บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือที่ใช้สำหรับทำงานวิจัย

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เหล็กกล้า AISI 52100
2. ก๊าซไนโตรเจนเกรด High purity ความบริสุทธิ์ 99.99%
3. น้ำมันชุบแข็งชนิด Master Quench A
4. ผงขัดอะลูมินา(Al_2O_3) ขนาด 1 ไมครอน
5. กระดาษทรายเบอร์ 80, 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1000 และ 1200
6. สารละลาย Nital 2%($HNO_3$2 มิลลิลิตร + ethanol หรือ methanol 98 มิลลิลิตร)
7. สารละลาย Klemm (สารละลาย $Na_2S_2O_3$ อิ่มตัวในน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร + $K_2S_2O_5$ 1 กรัม) [10]

เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

1 ลวดทนความร้อนสำหรับผูกชิ้นงาน
2. เตา Muffle สำหรับให้ความร้อนแก่ชิ้นงานในการอบให้เป็นออสเทนไนต์
3. เตา Protherm สำหรับให้ความร้อนแก่ชิ้นงานในการอบคืนตัว
4. เทอร์โมคัปเปิล ใช้วัดอุณหภูมิของเตา Muffle
5. เทอร์โมมิเตอร์ ใช้วัดอุณหภูมิของน้ำมันชุบแข็ง
6. อ่างสเตนเลสใส่น้ำมันชุบแข็งขนาด 35x30x20 เซนติเมตร
7. เครื่องมือให้ความร้อน(Hot plate) ใช้ในการให้ความร้อนแก่น้ำมันชุบแข็ง
8. ไมโครมิเตอร์ สำหรับวัดความหนาของชิ้นงาน
9. เครื่องขัดและผ้าสักหลาดสำหรับขัดละเอียด
10. กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope, OM) ใช้ศึกษาโครงสร้างจุลภาค
11. เครื่อง Discotom สำหรับตัดชิ้นงาน
12. เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน RIGAKU DMAX2200 แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์โครเมียมและใช้วาเนเดียมเป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบทางเคมีของ เหล็กกล้า AISI 52100 (%โดยน้ำหนัก)

C	Si	P	S	Mn	Cr
1.03	0.23	0.012	0.003	0.25	1.3
N	**Ni**	**Al**	**Cu**	**Mo**	**Sn**
0.008	0.08	0.03	0.11	0.02	0.01

ตารางที่ 3.2 สมบัติของน้ำมันชุบแข็ง

สมบัติ		**น้ำมันชุบแข็ง Master Quench A**
	@ 40°C/s	18
	@ 100°C/s	-
flash point(C.O.C) °C		188
H-value 1/cm		0.15(@ 80°C)
recommended oil bath temp		30-90°C

3.2 ระเบียบวิธีการวิจัย

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

3.2.1.1 ตัดชิ้นงานขนาด 25x25x25 มม.ด้วยเครื่อง Discotom

3.2.1.2 เจาะรูที่ชิ้นงาน เพื่อใช้ผูกลวดทนความร้อน ใช้แขวนชิ้นงานขณะผ่านกระบวนการทางความร้อน

3.2.1.3 ใช้ตะไบในการลบขอบมุมของชิ้นงาน และใช้กระดาษทรายเบอร์ 80 ในการขัดคราบที่ผิวของชิ้นงานก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน

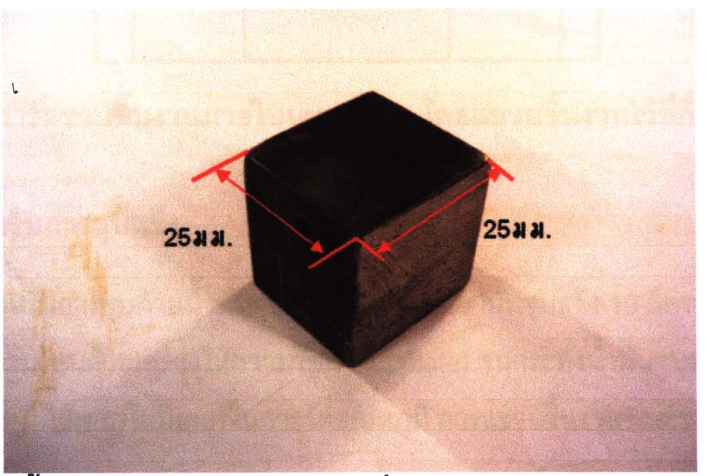
3.2.1.4 นำลวดทนความร้อนผูกที่ชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 3.2

