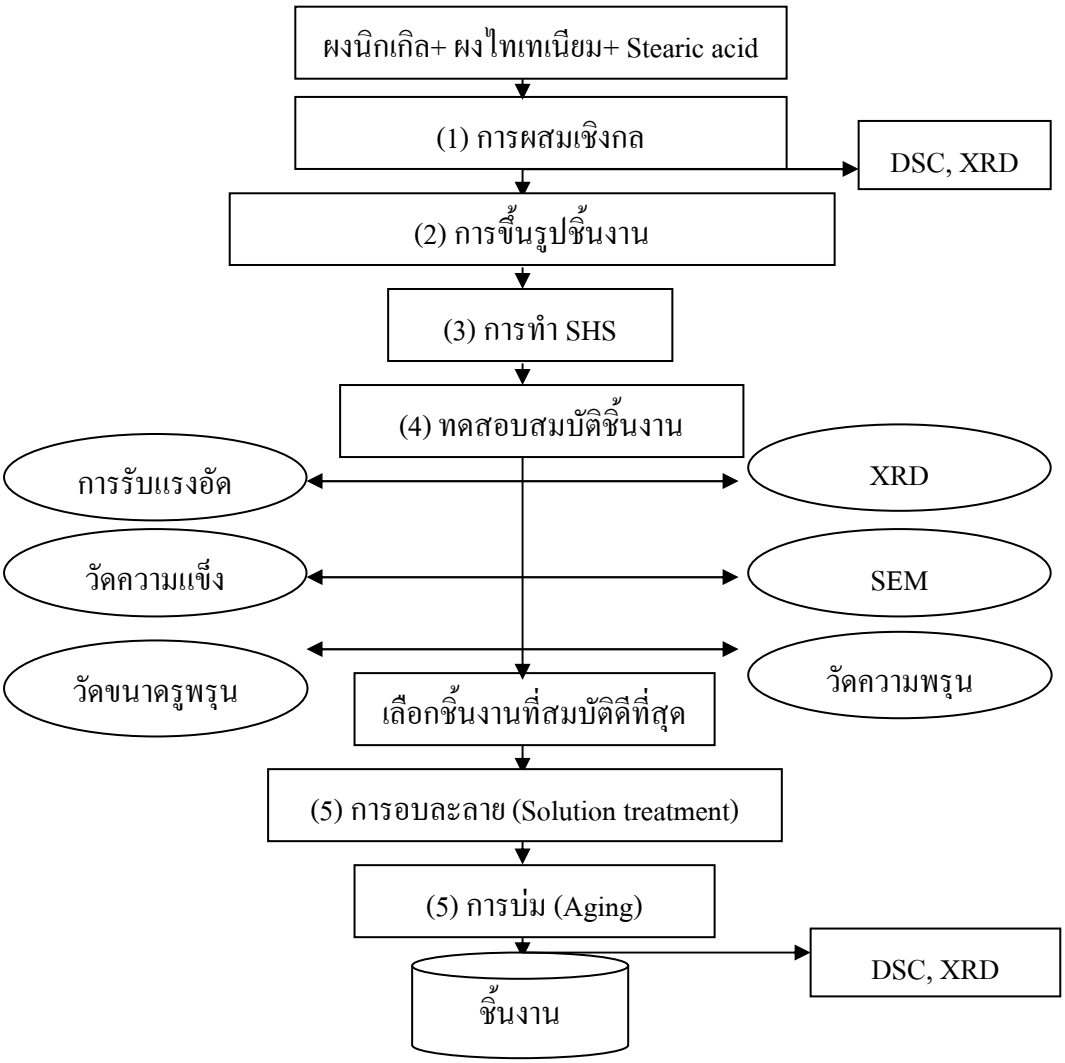
บทที่ 2

วิธีการวิจัย

2.1 วิธีดำเนินการวิจัย

การสังเคราะห์โลหะจำรูปนิกเกิลไทเทเนียมพรุนโดยวิธี Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS) สามารถแบ่งขั้นตอนหลักๆออกได้ดังนี้ (1) การบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying, MA) (2) การขึ้นรูปชิ้นงาน (3) การทำให้เกิดปฏิกิริยา SHS (4) การทดสอบสมบัติของชิ้นงานที่ผ่านการสังเคราะห์ (5) กระบวนการทางความร้อน (Heat treatment) ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ขั้นตอนการวิจัย

2.2 ขั้นตอนการวิจัย

2.2.1 การบดผสมเชิงกล (Mechanical alloying, MA)

