

การกำหนดคุณลักษณะของผองอะตุมิเนียมอัดที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


ปีการศึกษา 2542

ISBN 974-334-639-2

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# CHARACTERIZATION OF PLASMA-NITRIDED ALUMINIUM-POWDER COMPACT

Miss Patama Visuttiptikul



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering in Metallurgical Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

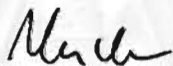
Academic Year 1999

ISBN 974-334-639-2

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การกำหนดคุณลักษณะของผองอะลูมิเนียมอัดที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา
โดย	น.ส.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล
ภาควิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย

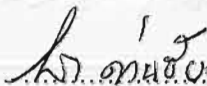
---

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้ให้นักศึกษานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

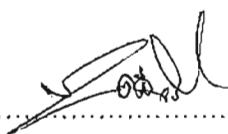


.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ ปัญญาแก้ว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



.....ประธานกรรมการ  
(อาจารย์ ดร.ไสว ด้านชัยวิจิตร)



.....อาจารย์ที่ปรึกษา  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)



.....กรรมการ  
(อาจารย์ ดร.อิทธิพล เตียววณิชย์)

ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล : การกำหนดคุณลักษณะของผงอะลูมิเนียมอัดที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา (Characterization of Plasma-Nitrided Aluminium-powder compact) อ.ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย ; 80 หน้า ISBN 947-334-639-2

งานวิจัยนี้ศึกษาถึงผลของกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C เป็นเวลา 100 ชั่วโมงในโลหะผงอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและโลหะผสมอะลูมิเนียมไทเทเนียม ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักซึ่งขึ้นรูปจากวิธี BMA โดยใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปต่างกันและศึกษาผลทางกายภาพอันได้แก่ โครงสร้างมหภาค โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่นสัมพัทธ์ และสมบัติทางกล คือ ความแข็งของโลหะผงอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสมไทเทเนียมร้อยละ 1 โดยน้ำหนักก่อนและหลังผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา

ผลการทดลองพบว่า ความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มสูงขึ้นตามความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปและมีผลให้ชิ้นงานมีความแข็งเพิ่มสูงขึ้นตามความหนาแน่นสัมพัทธ์ หลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้ว ความแข็งผิวเพิ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจนเนื่องจากเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งเป็นเซรามิกส์ที่มีความแข็งสูงที่ผิวชิ้นงานชั้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เกิดจากกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C เกิดรอยแตกเนื่องจากความเค้นจากความร้อนแต่ไม่เกิดรอยแตกในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C อย่างไรก็ตามความแข็งภายในของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้วมีค่าลดลงเนื่องจากเกิดการตกผลึกใหม่ที่ทำให้จำนวนของดิสโลเคชันลดลง สำหรับชั้นผิวแข็งที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมามีความหนาดำกว่า 5 ไมโครเมตรแต่ยังคงมีผลทำให้ความแข็งของผิวเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ผลของไทเทเนียมและวิธีการขึ้นรูปทำให้ความแข็งภายในชิ้นงานสูงขึ้นเนื่องจากขนาดเกรนเล็กกว่าชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากการอัดขึ้นรูปเย็น แต่ไม่พบว่าไทเทเนียมและวิธีการขึ้นรูปแบบ BMA มีผลชัดเจนต่อการเกิดชั้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ผิวหลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา นอกจากนี้ยังพบอะลูมินาที่สลายตัวไม่สมบูรณ์มีสัดส่วนกลมที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา และโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาแสดงถึงการเกิดชั้นเตอริงอย่างชัดเจนเนื่องจากอุณหภูมิของชิ้นงานระหว่างกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมามีค่าสูงเพียงพอ

ภาควิชา ...วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต.....  
 สาขาวิชา ...วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....  
 ปีการศึกษา...2542.....

## 4170394021 : Major METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORDS: PLASMA NITRIDING, BULK MECHANICAL ALLOYING.

PATAMA VISUTTIPITUKUL : CHARACTERIZATION OF PLASMA-NITRIDED

ALUMINIUM POWDER COMPACT THESIS ADVISOR : ASST.PROF.PRASONK

SRICCHAROENCHAI (D.ENG) 82 p.p. ISBN 974-334-639-2

Effects of plasma nitriding process at 550 °C and 600 °C treated for 100 hours on physical properties: macrostructure, microstructure, relative density and mechanical properties: hardness, of commercial pure aluminium and aluminium 1wt.% titanium alloy specimens were studied.

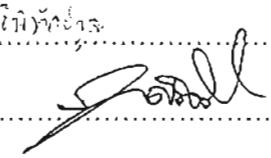
For aluminium specimen, results from the experiment showed that the relative density is increased with the pressure applied for cold compact leading to increase hardness. Plasma nitriding process also resulted the strong effect on surface hardness increment of the specimen. This was due to the occurrence of aluminium nitride compounds on specimen's surface. Since the occurred aluminium nitride compounds were ceramic which owned high hardness, thus resulted the hardness increment. Results from the experiment further showed that, there were some cracks on the occurred aluminium nitride layer of the plasma nitrided specimen treated at 600 °C however no cracks were found when treated at 550 °C. This might due to thermal stress.

Considering matrix hardness, it was found that the matrix hardness of the plasma nitrided specimen, however decreased. This was due to crystallization leading to number of dislocation decrement. Obtained results also showed that surface hardness layers of the plasma nitrided specimen was generally less than 5 micrometer of the thickness, but they still clearly resulted the surface hardness increment.

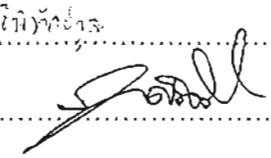
For the aluminium-titanium alloy specimen, results from the experiment showed that titanium and Bulk Mechanical Alloying (BMA) increased the specimen hardness. This might due to the smaller grains when compared with cold compact treatment. However, effects of titanium and BMA on the layers of occurred aluminium nitride compound, were not found on plasma nitrided specimen surface.

Surface microstructure scanning by Scanning Electron Microscope (SEM) also showed incomplete decomposed alumina ( $Al_2O_3$ ) nodules. Due to the high temperature, sintering was also clearly found in microstructure of the plasma nitrided specimens.

ภาควิชา ...วิศวกรรมโลหการ.....

ลายมือชื่อนิสิต..... .....

สาขาวิชา ...วิศวกรรมโลหการ.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... .....

ปีการศึกษา...2542.....

## กิตติกรรมประกาศ



งานวิจัยนี้สามารถสำเร็จลุล่วงด้วยดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้เขียนขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการงาน อาจารย์ ดร.อิทธิพล เตี้ยวณินชัย ที่กรุณาให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือในทุกด้าน อาจารย์ ดร.ไสว ต่านชัยวิจิตร ที่กรุณาให้คำแนะนำสำหรับงานวิจัยนี้ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สุวิทย์ ปุณณชัยยะ ที่กรุณาให้ความรู้และเอกสารเกี่ยวกับพลาสมา

ขอขอบพระคุณ Professor Tatsuhiko Aizawa และ Dr. Hideyuki Kuwahara และอาจารย์ธาชาย เหลืองวรานันท์ ที่ให้ความช่วยเหลือในการเตรียมชิ้นงาน

ขอขอบคุณ นายสาริษฐ์ ชัยกิตติศิลป์ ที่ช่วยเหลือการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Photoelectron Spectrometer นางสาวกัลยานีและอาจารย์สุวันชัย พงษ์สุกิจวัฒน์ที่ให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนและเจ้าหน้าที่ของภาควิชาทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในงานวิจัยนี้ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ฝ่ายบริการเทคนิค ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่กรุณาให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือทดสอบความแข็ง

ขอขอบคุณบิดามารดาที่ให้การอบรม เลี้ยงดู กำลังใจและสนับสนุนการศึกษาตลอดมา

ขอขอบคุณเพื่อนๆทุกคนที่ให้ความช่วยเหลือและกำลังใจในการศึกษาในงานวิจัยนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ปริทรรศน์ พันธุ์บรรยงก์ และรองศาสตราจารย์ ดร.ฉัตรชัย สมศิริ ที่ช่วยให้คำแนะนำและโอกาสในการศึกษานี้

( น.ส.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล )

ผู้จัดทำ

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ.....	ง
Abstract.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย .....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ปรีทัศน์วรรณกรรม.....	5
2.1 ความหมายและชนิดของพลาสมา.....	5
2.2 ไนโตรดิงแบบพลาสมา.....	7
2.3 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรนและอัตราการแพร่.....	13
2.4 การขึ้นรูปโลหะผง.....	18
บทที่ 3 ระเบียบวิธีการวิจัย.....	24
ส่วนการเตรียมชิ้นงาน.....	24
3.1 อุปกรณ์การทดลอง.....	27
3.2 วิธีดำเนินการทดลอง .....	27
3.2.1 ตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน .....	28
3.2.2 ตรวจสอบโครงสร้างของชิ้นงาน.....	28
3.2.2.1 ตรวจสอบโครงสร้างมหภาค.....	28
3.2.2.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	28
3.2.3 ตรวจสอบเชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงาน.....	30
3.2.4 ตรวจสอบความแข็งของชิ้นงาน.....	30
3.2.4.1 ตรวจวัดความแข็งผิวของชิ้นงาน.....	30
3.2.4.2 ตรวจวัดความแข็งภายในชิ้นงาน.....	30
3.2.4.3 ตรวจวัดความแข็งที่ระดับความลึกจากผิว.....	31
3.2.4.4 เปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงาน.....	31
3.2.5 การวิเคราะห์ข้อมูล.....	31

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	32
4.1 ผลการตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์.....	32
4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้าง.....	33
4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างมหภาค.....	33
4.2.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	36
4.3 ผลการตรวจสอบเชิงคุณภาพ.....	43
4.4 ผลการวัดความแข็ง.....	48
บทที่ 5 อภิปรายผลการทดลอง.....	58
5.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์.....	58
5.2 โครงสร้างมหภาคและจุลภาคของชิ้นงาน.....	59
5.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ.....	61
5.4 ความแข็งของชิ้นงาน.....	62
บทที่ 6 สรุปผลการทดลอง.....	64
6.1 สรุปผลการทดลอง.....	64
6.2 ข้อเสนอแนะสำหรับการทดลองในอนาคต.....	65
รายการอ้างอิง.....	66
ภาคผนวก.....	67
ประวัติผู้เขียน.....	82



## สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 2.1 ปริมาณอะลูมิเนียมในทรายดีและอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เกิดที่อุณหภูมิคงที่.....	11
ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานทั้งหมด.....	32
ตารางที่ 4.2 ความแข็งที่จุดต่างที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน.....	48
2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร	
ตารางที่ 4.3 ผลการวัดความแข็งผิวและภายในของชิ้นงาน.....	50
ตารางที่ 4.4 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน.....	54
2 ตันต่อตารางเซนติเมตร	
ตารางที่ 4.5 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน.....	55
3 ตันต่อตารางเซนติเมตร	
ตารางที่ 4.6 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน.....	56
5 ตันต่อตารางเซนติเมตร	
ตารางที่ 4.7 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วย BMA.....	57

## สารบัญรูป

รูป	หน้า
รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของอิออนและอิเล็กตรอนกับความดันของพลาสมา...	6
รูปที่ 2.2 ชนิดของพลาสมาและพลังงานของพลาสมาแต่ละชนิด.....	7
รูปที่ 2.3 ชนิดของการแตกตัวที่เปลี่ยนแปลงตามความต่างศักย์และกระแส.....	8
รูปที่ 2.4 ความต่างศักย์ระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ.....	8
รูปที่ 2.5 ชิ้นงานขณะที่ทำไนโตรดิงแบบพลาสมา.....	9
รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของชิ้นงานอะลูมิเนียมหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบก๊าซกับอุณหภูมิและเวลา	10
รูปที่ 2.7 ผลการวิเคราะห์ผิวของชิ้นงานหลังจากสเปคเตอร์และหลังไนโตรดิงแบบพลาสมาด้วย EDAX	12
รูปที่ 2.8 ผลการวิเคราะห์ผิวชิ้นงานหลังไนโตรดิงแบบพลาสมาด้วย XRD.....	12
รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานหลังไนโตรดิงแบบพลาสมา.....	13
รูปที่ 2.10 ความสัมพันธ์ของค่าสัมประสิทธิ์การแพร่และอุณหภูมิที่บริเวณต่างๆ.....	15
รูปที่ 2.11 ความแตกต่าง gradient of concentration ระหว่างขอบเกรนและภายในเกรน.....	15
รูปที่ 2.12 การแพร่จากขอบเกรนเข้าสู่ภายในเกรน.....	16
รูปที่ 2.13 ผลของขนาดเกรนต่ออัตราการแพร่โดยรวม.....	17
รูปที่ 2.14 กลไกของ Mechanical Alloying.....	19
รูปที่ 2.15 ขั้นตอนในแต่ละรอบของ BMA.....	19
รูปที่ 2.16 การแปรรูปแบบดาวรีโนแบบของวิธี BMA.....	20
รูปที่ 2.17 โครงสร้างจุลภาคของเงินและทองแดงหลังจาก BMA.....	20
รูปที่ 2.18 การกระจายของความดันในการอัดขึ้นรูปตามแบบจำลองของ Thompson.....	22
รูปที่ 2.19 คอ (neck) ที่เกิดระหว่างผงโลหะในขั้นตอน sintering.....	22
รูปที่ 3.1 รูปร่างและขนาดของชิ้นงานที่ได้จากวิธีอัดขึ้นรูปเย็น.....	26
รูปที่ 3.2 รูปร่างและขนาดของชิ้นงานที่ได้จากวิธี Bulk Mechanical Alloying.....	26
และอัดขึ้นรูปร้อน	
รูปที่ 3.3 ชิ้นงานภายในเรซินและแนวตัดชิ้นงาน.....	29
รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ของความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานและ.....	33
ความหนาแน่นสัมพัทธ์	

รูป	หน้า
รูปที่ 4.2 โครงสร้างมหภาคของชิ้นงาน (ก) ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็น ..... 34 (ข) ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นและไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (ค) ชิ้นงานอะลูมิเนียมไทเทเนียมขึ้นรูปด้วยวิธี BMA และ ไนไตรดิง แบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.3 ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร..... 35 และไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 และ 600 °C 100 ชั่วโมงซึ่งพบและ ไม่พบรอยแตก	
รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมที่อัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน..... 36 (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร	
รูปที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน ..... 37 (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร ที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา 550 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน ..... 38 (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร ที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.7 ลักษณะและสัณฐานของเม็ดกลมที่พบบริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านไนไตรดิงแบบ..... 39 พลาสมา	
รูปที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็น ความดัน 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร.... 40 (ก) ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา (ข) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็น ความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร.... 41 (ก) ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา (ข) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็น ความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร... 42 (ก) ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา (ข) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying ..... 43 และผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์หัตถ์ด้วย EDS ที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วย..... 44 ความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตรและไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	

รูป	หน้า
รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ด้วย EDS ของเม็ดกลมที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็น.....44 ด้วยความดัน 5 ดันต่อตารางเซนติเมตรและไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็น ..... 45 ความดัน 5 ดันต่อตารางเซนติเมตร (ก) ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก (ข) ไนโตรดิง แบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์ด้วย GAXD ของผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปจาก BMA และไนโตรดิง..... 46 แบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ด้วย XPS ของผิวชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก..... 47 ที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ก) อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ดันต่อตารางเซนติเมตร (ข) ขึ้นรูปจากวิธี BMA	
รูปที่ 4.17 ภาพแสดงความแข็งที่จุดต่างที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน .... 49 2 3 และ 5 ดันต่อตารางเซนติเมตร	
รูปที่ 4.18 เปรียบเทียบความแข็งผิวและความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ.....51 ไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบความแข็งผิวและความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ.....51 ไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง	
รูปที่ 4.20 เปรียบเทียบค่าความแข็งเฉลี่ยของผิวชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนโตรดิง..... 52 แบบพลาสติก	
รูปที่ 4.21 เปรียบเทียบความแข็งเฉลี่ยภายในชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนโตรดิง.....53 แบบพลาสติก	
รูปที่ 4.22 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน .....54 2 ดันต่อตารางเซนติเมตร	
รูปที่ 4.23 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน ..... 55 3 ดันต่อตารางเซนติเมตร	
รูปที่ 4.24 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน .....56 5 ดันต่อตารางเซนติเมตร	
รูปที่ 4.25 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธี BMA.....57	
รูปที่ 5.1 แสดงค่าความเค้นจุดครากของโลหะอะลูมิเนียมความบริสุทธิ์ตั้งแต่ร้อยละ 99..... 58 โดยน้ำหนัก	

รูป	หน้า
รูปที่ 5.2 ภาพแสดงสัณฐานของอะลูมิเนียมอะตอมเดี่ยว.....	62
รูปที่ 5.3 แผนภูมิสมดุขของอะลูมิเนียมและไทเทเนียม.....	63



# บทที่ 1

## บทนำ



### 1.1 ความสำคัญของงานวิจัย

โลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์เป็นโลหะที่มีคุณลักษณะเด่นหลายประการ คือ (1) มีความถ่วงจำเพาะต่ำโดยอะลูมิเนียมมีความถ่วงจำเพาะประมาณ 1/3 เท่าของเหล็ก (2) มีความแข็งแรงต่อน้ำหนัก (strength per weight ratio) สูง (3) มีความเหนียวสูง (4) สามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดี (corrosion resistance) ด้วยคุณลักษณะเด่นเหล่านี้ทำให้โลหะอะลูมิเนียมได้ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมหนักต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมหีบห่อและขนส่ง แต่เนื่องจากอะลูมิเนียมบริสุทธิ์มีความแข็งต่ำจึงทำให้ความต้านทานการสึกหรอ (wear resistance) ของโลหะชนิดนี้ค่อนข้างต่ำซึ่งเป็นข้อจำกัดที่สำคัญในการใช้งานอะลูมิเนียมบริสุทธิ์รวมทั้งอะลูมิเนียมผสม<sup>1</sup>

สารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) เป็นเซรามิกที่มีคุณสมบัติเด่น ดังนี้ คือ มีความแข็งแรงสูง สามารถนำความร้อนได้ดี เสถียรที่อุณหภูมิสูง และมีความต้านทานการกัดกร่อนสูง จากคุณสมบัติเหล่านี้ทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้รับความสนใจในการนำมาปรับปรุงความแข็งแรงและความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์รวมทั้งอะลูมิเนียมผสม การเกิดขึ้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งมีความแข็งสูงขึ้นที่ผิวของโลหะพื้นอะลูมิเนียมช่วยเพิ่มความแข็งแรงและความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และอะลูมิเนียมผสมโดยไม่สูญเสียคุณสมบัติด้านความต้านทานการกัดกร่อน การสร้างชั้นของสารประกอบไนไตรด์ของโลหะอะลูมิเนียมสามารถทำได้ด้วยวิธีเคมีความร้อน (thermochemical treatment) แบบไนไตรดิง อย่างไรก็ตามชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ไม่สามารถเกิดขึ้นบนโลหะพื้นอะลูมิเนียมด้วยวิธีไนไตรดิงแบบก๊าซ (gas nitriding) ซึ่งเป็นวิธีดั้งเดิมที่แพร่หลายในอุตสาหกรรม เนื่องจากชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $Al_2O_3$ ) ที่ผิวของโลหะพื้นอะลูมิเนียมขัดขวางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนในอะลูมิเนียม แต่ชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์นี้สามารถกำจัดได้จากการขั้นตอนสปัตเตอร์ (sputter) ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งของวิธีไนไตรดิงแบบพลาสมา (plasma nitriding) ดังนั้น การแพร่ของอะตอมไนโตรเจนในโลหะพื้นอะลูมิเนียมและชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์จึงสามารถเกิดขึ้นได้ด้วยวิธีไนไตรดิงแบบพลาสมาและทำให้ความแข็งแรงและความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และอะลูมิเนียมผสมเพิ่มสูงขึ้น<sup>2</sup>

การแพร่ (diffusion) เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อความหนาชั้นผิวแข็งและความหนาของชั้นสารประกอบในวิธีเคมีคัลมีความร้อนทุกแบบรวมทั้งวิธีไนโตรดิงแบบพลาสมา ตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อการแพร่ ได้แก่ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient) ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามชนิดของวัสดุพื้นและอุณหภูมิ นอกจากนี้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่บริเวณขอบเกรนและภายในเกรนมีความแตกต่างกันส่งผลให้อัตราการแพร่บริเวณขอบเกรนมีค่าสูงกว่าภายในเกรนและมีผลต่ออัตราการแพร่โดยรวมของวัสดุ

ในปัจจุบันเทคโนโลยีการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยโลหะผงมีบทบาทในอุตสาหกรรมมากขึ้น การขึ้นรูปด้วยโลหะผงโดยใช้วิธี Mechanical Alloying (MA) เป็นวิธีการขึ้นรูปโลหะผสมจากโลหะผงวิธีหนึ่งซึ่งมีประโยชน์เด่นกว่าวิธีอื่นหลายประการ คือ<sup>3</sup>

- (1) สามารถควบคุมโครงสร้างจุลภาคได้ง่าย
- (2) สามารถเพิ่มความสามารถในการละลายของโลหะผสม
- (3) สามารถลดขนาดเกรนของโลหะผสมลงถึงระดับนาโนเมตร