3.2.2 ขั้นตอนการอบให้เป็นออสเทนไนต์

3.2.2.1 นำชิ้นงานแขวนในเตา Muffle โดยไม่ให้ชิ้นงานสัมผัสกับส่วนใดส่วนหนึ่งของเตา เพื่อให้ชิ้นงานรับความร้อนได้สม่ำเสมอในทุกผิวของชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 3.3 จากนั้นตั้งค่าอุณหภูมิตามที่กำหนดที่แตกต่างกันที่ค่า 800, 815, 845, 860 และ 900°C

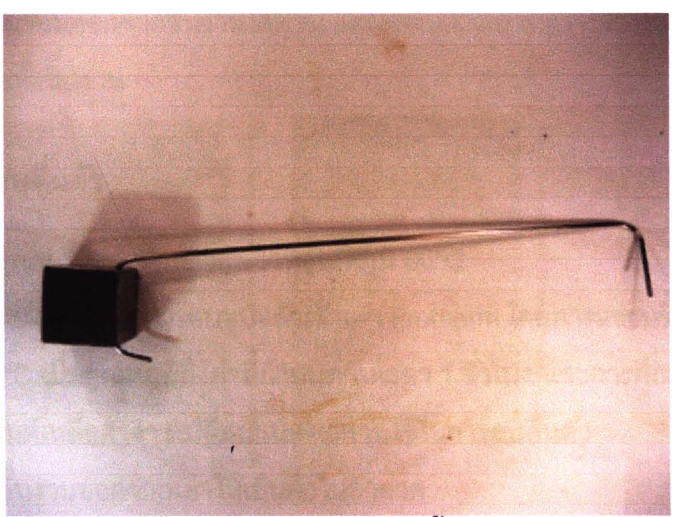
3.2.2.2 ตั้งค่าอัตราการให้ความร้อน ที่ 100% และกำหนดปริมาณก๊าซไนโตรเจนเข้าเตา Muffle ที่ 80 ลบ.ซม./นาที

3.2.2.3 เมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดจับเวลาในการอบให้เป็นออสเทนไนต์ที่ 1 ชั่วโมง

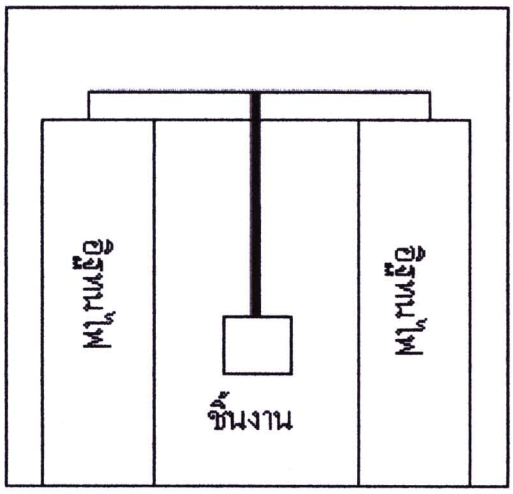


สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

รูปที่ 3.1 ชิ้นงานขนาด 25x25x25 มม. ที่นำมาเจาะรู ขัดผิวและลบคมแล้ว



รูปที่ 3.2 ชิ้นงานที่ผูกลวดทนความร้อน สำหรับแขวนชิ้นงานขณะผ่านกรรมวิธีทางความร้อน



