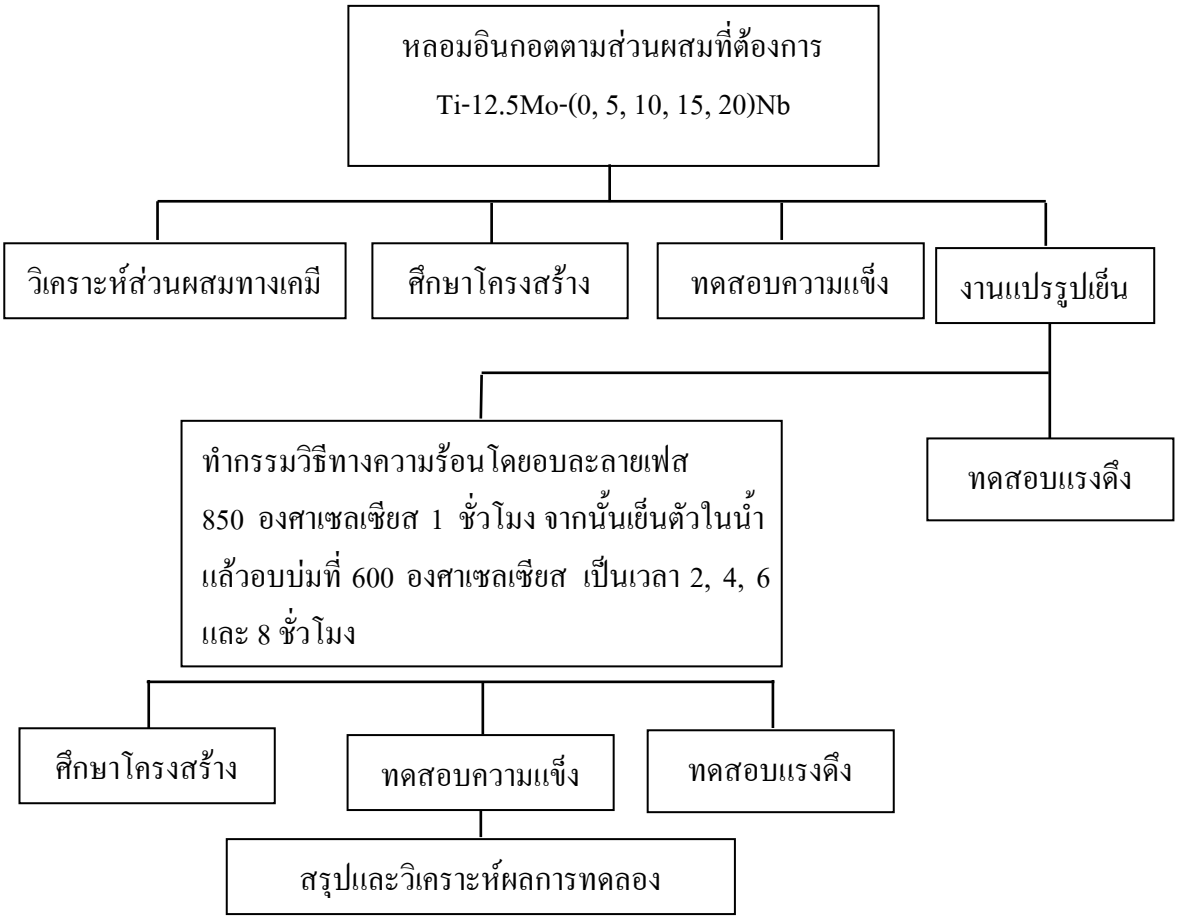
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

3.1 ขั้นตอนการดำเนินงาน

การดำเนินงานวิจัยแสดงในรูปที่ 3.1 ประกอบด้วยขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบและหลอมอินกอตตามส่วนผสมที่ต้องการ Ti-12.5Mo-(0, 5, 10, 15, 20)Nb จากนั้นนำอินกอตไป วิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึก ทดสอบความแข็ง นำอินกอตไปรีดเป็นแผ่นบาง หลังจากนั้นนำไปทำกรรมวิธีทางความร้อน จากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึก ทดสอบความแข็งและทดสอบความต้านทานแรงดึง