ขนาดเกรนระดับนาโนเมตรมีผลทำให้สัดส่วนของปริมาตรของขอบเกรนต่อปริมาตรภายในเกรนเพิ่มขึ้นจนอาจมีผลต่ออัตราการแพร่ของไนโตรเจนขณะทำไนโตรดิงแบบพลาสมาซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อความหนาชั้นผิวแข็งและลักษณะของชั้นสารประกอบและคุณสมบัติเชิงกลด้านความต้านทานการสึกหรอ อย่างไรก็ตาม งานวิจัยเกี่ยวกับผลของความแตกต่างของอัตราการแพร่ของไนโตรเจนในโลหะอะลูมิเนียมภายในเกรนและบริเวณขอบเกรนที่มีต่อความหนาชั้นผิวแข็งและความหนาของชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ ยังอยู่ในขั้นตอนการค้นคว้าและทดลอง

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 ศึกษาโครงสร้างบริเวณผิวของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ขึ้นรูปจากผงโลหะหลังจากผ่านพลาสมาไนโตรดิง
- 1.2.2 ศึกษาความแข็งและความลึกชั้นผิวแข็งของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ขึ้นรูปจากผงโลหะหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา

- 1.2.3 ศึกษาผลของความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ต่อโครงสร้างและความลึกผิวแข็งบริเวณผิวของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ขึ้นรูปจากผงโลหะหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา
- 1.2.4 ศึกษาถึงผลของไทเทเนียมที่มีต่อโครงสร้างและความลึกผิวแข็งบริเวณผิวของอะลูมิเนียมผสม-ไทเทเนียมที่ขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying หลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา

### 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาผลของไนโตรดิงแบบพลาสมาที่มีต่อโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และอะลูมิเนียมผสมที่มีไทเทเนียมผสมอยู่ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักซึ่งขึ้นรูปจากผงโลหะ
- 1.3.2 วิเคราะห์โครงสร้างบริเวณผิวของชิ้นงานหลังผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา
- 1.3.3 วัดความแข็งและความลึกผิวแข็งของชิ้นงานหลังไนโตรดิงแบบพลาสมา
- 1.3.4 เปรียบเทียบโครงสร้างและความแข็งของชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่างกัน
- 1.3.5 เปรียบเทียบผลของไทเทเนียมและวิธีการขึ้นรูปแบบ Bulk Mechanical Alloying ต่อโครงสร้าง ความแข็งและความลึกผิวแข็งของชิ้นงานหลังไนโตรดิงแบบพลาสมา

### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 ทราบผลของปัจจัย คือ ความหนาแน่นสัมพัทธ์ ธาตุผสมไทเทเนียม ที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปจากผงโลหะหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา ซึ่งจะนำไปสู่การพัฒนาเพื่อใช้ในภาคอุตสาหกรรม



- 1.4.2 ทราบความเป็นไปได้ในการปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ และอะลูมิเนียมผสมไทเทเนียม ที่ขึ้นรูปจากโลหะผงด้วยวิธีในไตรดิงแบบพลาสมาจากความ แข็งและความลึกผิวแข็งของชิ้นงาน
- 1.4.3 ทราบแนวทางในการศึกษาและพัฒนาวิธีในไตรดิงแบบพลาสมาของโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ และอะลูมิเนียมผสมเพื่อนำมาใช้ในอุตสาหกรรมจริงต่อไป



## บทที่ 2

### ปรีทัศน์วรรณกรรม

#### 2.1 ความหมายพลาสมาและชนิดของพลาสมา

สสาร คือ สิ่งที่มีตัวตนและต้องการที่อยู่ โดยทั่วไปสามารถแบ่งออกได้เป็น 4 สถานะ คือ ของแข็ง (solid) ของเหลว (liquid) ก๊าซ (gas) และพลาสมา (plasma) ระดับพลังงานจลน์ของโมเลกุลหรืออะตอมของสสารเป็นตัวแปรที่กำหนดสถานะของสสารนั้น พลังงานจลน์นี้อาจเปลี่ยนแปลงได้จากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความต่างศักย์ทางไฟฟ้า หรือเกิดจากการเคลื่อนไหวของอะตอมและโมเลกุล ความสัมพันธ์ระหว่างสถานะของสสารและพลังงานจลน์สามารถแสดงในรูปสัญลักษณ์ทางคณิตศาสตร์ได้ดังนี้<sup>4</sup>

		$E$	<	$E_b$	สสารมีสถานะ ของแข็ง
$E_b$	<	$E$	<	$E_v$	สสารมีสถานะ ของเหลว
$E_v$	<	$E$	<	$E_i$	สสารมีสถานะ ก๊าซ
$E_i$	<	$E$			สสารมีสถานะ พลาสมา

โดย	$E$	คือ	พลังงานจลน์ของอะตอมหรือโมเลกุลของสสาร
	$E_b$	คือ	แรงยึดระหว่างผลึก
	$E_v$	คือ	แรงแวนเดอร์วาลส์ (Vander Waals)
	$E_i$	คือ	ศักย์ในการแตกตัวเป็นไอออน

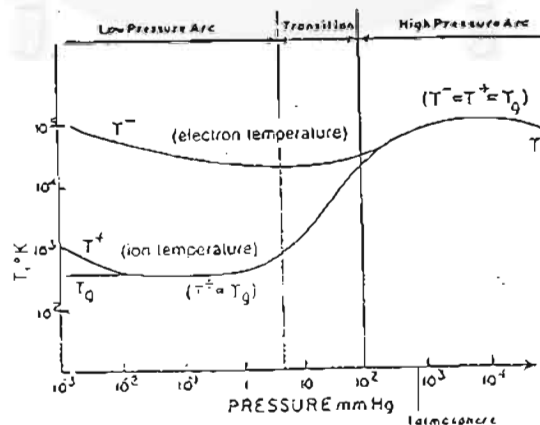
จากความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถนิยามความหมายของพลาสมาได้ว่า พลาสมา คือ สถานะหนึ่งของสสารซึ่งเกิดขึ้นเมื่อก๊าซมีพลังงานมากกว่าศักย์ในการแตกตัวเป็นไอออน (ionizing potential) ทำให้ก๊าซแตกตัว (ionize) เป็นไอออนบวกและอิเล็กตรอน ลักษณะเช่นนี้ทำให้สถานะพลาสมาสามารถนำไฟฟ้าได้ พลาสมาที่เกิดขึ้นสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

1. Partially ionized plasma หรือที่เรียกว่า cold plasma คือ พลาสมาที่เกิดจากก๊าซเพียงบางส่วนแตกตัวเป็นไอออน ทำให้พลาสมาชนิดนี้ประกอบด้วย ไอออนบวก อิเล็กตรอน อะตอมและโมเลกุล พลาสมาชนิดนี้มีอุณหภูมิไม่สูงมากนัก ปัจจุบันได้นำพลาสมาชนิดนี้มาใช้งานในด้านโลหกรรม

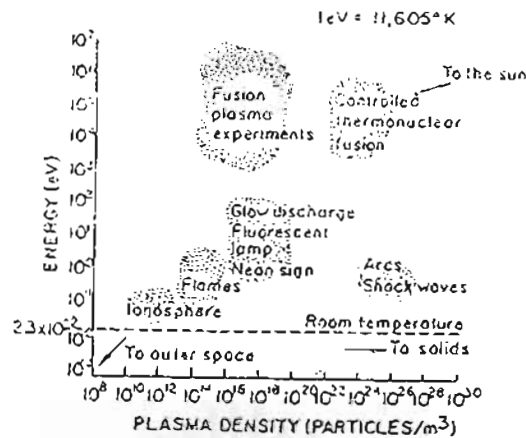
2. Completely ionized plasma คือ พลาสมาที่เกิดจากก๊าซทั้งหมดแตกตัวเป็นอิออนบวกและอิเล็กตรอน ในการเกิดพลาสมาประเภทนี้จะต้องใช้พลังงานและอุณหภูมิสูงมาก พลาสมาแบบนี้นำมาใช้งานกับเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์แบบฟิวชัน ซึ่งเป็นแหล่งพลังงานสำหรับอนาคตที่จะใช้แทนเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์แบบฟิชชันที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน

ในรายงานของ Apelian<sup>5</sup> ได้แบ่งการใช้งานทางโลหกรรมของ partially ionized plasma ออกตามลักษณะของพลาสมาเป็น 2 ชนิด ดังนี้

1. พลาสมาแบบความดันสูง (high pressure plasma) หรือพลาสมาสมดุล (equilibrium plasma) พลาสมาชนิดนี้มีอุณหภูมิสูงและถูกนำมาใช้งานเกี่ยวกับการเชื่อมแบบอาร์ค (arc welding) เตาอาร์ค (arc furnace) พลาสมาชนิดนี้มีความสมดุลทางเทอร์โมไดนามิกส์ทำให้อุณหภูมิของอิเล็กตรอนและอิออนเท่ากัน
2. พลาสมาแบบความดันต่ำ (low pressure plasma) หรือพลาสมาไม่สมดุล (non equilibrium plasma) เป็นพลาสมาที่ใช้ในงานด้านการปรับปรุงผิวชิ้นงานต่างๆ เช่น ในวิธี plasma assisted PVD พลาสมาแบบ glow discharge ที่ใช้ในวิธีไนโตรดิงแบบพลาสมาที่จัดอยู่ในประเภทนี้ พลาสมาแบบความดันต่ำหรือพลาสมาไม่สมดุลมีลักษณะแตกต่างจากพลาสมาสมดุลหรือพลาสมาความดันสูง พลาสมาแบบความดันต่ำจะมีอัตราการชนกันต่ำกว่าพลาสมาแบบความดันสูง พลังงานของอิออนกับอิเล็กตรอนในรูปแบบต่างๆ เช่น ความร้อน มีค่าไม่เท่ากันสำหรับพลาสมาแบบความดันต่ำโดยพลังงานของอิเล็กตรอนมีค่าสูงกว่าพลังงานของอิออน รูปที่ 2.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของอิออนและอิเล็กตรอนกับความดันของพลาสมา



รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของอิออนและอิเล็กตรอนกับความดันของพลาสมา



รูปที่ 2.2 ชนิดของพลาสมาและพลังงานของพลาสมาแต่ละชนิด

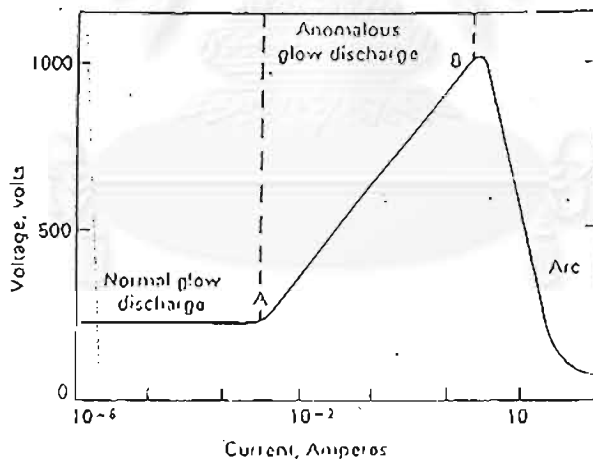
ถึงแม้การใช้งานของพลาสมาร้อนหรือพลาสมาความดันสูงค่อนข้างกว้างขวางในงานโลหกรรมแต่ในปัจจุบันมีความสนใจนำพลาสมาความดันต่ำมาใช้งานด้านโลหกรรมมากขึ้น เช่น ใช้ glow discharge plasma ในการปรับปรุงผิวโลหะ

## 2.2 ไนโตรดิงแบบพลาสมา

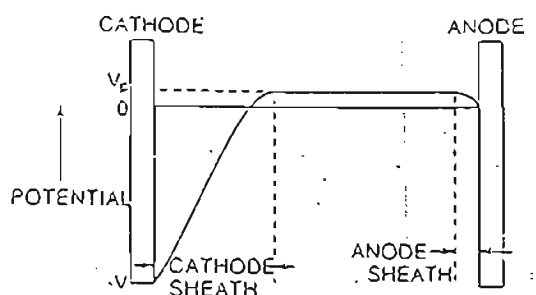
ไนโตรดิงเป็นวิธีเพิ่มความแข็งและความต้านทานการสึกหรอแบบเคมีความร้อนแบบหนึ่ง ไนโตรดิงสามารถแบ่งออกเป็นหลายประเภทตามสถานะของตัวกลางในแต่ละวิธี เช่น ไนโตรดิงแบบก๊าซและไนโตรดิงแบบอ่างเกลือซึ่งเป็นวิธีปรับปรุงผิวแบบเดิม เนื่องจากวิธีไนโตรดิงแบบเดิมมีข้อจำกัดหลายประการ เช่น ไม่สามารถใช้กับชิ้นงานที่มีความซับซ้อน ใช้กับโลหะที่มีฟิล์มออกไซด์ซึ่งมีความหนาแน่นสูงไม่ได้เนื่องจากฟิล์มออกไซด์ที่บดจะขัดขวางการแพร่ของไนโตรเจน ดังนั้นจึงนำพลาสมามาใช้ช่วยในการปรับปรุงผิวโลหะด้วยวิธีต่างๆ รวมทั้งวิธีไนโตรดิง โดยใช้พลาสมาเป็นตัวกลางในการเพิ่มความแข็งแบบไนโตรดิง การปรับปรุงผิวโลหะวิธีนี้เรียกว่า ไนโตรดิงแบบพลาสมา (plasma nitriding) ซึ่งจัดเป็นวิธีเพิ่มความแข็งผิวและความต้านทานการสึกหรอโดยใช้พลาสมาช่วยให้เกิดชั้นผิวแข็งจากการแพร่<sup>6</sup>

ไนโตรดิงแบบพลาสมาเป็นวิธีที่นิยมใช้เพื่อเพิ่มความต้านทานการสึกหรอให้แก่ชิ้นส่วนเครื่องจักรและเครื่องยนต์ต่างๆ เช่น เฟือง(gear) อุปกรณ์ส่งกำลัง(transmissions) เนื่องจากวิธีไนโตรดิงแบบพลาสมามีข้อได้เปรียบวิธีไนโตรดิงแบบเดิมหลายประการ คือ 1) เป็นวิธีที่ไม่มีมลภาวะ 2) ลดเวลาในกระบวนการ 3) ความบิดเบี้ยวของชิ้นงานต่ำกว่าวิธีอื่น 4) การควบคุมโครงสร้างจุลภาคสามารถทำได้ง่ายกว่าวิธีอื่น 5) สามารถใช้กับชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ 6) สามารถใช้กับโลหะที่มีฟิล์มออกไซด์ที่บด เช่น เหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) อะลูมิเนียม ได้

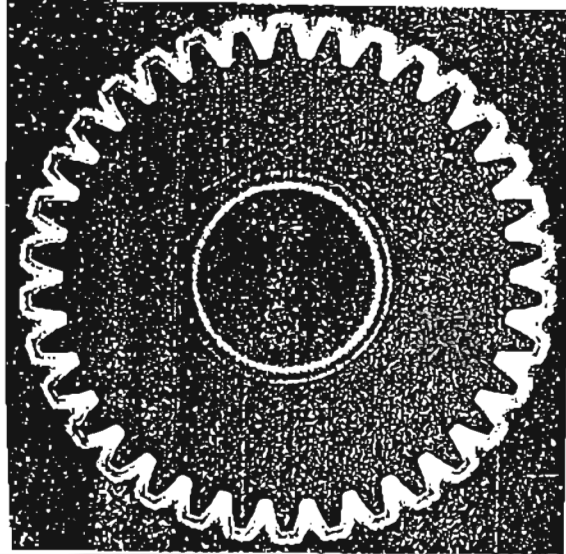
พลาสมาในกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาเป็นพลาสมาชนิด glow discharge plasma ที่เกิดจากกระแสตรง (DC) และอยู่ในช่วง abnormal glow discharge การควบคุมความต่างศักย์ที่ใช้ในไนโตรดิงแบบพลาสมามีความสำคัญมาก เนื่องจากการคายประจุ (discharge) ที่เกิดขึ้นมีลักษณะแตกต่างกันในแต่ละช่วงความต่างศักย์และกระแสดังแสดงในรูปที่ 2.3 ในช่วง anomalous glow discharge ซึ่งเป็นช่วงที่ใช้ในไนโตรดิงแบบพลาสมา ความต่างศักย์และกระแสเพิ่มขึ้นเนื่องจากกำลังเพิ่มสูงขึ้น แต่เมื่อกระแสเพิ่มขึ้นจากช่วง anomalous glow discharge อีกเล็กน้อยจะเริ่มเกิดการอาร์คขึ้น (arc discharge) ดังนั้น ในระหว่างไนโตรดิงแบบพลาสมาจึงจำเป็นต้องจัดอุปกรณ์ควบคุมความต่างศักย์ให้อยู่ในช่วงของ anomalous glow discharge สำหรับไนโตรดิงแบบพลาสมา พลาสมาที่เกิดขึ้นในระหว่างไนโตรดิงแบบพลาสมาอาศัยความต่างศักย์ของชิ้นงานและผนังเตาซึ่งต่อเข้ากับแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง (D.C. power supply) โดยชิ้นงานทำหน้าที่เป็นขั้วลบ (cathode) และผนังเตาเป็นขั้วบวก (anode) อย่างไรก็ตามความต่างศักย์ระหว่างชิ้นงานขั้วลบและผนังเตาขั้วบวกไม่ได้ลดลงอย่างเป็นเส้นตรง ความต่างศักย์ลดลงอย่างมากที่บริเวณใกล้ขั้วลบ (cathode sheath) ซึ่งเป็นบริเวณที่ปฏิกิริยาที่จำเป็นในไนโตรดิงแบบพลาสมาเกิดขึ้น ลักษณะเช่นนี้ทำให้การเรืองแสง (luminous) มีความแตกต่างกันในช่วงระหว่างขั้วลบและขั้วบวก การเรืองแสงขณะผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาเกิดขึ้นรอบชิ้นงานขั้วลบแสดงให้เห็นว่าไนโตรดิงแบบพลาสมาสามารถให้ผิวแข็งที่สม่ำเสมอได้ในชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อน<sup>6-7</sup> ซึ่งแสดงในรูปที่ 2.4 และ 2.5



รูปที่ 2.3 ชนิดของการแตกตัวที่เปลี่ยนแปลงตามความต่างศักย์และกระแส<sup>5</sup>



รูปที่ 2.4 ความต่างศักย์ระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ<sup>5</sup>



รูปที่ 2.5 ชิ้นงานขณะที่ทำไนโตรดิงแบบพลาสมา<sup>6</sup>

ก๊าซไนโตรเจนที่แตกตัวเป็นอิออนและอิเล็กตรอนเนื่องจากความต่างศักย์ระหว่างชิ้นงานขั้วลบและผนังเตาขั้วบวกอยู่ในสถานะพลาสมาในวิธีไนโตรดิงแบบพลาสมาทำให้ไนโตรดิงแบบพลาสมามีความแตกต่างกับไนโตรดิงแบบก๊าซอย่างชัดเจน เนื่องจากความต่างศักย์ทำให้อิออนไนโตรเจนในส่วน cathode sheath ถูกเร่งเข้าไปชนผิวชิ้นงาน การชนของอิออนที่มีพลังงานจลน์สูงกับผิวชิ้นงานจะถ่ายเทพลังงานให้โลหะพื้น Edenhofer<sup>6</sup> ได้อธิบายถึงปฏิกิริยาที่เกิดจากการชนของอิออนไนโตรเจนดังแสดงในสมการที่ (1)

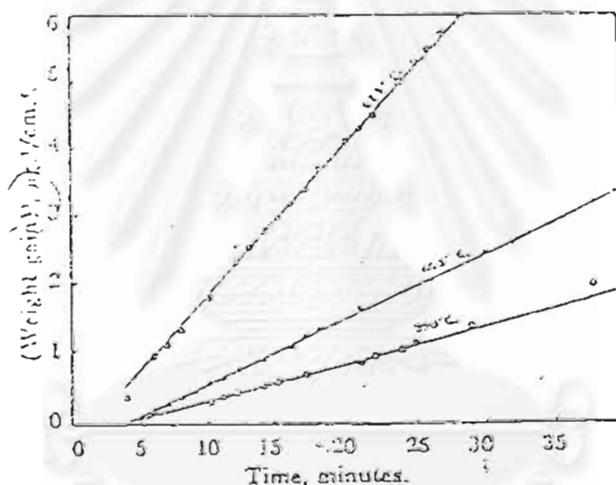
$$E_{ion} \rightarrow A + E_{kin} + Q \quad (1)$$

โดย  $E_{ion}$  คือ พลังงานจลน์ของอิออนไนโตรเจน  
 $A$  คือ งานที่ใช้ทำให้อะตอมของโลหะพื้นหรือออกไซด์หลุดออก  
 $E_{kin}$  คือ พลังงานของอะตอมของโลหะพื้นหรือออกไซด์ที่หลุดจากผิว  
 $Q$  คือ พลังงานที่เปลี่ยนเป็นความร้อนให้กับชิ้นงาน

พลังงานของอิออนทำให้โลหะพื้นร้อนขึ้น( $Q$ )เฉพาะส่วนจนเกิดการหลอมเหลวและระเหยได้นอกจากนี้อะตอมของโลหะพื้นหรือออกไซด์ที่ได้รับพลังงานจากการชนมากเพียงพอหลุดออกจากผิวชิ้นงาน หรือเรียกว่า การสปัตเตอร์ริง (sputtering) อะตอมของโลหะพื้นหรือออกไซด์ที่หลุดยังคงมีพลังงานจลน์เหลืออยู่ ( $E_{kin}$ ) และอาจเกิดการรวมตัวกับไนโตรเจนหรือออกซิเจนแล้วเกิดสารประกอบขึ้นที่ผิวโลหะพื้นอีก (condensation) การสปัตเตอร์ริงอะตอมของออกไซด์ออกจากผิวโลหะเป็นสิ่งที่เกิดขึ้นระหว่างไนโตรดิงแบบพลาสมา ทำให้โลหะที่มีฟิล์มออกไซด์ที่บิ่นซึ่งเป็นอุปสรรคสำหรับการแพร่ใน