ในการวิจัยนี้ใช้ผงโลหะนิกเกิลปริมาณ 55 กรัม จากบริษัท Alfa Inc., USA ความบริสุทธิ์ 99.8% ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 16.4 μm ลักษณะรูปร่างคล้ายหนาม (Spiky) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ผสมกับผงไทเทเนียมปริมาณ 45 กรัม ความบริสุทธิ์ 99.5% ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 34.9 μm จากบริษัท Alfa Inc., USA ลักษณะรูปร่างไม่แน่นอน (Irregular shape) ดังรูปที่ 2.3 เพื่อให้ได้อัตราส่วนระหว่างผงนิกเกิลและผงไทเทเนียม อย่างละ 50%โดยมวลอะตอม นำผงทั้งสองชนิดมาผสมกันด้วยหม้อบดพลานิตารีบอลมิลส์ (Planetary ball mill) รุ่นModel PM-100โดยใช้ลูกบอลบดเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 18 มิลลิเมตร ผสม Stearic acid ปริมาณ1 กรัม สูตรทางเคมี $CH_3(CH_2)_{15}COOH$ เพื่อป้องกันผงโลหะติดหม้อบด ทำการบดภายในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน ใช้เวลาบด 12 ชั่วโมง เพื่อให้ผงโลหะมีความเป็นเนื้อเดียวกันดังรูปที่ 2.4 จะสังเกตเห็นว่าผงนิกเกิลที่มีขนาดเล็กกว่าจะเกิดการเชื่อมเย็นติดกับผงไทเทเนียมที่มีขนาดใหญ่กว่า จากนั้นนำผงโลหะที่ได้วิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) (ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น Model D8 Discover)

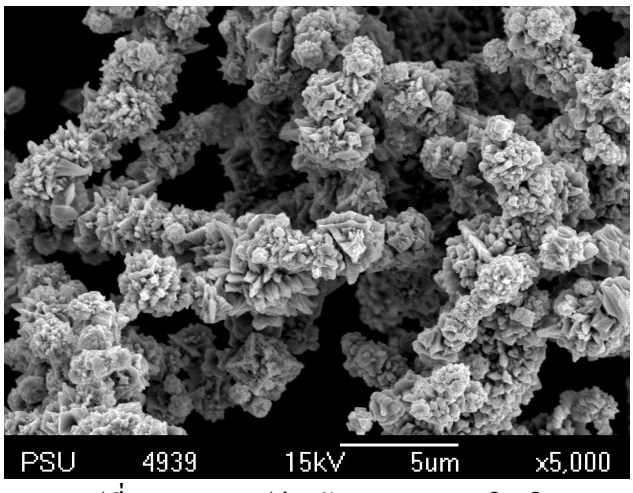
แสดงการคำนวณหา $Atomic\,\%Ti$ **และ** $Atomic\,\%Ni$

ขั้นตอนแรกหาจำนวนโมลของไทเทเนียมและนิกเกิลก่อนดังนี้ จากข้อมูลในตารางธาตุ น้ำหนักโมเลกุลของ Ti=47.90 กรัม/โมล น้ำหนักโมเลกุลของ Ni=58.71 กรัม/โมล ดังสมการที่ 2.1

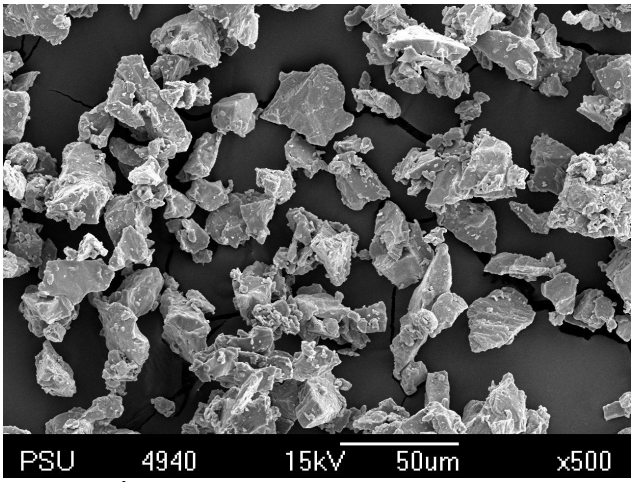
$$n = \left(\frac{G}{MW}\right) \qquad \text{.....(2.1)}$$

เมื่อ G คือน้ำหนักของสาร (g), MW คือน้ำหนักโมเลกุล (g / mole)
เนื่องจากเราใช้ไทเทเนียม 45 กรัม และนิกเกิล 55 กรัม เมื่อแทนค่าในสมการที่ 2.1 จะได้ โมลไทเทเนียมเท่ากับ 0.9394โมลนิกเกิลเท่ากับ 0.9368โมลรวมเท่ากับ 1.8762 ดังนั้น

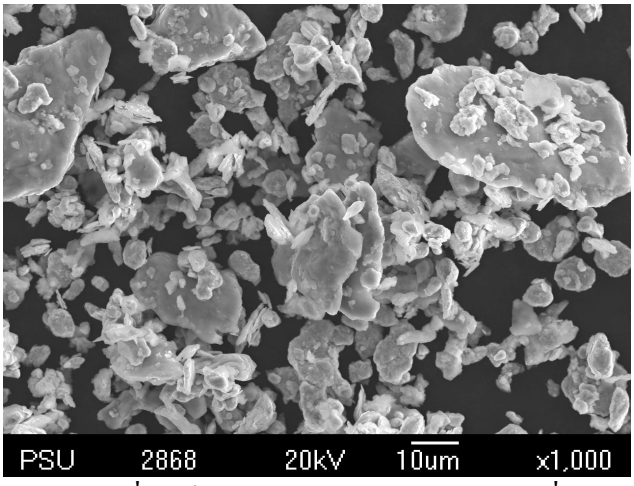
$$Atomic\,\%Ti = \left(\frac{0.9394}{1.8762}\right)\times 100 = 50\% \text{ และ } Atomic\,\%Ni = \left(\frac{0.9368}{1.8762}\right)\times 100 = 50\%$$