รูปที่ 3.3 การแขวนชิ้นงานภายในเตา Muffle โดยแขวนชิ้นงานไว้ที่กึ่งกลางเตา

3.3.3 ขั้นตอนสำหรับการชุบแข็ง

3.3.3.1 สำหรับการชุบด้วยน้ำมันชุบแข็ง ใช้ปริมาณน้ำมันชุบแข็ง 10 ลิตร ในอ่างสำหรับใส่น้ำมันชุบแข็ง ให้ความร้อนด้วยเครื่องให้ความร้อน(Hot plate) จนกระทั่งน้ำมันชุบแข็งมีอุณหภูมิ 55°C การวัดอุณหภูมิ ใช้เทอร์โมมิเตอร์ในการวัดอุณหภูมิ การแขวนชิ้นงานขณะชุบโลหะแสดงในรูปที่ 3.4

3.3.3.2 เมื่อจุ่มชิ้นงานลงสารชุบ จะแกว่งชิ้นงานเพื่อทำลายชั้นฟิล์มที่เกิดจากไอของสารชุบ เพื่อทำให้การนำความร้อนออกจากชิ้นงานได้ดีขึ้น และเวลาแช่ในสารชุบจะใช้เวลา 20 นาที เพื่ออุณหภูมิสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน

3.3.4 ขั้นตอนการอบคืนตัว

3.3.4.1 ตั้งอุณหภูมิเตา Protherm ไว้ที่อุณหภูมิ 80°C

3.3.4.2 นำชิ้นงานที่ผ่านการอบชุบแล้วเข้าเตา Protherm โดยการแขวนชิ้นงานตั้งอุณหภูมิการอบคืนตัว ที่ 150°C เมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดจับเวลา 1 ชั่วโมง และการศึกษาผลการอบคืนตัวต่อปริมาณออสเตนไนต์เหลือค้างจะเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการอบคืนตัว

3.3.4.3 นำชิ้นงานออกจากเตาให้เย็นตัวในอากาศ

3.3.5 ขั้นตอนการทดสอบความแข็ง

นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนทำความสะอาดคราบที่เกิดจากคราบน้ำมันชุบแข็ง และนำมาขัดเปิดผิวของงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 80 นำมาทดสอบด้วยเครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness tester) ในแบบ Rockwell C

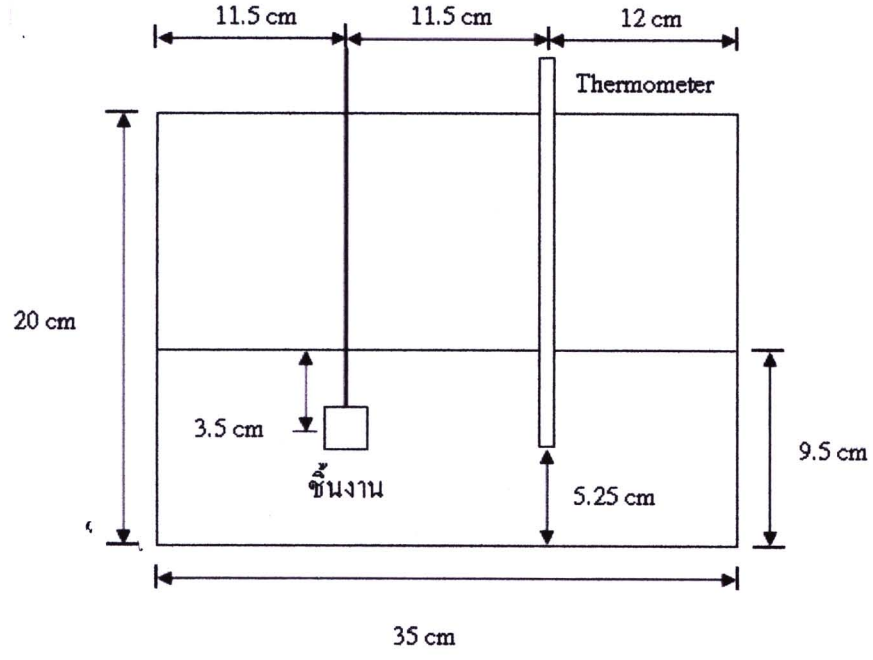
3.3.6 ขั้นตอนการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.3.6.1 ขัดผิวของชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 80, 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1000 และ 1200