รูปที่ 3.1 แผนการดำเนินการทดลอง

3.2 การเตรียมอินกอตและการหลอม

การเตรียมอินกอตได้จากการหลอมวัตถุดิบที่เป็นธาตุบริสุทธิ์ของไทเทเนียมที่ได้จากการปั๊มไม่ทราบเกรดที่แน่นอน ธาตุโมลิบดินัมมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.95 และ ไนโอเบียมมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.95 โดยลักษณะวัตถุดิบที่ใช้แสดงในรูปที่ 3.2 ให้เป็นชิ้นงานที่มีขนาดน้ำหนักประมาณ 40 กรัม โลหะไทเทเนียมผสมในการทดลองมีส่วนผสมได้แก่ Ti-12.5Mo, Ti-12.5Mo-5Nb, Ti-12.5Mo-10Nb, Ti-12.5Mo-15Nb และ Ti-12.5Mo-20Nb ในการเตรียมวัตถุดิบก่อนนำไปหลอมจะทำความสะอาดโดยแช่ในอะซิโตนก่อน เพื่อขจัดคราบและสิ่งสกปรกที่อาจติดมาจากการตัดชิ้นงาน การชั่งน้ำหนักของแต่ละธาตุแสดงเป็นเปอร์เซนต์โดยน้ำหนักดังตารางที่ 3.1 หลังจากนั้นนำวัตถุดิบไปหลอมเบ้าด้วยระบบอาร์คภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอนมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.995

(ก) (ข) (ค)

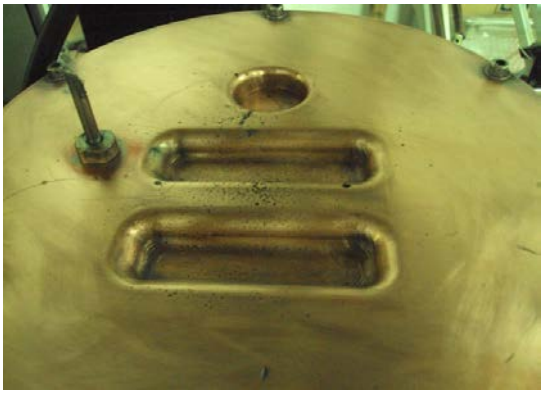
รูปที่ 3.2 ลักษณะวัตถุดิบที่ใช้ (ก) ไทเทเนียม (ข) โมลิบดินัม (ค) ไนโอเบียม

ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของวัตถุดิบในแต่ละส่วนผสม

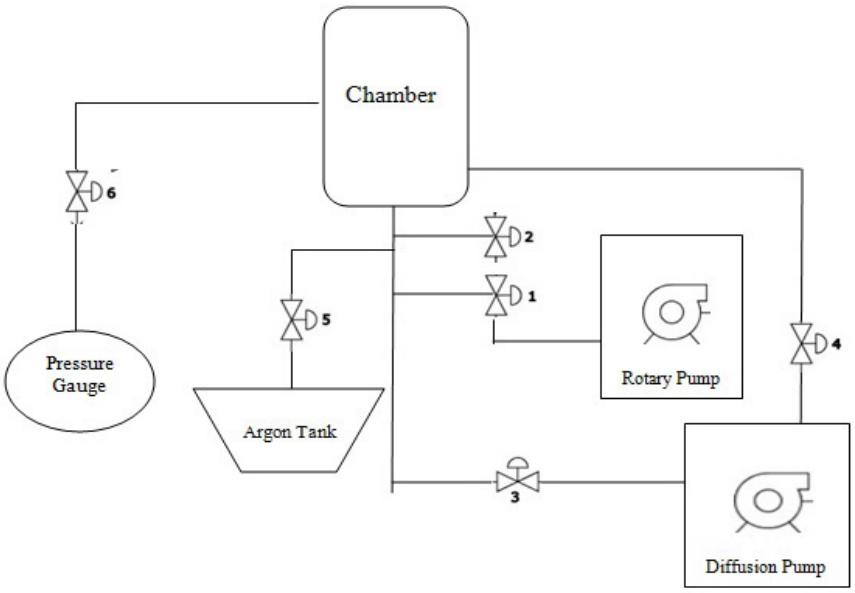
ส่วนผสมที่ต้องการ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	น้ำหนักวัตถุดิบ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		
	Ti	Mo	Nb
Ti-12.5Mo	87.5	12.5	-
Ti-12.5Mo-5Nb	82.5	12.5	5
Ti-12.5Mo-10Nb	77.5	12.5	10
Ti-12.5Mo-15Nb	72.5	12.5	15
Ti-12.5Mo-20Nb	67.5	12.5	20