วิธีไนโตรดิงแบบเดิม เช่น เหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) หรือ อะลูมิเนียม สามารถใช้วิธีไนโตรดิงแบบพลาสมาเพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอและความแข็งได้

จากการศึกษาของ Prasom และ Margrave<sup>9</sup> เกี่ยวกับไนโตรดิงของอะลูมิเนียมโดยใช้วิธีไนโตรดิงแบบก๊าซที่มีการควบคุมบรรยากาศโดยพนัก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูงเข้าไปในเตาที่ทำไนโตรดิงแบบก๊าซเพื่อกำจัดออกซิเจนและน้ำ พบว่า สารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งเป็นเซรามิกส์ที่มีความแข็งสูงสามารถเกิดที่ผิวของอะลูมิเนียมได้ด้วยวิธีไนโตรดิงแบบก๊าซที่ควบคุมบรรยากาศเมื่อใช้อุณหภูมิสูงกว่า 475 °C เพื่อให้ฟิล์มอะลูมิเนียมออกไซด์เกิดร่อนแตก ปริมาณของฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์แปรผันตรงตามเวลาและอุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 นอกจากนี้ Prasom และ Margrave ยังพบว่า การขัดสีเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการเกิดชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์ เนื่องจากการขัดสีทำให้ชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมออกไซด์หลุดออกและเกิดการแพร่ของไนโตรเจนขึ้นได้



รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของชั้นงานอะลูมิเนียมหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบก๊าซกับอุณหภูมิและเวลา<sup>9</sup>

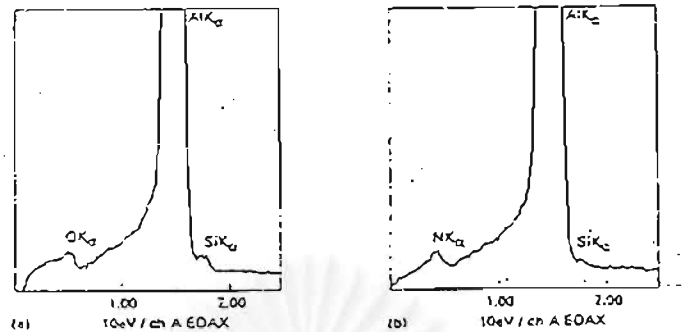
อย่างไรก็ตาม อะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้นในการทดลองของ Prasom และ Margrave มีปริมาณน้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ดังนั้นการควบคุมบรรยากาศเพื่อให้เกิดอะลูมิเนียมไนไตรด์จึงเป็นข้อจำกัดสำหรับไนโตรดิงแบบก๊าซ และสำหรับการทดลองนี้ไม่ได้ตรวจสอบความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบก๊าซ

ตารางที่ 2.1 ปริมาณอะลูมิเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เกิดที่อุณหภูมิคงที่

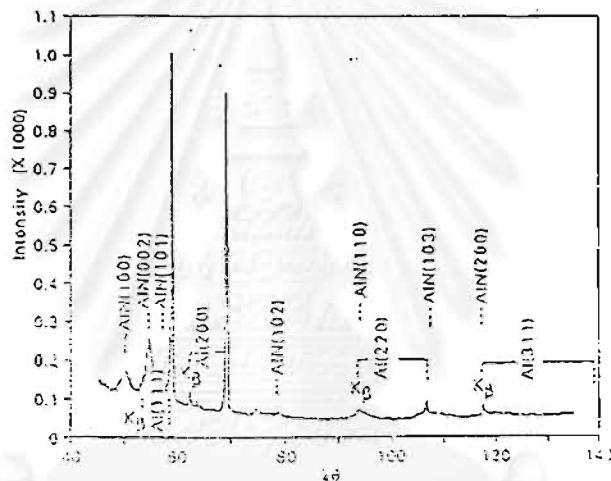
อุณหภูมิ (°C)	ก๊าซ	น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (30 นาที) ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )
400	ออกซิเจน	2.90
450	ออกซิเจน	3.50
450	ไนโตรเจน	ไม่เกิดปฏิกิริยา
475	ออกซิเจน	6.80
475	ไนโตรเจน	0.10
500	ออกซิเจน	8.80
515	ไนโตรเจน	0.25

ต่อมา Chen, Stock และ Mayr<sup>2.10-11</sup> ได้ศึกษาเกี่ยวกับไนโตรดิงแบบพลาสมาของอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสม ในการทดลองนี้ได้อ้างถึงการศึกษาของ Arai และคณะซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Prasom และ Margrave โดยสรุปได้ว่า อะลูมิเนียมไนไตรด์จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ถ้าไม่สามารถกำจัดฟิล์มของอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ผิว ดังนั้นในการทดลองของ Chen, Stock และ Mayr จึงใช้พลาสมาของก๊าซอาร์กอนสปัตเตอร์ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมเพื่อกำจัดฟิล์มอะลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งขัดขวางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน การตรวจสอบผิวชิ้นงานหลังจากสปัตเตอร์ริงโดย SEM (Scanning Electron Microscope) และ EDX (Energy Dispersive X-ray) แล้วพบว่า ฟิล์มอะลูมิเนียมออกไซด์ถูกสปัตเตอร์หลุดออก แต่ยังมีอะลูมิเนียมออกไซด์มีลักษณะเป็นเม็ดกลมเกิดบริเวณขอบเกรน จากการศึกษาพบว่าอะลูมิเนียมออกไซด์เหล่านี้เกิดจากการรวมตัวกันของไอออนที่ถูกสปัตเตอร์ อย่างไรก็ตามในระหว่างไนโตรดิงแบบพลาสมาจะมีการสปัตเตอร์เกิดขึ้นจากพลาสมาไนโตรเจนจึงทำให้อะลูมิเนียมออกไซด์ถูกกำจัดออกไปจนหมด ผลของการตรวจสอบด้วย EDAX และ SEM แสดงอยู่ในรูปที่ 2.7 หลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้วใช้ XRD (X-Ray Diffraction) และ XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) ตรวจสอบพบว่าเกิดขึ้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งมีลักษณะดำและเงา ดังแสดงในรูปที่ 2.8 อย่างไรก็ตามผลของการวิเคราะห์ด้วย XRD ยังคงแสดงให้เห็นธาตุอะลูมิเนียม เนื่องจากชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้นมีความหนาไม่เกิน  $3 \mu\text{m}$  จึงยังคงแสดงผลของโลหะพื้นอะลูมิเนียมด้วย





รูปที่ 2.7 ผลการวิเคราะห์ผิวของชิ้นงานหลังจากสปีดเตอร์และหลังไนโตรดิงแบบพลาสมาด้วย EDAX<sup>10</sup>



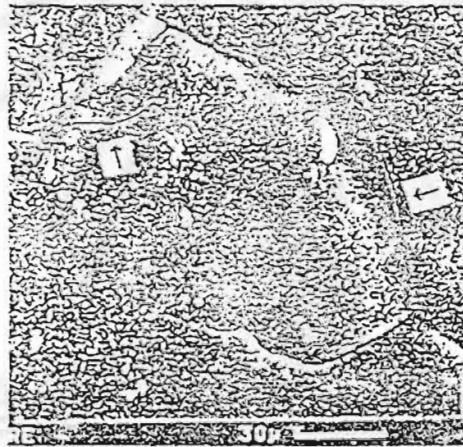
รูปที่ 2.8 ผลการวิเคราะห์ผิวชิ้นงานหลังไนโตรดิงแบบพลาสมาด้วย XRD<sup>10</sup>

นอกจากนี้ Chen ,Stock และ Mayr ศึกษาถึงความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสมโดยวิธี pin on disk พบว่า ฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์เพิ่มความต้านทานการสึกหรอของอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสม แต่จากการศึกษาความหนาและลักษณะทางกายภาพของชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์จากการทดลอง พบว่าชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์เกิดขึ้นอย่างไม่สม่ำเสมอเนื่องจากความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การแพร่ของขอบเกรนและภายในเกรน และพบรอยแตกขนาดเล็ก (micro crack) เนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์ของการขยายตัวเนื่องจากความร้อน (thermal expansion coefficient) ของอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมไนไตรด์แตกต่างกัน ซึ่งแสดงในรูปที่ 2.9 รอยแตกขนาดเล็กเกิดขึ้นระหว่างการเย็นตัวลงหลังจากกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา เพราะเกิดความเค้นขึ้นที่ผิวโลหะและชั้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ ความเค้นจากความ

ร้อน (thermal stress  $\sigma_{th}$ ) มีความสัมพันธ์กับค่าสัมประสิทธิ์ของการขยายตัวจากความร้อนของผิว และชั้นของสารประกอบไนไตรต์ตามสมการที่ (2)

$$\sigma_{th} = E_{AIN} (\alpha_{AIN} - \alpha_{Al}) (T - T_R) \frac{d_{Al}}{d_{AIN} + d_{Al}} \quad (2)$$

โดย	$\sigma_{th}$	คือ	ความเค้นจากความร้อน (thermal stress)
	$E$	คือ	ค่า Young Modulus ของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรต์
	$\alpha$	คือ	ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวจากความร้อน
	$T$	คือ	อุณหภูมิในชั้นตอนไนไตรต์แบบพลาสมา
	$T_R$	คือ	อุณหภูมิห้อง
	$d$	คือ	ความหนา



รูปที่ 2.9 แสดงโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวของชิ้นงานหลังไนไตรต์แบบพลาสมา<sup>10</sup>

### 2.3 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรนและอัตราการแพร่

การชุบแข็งผิวด้วยวิธีไนไตรต์อาศัยชั้นของสารประกอบไนไตรต์ของแข็งที่เป็นเซรามิกจึงมีความแข็งสูงและทำให้ความแข็งผิวของชิ้นงานโดยรวมและความต้านทานการสึกหรอเพิ่มสูงขึ้น ชั้นของสารประกอบไนไตรต์เกิดขึ้นขณะไนไตรต์เมื่อมีอะตอมไนโตรเจนละลายอยู่ที่บริเวณผิวชิ้นงาน และอัตราการแพร่ของไนโตรเจนมีค่าต่ำทำให้ปริมาณการละลายของอะตอมไนโตรเจนบริเวณผิวชิ้นงานสูงเพียงพอที่จะเกิดชั้นของสารประกอบไนไตรต์ขึ้น ดังนั้นการแพร่จึงเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาค ความแข็งผิวชิ้นงานและความหนาของชั้นสารประกอบ ของวิธีไนไตรต์ทุกแบบ รวมถึงวิธีไนไตรต์แบบพลาสมาด้วย<sup>12</sup>

การแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่ผิวโลหะอาจพิจารณาให้เป็นการแพร่ในทิศทางเดียวซึ่งเป็นไปตามกฎข้อที่ 1 ของ Fick ดังสมการที่ (3)

$$J = -D_i \frac{\partial C}{\partial X} \quad (3)$$

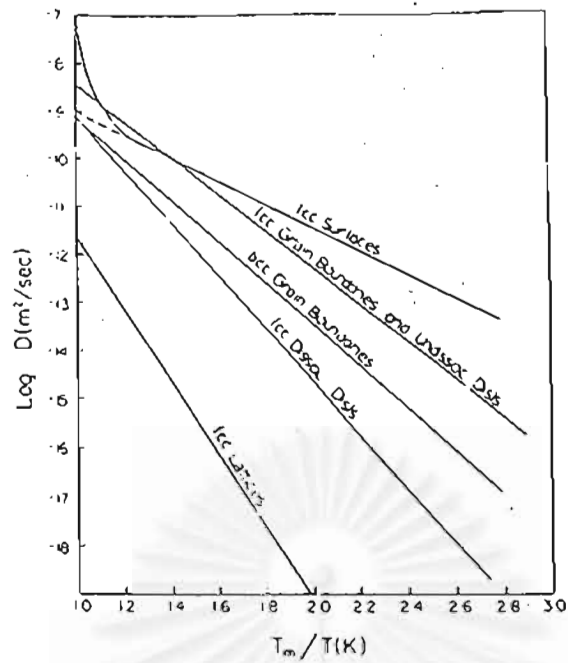
โดย	$J$	คือ	flux ของอะตอมที่เกิดการแพร่
	$D_i$	คือ	ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ในผลึก
	$C$	คือ	ความเข้มข้นของอะตอม
	$X$	คือ	ระยะ

และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรนเป็นไปตามสมการที่ (4) ซึ่งแสดงถึงผลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรนและส่งผลถึงอัตราการแพร่

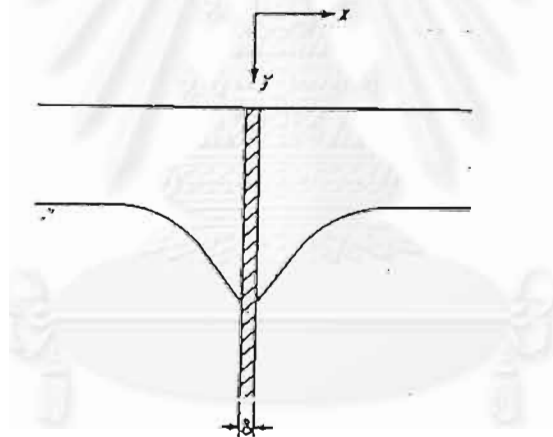
$$D_i = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

โดย	$D_0$	คือ	pre-exponential term
	$Q$	คือ	พลังงานในการแพร่
	$R$	คือ	ค่าคงที่ของแก๊ส
	$T$	คือ	อุณหภูมิ

เมื่อพิจารณาการแพร่ที่บริเวณขอบเกรนและบริเวณผิวภายในซึ่งเกิดจากรูพรุนในกรณีที่ขึ้นรูปจากผงโลหะพบว่าเมื่อสัดส่วนของรูพรุนในชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้นจะทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของชิ้นงานทั้งหมดแตกต่างจากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรน ( $D_i$ ) เนื่องจากขอบเกรนและผิวเป็นบริเวณที่มีความถี่เฉลี่ยของการกระโดดของอะตอมสูงกว่าภายในเกรนจึงทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่บริเวณขอบเกรน (grain boundary diffusion coefficient  $D_b$ ) และที่ผิวภายในมีค่าสูงกว่าค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรน ( $D_i$ ) แต่ยังคงแปรผันตรงกับอุณหภูมิเช่นเดียวกับค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรน รูปที่ 2.10 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ภายในเกรน ขอบเกรน dislocation และผิวซึ่งแปรผันกับอุณหภูมิ<sup>13-15</sup>



รูปที่ 2.10 แบบจำลองความสัมพันธ์ของค่าสัมประสิทธิ์การแพร่และอุณหภูมิที่บริเวณต่างๆ<sup>13</sup>



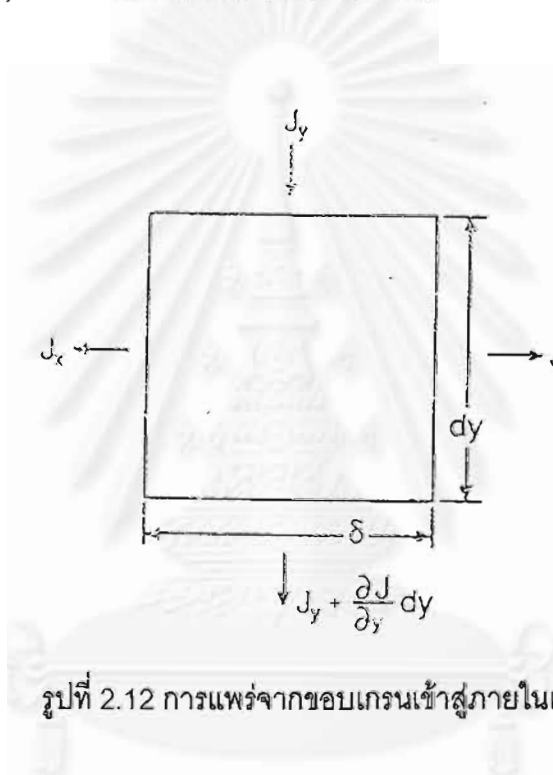
รูปที่ 2.11 ความแตกต่าง gradient of concentration ระหว่างขอบเกรนและภายในเกรน<sup>13</sup>

เนื่องจากอัตราการแพร่ตามขอบเกรนสูงกว่าภายในเกรนทำให้เกิดความเข้มข้น (concentration) ของอะตอมที่บริเวณขอบเกรนสูงกว่าภายในเกรน และเกิดความแตกต่าง gradient of concentration ระหว่างขอบเกรนและภายในเกรน ดังรูปที่ 2.11 ลักษณะเช่นนี้ทำให้การแพร่ที่เกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรนเกิดขึ้นในสองทิศทาง ดังแสดงในรูปที่ 2.12 คือ

- (1) การแพร่ตามขอบเกรน ซึ่งแทนด้วยการแพร่ตามแกน  $y$  ในรูปที่ 2.12 และการแพร่นี้เป็นไปตามกฎของ Fick ข้อที่ 1 จึงสามารถแสดงได้ดังสมการที่ (5)

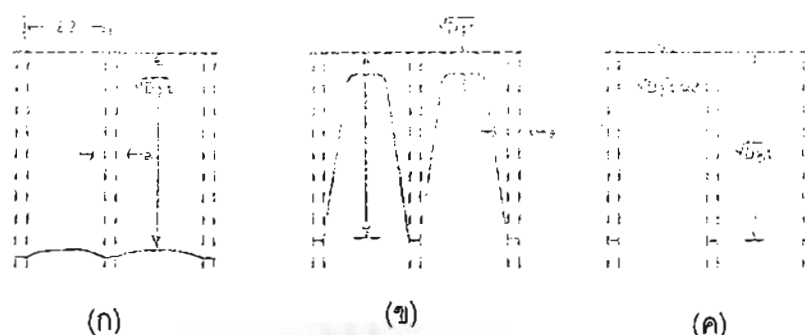
$$J_y = -D_b \frac{\partial C_b}{\partial y} \quad (5)$$

- (2) การแพร่จากขอบเกรนเข้าสู่ภายในเกรน เนื่องจาก gradient of concentration ระหว่างขอบเกรนและภายในเกรน แทนด้วยการแพร่ตามแกน  $x$  ในรูปที่ 2.12 และเป็นไปตามสมการที่ (3) จากการแพร่ลักษณะนี้จึงทำให้การแพร่ในเกรนเร็วขึ้น



รูปที่ 2.12 การแพร่จากขอบเกรนเข้าสู่ภายในเกรน <sup>13</sup>

อย่างไรก็ตามการแพร่จากขอบเกรนเข้าสู่ภายในเกรนในกรณีที่ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่แตกต่างกันไม่มากนักหรือขอบเกรนแคบทำให้จำนวนอะตอมที่แพร่จากขอบเกรนมีจำนวนน้อยเกินไปจนไม่มีผลชัดเจน จึงอาจกล่าวได้ว่า ขนาดของเกรนและความกว้างของขอบเกรนเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการแพร่โดยรวม



รูปที่ 2.13 ผลของขนาดเกรนต่ออัตราการแพร่โดยรวม<sup>13</sup>

รูปที่ 2.13 แสดงถึงผลของขนาดเกรนต่ออัตราการแพร่โดยรวม กรณีที่ (ก) เมื่อค่า  $Z$  น้อยกว่า  $\sqrt{Dt}$  มาก พบว่าความหนาแน่นของอะตอมบริเวณขอบเกรนและภายในเกรนมีค่าใกล้เคียงกัน แต่สำหรับกรณีที่ (ข) ค่า  $Z$  ยังคงน้อยกว่า  $\sqrt{Dt}$  แต่มากกว่า  $a$  มาก ความหนาแน่นของอะตอมบริเวณขอบเกรนและส่วนกลางของเกรนแตกต่างกันมากตามความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การแพร่แต่ในบริเวณใกล้ขอบเกรนยังคงมีผลของการแพร่จากขอบเกรนเข้าสู่ภายในเกรน แต่สำหรับกรณี (ค) เมื่อค่า  $Z$  มากกว่า  $\sqrt{Dt}$  มาก พบว่าการแพร่ที่ขอบเกรนไม่มีผลต่อการแพร่ภายในเกรนจึงทำให้ความหนาแน่นของอะตอมที่ขอบเกรนและภายในเกรนแตกต่างกันมากดังรูป

นอกจากขนาดเกรนแล้ว อุณหภูมิยังเป็นปัจจัยสำคัญที่มีต่อผลของการแพร่บริเวณขอบเกรนต่ออัตราการแพร่โดยรวม จากการศึกษาถึงผลของอุณหภูมิต่อค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ในโลหะเงิน พบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของเงินที่มีหลายผลึกมีค่าใกล้เคียงกับเงินที่เป็นผลึกเดี่ยวมากขึ้น เนื่องจากผลของการแพร่ที่ขอบเกรนลดลงซึ่งเป็นผลจากการลดลงของความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ขอบเกรนและภายในเกรนเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ดังรูปที่ 2.10 จึงอาจสรุปปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ คือ อุณหภูมิและปริมาณของขอบเกรนและผิวซึ่งจัดเป็น High Diffusion Paths