รูปที่ 2.2 แสดงรูปร่างลักษณะของผงนิกเกิล



รูปที่ 2.3 แสดงรูปร่างลักษณะผงไทเทเนียม

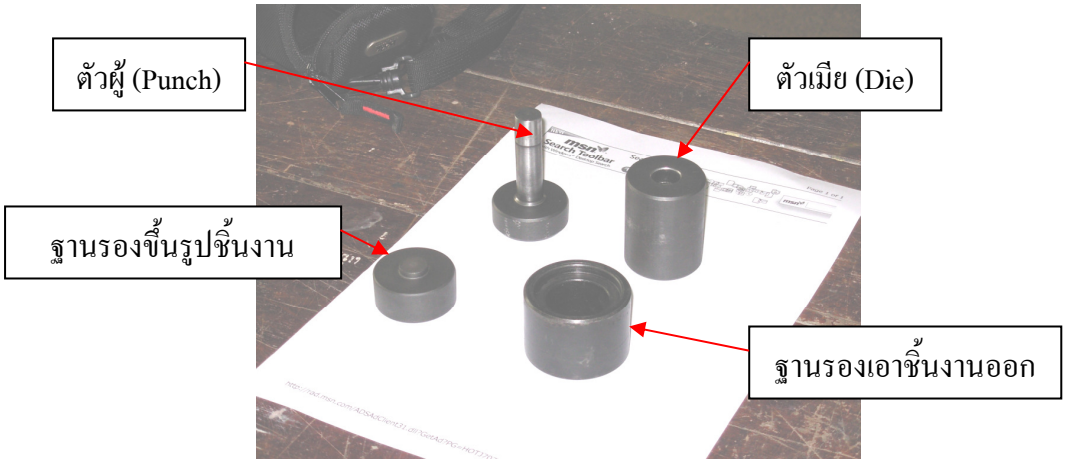


รูปที่ 2.4 แสดงการเกิดการเชื่อมเย็นของผงนิกเกิลและไทเทเนียมที่เวลาการบด 12 ชั่วโมง