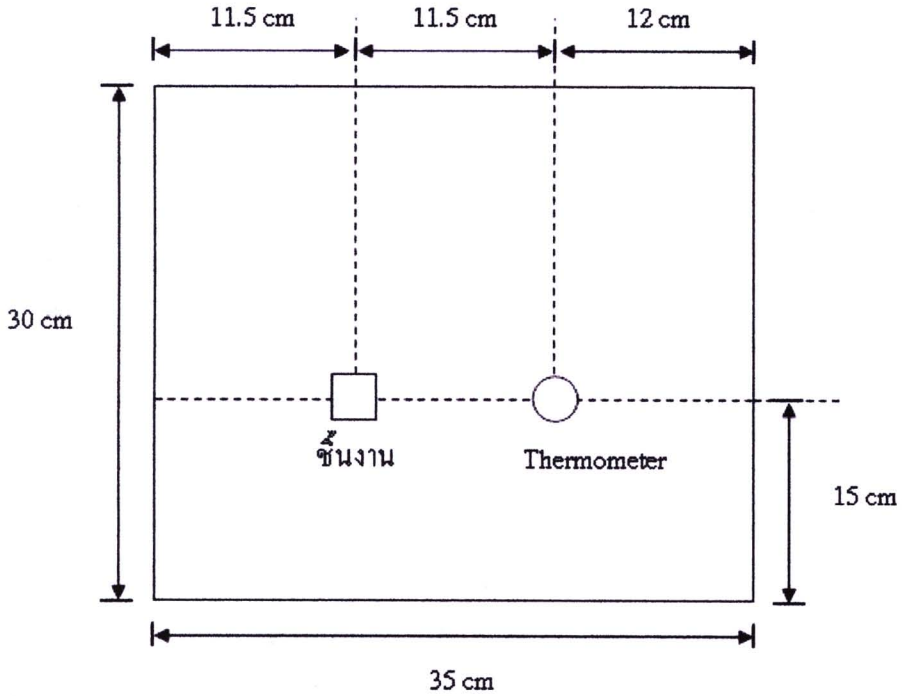
3.3.6.2 ขัดละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 1 ไมครอน

3.3.6.3 กัดผิวของชิ้นงานด้วยสารละลาย Nital 2% และส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope, OM) เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

3.3.6.4 ถ่ายรูปโครงสร้างที่ได้ด้วยโปรแกรม AxioVision 3.0



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.4 **ตำแหน่งของการแขวนชิ้นงานและเทอร์โมมิเตอร์ขณะทำการชุบชิ้นงานด้วยตัวกลางชุบแข็งสำหรับน้ำมันชุบแข็งจะใช้** Hot plate 1 **ตัวในการให้ความร้อน** (ก) side view (ข) top view

3.3.7 ขั้นตอนการหาปริมาณซีเมนไตต์

3.3.7.1 ขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายและขัดละเอียดด้วยอะลูมินา

3.3.7.2 กัดผิวของชิ้นงานด้วยสารละลาย Klemm ใช้เวลา 1.5 นาที

3.3.7.3 ถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 500 เท่า

3.3.7.4 ใช้โปรแกรม Image J หาซีเมนไตต์กลมที่อยู่ในชิ้นงานค่าที่ได้เป็นสัดส่วนเชิงพื้นที่

3.3.7 ขั้นตอนการหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้าง

ใช้เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน RIGAKU DMAX2200 แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์โครเมียมและใช้วาเนเดียมเป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ สภาวะที่ 40 kV และ30 mA ช่วงของมุมscan 74°-134°ใช้ความเร็วในการ scan 0.5°/นาทีและเตรียมขนาดชิ้นงานพื้นที่หน้าตัด 1x1 ซม.ค่าที่ใช้ในการคำนวณสำหรับมาร์เทนไซต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ = 107° สำหรับออสเทนไนต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ = 79° และ (220) ที่มุม 2θ = 128°การคำนวณใช้สมการ[11]

$$V_\gamma = (1-V_{Fe3C})(I^{hkl}{}_\gamma/R^{hkl}{}_\gamma)/(I^{hkl}{}_m/R_m)+(I^{hkl}{}_\gamma/R^{hkl}{}_\gamma)$$