เมื่อพิจารณาในส่วนโครงสร้างจุลภาค พบว่าอัตราส่วนของปริมาตรขอบเกรนต่อภายในเกรนมีค่ามากขึ้นเมื่อขนาดเกรนลดลง Suryanarayana<sup>16</sup> ได้ศึกษาถึงความสัมพันธ์ของขนาดเกรนและอัตราส่วนของปริมาตรขอบเกรนต่อภายในเกรน ดังสมการที่ 6

$$C = 3\Delta/d \quad (6)$$

โดย	C	คือ	อัตราส่วนโดยปริมาตรของขอบเกรน
	$\Delta$	คือ	ความหนาของขอบเกรน
	d	คือ	ขนาดเกรนโดยเฉลี่ย

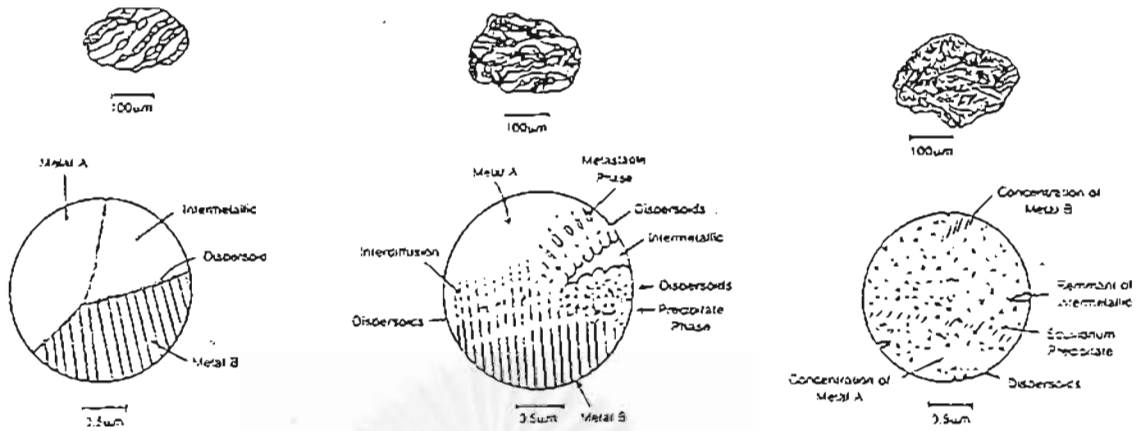
จากสมการที่ 2 พบว่าสำหรับเกรนขนาด 100 นาโนเมตรมีปริมาตรของเกรนคิดเป็น 3 % แต่สำหรับเกรนขนาด 5 นาโนเมตรมีปริมาตรของขอบเกรน 50 % อัตราส่วนโดยปริมาตรของขอบเกรนที่เพิ่มขึ้นทำให้อัตราการแพร่สูงขึ้นเนื่องจากความหนาแน่นของ High Diffusion Paths สูงขึ้น จากการทดลองพบว่าอัตราการแพร่ของวัสดุแบบ nanocrystalline มีอัตราการแพร่สูงกว่า การแพร่ในเกรนถึง  $10^{14}$ - $10^{20}$  เท่าและสูงกว่าบริเวณขอบเกรน  $10^2$ - $10^4$  เท่า ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Chen, Stock และ Mayr ดังนั้นจากการศึกษาของ Suryanarayana และ Chen, Stock, Mayr แสดงให้เห็นว่าขนาดเกรนซึ่งแตกต่างกันขึ้นรูปเป็นปัจจัยที่สำคัญอีกปัจจัยหนึ่งต่อการทำไนโตรดิงแบบพลาสมา

## 2.4 การขึ้นรูปโลหะผง

การขึ้นรูปโลหะผงเป็นวิธีการผลิตชิ้นส่วนต่างๆในอุตสาหกรรม ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนที่สำคัญ คือ<sup>17-18</sup>

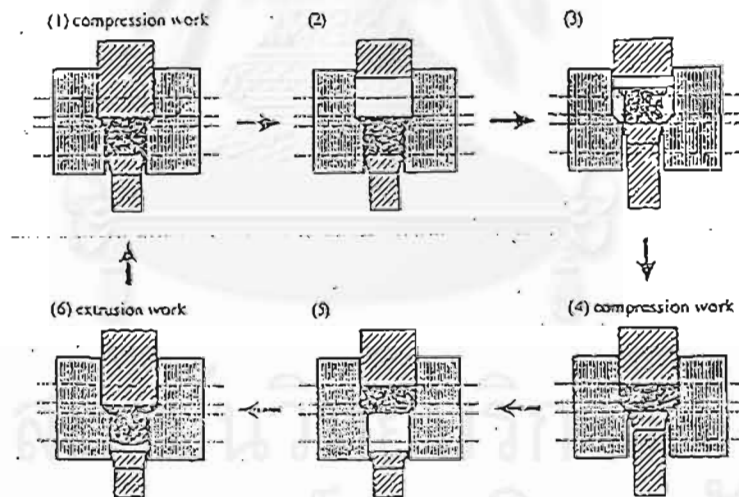
### 1. การผลิตผงโลหะ (Powder Production)

ในขั้นตอนการผลิตโลหะสามารถผลิตได้ 3 วิธี คือ วิธีการทางกล วิธีการฟิสิกส์และวิธีการเคมี การเลือกวิธีการผลิตผงโลหะขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะผงที่ต้องการ สำหรับการผลิตผงโลหะผสม เช่น อะลูมิเนียมผสมสามารถผลิตได้จากวิธี Mechanical Alloying ซึ่งจัดเป็นวิธีการผลิตผงโลหะผสมด้วยวิธีการทางกลในสถานะของแข็ง จึงให้ผลดีหลายประการ คือ สามารถควบคุมสิ่งเจือปน (impurity) ในการผลิตได้ง่ายเนื่องจากไม่จำเป็นต้องมีการหลอม สามารถควบคุมให้ขนาดเกรนละเอียดทำให้ความแข็งแรงและความเหนียวสูง วิธี Mechanical Alloying ที่เป็นที่รู้จัก คือ Milling และ Attriting Mechanical Alloying ซึ่งอาศัยกลไกหลัง 3 ขั้นตอน คือ การเชื่อมติดกันของผงโลหะและเกิดการแปรรูปแบบถาวร ผงโลหะที่เกิดการแปรรูปแตกหัก และการเชื่อมติดใหม่ของผงโลหะ เป็นกลไกสำคัญที่ทำให้เกิดผงโลหะผสม กลไกของวิธี Mechanical Alloying สามารถแสดงการเกิดโลหะผสมได้ดังรูปที่ 2.14<sup>19</sup>



รูปที่ 2.14 กลไกของ Mechanical Alloying<sup>19</sup>

Bulk Mechanical Alloying (BMA) ซึ่งเป็นวิธีที่รายงานไว้โดย Aizawa, Kihara และคณะ<sup>20-22</sup> เป็นวิธี Mechanical Alloying ซึ่งขึ้นรูปโลหะผสมในสถานะของแข็ง โดยผสมผงโลหะภายในแบบและออคัย การตีขึ้นรูป(forging) และการอัดขึ้นรูป(extrusion) ซ้ำเป็นรอบเป็นขั้นตอนที่ทำให้เกิดผงโลหะผสม ดังแสดงในรูปที่ 2.15

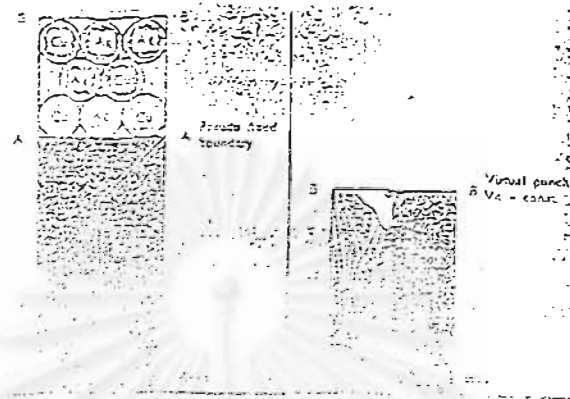


รูปที่ 2.15 ขั้นตอนในแต่ละรอบของ BMA<sup>20</sup>

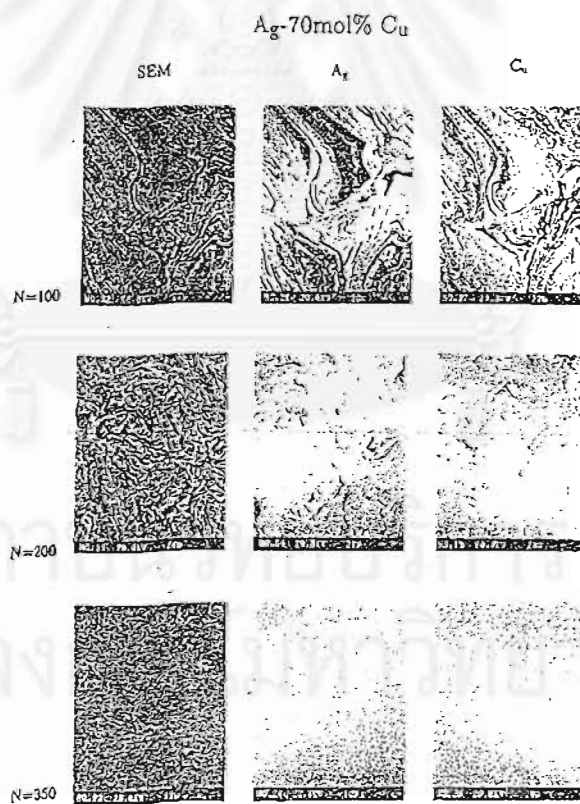
ในแต่ละรอบจะเกิดการผสมของผงโลหะ (mixing) และโครงสร้างจุลภาคละเอียดขึ้นตามจำนวนรอบที่เพิ่มขึ้นแม้ว่าโลหะผสมทั้งสองชนิดจะมีความเหนียวสูง เนื่องจากการแปรรูปแบบถาวรและการไหลของผงโลหะซึ่งทำให้ผงโลหะเปลี่ยนรูปร่างเป็นลักษณะยาวแล้วเกิดการแตกหักจากนั้นรวมตัวกันใหม่ ดังแสดงในรูปที่ 2.16 กลไกที่เกิดขึ้นสามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้ 1) การ



จัดเรียงตัวใหม่ของผงโลหะ 2) การแปรรูปแบบถาวร และ 3) การรวมตัวกันของผงโลหะ จากกลไกนี้ จึงสามารถแยก Bulk Mechanical Alloying ออกจากวิธี milling หรือ attriting อย่างชัดเจนเนื่องจาก การส่งผ่านความเค้น (stress transfer) เป็นปัจจัยสำคัญต่อการแปรรูปแบบถาวรและการถ่ายเทมวล ใน Bulk Mechanical Alloying



รูปที่ 2.16 การแปรรูปแบบถาวรในแบบของวิธี BMA<sup>20</sup>



รูปที่ 2.17 โครงสร้างจุลภาคของเงินและทองแดงหลังจาก BMA<sup>21</sup>

ในการศึกษาของ Aizawa Tatsuzawa และ Kihara โดยขึ้นรูปโลหะผสมเงินและทองแดงร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying โดยใส่ผงโลหะเงินและทองแดงบริสุทธิ์ลงในแบบเป็นชั้นสลับกันแล้วผ่านขั้นตอน Bulk Mechanical Alloying และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ 100 200 และ 300 รอบด้วย Scanning Electron Microscope พบว่าผงโลหะเงินและทองแดงผสมกันจนเป็นเนื้อเดียว ดังรูปที่ 2.17 และเมื่อตรวจสอบชิ้นงานด้วย X-rays Diffraction และอาศัย Scherrer formula พบว่าขนาดเกรนลดลงอย่างสม่ำเสมอทั้งชิ้นงานจนมีขนาด 12 นาโนเมตร เมื่อใช้จำนวนรอบของ Bulk Mechanical Alloying 500 รอบ การขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying ซึ่งให้ขนาดเกรนในระดับนาโนเมตรจึงเพิ่มอัตราการแพร่ซึ่งเป็นปัจจัยที่มีผลสำคัญต่อความแข็งแรงและลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานที่ทำในไตรดิงแบบพลาสมา

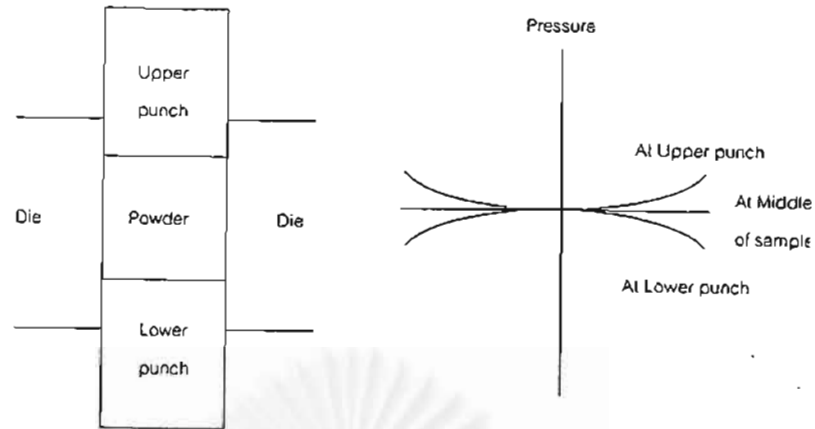
## 2. การผสมผงโลหะ (Mixing)

ในขั้นนี้ จะผสมผงโลหะเพื่อให้ได้คุณสมบัติตามที่ต้องการ เช่น ผสมผงโลหะกับสารหล่อลื่น (lubricant) เพื่อจุดประสงค์ที่สำคัญ คือ ลดแรงเสียดทานระหว่างผนังแบบกับผงโลหะรวมทั้งระหว่างผงโลหะ และเพื่อช่วยให้การส่งผ่านแรงระหว่างการอัดขึ้นรูปเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ ผสมผงโลหะกับตัวประสาน (binder) เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงานที่ยังไม่ผ่านการ sinter รวมทั้งการผสมธาตุผสม (alloying elements) โดยทั่วไปก็ทำในขั้นตอนนี้เช่นกัน

## 3. การขึ้นรูปผงโลหะ (Green Forming)

การขึ้นรูปผงโลหะสามารถทำได้หลายวิธีโดยไม่อาศัยแรงภายนอก เช่น Slip casting หรือ tape casting และวิธีอาศัยแรงภายนอก เช่น การขึ้นรูปโดยใช้ความดันอัดผงโลหะลงในแบบ การให้ isostatic pressure การรีดขึ้นรูปเป็นแผ่น แรงภายนอกจะทำให้ผงโลหะจัดเรียงตัวใหม่ เกิดการแปรรูปแบบถาวรของผงโลหะ จากนั้นผงโลหะที่ถูกแปรรูปแล้วแตกหักเป็นชิ้นเล็ก ขั้นตอนทั้ง 3 ขั้นนี้เป็นขั้นตอนหลักในการอัดขึ้นรูปผงโลหะ

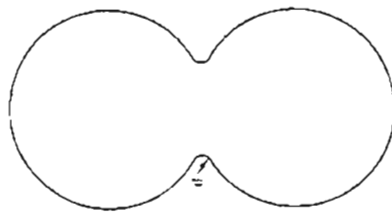
การขึ้นรูปโดยใช้ความดันอัดผงโลหะลงในแบบได้มีการศึกษาถึงการกระจายของความดันในการอัดขึ้นรูป แบบจำลองที่เป็นที่ยอมรับแบบหนึ่ง คือ แบบจำลองของ Thompson ซึ่งอธิบายการกระจายของความดันในชิ้นงานทรงกระบอกไว้ดังรูปที่ 2.18 ความดันในชิ้นงานเปลี่ยนแปลงตามแนวรัศมีและตามความสูงของชิ้นงาน และทำให้ความหนาแน่นในชิ้นงานมีค่าแตกต่างกันตามการกระจายตัวของความดัน



รูปที่ 2.18 การกระจายของความดันในการอัดขึ้นรูปตามแบบจำลองของ Thompson

#### 4. sintering

การ sintering เป็นกระบวนการที่ผงโลหะซึ่งอัดแน่นเปลี่ยนเป็นเนื้อเดียวโดยผ่านการเกิดและโตขึ้นของคอ (neck) และการกำจัดรู (porosity) การ sintering สามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิสูงเนื่องจากมีพื้นผิว (surface area) มากทำให้มีพลังงาน (free energy) สูง ในระหว่างการ sintering จะเกิดคอและโตขึ้น ทำให้พื้นที่ผิวลดลง ขนาดของคอก็อาจแสดงได้โดยค่าความกว้างของคอ ( $x$ ) และค่ารัศมีของคอ ( $r$ ) ดังรูปที่ 2.19 นอกจากนี้ยังอาจเกิดการหดตัวและความหนาแน่นอาจเพิ่มขึ้นในระหว่างกระบวนการ sintering ด้วย



รูปที่ 2.19 คอ (neck) ที่เกิดระหว่างผงโลหะในขั้นตอน sintering<sup>17</sup>

ขั้นตอนของการ sintering อาจแบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอน คือ

- (1) initial stage of sintering เป็นขั้นตอนที่อัตราส่วนของ  $x$  ต่อ  $r$  ยังคงต่ำกว่า 0.3 และลักษณะของช่องว่างยังคงมีความต่อเนื่องและมีรูปร่างผิดปกติ (irregular shape) โครงสร้างจุลภาคยังคงมีลักษณะเป็นผงโลหะมากกว่าเป็นเกรน
- (2) intermediate stage of sintering ในขั้นนี้ช่องว่างเกิดการเปลี่ยนรูปร่างเป็นทรงกระบอก พื้นที่ผิวลดลงและโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะเป็นเกรนมากกว่าเป็นผงโลหะ
- (3) final stage of sintering ช่องว่างภายในชิ้นงานมีรูปร่างเป็นทรงกลมไม่ต่อเนื่องที่ขอบเกรน และเกรนโตขึ้นในขั้นตอนนี้



### บทที่ 3

#### ระเบียบวิธีการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาถึงผลของไนไตรดิงแบบพลาสมาต่ออะลูมิเนียม และโลหะผสมอะลูมิเนียมที่มีไทเทเนียมผสมอยู่ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก สำหรับขั้นตอนในการศึกษาอาจแบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน คือ ส่วนการเตรียมชิ้นงานที่ประเทศญี่ปุ่นและส่วนการวิเคราะห์คุณลักษณะของชิ้นงาน

#### ส่วนการเตรียมชิ้นงาน

เนื่องจากข้อจำกัดในด้านอุปกรณ์ของไนไตรดิงแบบพลาสมา จึงได้เตรียมชิ้นงานทั้งหมดที่ประเทศญี่ปุ่น โดยชิ้นงานที่ใช้ในการวิจัยนี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มตามวิธีการขึ้นรูป คือ

1. ชิ้นงานอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็น (cold compact)
2. ชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมไทเทเนียมร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying (BMA) และอัดขึ้นรูปร้อน (warm press)

#### วัตถุดิบในการเตรียมชิ้นงาน

1. ผงอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ทางการค้า (commercial pure) ซึ่งใช้สำหรับชิ้นงานอะลูมิเนียมที่อัดขึ้นรูปเย็นและชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมที่ขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying มีส่วนผสมทางเคมีดังต่อไปนี้

อะลูมิเนียม	มากกว่าร้อยละ 99.3 โดยน้ำหนัก
เหล็ก	น้อยกว่าร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก
ทองแดง	น้อยกว่าร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก
สังกะสี	น้อยกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก
แมงกานีส	น้อยกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก
แมกนีเซียม	น้อยกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก
ไทเทเนียม	น้อยกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก

2 ผงไทเทเนียมบริสุทธิ์ ใช้สำหรับขึ้นงานอะลูมิเนียมผสมซึ่งขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying

3 พาราฟิน (Paraffin) ซึ่งมีสูตรเคมี  $C_nH_{2n+2}$  และจุดหลอมเหลวประมาณ 60-62 °C ความหนาแน่นประมาณ 0.87-0.94 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้เป็นสารหล่อลื่น (lubricant) สำหรับขึ้นงานอะลูมิเนียมผสมซึ่งขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying

4 ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และก๊าซไฮโดรเจนบริสุทธิ์ ในกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา

### วิธีขึ้นรูปชิ้นงาน

วิธีการขึ้นรูปชิ้นงานขึ้นงานที่ขึ้นรูปจากโลหะผสมอะลูมิเนียมบริสุทธิ์โดยวิธีอัดขึ้นรูปเย็น ( cold compact ) มีขั้นตอนดังนี้

1.1 อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

1.2 ทำไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C (100 Volt 0.2Amp.) และ 600 °C (200 Volt 0.3Amp.) เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ได้มีขนาดและรูปร่าง ดังรูปที่ 3.1

ชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากโลหะผสมอะลูมิเนียมไทเทเนียมร้อยละ 1 โดยน้ำหนักด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying (BMA) และอัดขึ้นรูปร้อนโดยมีขั้นตอนดังนี้

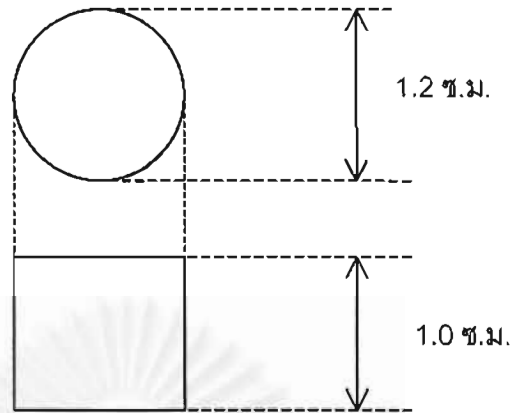
2.1 ผสมผงโลหะอะลูมิเนียมและไทเทเนียมโดยวิธี Bulk Mechanical Alloying ดังรูปที่ 2.17 จำนวน 300 รอบ