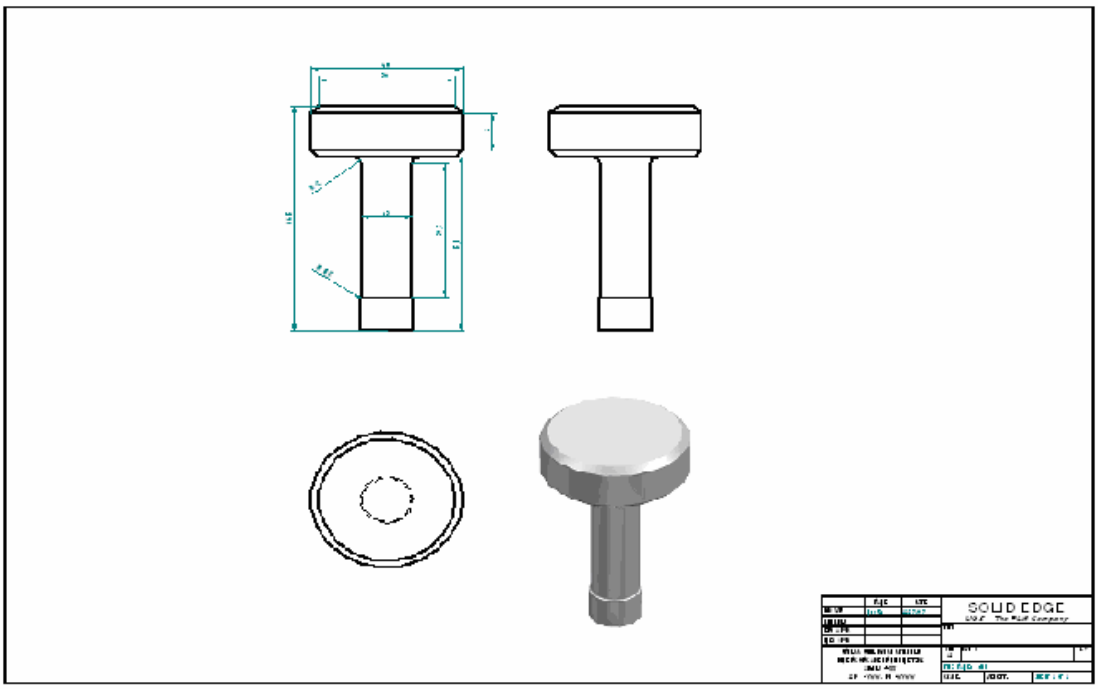
2.2.2 การขึ้นรูป

การออกแบบแม่พิมพ์

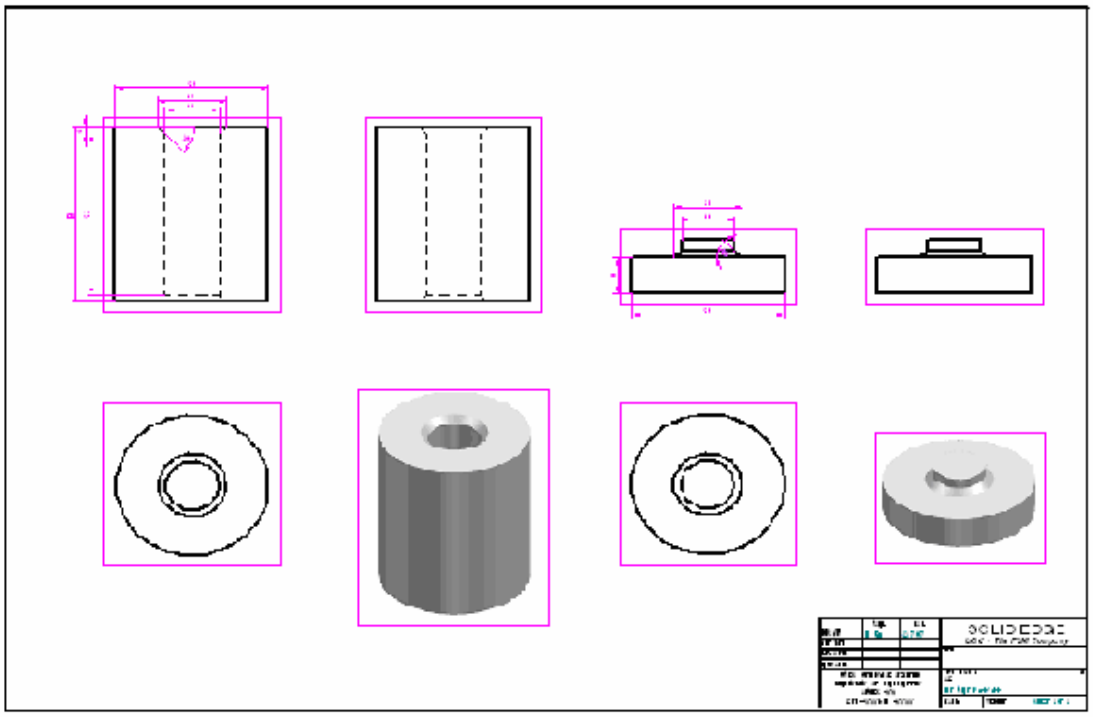
แม่พิมพ์ทำจากเหล็กกล้าเครื่องมือ (SKD11) รายละเอียดต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ประกอบไปด้วย 4 ส่วนคือ ตัวผู้ (Punch) ตัวเมีย (Die) ฐานรองขึ้นรูปชิ้นงาน และ ฐานรองสำหรับเอาชิ้นงานออก



a) แม่พิมพ์แต่ละส่วน



b) สัดส่วนของแม่พิมพ์ตัวผู้ (Punch)



c) สัดส่วนของแม่พิมพ์ตัวเมีย (Die) และฐานรอง

รูปที่ 2.5 ลักษณะแม่พิมพ์ที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงาน

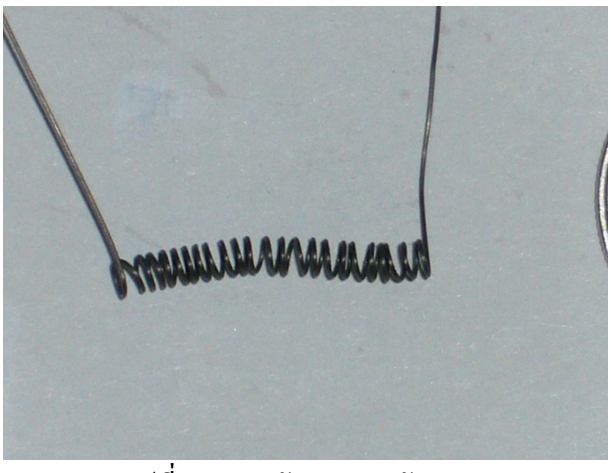
การขึ้นรูปชิ้นงาน

นำผงโลหะที่ผ่านการบดในขั้นตอน 2.2.1 มาขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (ยี่ห้อ Herzog) โดยชั่งผงโลหะครั้งละประมาณ 12.4 กรัม ใส่ในแม่พิมพ์แล้วอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ด้วยความดัน 8MPa 16MPa และ 64MPa ตามลำดับ ความหนาแน่นชิ้นงานดิบเรียงจากความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานน้อยไปมากดังนี้ 45% (8MPa) 55% (16MPa) และ 65% (64MPa) ในการวิจัยนี้ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานก็เป็นตัวแปรที่เราทำการศึกษาด้วย

2.2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ SHS

การเตรียมขดลวด

นำขดลวดทังสเตน(Alfa Inc., USA) เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร ความยาว 18 เซนติเมตร มาพันให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์ 1.5 มิลลิเมตร ประมาณ 18 รอบ โดยแต่ละรอบจะมีระยะห่าง (Pitch) 1 มิลลิเมตร เหลือปลายทั้งสองด้านไว้ข้างละ 2.5 เซนติเมตร เพื่อจะนำไปต่อกับแกนสองข้างที่อยู่บนฐานรอง ดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 การพันขดลวดทังสเตน