3.3 การหลอมอินกอต

โดยเริ่มต้นจากการทำความสะอาดเบ้าหลอมและถังตัวหลอมโดยการขัดด้วยกระดาษทราย แล้วเช็ดให้สะอาดอาจเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก เช็ดบริเวณยางโอริงของฝาครอบเพื่อไม่ให้มีเศษสิ่งสกปรกเนื่องจากจะทำให้เกิดการรั่วได้ ขันอิเล็กโทรดให้แน่น จัดวางวัตถุดิบลงเบ้าหลอม ดังรูปที่ 3.3 และแสดงไดอะแกรมของเตาหลอมดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.3 ลักษณะเบ้าหลอม



รูปที่ 3.4 ไดอะแกรมของเตาหลอม

หลังจากปิดฝาครอบลง มีการเตรียมบรรยากาศให้สะอาด โดยเปิดปั๊ม เปิดวาล์วเพื่อปรับบรรยากาศข้างในให้เป็นสุญญากาศ จนเกจวัดความดันลดลงจนถึง -100 กิโลปาสคัล หลังจากนั้นปิดวาล์วปิดปั๊ม แล้วจึงปล่อยก๊าซอาร์กอนเข้าไปในเตาหลอมจนเกจขึ้นถึง 0 กิโลปาสคัล ซึ่งใช้เวลาประมาณ 10 นาที ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วจึงปล่อยก๊าซอาร์กอนเพื่อใช้ในขณะการหลอม เมื่อเริ่มทำการหลอม โยกอิเล็กโทรดไปแตะตัวล่อจะเกิดการอาร์คขึ้นแล้วโยกอิเล็กโทรดไปหลอมไทเทเนียมบริสุทธิ์ก่อน เพื่อดูดซับสิ่งสกปรกภายในเตาหลอม จากนั้นโยกอิเล็กโทรดไปยังวัตถุดิบ ในการหลอมต้องมีการพลิกชิ้นงานเพื่อให้ส่วนผสมเข้ากันได้ดี

3.4 การวิเคราะห์ส่วนผสมด้วยเทคนิค Energy Dispersive Spectrometer

ในการทดลองได้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องก วาด (Scanning Electron Microsope, SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM-6610 พร้อมกับวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีของเฟสต่างๆ ด้วยเทคนิค EDS (Energy Dispersive Spectrometer) ผลิตโดยบริษัท Oxford รุ่น INCA 350 ดังแสดงในรูปที่ 3.5

รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดและชุดวิเคราะห์ธาตุ

3.5 การรีดลดขนาด

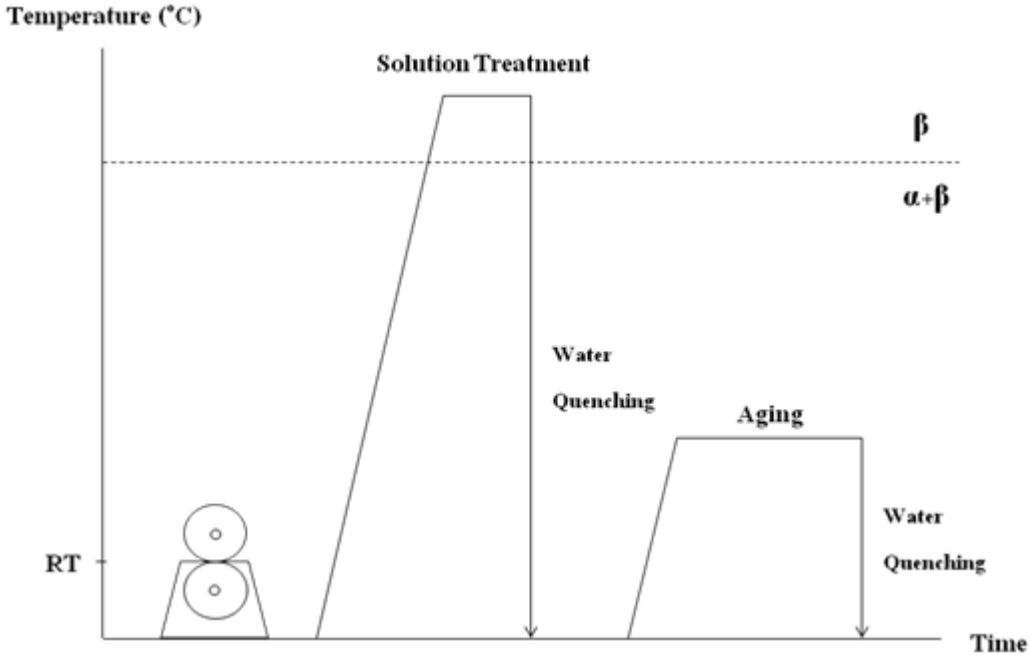
การรีดชิ้นงานใช้เครื่องรีดชนิด 2 ลูกรีด ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ลูกรีดมีรูปร่างทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางหน้าตัดลูกรีดขนาด 203.2 มิลลิเมตร ความยาวขนาด 300 มิลลิเมตร ความเร็วรอบ 24 รอบต่อนาที การรีดลดขนาดของชิ้นงาน โดยปรับช่องว่างระหว่างลูกรีดทีละครึ่งรอบรีดชิ้นงานให้เป็นแผ่นความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร ชิ้นงานทุกส่วนผสมมีปริมาณการรีดเย็นลดขนาดร้อยละ 85-90 หลังจากนั้นนำชิ้นงานส่วนนี้ไปตัดด้วยแม่พิมพ์ตัด