โดย V_γ คือ สัดส่วนเชิงปริมาตรของออสเทนไนต์

V_{Fe3C} คือ สัดส่วนเชิงปริมาตรของซีเมนไตต์

$I^{hkl}{}_\gamma$ คือ integrated intensity ที่ระนาบ (hkl) ของออสเทนไนต์

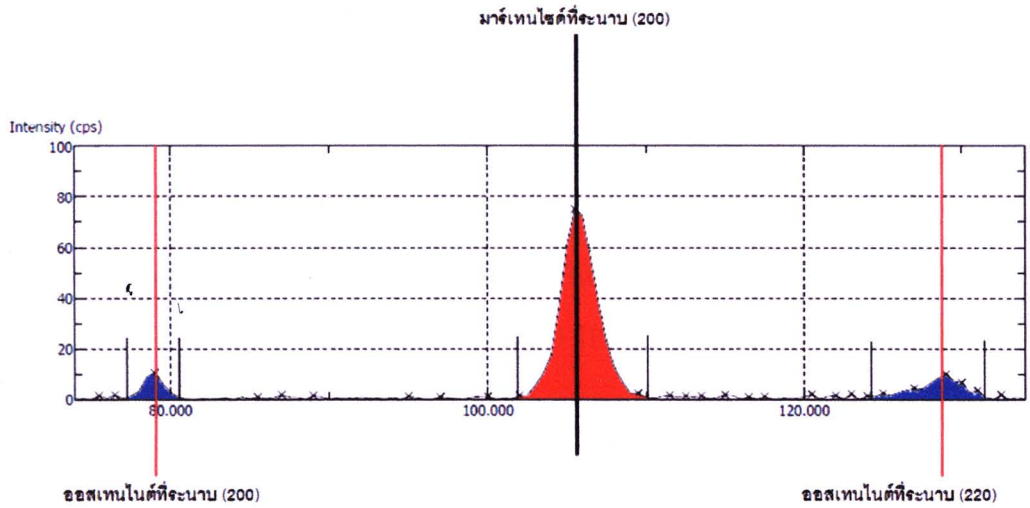
$I^{hkl}{}_m$ คือ integrated intensity ที่ระนาบ (hkl) ของมาร์เทนไซต์

R คือ ค่า theoretical integrated intensity ซึ่งเป็นค่าคงที่ของแต่ละเฟสที่ระนาบ (hkl) ต่างกันและมีค่าบ่งบอกไว้ในมาตรฐาน ASTM E975-03

ค่าที่ใช้ในการคำนวณสำหรับค่า I คือพื้นที่ใต้กราฟ ระหว่าง intensity(cps) และมุม2θ ภายหลัง ลบ background แล้วดังแสดงในรูปที่ 3.5 ค่า V_{Fe3C} หาได้จากโปรแกรม Image J ในรูปสัดส่วนเชิงพื้นที่ ซึ่งพบว่าสัดส่วนเชิงปริมาตรประมาณค่าได้ตรงกับสัดส่วนเชิงพื้นที่

สำหรับการหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างด้วยวิธีนี้จะทำได้เมื่อมีปริมาณขั้นต่ำที่สุด 1% ผลของสัดส่วนระหว่าง integrated intensity ของออสเทนไนต์ที่ระนาบ (220)/ integrated intensity ของออสเทนไนต์ที่ระนาบ (200) ต้องมีค่าอยู่ในช่วง 1.1-1.7 จึงใช้การหาปริมาณออสเทนไนต์ตามวิธีของ ASTM E975-03 ได้

ในการคำนวณใช้ผลการคำนวณของออสเทนไนต์ที่ระนาบ (200) กับมาร์เทนไซต์ที่ระนาบ (200) และออสเทนไนต์ที่ระนาบ (220) กับมาร์เทนไซต์ที่ระนาบ (200) และนำผลที่คำนวณได้มาเฉลี่ย เพื่อลดผลการรบกวนค่าจากซีเมนไตต์และการเกิด preferred orientation ให้น้อยที่สุด



รูปที่ 3.5 กราฟแสดงผลจากเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนภายหลังลบ background แล้ว