2.2 บดโลหะผสมอะลูมิเนียมไทเทเนียมที่ได้จากข้อ 2.1 เพื่อนำไปใช้ขึ้นรูปชิ้นงานตามรูปร่างที่ต้องการ

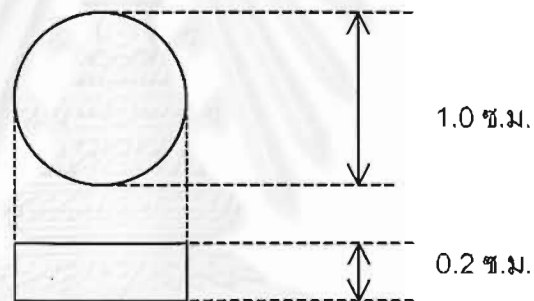
2.3 นำไปอัดขึ้นรูปร้อนที่อุณหภูมิ 300 °C ซึ่งใช้เวลาประมาณ 60 นาที ด้วยความดันสูงสุดประมาณ 0.94 GPa จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวลงภายในเตา

2.4 นำไปผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C (100 Volt 0.2Amp.) เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ได้มีรูปร่างและขนาด ดังรูปที่ 3.2

## ชิ้นงานอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสม



รูปที่ 3.1 รูปร่างและขนาดของชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็น



รูปที่ 3.2 รูปร่างและขนาดของชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปด้วย Bulk Mechanical Alloying และ อัดขึ้นรูปร้อน

### 3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบและวิเคราะห์ชิ้นงานมีดังนี้

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope SEM) ใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน
2. Energy Disperse X-ray Spectrometer (EDS) ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุที่ผิวชิ้นงาน
3. กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope) ใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ผิวและภายในชิ้นงาน
4. กล้องถ่ายรูป ใช้ในการบันทึกข้อมูลโครงสร้าง
5. เครื่องวัดความแข็งแบบ Micro Vickers ใช้ในการตรวจสอบความแข็งผิว ความแข็งภายในและความแข็งที่ระดับความลึกต่างๆ
6. X- ray Photoelectron Spectrometer (XPS) ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังจากไนไตรดิงแบบพลาสมา
7. X-ray Diffractometer ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังจากไนไตรดิงแบบพลาสมา
8. เครื่องชั่งน้ำหนัก ใช้ชั่งน้ำหนักในน้ำและในอากาศเพื่อคำนวณค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์
9. เครื่องตัด ใช้ตัดชิ้นงานเพื่อเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างและความแข็ง
10. เครื่องขัด ใช้ในการเตรียมชิ้นงานสำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและความแข็ง

### 3.2 วิธีดำเนินการทดลอง

ขั้นตอนการทดลองในงานวิจัยนี้สามารถแบ่งออกเป็น 5 ส่วน คือ

- 3.2.1 ตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ของชิ้นงานทั้งหมด
- 3.2.2 ตรวจสอบโครงสร้างของชิ้นงานทั้งหมด
- 3.2.3 ตรวจสอบเชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา
- 3.2.4 ตรวจสอบความแข็งและความแข็งผิวของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา
- 3.2.5 วิเคราะห์ข้อมูล



### 3.2.1 ตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ของชิ้นงาน

ตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงานทั้งหมดโดยวิธีอาร์คิมิดีส (Archimedes method) ซึ่งอาศัยความสัมพันธ์ความหนาแน่นของชิ้นงานกับน้ำหนักในน้ำและในอากาศ ความสัมพันธ์นี้สามารถแสดงดังสมการที่ 3.1

$$\rho = \frac{W_{air}}{W_{air} - W_{water}} \times \rho_{water} \quad 3.1$$

โดย	$\rho$	คือ	ความหนาแน่นของชิ้นงาน
	$\rho_{water}$	คือ	ความถ่วงจำเพาะของน้ำ
	$W_{air}$	คือ	น้ำหนักที่ได้จากการชั่งในอากาศ
	$W_{water}$	คือ	น้ำหนักที่ได้จากการชั่งในน้ำ

เมื่อชั่งน้ำหนักชิ้นงานในน้ำและอากาศแล้วนำมาคำนวณความหนาแน่นของชิ้นงานด้วยสมการที่ 3.1 จากนั้นสามารถคำนวณความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ของชิ้นงาน

### 3.2.2 ตรวจสอบโครงสร้างของชิ้นงาน

ในส่วนนี้จะทำการตรวจสอบโครงสร้างของชิ้นงานทั้งหมดโดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ โครงสร้างมหภาคและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

#### 3.2.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

ในส่วนนี้จะตรวจสอบโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานทั้งหมดโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แสง ซึ่งมีกำลังขยายตั้งแต่ 20 ถึง 80 เท่า

### 3.2.2.2 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

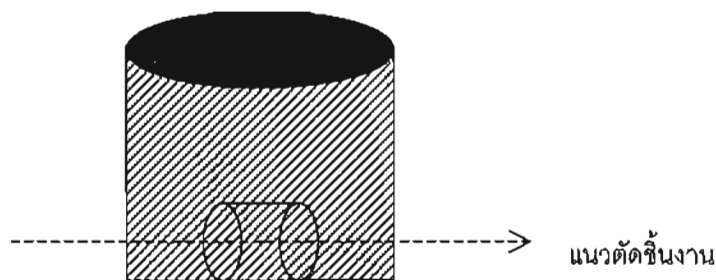
ในส่วนนี้จะตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทั้งหมดบริเวณผิวชิ้นงานและภายในชิ้นงานโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope SEM) สำหรับขั้นตอนในส่วนนี้สามารถแสดงรายละเอียดได้ดังนี้

#### การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงาน

1. ตรวจสอบชิ้นงานที่ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาดแล้วถ่ายรูป
2. ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงแล้วถ่ายรูป

#### การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงาน

1. หล่อชิ้นงานในเรซิน (cold mount) ตามรูปที่ 3.3 เพื่อความสะดวกในการจับชิ้นงานตัดและขัด
2. ตัดชิ้นงานดังรูปที่ 3.3 ด้วยเครื่องตัด Discotom เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคในภาคตัดขวาง
3. ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400 600 800 1000 1200 และ 4000 ตามลำดับ
4. ขัดชิ้นงานด้วยผงเพชรขนาด 3 1 และ 0.25 ไมครอนตามลำดับ
5. ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงแล้วถ่ายรูป



รูปที่ 3.3 ชิ้นงานภายในเรซินและแนวตัดชิ้นงาน

### 3.2.3 การตรวจสอบเชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงาน

ในขั้นตอนนี้จะทำการตรวจสอบผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุและสารประกอบ คือ เครื่อง X-rays Diffractometer (XRD) Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS) ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด X-rays Photoelectron Spectrometer (XPS) และ เครื่อง Glancing Angle X-ray Diffraction (GAXD)

### 3.2.4 ตรวจสอบความแข็งของชิ้นงาน

การตรวจสอบความแข็งของชิ้นงานทั้งหมดจะทำโดยวิธีวัดความแข็งแบบ Vickers โดยใช้เครื่องวัดความแข็งแบบ Micro Vickers ในการวัดค่าความแข็งเฉลี่ยของผิวและภายในชิ้นงาน (หัวข้อ 3.2.4.1 และ 3.2.4.2) ทำโดยวัดความแข็ง 10 ค่าแล้วเลือกค่ากลาง 8 ค่ามาใช้ในการคิดค่าความแข็งเฉลี่ยของชิ้นงานแต่ละชิ้นงาน

#### 3.2.4.1 ตรวจวัดความแข็งผิวชิ้นงาน

1. ทำการตรวจวัดความแข็งที่ผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและไม่ได้ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาโดยทำการวัดความแข็งตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานเพื่อศึกษาความสม่ำเสมอของความแข็งที่ผิวของชิ้นงานก่อนไนโตรดิงแบบพลาสมา
2. เลือกส่วนที่มีความแข็งสม่ำเสมอแล้วนำมาวัดความแข็งผิวของชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็นที่ไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา
3. วัดความแข็งบริเวณผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธีการอัดขึ้นรูปเย็นและวิธี Bulk Mechanical Alloying (BMA) โดยเลือกบริเวณเดียวกับข้อ 2.

#### 3.2.4.2 ตรวจวัดความแข็งภายในชิ้นงาน

1. วัดความแข็งภายในชิ้นงานโดยเลือกบริเวณเดียวกับส่วนที่มีความแข็งผิวสม่ำเสมอ (ดังข้อ 2 ในหัวข้อ 3.2.4.1) เพื่อเปรียบเทียบความแตกต่างของความแข็งของผิวชิ้นงานและความแข็งภายในชิ้นงานและลดผลกระทบของการกระจายตัวของความเค้นขณะอัดขึ้นรูปชิ้นงาน

2. วัดความแข็งแรงภายในชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดขึ้นรูปเย็นและวิธี Bulk Mechanical Alloying

### 3.2.4.3 ตรวจวัดความแข็งแรงที่ตำแหน่งความลึกต่างๆจากผิว

วัดความแข็งแรงภายในชิ้นงานซึ่งขึ้นรูปจากวิธีการอัดขึ้นรูปเย็นและ Bulk Mechanical Alloying ที่ความลึกประมาณ 5 10 15 และ 20 ไมครอน จากผิวชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา

### 3.2.4.4 เปรียบเทียบค่าความแข็งแรงของชิ้นงาน

หลังจากวัดค่าความแข็งแรงทั้งหมดในขั้นตอนที่ 3.2.4.1-3.2.4.3 แล้วนำค่าความแข็งแรงที่ได้มาเปรียบเทียบกันดังนี้

เปรียบเทียบค่าความแข็งแรงผิวและความแข็งแรงภายในของแต่ละชิ้นงาน

เปรียบเทียบค่าความแข็งแรงผิวเฉลี่ยของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา

เปรียบเทียบความแข็งแรงเฉลี่ยภายในชิ้นงานทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา

### 3.2.5 การวิเคราะห์ข้อมูล

หลังจากตรวจวัดความแข็งแรง ความหนาแน่นสัมพัทธ์และตรวจสอบเชิงคุณภาพแล้ว นำข้อมูลทั้งหมดที่ได้มาวิเคราะห์ถึงโครงสร้างของผิวชิ้นงานและผลของปัจจัย คือ อุณหภูมิและความหนาแน่นสัมพัทธ์ ต่อความแข็งแรงของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา รวมทั้งความเป็นไปได้ในการนำโลหะผสมอะลูมิเนียมไทเทเนียมซึ่งขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying มาปรับปรุงความแข็งแรงด้วยวิธีไนไตรดิงแบบพลาสมา

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

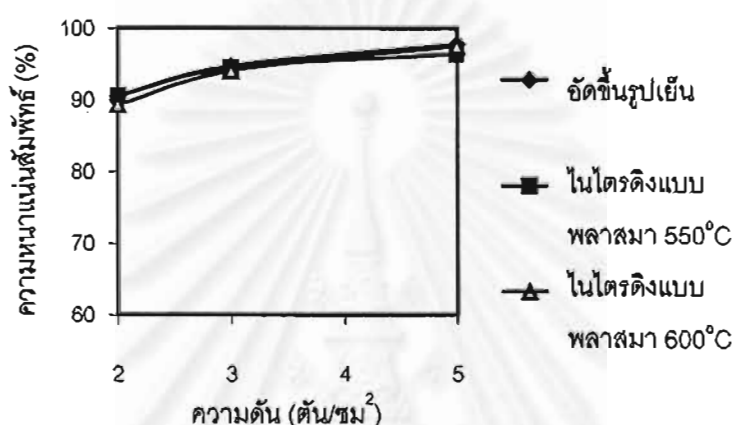
#### 4.1 ผลการตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน (Relative density)

ผลการตรวจสอบความหนาแน่นและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานทั้งหมดแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานทั้งหมด

วิธีการขึ้นรูป	ความดัน ตัน/ซม <sup>2</sup>	น้ำหนักในอากาศ (g)	น้ำหนักในน้ำ (g)	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่น สัมพัทธ์ %
อัดขึ้นรูปเย็น	2	2.7395	1.6187	2.436	90.572
	3	1.1848	0.7215	2.549	94.762
	5	1.3599	0.8446	2.631	97.791
อัดขึ้นรูปเย็นและ ไนไตรดิงแบบพลาสมา ที่ 550°C	2	0.8468	0.5002	2.435	90.532
	3	1.3412	0.8151	2.541	94.466
	5	2.182	1.3435	2.594	96.428
อัดขึ้นรูปเย็นและ ไนไตรดิงแบบพลาสมา ที่ 600°C	2	0.8784	0.5139	2.402	89.299
	3	0.8851	0.5364	2.530	94.057
	5	2.8023	1.7375	2.623	97.521
BMA และอัดขึ้นรูปร้อน ไนไตรดิงแบบพลาสมา ที่ 550°C	0.96	0.4216	0.2486	2.429	90.304

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์แปรผันกับความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปเย็นชิ้นงาน โดยเมื่อความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปเย็นสูงขึ้นถึง 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสูงถึงร้อยละ 98 อย่างไรก็ตามกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาทั้งที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C ไม่มีผลสำคัญต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์ ดังจะเห็นได้จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อัดขึ้นรูปเย็นจากความดันเท่ากันมีค่าใกล้เคียงกันมาก ดังแสดงในรูปที่ 4.1

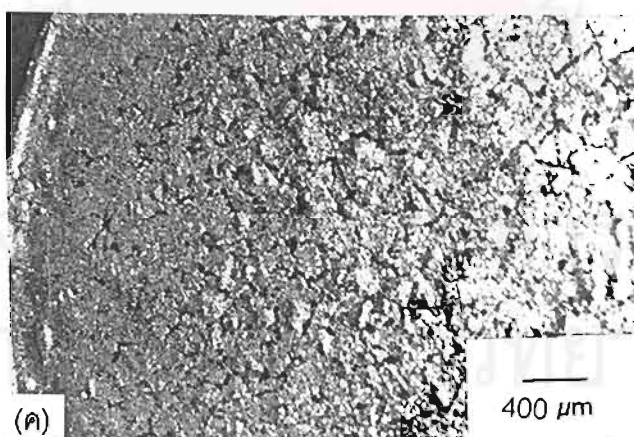
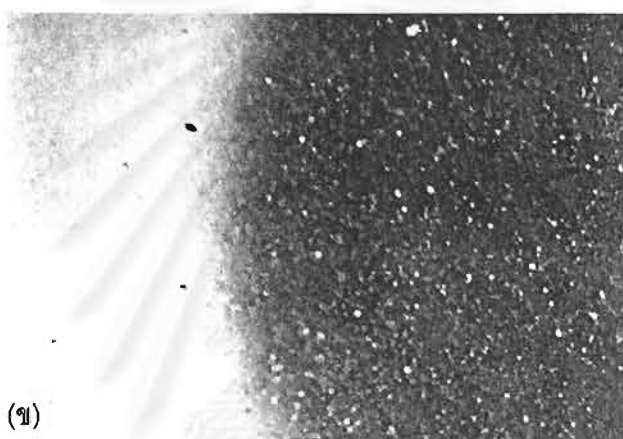
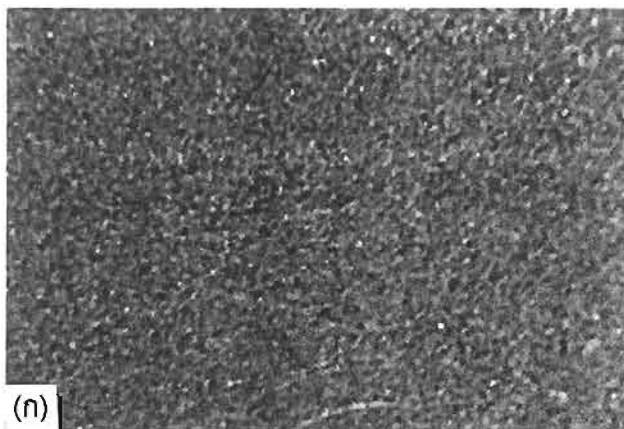


รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ของความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานและความหนาแน่นสัมพัทธ์

## 4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้าง

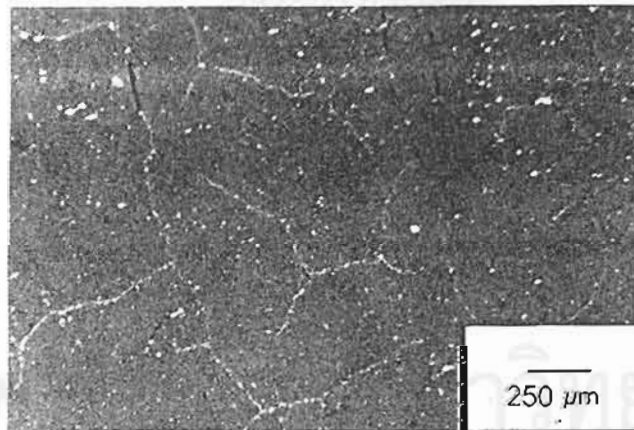
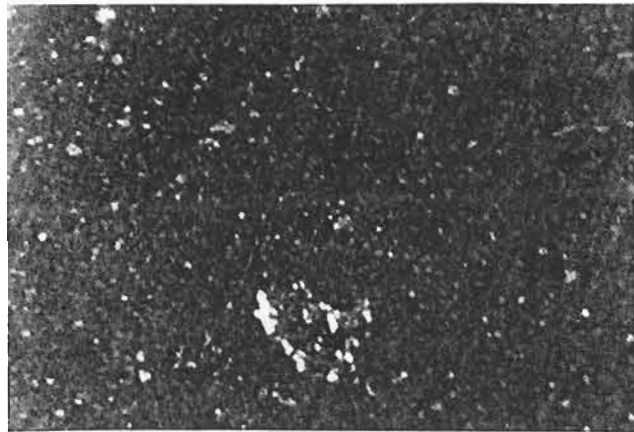
### 4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างมหภาค (Macrostructure)

โครงสร้างมหภาคของชิ้นงานอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็นโดยไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา มีลักษณะสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (ก) หลังจากชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็นแล้วผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาทั้งที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C พบว่าผิวของชิ้นงานมีลักษณะดำเงา และบริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมาสามารถแยกออกเป็น 2 ส่วนอย่างชัดเจน คือ ส่วนขอบชิ้นงาน และส่วนกลางชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.2 (ข) สำหรับโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานอะลูมิเนียมไทเทเนียมที่ขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying และไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมงพบว่า มีลักษณะเงาและแยกออกเป็น 2 ส่วนเช่นกันดังรูปที่ 4.2 (ค)



รูปที่ 4.2 โครงสร้างมหภาคของชิ้นงาน (ก) ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็น (ข) ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นและไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (ค) ชิ้นงานอะลูมิเนียมไทเทเนียมขึ้นรูปด้วยวิธี BMA และ ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง

จากการตรวจสอบโครงสร้างมหภาคสามารถสังเกตพบรอยแตกขนาดเล็กในส่วนกลางชิ้นงานทุกชิ้นที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็น 100 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.3 แต่ไม่พบรอยแตกเกิดขึ้นในชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและ Bulk Mechanical Alloying และไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง

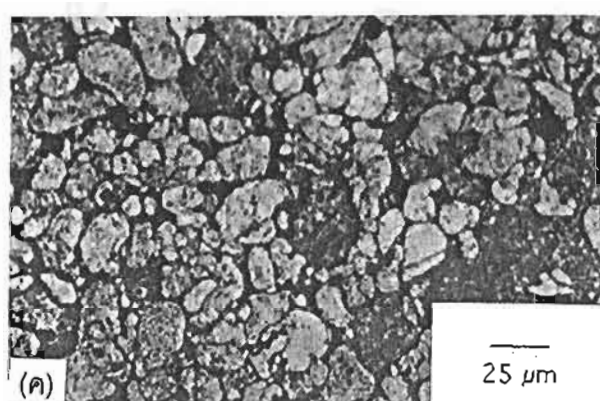
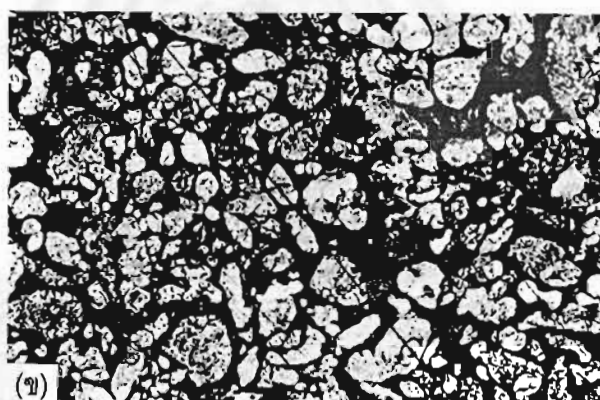
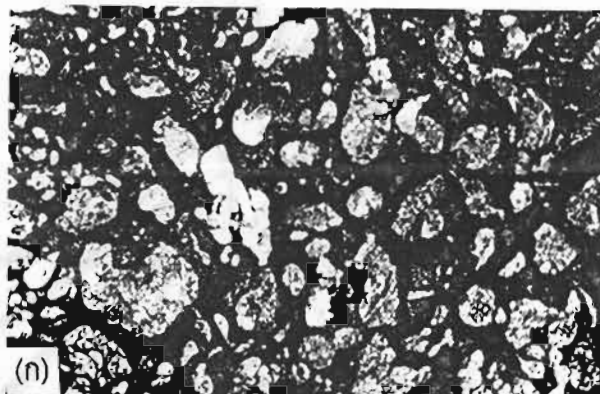