รูปที่ 3.6 เครื่องรีดลดขนาดชนิด 2 ลูกรีด

3.6 การทำกรรมวิธีทางความร้อน

การทำกรรมวิธีทางความร้อนของชิ้นงานทุกส่วนผสม ใช้ชิ้นงานที่ผ่านการรีดเย็นทั้งหมด โดยใช้วิธีการอบบ่ม (Age Hardening) ประกอบด้วยขั้นตอนการอบ 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกเป็นการอบละลายเฟส (Solution Treatment) โดยใช้อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจุ่มในน้ำเย็น ขั้นตอนที่สองเป็นการบ่มแข็ง ในการทดลองใช้ระยะเวลาที่ต่างกันดังนี้ 2, 4, 6 และ 8 ชั่วโมง โดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำให้เย็นตัวในน้ำเย็น เตาที่ใช้ในการทำกรรมวิธีทางความร้อนใช้เตาอบอุณหภูมิสูง (High Temperature Furnace) ผลิตโดยบริษัท Linn รุ่น High Therm ควบคุมความร้อนด้วยระบบ PID (Proportional Integral Derivative Controller) ดังแสดงในรูปที่ 3.7 และแผนผังการทำกรรมวิธีทางความร้อนแสดงในรูปที่ 3.8

รูปที่ 3.7 เตาอบอุณหภูมิสูง



รูปที่ 3.8 แผนผังการทำกรรมวิธีทางความร้อน

3.7 การเตรียมชิ้นงานเพื่อการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและทดสอบความแข็ง

การเตรียมชิ้นงานเพื่อการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ ใช้วิธีทำตัวเรือนจับยึดชิ้นงานด้วยความร้อน (Hot Mounting) โดยใช้ Mounting Press Machine ด้วยผงเบคไลท์ชนิดนำไฟฟ้าได้ (Conductive Bakelite) เครื่องที่ใช้ทำตัวเรือนแสดงดังรูปที่ 3.9 ใช้แรงดันกดอัดชิ้นงาน 180-200 บาร์ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

รูปที่ 3.9 Mounting Press Machine

การขัดชิ้นงานมี 2 ขั้นตอนคือ การขัดหยาบด้วยกระดาษทรายและการขัดเงาด้วยผงอะลูมินา เตรียมผิวชิ้นงานด้วยการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 240, 400, 600, 800, 1000 และ 1200 จากนั้นนำผิวชิ้นงานไปขัดผิวมันด้วยผงอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาค 1 ไมครอนและ 0.05 ไมครอนตามลำดับ ขัดจนผิวชิ้นงานได้ระนาบ มันวาว ไม่มีรอยขูดขีด จากนั้นนำชิ้นงานไปกัดด้วยสารละลายกรดที่เตรียมไว้ คือ กรดไฮโดรฟูออริก (HF) 10 มิลลิลิตร กรดไนตริก (HNO_3) 5 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 85 มิลลิลิตร (ASTM E407-70) โดยจุ่มผิวหน้าชิ้นงาน ลงไปในกรดประมาณ 1 นาที ล้างผิวหน้าชิ้นงานด้วยน้ำสะอาดและอะซิโตน แล้วเป่าด้วยลมร้อนให้แห้งสนิท จากนั้นจึงนำชิ้นงานที่เตรียมไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (Optical Microscope : OM) ดังรูปที่ 3.10 ผลิตโดยบริษัท Olympus รุ่น BX60M กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ ความต่างศักย์ 12 โวลล์ ระยะโฟกัสสูงสุด 25 มิลลิเมตร

เลนส์ตากำลังขยาย 10 เท่า เลนส์วัตถุกำลังขยาย 5, 10, 20, 50 และ 100 เท่า ถ่ายภาพด้วยโปรแกรม Fly Vedio กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope :SEM) ผลิตโดยบริษัท Phillips รุ่น XL30 ใช้ไส้หลอดทังสเตน ดีเทคเตอร์เป็นเซคันดารีอิเล็กตรอน (Secondary Electron) ระยะการทำงาน (Working Distance) 10.1 มิลลิเมตรที่ 12 กิโลโวลต์ ดังรูปที่ 3.11

รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์แสง

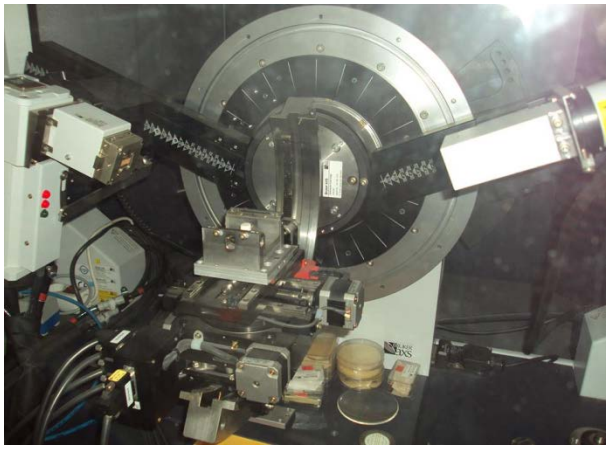
รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกวาด

จากนั้นจึงนำชิ้นงานวัดค่าความแข็งจุลภาค (Microhardness Tester) ผลิตโดยบริษัท Future-Tech รุ่น FM-700e หัวกดเพชรรูปปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัสมุมยอด 136 องศา สามารถเลือกน้ำหนักทดสอบได้ช่วง 50 ถึง 1000 กรัม ความเร็วหัวกด 50 ไมโครเมตรต่อวินาที กำลังขยายตา 10 เท่า กำลังขยายเลนส์วัตถุ 10 และ 50 เท่า ดังรูปที่ 3.12 ใช้น้ำหนักกดในการทดสอบ 500 กรัม กดค้างเป็นเวลา 15 วินาที นำหัวกดเพชรออกจากชิ้นงานจากนั้นวัดขนาดความกว้างของรอยกดที่เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส 2 ด้าน เครื่องจะคำนวณค่าความแข็งให้โดยอัตโนมัติ วัดความแข็งทั้งหมด 5 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย

รูปที่ 3.12 เครื่องทดสอบความแข็งจุลภาค

3.8 การเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

นำชิ้นงานไปทำตัวเรือนยึดจับชิ้นงาน (Mounting) ด้วยเบคไลท์ เตรียมผิวชิ้นงานด้วยการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 240, 400, 600, 800, 1000 และ 1200 จากนั้นนำผิวชิ้นงานไปขัดผิวมันด้วยผงอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาค 1 ไมครอนและ 0.05 ไมครอนตามลำดับ ขัดจนผิวชิ้นงานได้ระนาบ มันวาว ไม่มีรอยขูดขีด จากนั้นนำชิ้นงานมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD) ผลิตโดยบริษัท Bruker รุ่น D8tool Advanced แสดงในรูปที่ 3.13 มีแหล่งกำเนิดรังสีเป็น Cu-K_α ที่ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแส 40 มิลลิแอมแปร์ ให้รังสี X-ray ความยาวคลื่น 1.54056 อังสตรอม



รูปที่ 3.13 แท่นวางชิ้นงานของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

3.9 การเตรียมชิ้นงานเพื่อทดสอบแรงดึง

นำชิ้นงานที่เตรียมไว้ตามมาตรฐาน ASTM E8-04 ดังรูปที่ 3.14 โดยมีขนาดความยาวเกจ 20 มิลลิเมตร ความกว้างเกจ 6 มิลลิเมตร ยาว 80 มิลลิเมตรและหนา 1 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปทดสอบแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงชนิด Universal Testing Machine ผลิตโดยบริษัท LLOYD รุ่น LR 50K แสดงในรูปที่ 3.15 ขนาด Load Cell สูงสุด 50 ตัน ใช้ความเร็วในการทดสอบ 5 มิลลิเมตรต่อนาที ค่า Young Modulus หาได้จากการทดสอบแรงดึงหาโดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้นและความเครียดในช่วง Elastic ระยะยืดของชิ้นงานหาได้จากการนำชิ้นงานที่ได้จากการทดสอบแรงดึงที่ขาดมาต่อกันแล้ววัดค่าระยะยืดหลังการทดสอบแรงดึง

รูปที่ 3.14 ชิ้นงานทดสอบแรงดึง

รูปที่ 3.15 เครื่องทดสอบแรงดึง