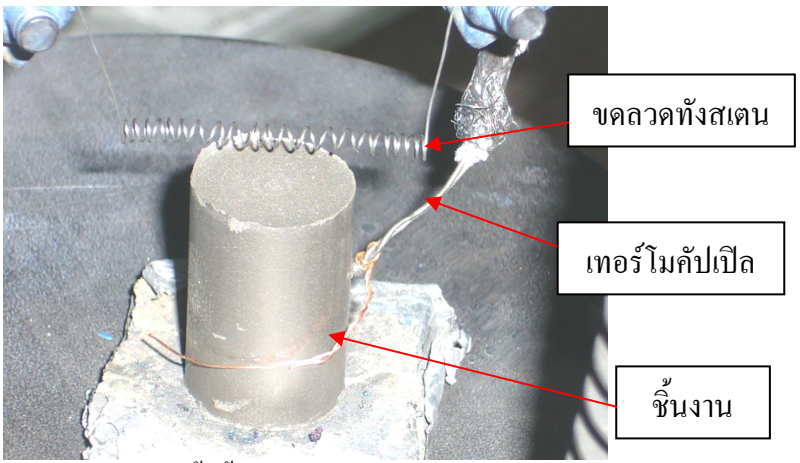
การติดตั้งชิ้นงานและเทอร์โมคัปเปิล (ชนิด K)

1. เมื่อใส่ชิ้นงานในฐานรองเสร็จแล้ว พิจารณารูปที่ 2.7 ทำการปรับระดับเทอร์โมคัปเปิลให้อยู่ ในตำแหน่งที่เหมาะสม ระวังไม่ให้ปลายเทอร์โมคัปเปิลฝังเข้าไปในชิ้นงาน

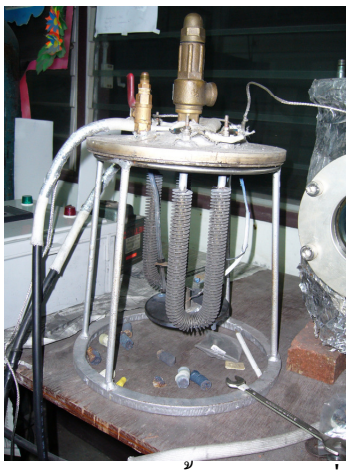
2. ยกโครงฐานรองชิ้นงานดังรูปที่ 2.8 เข้าไปในรีเอ็กเตอร์ (Reactor) ดังรูปที่ 2.9 ขันน๊อตให้แน่น ต่อมาดูดอากาศภายในรีเอ็กเตอร์ออก โดยใช้ ปั๊มดูดอากาศ (Rotating-vane vacuum pump รุ่น FY-1C) ด้วยความดัน 18 inHg เพื่อทำให้ภายในรีเอ็กเตอร์เป็นสุญญากาศ

3. เปิดวาล์วก๊าซอาร์กอนโดยปรับความดันซึ่งความดันก๊าซเป็นตัวแปรที่เราศึกษาด้วย ที่ 138 kPa และ 201 kPa ตามลำดับ จนเต็ม ดูดอากาศออกแล้วอัดก๊าซอาร์กอนเข้าไปใหม่

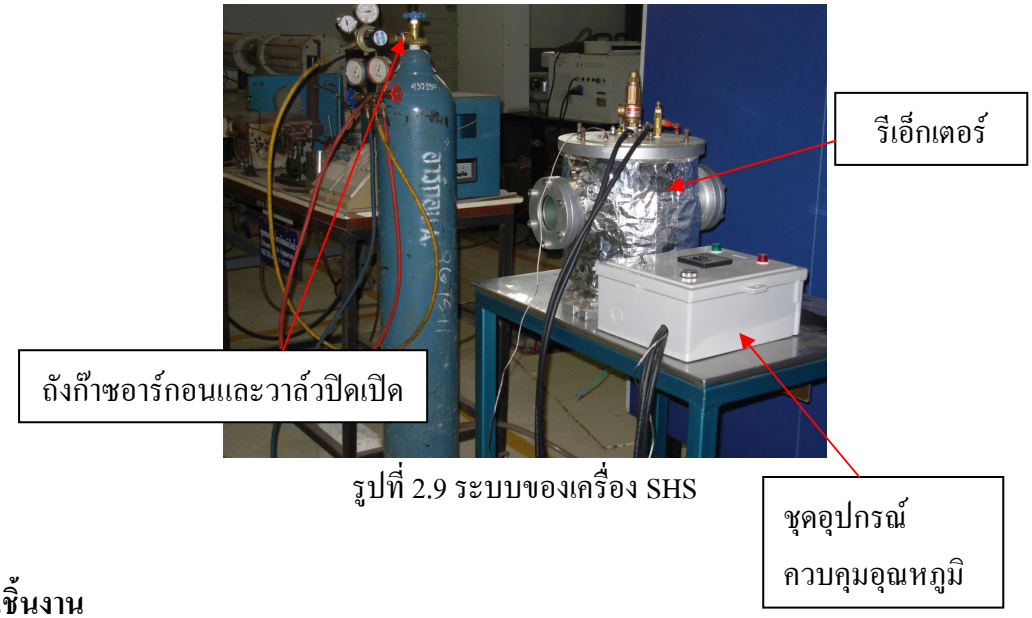
4. ทำซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้งเพื่อให้แน่ใจว่าระบบของเราเป็นสุญญากาศจริงๆ ครั้งสุดท้ายไม่ต้อง ดูดอากาศออก ปล่อยให้ชิ้นงานอยู่ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน



รูปที่ 2.7 แสดงการติดตั้งชิ้นงานและเทอร์โมคัปเปิลในเครื่อง SHS



รูปที่ 2.8 โครงฐานรองชิ้นงานของเครื่อง SHS



รูปที่ 2.9 ระบบของเครื่อง SHS

การอุ่นชิ้นงาน

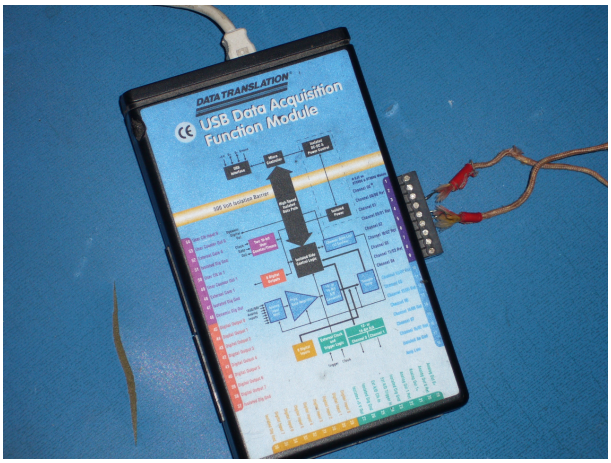
กดสวิตช์ให้ฮีทเตอร์ทำงาน อุณหภูมิจะเริ่มเพิ่มขึ้นเรื่อยๆตามที่ตั้งค่าเอาไว้ ในงานวิจัยนี้ อุณหภูมิเป็นตัวแปร ที่ทำการศึกษาดังนี้ 200°C 250°C และ 300°C ตามลำดับ เพื่อที่จะให้ชิ้นงานได้รับความร้อนอย่างเพียงพอจำเป็นต้องปรับอุณหภูมิเป็นขั้นๆ ก่อนที่จะถึงอุณหภูมิสุดท้าย คือทุกๆ 50°C จะต้องแช่อุณหภูมิไว้ 5 นาที เพื่อให้ชิ้นงานมีอุณหภูมิเท่ากันทั้งชิ้น

การจุดระเบิด

เมื่ออุ่นชิ้นงานถึงอุณหภูมิที่ต้องการ ขั้นตอนต่อไปคือการจุดระเบิด เปิดสวิตช์ตัวปรับแรงดันไฟฟ้า (Slide regulator) แล้วค่อยๆปรับค่าไปที่ 30โวลต์ หลังจากนั้นปฏิกิริยา SHS ก็จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เทอร์โมคัปเปิล ที่เราติดตั้งไว้จะบันทึกค่าอุณหภูมิ โดยอุณหภูมิที่วัดได้เรียกว่า

อุณหภูมิการเผาไหม้ Combustion Temperature, T_C จะมีอุปกรณ์บันทึกค่าอุณหภูมิ เรียกว่า USB Data Acquisition ต่อเข้ากับคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 2.10 และดังรูปที่ 2.11 หลังจากนั้นรอให้รีเอ็กเตอร์เย็นแล้วค่อยเอาชิ้นงานออก แต่ละภาวะการณ์ทดลองทำซ้ำสามครั้ง

รูปที่ 2.10 แสดงอุปกรณ์ USB Data Acquisition ต่อเข้ากับคอมพิวเตอร์



รูปที่ 2.11 แสดงอุปกรณ์ USB Data Acquisition

2.2.4 การทดสอบสมบัติของชิ้นงาน

แบ่งเป็น การทดสอบการทนต่อแรงอัด การวิเคราะห์องค์ประกอบของการเกิดเฟสด้วยเครื่อง XRD การศึกษาลักษณะรูปร่าง (Morphology) และโครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) การวัดความแข็ง การหาค่าความพรุนรวม (Total porosity) การหาค่าความพรุนเปิด (Open porosity) การหาค่าอัตราส่วนรูพรุนเปิด (Open porosity ratio) และการวัดขนาดรูพรุน

การทดสอบการทนต่อแรงอัด

ชิ้นงานที่นำมาทดสอบบริเวณหัวท้ายต้องเรียบเพื่อลดความเสียดทานระหว่างการทดสอบ ขนาดของชิ้นงาน มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 14 มิลลิเมตร สูง 21 มิลลิเมตร โดยมีอัตราส่วนความสูงกับเส้นผ่านศูนย์กลาง เท่ากับ 1.5 ทุกชิ้น นำมาทดสอบด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Housfield, 100kN) โดยใช้อัตรากด 0.6 มิลลิเมตร/นาที