รูปที่ 4.3 ชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตรและไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 และ 600 °C 100 ชั่วโมงซึ่งพบและไม่พบรอยแตก



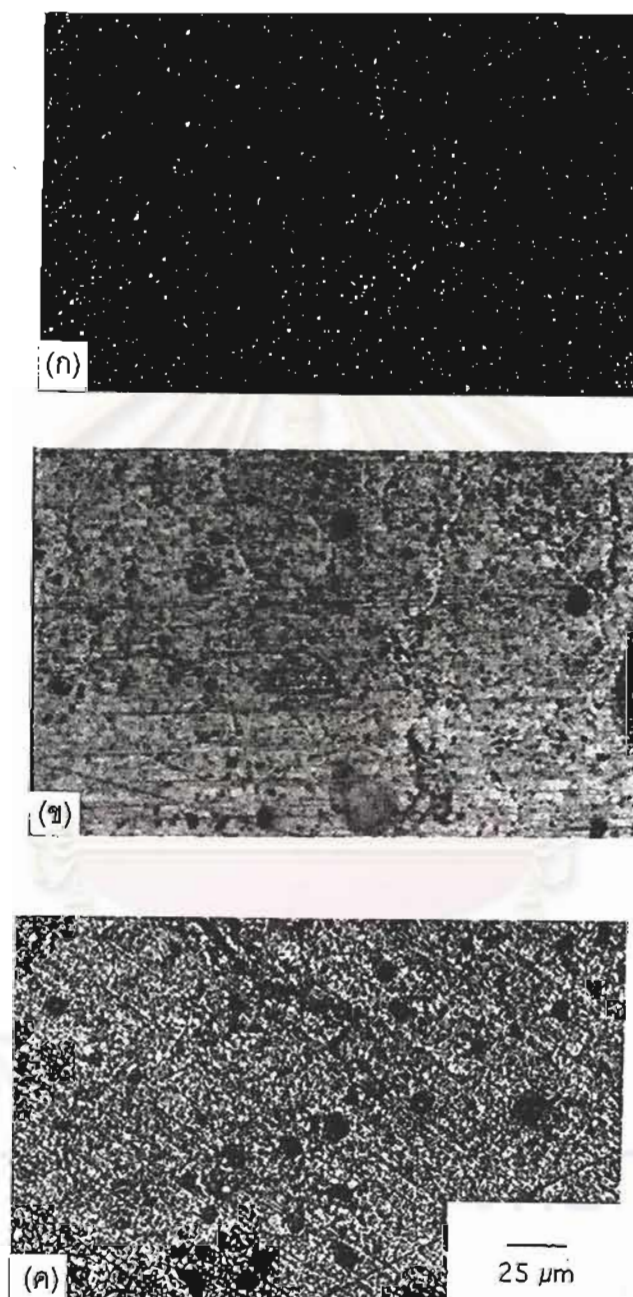
#### 4.2.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure)

รูปที่ 4.4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน 2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตรและไม่ได้ผ่านกระบวนการไนไตรดิงซึ่งยังคงมีลักษณะเป็นผงโลหะอะลูมิเนียมอย่างชัดเจน ปริมาณรูพรุนในชิ้นงานลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเพิ่มความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นจาก 2 ถึง 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร และสอดคล้องกับผลการตรวจสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานในตารางที่ 4.1

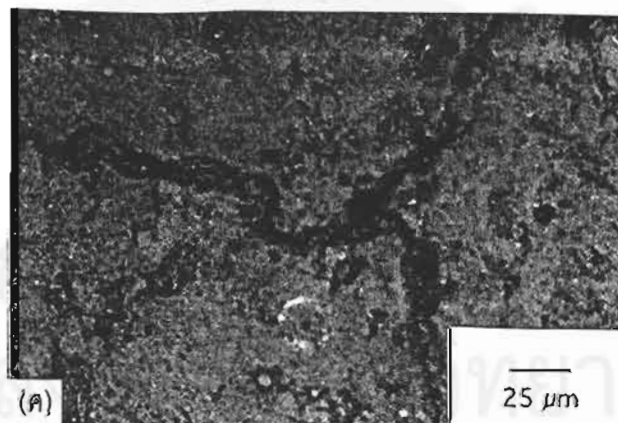


รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมที่อัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นแล้วผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาดังแสดงผลในรูปที่ 4.5 ไม่พบรอยแตกที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C แต่สามารถตรวจพบรอยแตกในชิ้นงานที่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C อย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร ที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา 550 °C 100 ชั่วโมง



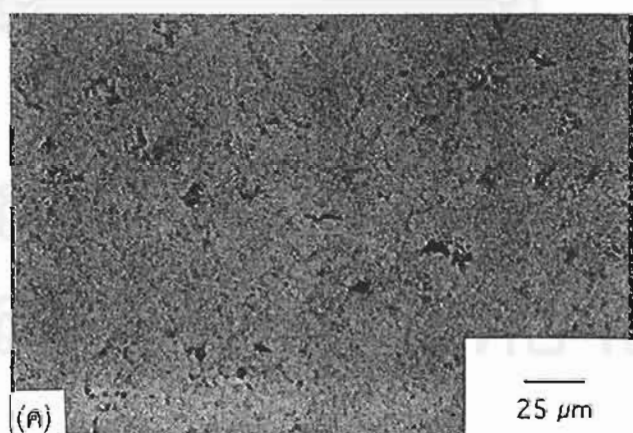
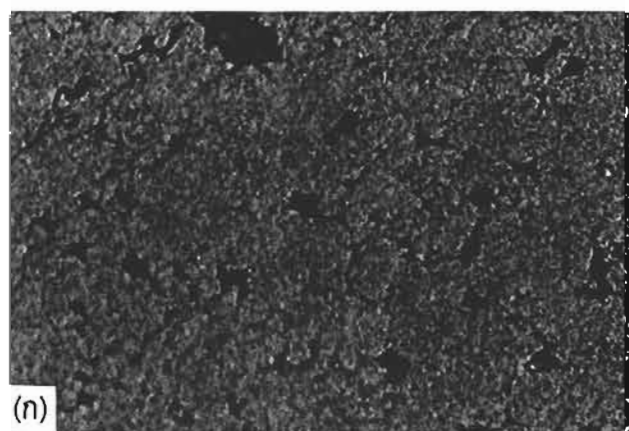
รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นโดยใช้ความดัน (ก) 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ค) 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร ที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา 600 °C 100 ชั่วโมง

นอกจากนั้น เมื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ผิวชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope SEM) พบว่ามีเม็ดกลมกระจายอยู่ทั่วไปที่บริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาทั้งที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C ลักษณะและสัณฐานของเม็ดกลมนี้สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.7 แต่ไม่พบเม็ดกลมที่ผิวของชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นที่ไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาและชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying

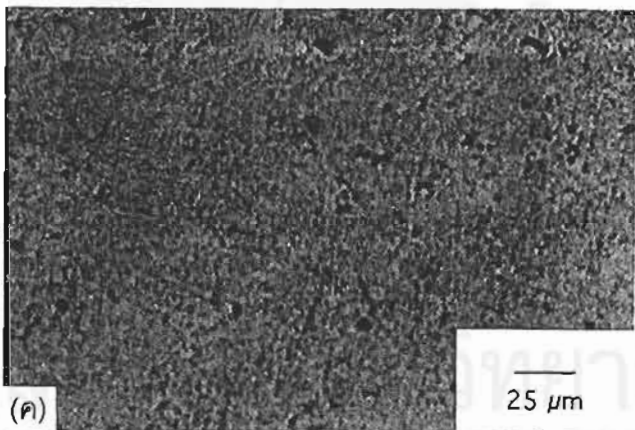
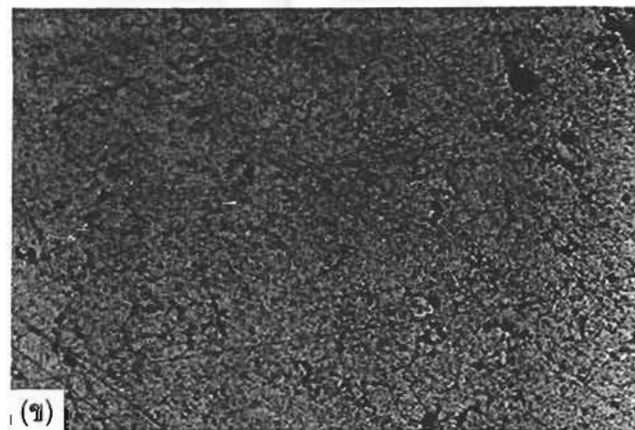
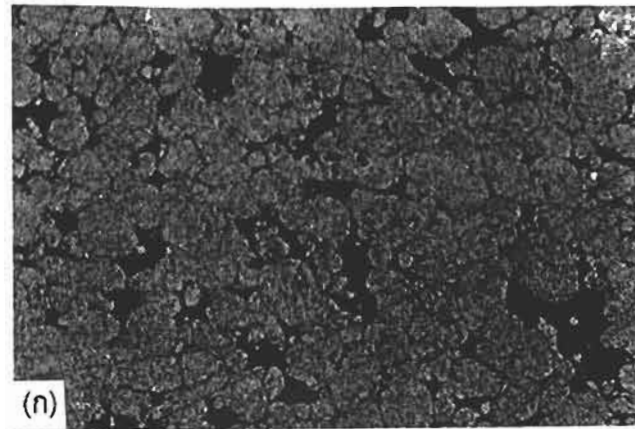


รูปที่ 4.7 ลักษณะและสัณฐานของเม็ดกลมที่พบบริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา

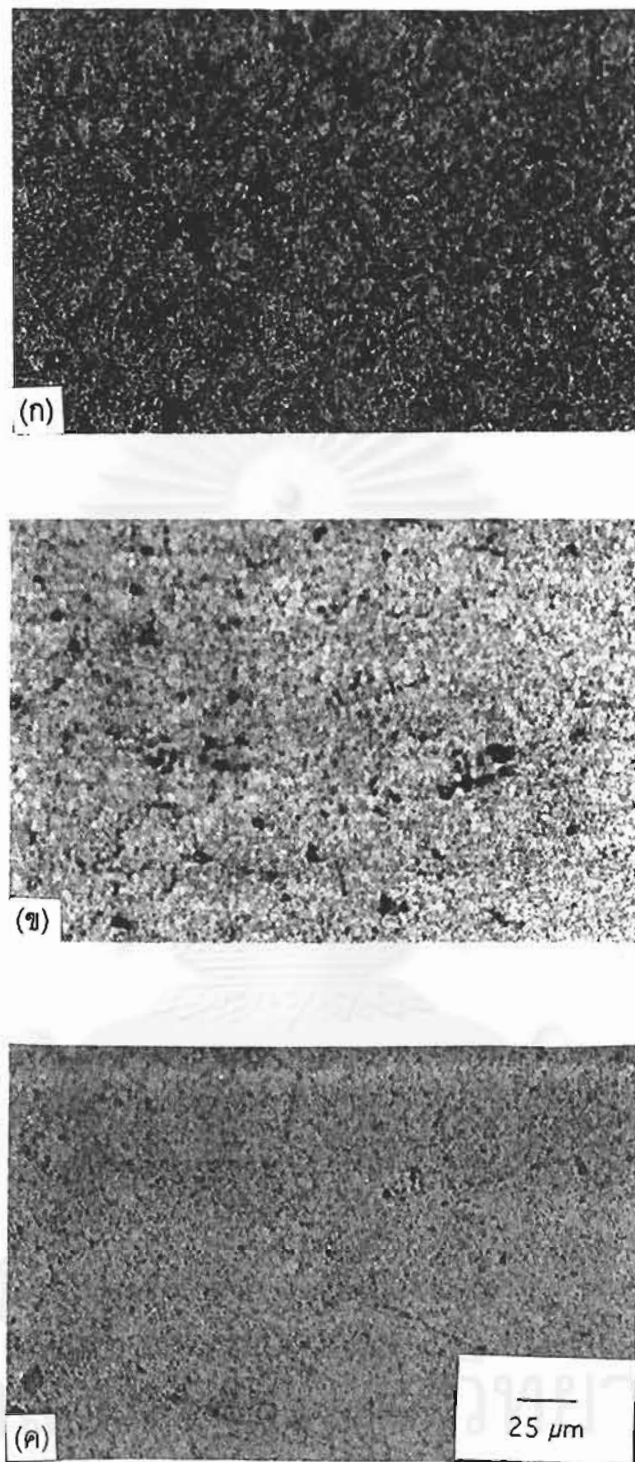
หลังจากขัดชิ้นงานและตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานทั้งหมด พบว่าในชิ้นงานที่ไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมายังคงมีลักษณะเป็นผงอะลูมิเนียมที่เกิดการแปรรูปแบบถาวร (plastic deformation) ดังแสดงในรูปที่ 4.8(ก) 4.9(ก) และ 4.10(ก) แต่สำหรับชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาพบว่า เกิดคอ (neck) ขึ้นระหว่างผงโลหะ และมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น นอกจากนี้ ลักษณะของรูพรุนภายในชิ้นงานเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจากรูปร่างผิดปกติ (irregular shape) เป็นรูปร่างกลม สำหรับชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying และผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง พบว่ามีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันเช่นเดียวกับชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นและผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา รูปที่ 4.11 แสดงโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying และไนไตรดิงแบบพลาสมา



รูปที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็น ความดัน 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ก) ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก (ข) ไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง



รูปที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็น ความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ก) ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติกมา (ข) ไนโตรดิงแบบพลาสติกมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนโตรดิงแบบพลาสติกมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง



รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานอัดขึ้นรูปเป็น ความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ก) ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา (ข) ไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ค) ไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง



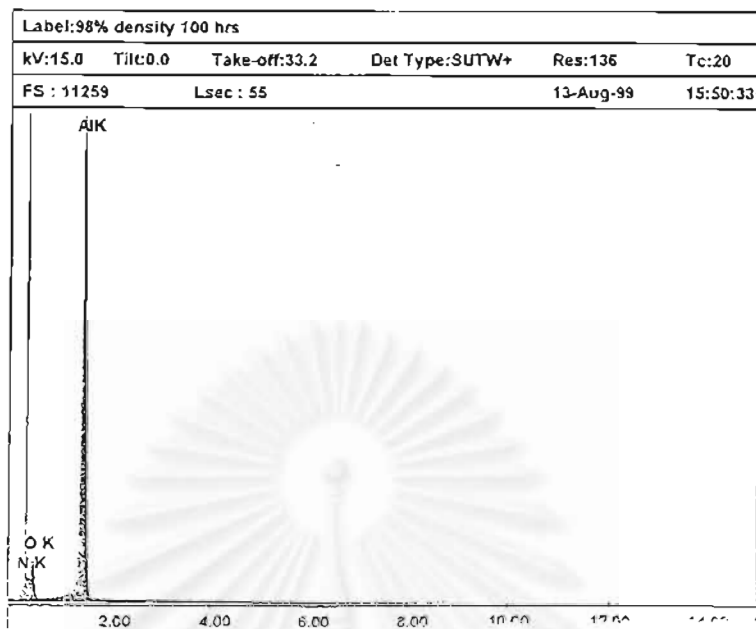
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying และผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง

#### 4.3 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

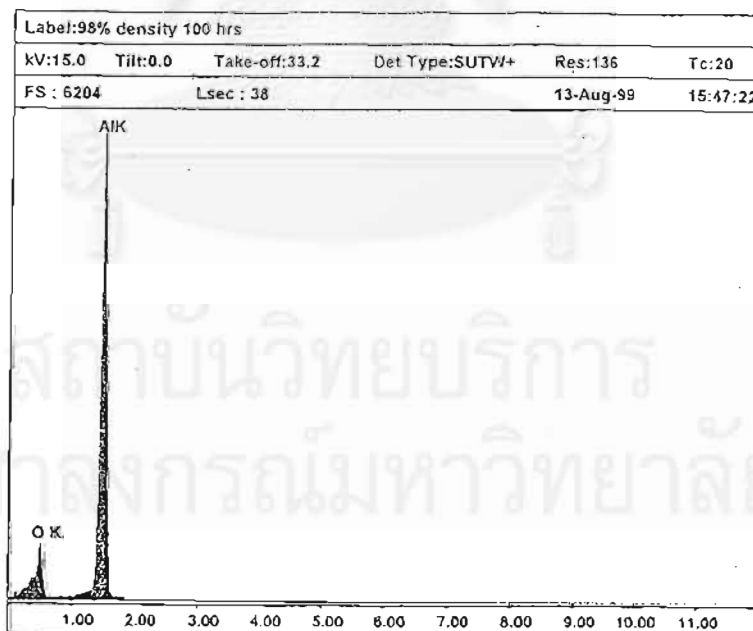
จากการตรวจวิเคราะห์เชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาด้วย Energy Disperse X-ray Spectrometer (EDS) ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (SEM) โดยใช้ Ultra Thin Window (UTW) พบว่า ผิวของชิ้นงานประกอบด้วยธาตุ อะลูมิเนียม ออกซิเจนและไนโตรเจน ผลของการตรวจสอบผิวของชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นและผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง ด้วย Energy Disperse X-ray Spectrometer แสดงผลดังรูปที่ 4.12

จากผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาดพบเม็ดกลมกระจายอยู่บนผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา จึงตรวจวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในเม็ดกลมนั้นด้วย Energy Dispersive X-ray Spectrometer ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาดโดยใช้ Ultra Thin Window พบว่า เม็ดกลมบนผิวชิ้นงานประกอบด้วยธาตุ อะลูมิเนียมและออกซิเจน ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.13





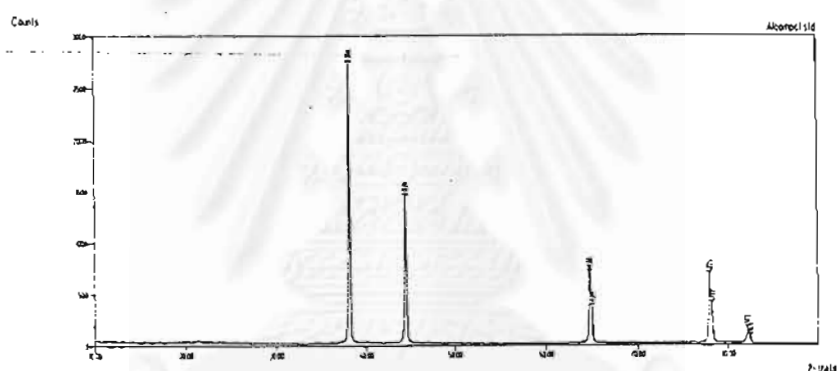
รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ด้วย EDS ที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตันต่อ ตารางเซนติเมตรและไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง



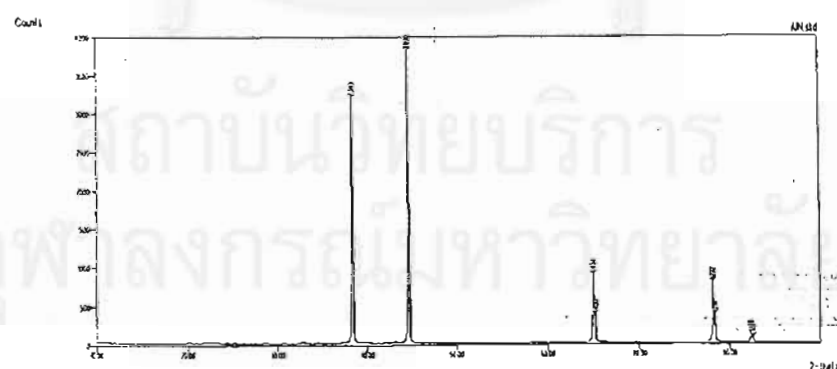
รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ด้วย EDS ของเม็ดกลมที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตรและไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง

ผลการตรวจสอบเชิงคุณภาพที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปที่ไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาด้วย X-Ray Diffractometer (XRD) พบว่า ผลที่ได้ดังรูปที่ 4.14(ก) diffraction pattern ของอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปสอดคล้องกับอะลูมิเนียม สำหรับผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปที่ไม่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาพบว่าผลของ diffraction pattern ใกล้เคียงกับทั้งโลหะอะลูมิเนียมและสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ ดังรูปที่ 4.14(ข) เนื่องจากมีค่า lattice parameter ใกล้เคียงกันมาก จึงไม่สามารถสรุปได้แน่นอน และตรวจสอบต่อไปด้วยเครื่อง X-Ray Photoelectron Spectrometer (XPS)

ผลการตรวจสอบผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying และไนไตรดิงแบบพลาสมาด้วย X-Ray Diffractometer (XRD) ชนิด Glancing Angle X-ray Diffraction (GAXD) แสดงในรูปที่ 4.15 พบว่า เกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ขึ้นบนผิวโลหะพื้นอะลูมิเนียมของชิ้นงานหลังจากผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา

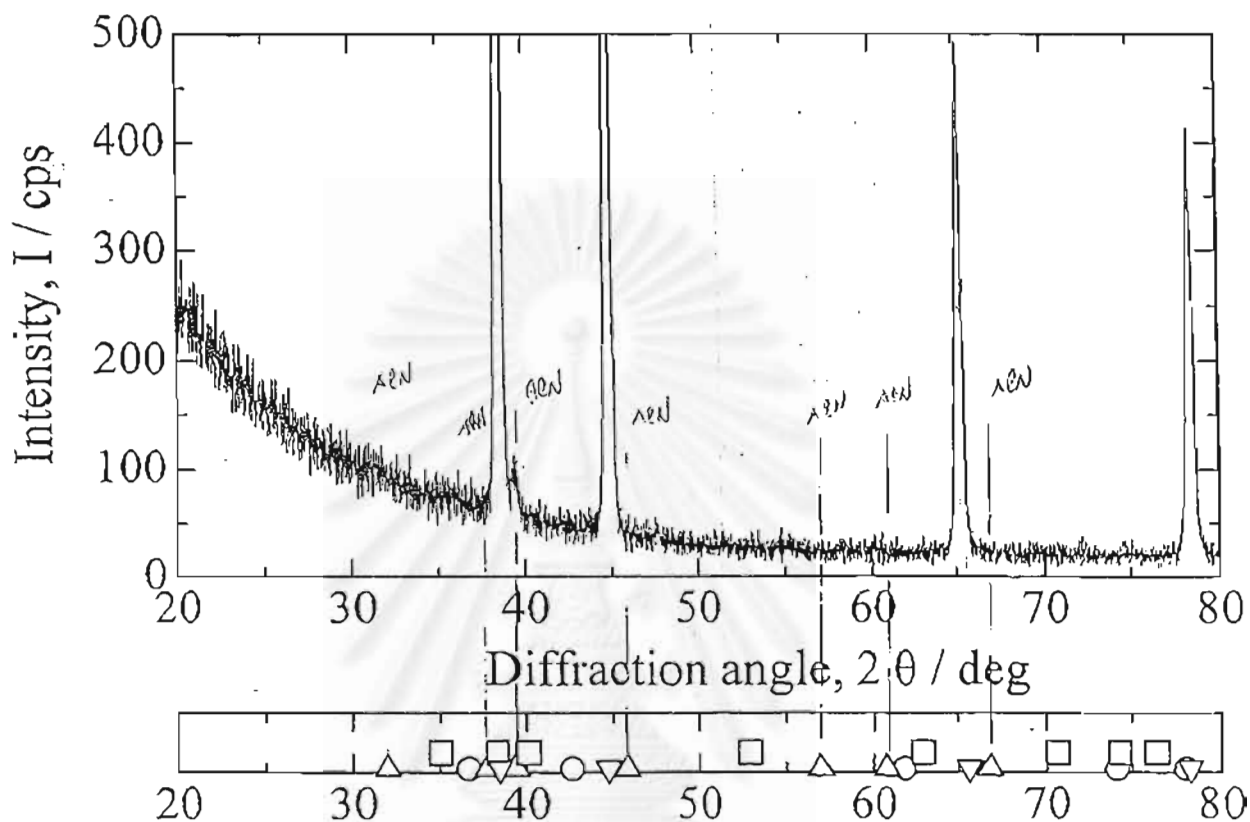


(ก)



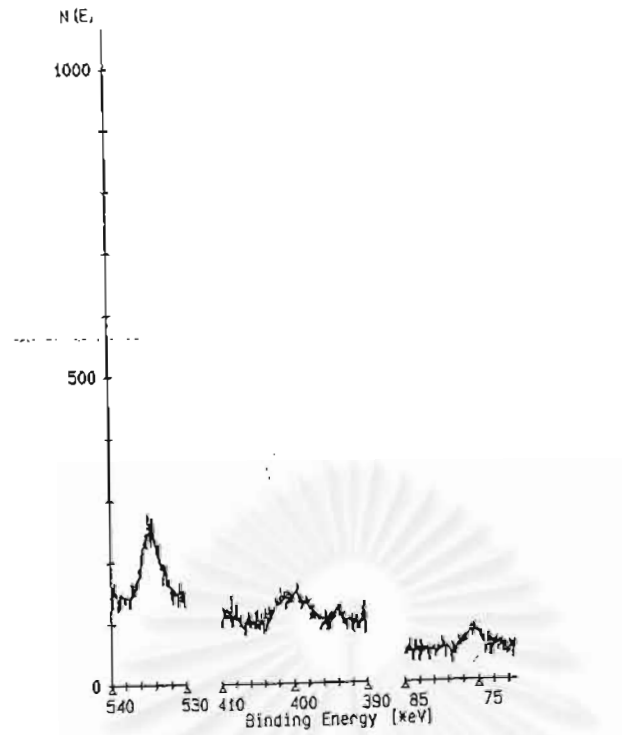
(ข)

รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเป็น ความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ก) ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา (ข) ไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง

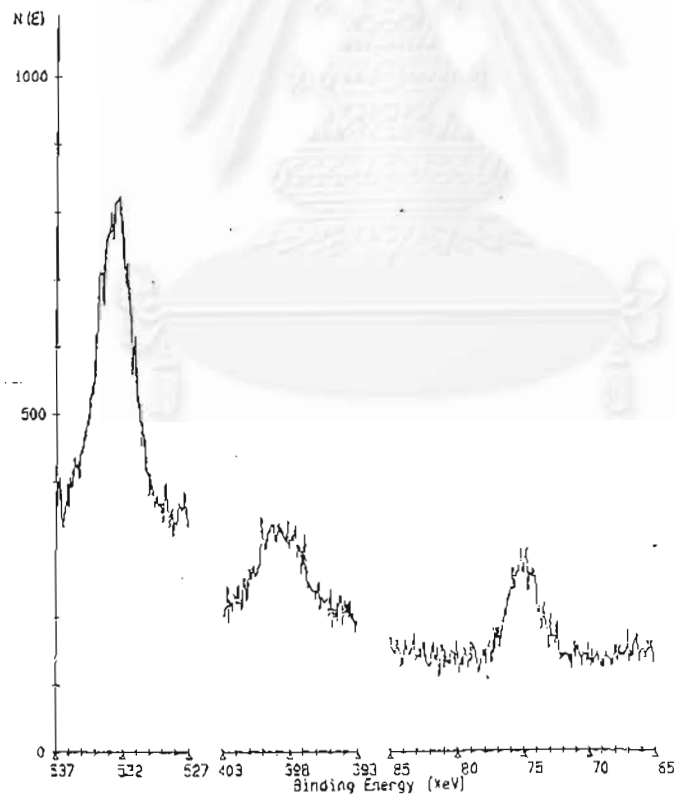


รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์ด้วย GAXD ของผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปจาก BMA และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง

ชิ้นงานที่ขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying และวิธีการอัดขึ้นรูปเย็นแล้วทำไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ได้ตรวจสอบเชิงคุณภาพด้วย X-Ray Photoelectron Spectrometer (XPS) ซึ่งให้ผลดังรูปที่ 4.15 จากผลการทดลองพบว่า ชิ้นงานทั้งสองมีสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์เกิดขึ้นที่ผิวชิ้นงาน เนื่องจากชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากการอัดขึ้นรูปเย็นให้ผลของค่าพลังงาน (Binding Energy) ที่พบสอดคล้องกับผลที่ได้จากชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying ซึ่งมีชั้นของสารประกอบไนไตรด์เกิดขึ้นที่ผิวจากการตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ชนิด GAXD



(ก)



(ข)

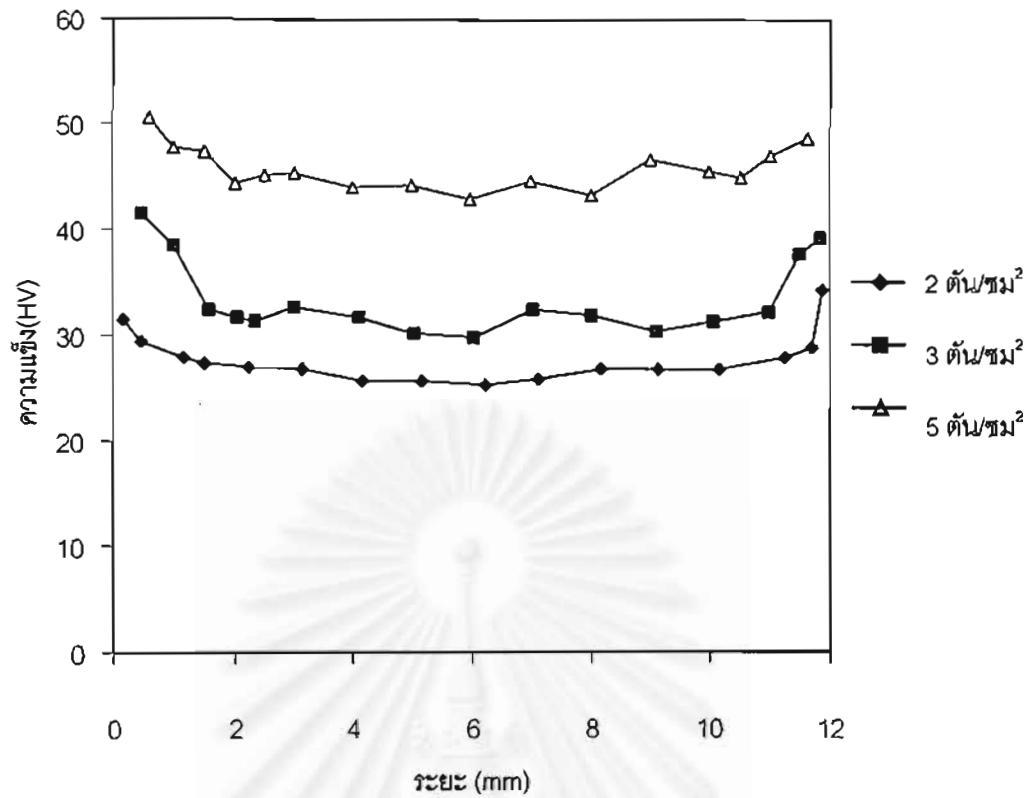
รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ด้วย XPS ของผิวชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (ก) จัดขึ้นรูปเป็นด้วยความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร (ข) ขึ้นรูปจากวิธี BMA

#### 4.4 ผลการวัดความแข็ง

จากการวัดความแข็งผิวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็น พบว่าความแข็งของชิ้นงานไม่สม่ำเสมอตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง ดังแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.17

ตารางที่ 4.2 ความแข็งที่จุดต่างๆที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

ความดัน 2 ตัน/ซม <sup>2</sup>		ความดัน 3 ตัน/ซม <sup>2</sup>		ความดัน 5 ตัน/ซม <sup>2</sup>	
ระยะ (mm)	ความแข็ง (HV)	ระยะ (mm)	ความแข็ง (HV)	ระยะ (mm)	ความแข็ง (HV)
0.158	31.6	0.468	41.6	0.617	50.6
0.458	29.5	1.021	38.5	1.014	47.7
1.158	28.0	1.573	32.5	1.508	47.4
1.514	27.3	2.044	31.7	2.01	44.3
2.258	27.0	2.336	31.4	2.505	45.1
3.158	26.7	3.025	32.6	3.005	45.2
4.158	25.6	4.074	31.7	4.003	44.0
5.158	25.6	5.013	30.1	5.006	44.1
6.222	25.2	6.023	29.8	5.971	42.8
7.140	25.9	7.027	32.4	7.004	44.5
8.187	26.8	8.010	31.8	8.004	43.3
9.145	26.8	9.109	30.4	9.004	46.6
10.142	26.7	10.061	31.4	10.002	45.4
11.264	28.0	11.000	32.2	10.514	45.0
11.700	28.8	11.500	37.7	11.025	46.9
11.852	34.3	11.832	39.3	11.618	48.7



รูปที่ 4.17 ภาพแสดงความแข็งที่จุดต่างที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

ความแข็งของชิ้นงานในส่วนกลางมีค่าใกล้เคียงกันและความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นตามแนวรัศมีจนความแข็งที่ผิวมีค่าสูงสุดที่บริเวณขอบของชิ้นงาน ดังนั้นในการวัดความแข็งในชั้นตอนต่อไปจึงเลือกวัดในส่วนกลางชิ้นงานซึ่งมีค่าความแข็งสม่ำเสมอ

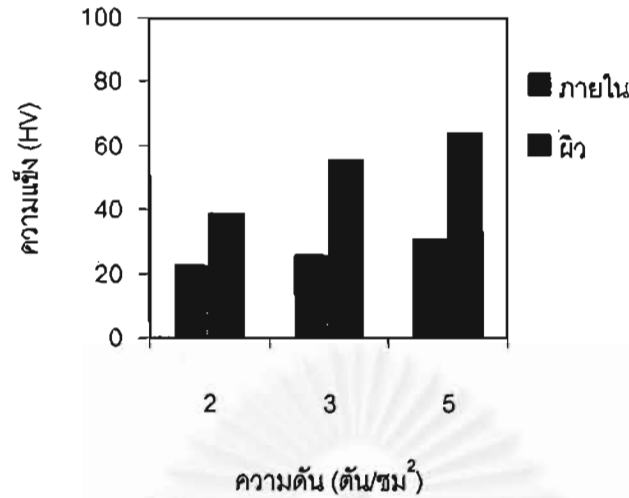
ผลการวัดความแข็งที่ผิวและภายในบริเวณส่วนกลางของชิ้นงานทั้งหมดแสดงค่าเฉลี่ยดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการวัดความแข็งผิวและภายในของชิ้นงาน

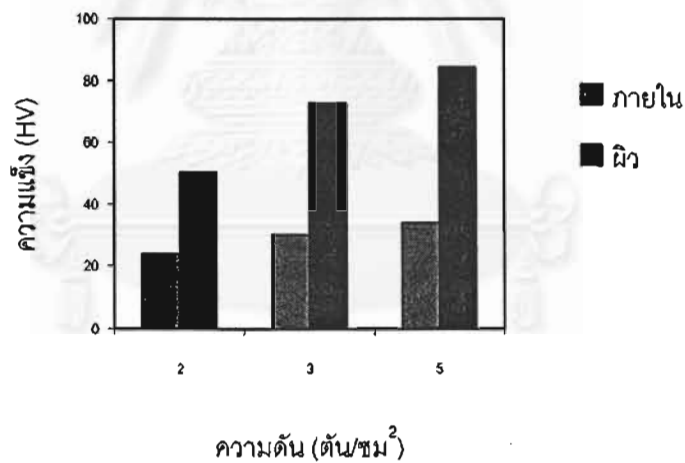
วิธีการขึ้นรูปชิ้นงาน	ความดัน (ตัน / ซม <sup>2</sup> )	ความแข็งภายใน (HV)	ความแข็งผิว (HV)
อัดขึ้นรูปเย็น	2	30.5	31.3
	3	33.8	35.1
	5	46.1	44.4
อัดขึ้นรูปเย็นและ ไนโตรดิงแบบพลาสติก 550 °C 100 ชั่วโมง	2	22.8	38.9
	3	25.9	55.7
	5	30.9	63.8
อัดขึ้นรูปเย็นและ ไนโตรดิงแบบพลาสติก 600 °C 100 ชั่วโมง	2	23.9	50.2
	3	30.3	72.8
	5	34.0	84.4
BMA และอัดขึ้นรูปร้อน ไนโตรดิงแบบพลาสติก 550 °C 100 ชั่วโมง	96	80.4	131.0

จากตารางที่ 4.3 ความแข็งของส่วนกลางของผิวและภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นที่ไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสติกมีค่าใกล้เคียงกันและเพิ่มขึ้นตามความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปเย็นตั้งแต่ 2 ถึง 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

เมื่อเปรียบเทียบความแข็งของผิวกับภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสติกทั้งที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C พบว่าความแข็งผิวของชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ดังรูปที่ 4.18 และ 4.19



รูปที่ 4.18 เปรียบเทียบความแข็งผิวและความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง

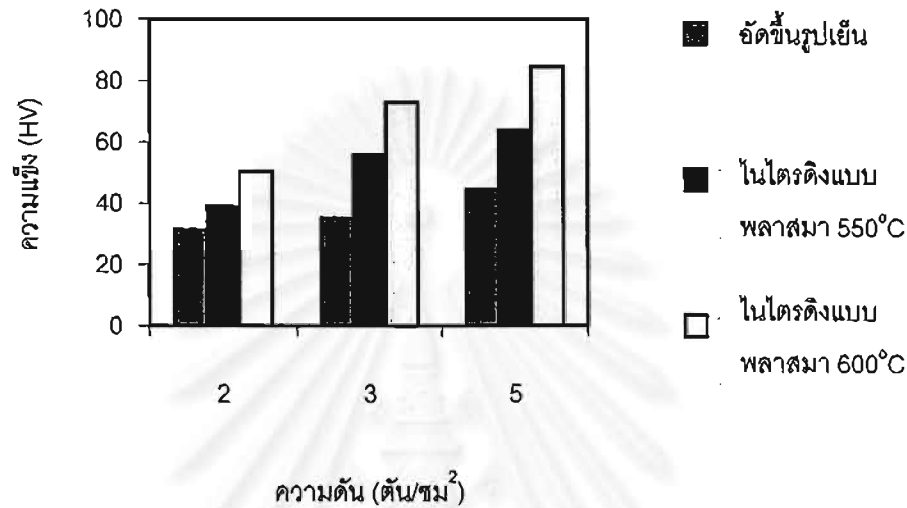


รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบความแข็งผิวและความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง

ค่าความแข็งของผิวชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาแล้วมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมาอย่างชัดเจน และค่าความแข็งผิวของชิ้นงานที่

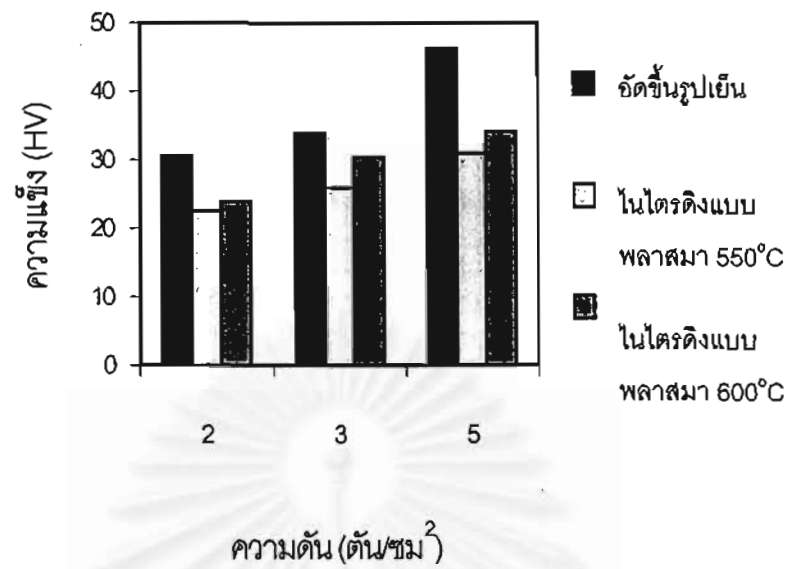


ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติกมีค่าสูงขึ้นตามความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป นอกจากนี้ความแข็งผิวของชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C มีค่าสูงกว่าชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C รูปที่ 4.20 แสดงการเปรียบเทียบค่าความแข็งเฉลี่ยของผิวชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก



รูปที่ 4.20 เปรียบเทียบค่าความแข็งเฉลี่ยของผิวชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก

เมื่อพิจารณาในส่วนของความแข็งภายในชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากการอัดขึ้นรูปเย็น พบว่า หลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสติกมาแล้วความแข็งภายในชิ้นงานมีค่าลดลงต่ำกว่าความแข็งของชิ้นงานที่ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก แต่ความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C มีค่าสูงกว่าความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C เล็กน้อย ดังรูปที่ 4.21

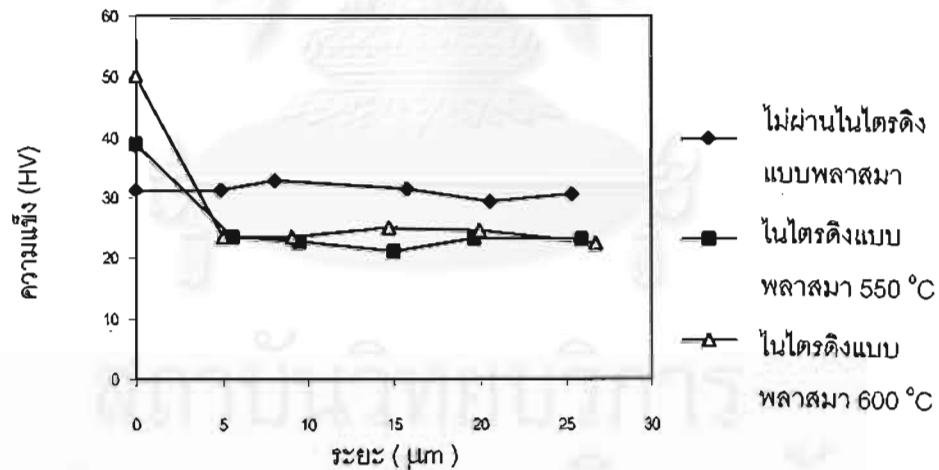


รูปที่ 4.21 เปรียบเทียบความแข็งเฉลี่ยภายในชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา

ผลของการวัดความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานทั้งหมดแสดงดังในตารางที่ 4.4-4.7 และรูปที่ 4.22-4.25 พบว่าค่าความแข็งที่ได้ในทุกลูกชิ้นงานมีค่าใกล้เคียงกันทั้งหมดโดยอยู่ในช่วง 5-20 ไมครอน