การวิเคราะห์องค์ประกอบของการเกิดเฟสด้วยเครื่อง XRD

นำชิ้นงานที่ได้ไปตัดเป็นเหรียญบาง ความหนา 2 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 14 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องตัดลวดไฟฟ้า (Wire-cut machine)

การวัดความแข็ง

นำชิ้นงานที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายและผงขัดเรียบร้อยแล้ว ทำการวัดค่าความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิคเกอร์ (Vickers microhardness) รุ่น Model HWDM-3 ใช้น้ำหนักกด 500 กรัม มีขั้นตอนดังนี้

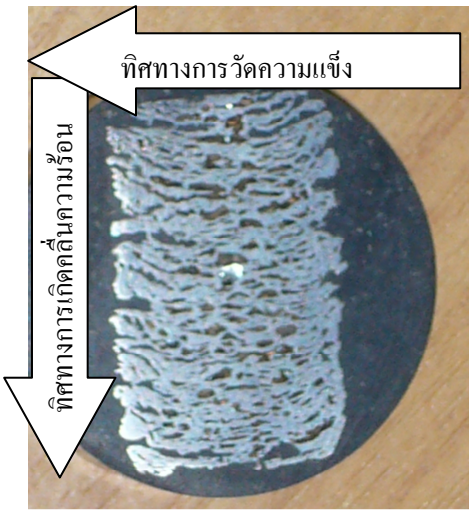
1. เตรียมชิ้นงานเพื่อขัดด้วยกระดาษทราย โดยการทำตัวเรือนสำหรับการจับโดยใช้เบกเกอไลท์ (Bakelite) ดังรูปที่ 2.12

2. ทำการขัดด้วยกระดาษทรายเรียงเบอร์ดังนี้ 80 180 240 320 600 และ 1200 แต่ละเบอร์ใช้เวลา 40 นาที นำไปขัดด้ายผ้าสักหลาดใช้ผงอะลูมินาขนาด $1\mu m$ ตามลำดับ

3. นำชิ้นงานที่ได้ไปแช่ในเครื่องอุลตร้าโซนิค เพื่อทำความสะอาดชิ้นงาน เป่าให้แห้งด้วยเครื่องเป่าผม

4. ทำการวัดความแข็งโดย แบ่งชิ้นงานออกเป็น 5 แถว แต่ละแถวมี 3 จุดทดสอบ รวมแล้วในหนึ่งชิ้นงานมี 15 จุดทดสอบ ทำการวัดความแข็งแล้วหาค่าเฉลี่ย โดยเริ่มจากแถวที่หนึ่งถึงแถวที่ห้า วัดจากซ้ายไปขวา ตามทิศทางการเกิดคลื่นความร้อน

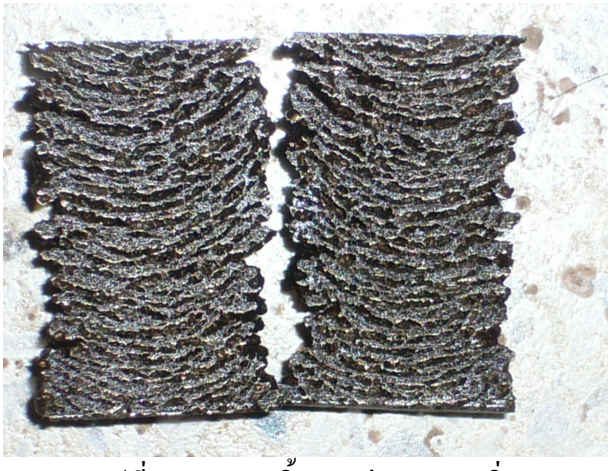
5.ข้อควรระวังในการวัดความแข็งคือ ตำแหน่งที่วัดความแข็งแต่ละจุดผิวบริเวณนั้นต้องเรียบไม่มีรูพรุนขนาดเล็ก เพราะถ้าวัดความแข็งที่บริเวณรูพรุนขนาดเล็ก ข้อมูลที่ได้ไม่เที่ยงตรง



รูปที่ 2.12 แสดงการเตรียมชิ้นงานสำหรับการวัดความแข็ง

การศึกษาลักษณะรูปร่าง (Morphology)

ด้วยกล่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ชิ้นงานที่สังเคราะห์ได้นำมาผ่าตามแนวดิ่ง ดังรูปที่ 2.13 เพื่อดูลักษณะความต่อเนื่องของรูพรุน



รูปที่ 2.13 แสดงชิ้นงานผ่าตามแนวดิ่ง

การหาค่าความพรุนรวม (Total porosity)

ความพรุนรวม คือ อัตราส่วนของปริมาตรูพรุนต่อปริมาตรทั้งหมด การหาค่าความพรุนรวมจะคำนวณดังสมการที่ 2.2

$$\varepsilon = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0}\right) \times 100 \quad \text{.....(2.2)}$$

เมื่อ ε คือความพรุนรวม (%)

ρ คือความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)

ρ_0 คือความหนาแน่นทางทฤษฎี (g/cm^3)

การหาค่าอัตราส่วนความพรุนเปิด

การหาค่าอัตราส่วนความพรุนเปิด คือ อัตราส่วนความพรุนเปิด (Open porosity) ต่อความพรุนรวม (Total porosity) ดังสมการดังนี้

$$\eta = \left(\frac{\varepsilon_{open}}{\varepsilon}\right) \times 100 \quad \text{.....(2.3)}$$

เมื่อ η คืออัตราส่วนความพรุนเปิด (%)

ε_{open} คือความพรุนเปิด (%)

การหาค่าความหนาแน่น (Density) และความพรุนเปิด (Open porosity)

วิธีการอ้างอิงตามมาตรฐาน $ASTM\left(B328-73\right)$ จะใช้สมการดังนี้

1) ความหนาแน่น *คำนวณได้ตามสมการที่* 2.4

$$D = \left(\frac{A}{B-C+E}\right) = \left(\frac{A}{B-\left(C-E\right)}\right) \quad \text{.....(2.4)}$$

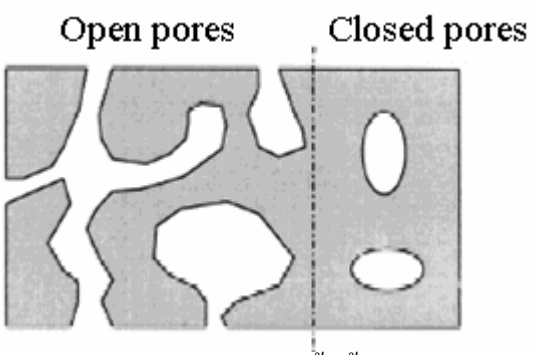
เมื่อ D คือความหนาแน่น (g/cm^3)

A คือน้ำหนักชั่งในอากาศ (g)

B คือน้ำหนักชั่งในอากาศเมื่อชิ้นงานผ่านการแช่ในน้ำมัน (g)

2) ความพรุนเปิด

โดยปกติแล้วรูพรุน(Pores) ที่อยู่ในเนื้อชิ้นงานจะถูกแบ่งออกเป็นสองแบบคือ รูพรุนเปิด (Open pores) กับรูพรุนปิด (Closed pores) ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ลักษณะรูพรุนที่อยู่ในเนื้อชิ้นงาน (Li et al., 2001)

รูพรุนเปิด หมายถึง รูพรุนที่เชื่อมต่อสู่ผิวภายนอกของวัสดุส่วนรูพรุนปิดนั้นจะอยู่ภายในเนื้อวัสดุไม่เชื่อมต่อสู่ภายนอก ดังนั้นในการทดลองสามารถหาได้แค่รูพรุนเปิดเท่านั้น โดยใช้สมการต่อไปนี้

$$\varepsilon_{open} = \left(\frac{B-A}{(B-C+E)\times S}\right)\times 100 = \left(\frac{B-A}{[B-(C-E)]\times S}\right)\times 100 \quad \text{.....(2.5)}$$

เมื่อ A คือน้ำหนักชั่งในอากาศ (g)

B คือน้ำหนักชั่งในอากาศเมื่อชิ้นงานผ่านการแช่ในน้ำมัน(g)

C คือน้ำหนักชั่งในน้ำเมื่อชิ้นงานผ่านการแช่ในน้ำมัน (g)

E คือน้ำหนักของเส้นลวดในน้ำ (g)

S ค่าความถ่วงจำเพาะของน้ำมันที่อุณหภูมิห้อง

สำหรับรายละเอียดการทดสอบ ตัวอย่างที่นำมาทดสอบ ขั้นตอนการทดสอบสามารถดูเพิ่มเติมจาก $ASTM\,(B328-73)$

การวัดขนาดรูพรุน

ใช้โปรแกรม Image Tool ซึ่งเป็นโปรแกรมที่ช่วยในการหาและวิเคราะห์ขนาดรูพรุน โดยแต่ละภาพจะทำการวัด 20 ครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

2.2.5 กระบวนการทางความร้อน (Heat treatment)

นำชิ้นงานที่มีสมบัติดีที่สุด มาผ่านกระบวนทางความร้อนโดยแบ่งเป็นสองขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกเรียกว่าการอบละลาย (Solution treatment) นำชิ้นงานมาให้ความร้อนภายในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1050 °C นาน 4 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในเตาภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน จากนั้นทำขั้นตอนที่สองเรียกว่าการบ่ม (Aging) ที่อุณหภูมิ 450°C นาน 1ชั่วโมง เพื่อลดความเครียดของชิ้นงานโดยทั้งสองขั้นตอนใช้อัตราอุณหภูมิ 10 °C/min อัตราก๊าซอาร์กอน 4.5 l/min จากนั้นนำชิ้นงานไปวิเคราะห์ XRD เพื่อดูเฟสที่เกิดขึ้นและหาอุณหภูมิการเกิดโครงสร้างออสเทนไนต์เริ่มต้น (A_s) ออสเทนไนต์สิ้นสุด (A_f) มาร์เทนไซต์เริ่มต้น (M_s) และมาร์เทนไซต์สิ้นสุด (M_f) ซึ่งเป็นสมบัติที่แสดงถึงการจำรูปของวัสดุด้วยเครื่อง DSC (Differential scanning calorimeter)