ตารางที่ 4.4 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร

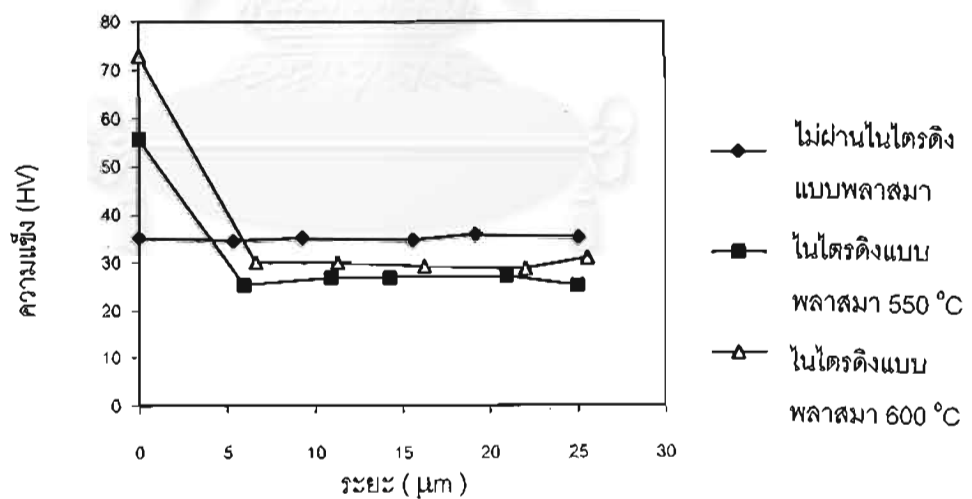
ไม่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมา		ไนไตรดิงแบบพลาสมา 550 °C		ไนไตรดิงแบบพลาสมา 600 °C	
ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง	ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง	ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง
(ไมครอน)	(HV)	(ไมครอน)	(HV)	(ไมครอน)	(HV)
0.00	31.3	0.00	38.9	0.00	50.2
4.88	31.2	5.57	23.5	5.06	23.5
8.05	32.9	9.50	22.7	9.04	23.5
15.76	31.5	14.95	21.2	14.69	25.0
20.54	29.3	19.62	23.3	19.94	24.5
25.37	30.5	25.87	23.0	26.70	22.3



รูปที่ 4.22 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร

ตารางที่ 4.5 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร

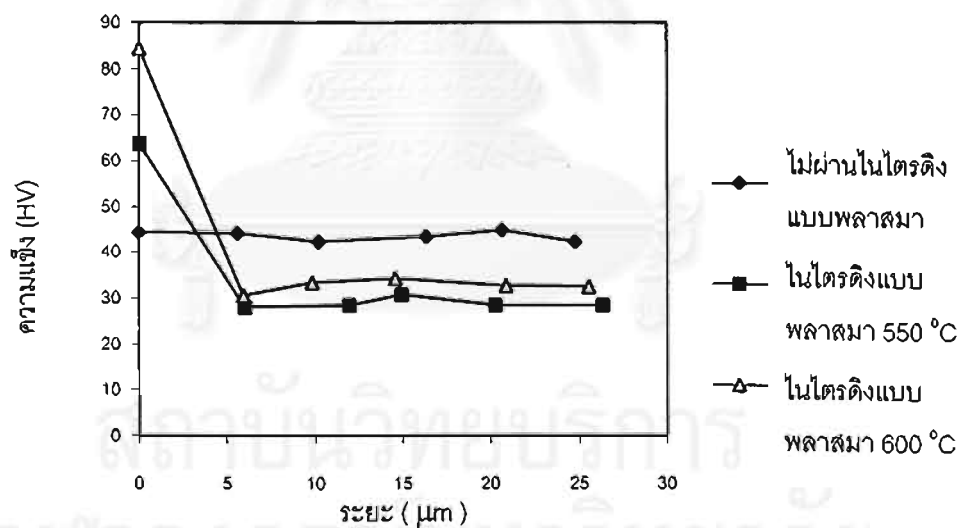
ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา		ไนโตรดิงแบบพลาสมา 550 °C		ไนโตรดิงแบบพลาสมา 600 °C	
ระยะจากผิวชิ้นงาน (ไมครอน)	ความแข็ง (HV)	ระยะจากผิวชิ้นงาน (ไมครอน)	ความแข็ง (HV)	ระยะจากผิวชิ้นงาน (ไมครอน)	ความแข็ง (HV)
0.00	35.1	0.00	55.7	0.00	72.8
5.37	34.4	5.97	25.2	6.64	30.0
9.29	35.0	10.96	26.8	11.29	29.9
15.61	34.7	14.29	26.8	16.26	29.1
19.21	35.8	20.93	27.0	22.07	28.5
25.10	35.1	25.00	25.0	25.57	30.9



รูปที่ 4.23 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตันต่อตารางเซนติเมตร

ตารางที่ 4.6 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

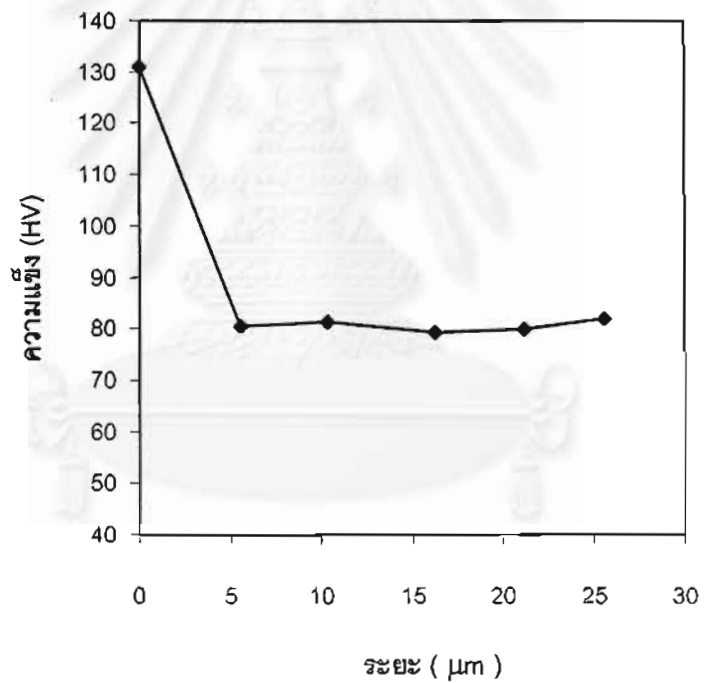
ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสติก		ไนโตรดิงแบบพลาสติก 550 °C		ไนโตรดิงแบบพลาสติก 600 °C	
ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง	ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง	ระยะจากผิวชิ้นงาน	ความแข็ง
(ไมครอน)	(HV)	(ไมครอน)	(HV)	(ไมครอน)	(HV)
0.00	44.4	0.00	63.8	0.00	84.4
5.56	44.0	6.00	28.0	5.97	30.4
10.23	42.2	11.95	28.3	9.85	33.2
16.32	43.4	14.95	30.7	14.55	34.3
20.63	44.7	20.27	28.3	20.90	32.5
24.78	42.3	26.33	28.3	25.55	32.3



รูปที่ 4.24 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร

ตารางที่ 4.7 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธี BMA

ระยะจากผิวชิ้นงาน (ไมครอน)	ความแข็ง (HV)
0.00	131.0
5.55	80.4
10.34	81.3
16.28	79.2
21.20	79.8
25.65	82.0



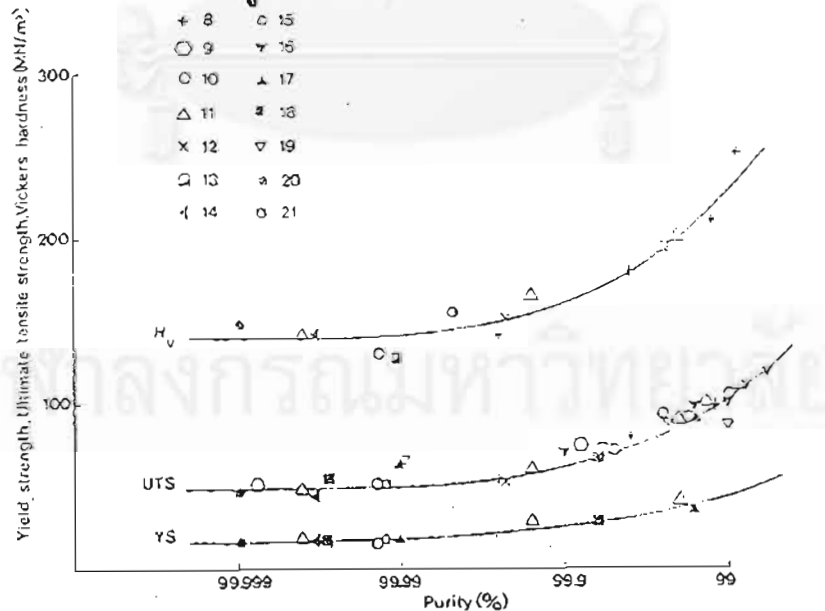
รูปที่ 4.25 ความแข็งที่ระดับความลึกจากผิวชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธี BMA

## บทที่ 5

### อภิปรายผลการทดลอง

#### 5.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density)

จากผลการตรวจวัดความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ของชิ้นงานพบว่า ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้นตามความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปเย็น เนื่องจากความเค้นที่ส่งผ่านให้กับเนื้อวัสดุ คือ ผงอะลูมิเนียมมีค่าสูงขึ้นตามความดันที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงาน เมื่อพิจารณาความเค้นที่เกิดขึ้นเมื่อใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปเย็น 2 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร เท่ากับความเค้น 19.6 29.4 และ 49 MPa เมื่อเทียบความเค้นที่เกิดขึ้นกับค่าความเค้นจุดคราก (yield stress) ของโลหะอะลูมิเนียมร้อยละ 99.3 โดยน้ำหนัก จากภาพที่ 5.1<sup>23</sup> มีค่าประมาณ 28 MPa ในกรณีที่ขึ้นรูปด้วยความดัน 3 และ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร ทำให้เกิดความเค้นสูงกว่าค่าความเค้นจุดครากของโลหะอะลูมิเนียมจึงทำให้ผงอะลูมิเนียมเกิดการแปรรูปแบบถาวรขึ้น สำหรับกรณีที่ขึ้นรูปจากความเค้น 2 ตันต่อตารางเซนติเมตร ถึงแม้ความเค้นที่เกิดขึ้นมีค่าต่ำกว่าค่าความเค้นจุดครากของอะลูมิเนียมแต่บริเวณผิวสัมผัสของผงโลหะซึ่งเป็นจุดที่มีความเค้นสูงกว่าจุดอื่นสามารถเกิดการแปรรูปแบบถาวรขึ้นเช่นกัน การแปรรูปแบบถาวรนี้ทำให้เนื้อวัสดุถูกแปรรูปเข้าไปแทนที่ช่องว่างหรือรูพรุนภายในชิ้นงาน ดังนั้น เมื่อใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปเย็นสูงขึ้นจะส่งผลให้ความเค้นและปริมาณการแปรรูปแบบถาวรในชิ้นงานมีค่าสูงขึ้นจึงทำให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้น



รูปที่ 5.1 แสดงค่าความเค้นจุดครากของโลหะอะลูมิเนียมความบริสุทธิ์ตั้งแต่ร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก<sup>23</sup>

หลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิสูงประมาณ 550 และ 600 °C เป็นเวลา 100 ชั่วโมงพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานมีค่าใกล้เคียงกับชิ้นที่ไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาถึงแม้ว่าอุณหภูมิจะสูงและเวลานานเพียงพอที่จะเกิดการ sintering ซึ่งสามารถตรวจสอบได้ด้วยโครงสร้างจุลภาค ทั้งนี้เนื่องจากความดันขณะที่ชิ้นงานผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาซึ่งเป็นช่วงที่เกิดการ sintering มีค่าต่ำมาก ความดันที่ใช้โดยทั่วไปในกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาประมาณ 0.1- 10 torr<sup>24</sup> หรือประมาณ 0.1-10 mmHg และสำหรับในงานวิจัยนี้ใช้ความดันระหว่างกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาประมาณ 1.5 torr (ประมาณ  $2 \times 10^{-3}$  atm) ซึ่งต่ำมาก ประกอบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนการไนโตรดิงแบบพลาสมามีค่าสูงประมาณร้อยละ 90 หรือมากกว่า จึงทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้วมีค่าไม่เปลี่ยนแปลงถึงแม้จะมีการเกิด sintering ก็ตาม

สำหรับชิ้นงานขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying และอัดขึ้นรูปด้วยความดัน 0.94 GPa มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ประมาณร้อยละ 90 เนื่องจากชิ้นงานถูกอัดขึ้นรูปหลังจากกระบวนการ Bulk Mechanical Alloying จึงทำให้เกิด dislocation จำนวนมากในชิ้นงาน นอกจากนี้วิธี Bulk Mechanical Alloying ลดขนาดของเกรนลงอยู่ในระดับนาโนเมตรจึงทำให้ปริมาณของขอบเกรนสูงขึ้นมาทำให้ความแข็งแรงรวมทั้งของชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้นมาก จึงทำให้ต้องใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปสูงกว่าชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปโดยไม่ผ่านวิธี Bulk Mechanical Alloying

## 5.2 โครงสร้างมหภาคและจุลภาคของชิ้นงาน

ชิ้นงานอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปจากวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมายังคงมีลักษณะเป็นผงโลหะอะลูมิเนียม เนื่องจากไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิสูงจึงไม่เกิดการ sintering แต่เกิดการแปรรูปแบบถาวร (plastic deformation) เนื่องจากความเค้นที่เกิดจากความดันที่ใช้ในขั้นตอนอัดขึ้นรูปเย็นซึ่งทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มสูงขึ้น

หลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้วพบว่าเกิดสารประกอบขึ้นที่ผิวชิ้นงานมีลักษณะดำ เงา ซึ่งเป็นลักษณะของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งสามารถยืนยันได้จากการตรวจสอบเชิงคุณภาพต่อไป ผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาทั้งที่ขึ้นรูปจากวิธีขึ้นรูปเย็นและวิธี Bulk Mechanical Alloying มีลักษณะไม่สม่ำเสมอ สามารถแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนกลางชิ้นงานและบริเวณใกล้กับขอบมุมของชิ้นงาน ลักษณะเช่นนี้เกิดขึ้นเนื่องจากไนโตรดิง



ไนโตรดิงแบบพลาสมาซึ่งขึ้นงานทำหน้าที่เป็นขั้วลบ (cathode) การกระจายตัวของอิเล็กตรอนที่ผิวของขึ้นงานไม่สม่ำเสมอ ผิวบริเวณขอบมุมของขึ้นงานเป็นบริเวณที่มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนสูงกว่าที่บริเวณส่วนกลางของขึ้นงานจึงทำให้สารประกอบที่เกิดขึ้นที่ผิวขึ้นงานไม่สม่ำเสมอ แยกออกเป็น 2 ส่วนตามลักษณะการกระจายตัวของอิเล็กตรอน

ขึ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C มีรอยแตกขนาดเล็กเกิดขึ้นบริเวณผิวขึ้นงานชัดเจนกว่าในขึ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C รอยแตกที่พบเกิดจากสาเหตุหลักที่สำคัญคือ ความเค้นจากความร้อน (thermal stress  $\sigma_{th}$ ) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากการรายงานของ Stock Chen และ Mayr<sup>10</sup> ดังนี้

$$\sigma_{th} = E_{AIN} (\alpha_{AIN} - \alpha_{Al}) (T - T_R) \frac{d_{Al}}{d_{AIN} + d_{Al}}$$

จากสมการนี้ ปัจจัยหลักที่สำคัญซึ่งมีผลต่อความเค้นที่เกิดขึ้น คือ ความแตกต่างของอุณหภูมิในขั้นตอนไนโตรดิงแบบพลาสมา ( $T$ ) กับอุณหภูมิห้อง ( $T_R$ ) และความหนาของชั้นสารประกอบ ( $d_{AIN}$ ) ดังนั้นไนโตรดิงแบบพลาสมาที่ใช้อุณหภูมิ 600 °C จึงทำให้เกิดความเค้นที่เกิดจากความร้อนสูงกว่าที่เกิดขึ้นกับขึ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C นอกจากนี้เนื่องจากการทำไนโตรดิงแบบพลาสมาจะอาศัยการถ่ายเทพลังงานจลน์ของไอออนไนโตรเจนให้เป็นพลังงานความร้อนทำให้ขึ้นงานมีอุณหภูมิสูงขึ้น ดังนั้นไนโตรดิงแบบพลาสมาที่ใช้อุณหภูมิ 600 °C ในการทดลองนี้ใช้ความต่างศักย์ 200 Volt และมีกระแส 0.3 Amp. สำหรับไนโตรดิงแบบพลาสมาที่ใช้อุณหภูมิ 550 °C ใช้ความต่างศักย์ 100 Volt และมีกระแส 0.2 Amp ลักษณะเช่นนี้ทำให้ไอออนของไนโตรเจนที่ชนกับผิวขึ้นงานในกระบวนการไนโตรดิงพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C น้อยกว่า 600 °C จึงทำให้ชั้นของสารประกอบเกิดขึ้นได้ดีเมื่ออุณหภูมิในการทำไนโตรดิงแบบพลาสมาสูงขึ้น ประกอบกับการแพร่ของไนโตรเจนในอะลูมิเนียมเป็นไปได้ดีขึ้นที่อุณหภูมิสูงขึ้นเนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เพิ่มสูงขึ้น จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดขึ้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์หนาขึ้นจึงเกิดรอยแตกขึ้นที่ผิวของขึ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิสูงชัดเจนกว่าที่อุณหภูมิต่ำ

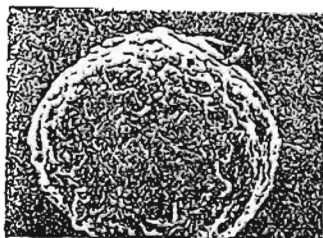
โครงสร้างจุลภาคภายในของขึ้นงานทั้งหมดทั้งที่ขึ้นรูปจากวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและ Bulk Mechanical Alloying พบว่าเกิดคอขึ้นระหว่างผงโลหะซึ่งแสดงถึงการ sintering ที่เกิดขึ้นในช่วงที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C และ 600 °C อุณหภูมิของขึ้นงานเพิ่มขึ้น

จากการชนและถ่ายเทพลังงานจลน์บางส่วนของอิออนไนโตรเจนให้แก่ผิวชิ้นงานจึงทำให้เกิดความร้อนขึ้นในชิ้นงาน เมื่อพิจารณาชิ้นงานอะลูมิเนียมทรงกระบอกมีความสูง 1 เซนติเมตรและเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.2 เซนติเมตร ชิ้นงานส่วนกลางมีอุณหภูมิสูงขึ้นเท่ากับอุณหภูมิภายนอก คือ  $550^{\circ}\text{C}$  และ  $600^{\circ}\text{C}$  ในเวลาประมาณ 2 วินาที จึงสามารถเกิดการ sintering ขึ้นภายในชิ้นงานขณะทำไนโตรดิงแบบพลาสมา กลไกของการ sintering ส่วนใหญ่อาศัยการแพร่ในชิ้นงาน ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิในการ sintering สูงขึ้นจะทำให้การแพร่เกิดได้ดีขึ้นส่งผลให้สามารถ เกิด sintering สมบูรณ์มากขึ้น

### 5.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วย Bulk Mechanical Alloying จากการวิเคราะห์ด้วย Glancing Angle X-ray Diffraction (GAXD) พบว่ามีสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์เกิดขึ้นที่ผิวชิ้นงาน สำหรับชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและไนโตรดิงแบบพลาสมา จากการวิเคราะห์ผิวชิ้นงานด้วย Energy Disperse X-ray Spectrometer พบว่ามีธาตุอะลูมิเนียม ไนโตรเจนและ ออกซิเจน แต่เมื่อวิเคราะห์ด้วย X-ray Diffractometer ไม่สามารถยืนยันได้ว่าเป็น สารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ เนื่องจากค่า d spacing ของสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมใกล้เคียงกันมาก แต่เมื่อตรวจสอบด้วย X-ray Photoelectron Spectrometer พบว่าค่าพลังงานของชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying และวิธีอัดขึ้นรูปเย็นหลังจากทำไนโตรดิงแบบพลาสมามีค่าเท่ากันดังแสดงในส่วนผลการทดลอง จึงสามารถสรุปว่าเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ขึ้นที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา

สำหรับเม็ดกลมที่พบบริเวณผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา จากผลการตรวจสอบด้วย Energy Disperse X-ray Spectrometer พบว่าประกอบด้วย ธาตุอะลูมิเนียมและ ออกซิเจน เมื่อเปรียบเทียบกับการศึกษาของ Stock และคณะ พบอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ลักษณะเป็นเม็ดกลมบนผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา และรายงานของ Harai และ Katayama<sup>25</sup> แสดงถึงสัณฐานของอะลูมิเนียมออกไซด์ขณะเกิดการสลายตัวดังรูปที่ 5.2 มีลักษณะเป็นเม็ดกลมเช่นเดียวกับที่พบบนผิวชิ้นงานที่ทำไนโตรดิงแบบพลาสมา จึงสรุปว่าเม็ดกลมที่พบที่ผิวของชิ้นงานหลังจากขั้นตอนไนโตรดิงแบบพลาสมาคือ อะลูมิเนียมออกไซด์ที่สลายตัวไม่สมบูรณ์จากการสปัตเตอร์ (sputtering) จากอิออนไนโตรเจนและอิออนไฮโดรเจนและเกิดจากการรวมตัวกันใหม่บนผิวชิ้นงานของอะตอมหรืออิออนของไนโตรเจนและอะลูมิเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกจากผิว ลักษณะเช่นนี้จึงทำให้เมื่อตรวจสอบผิวชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมาจึงพบธาตุออกซิเจนด้วย



รูปที่ 5.2 ภาพแสดงสัณฐานของอะลูมิเนียมออกไซด์ขณะสลายตัว<sup>25</sup>

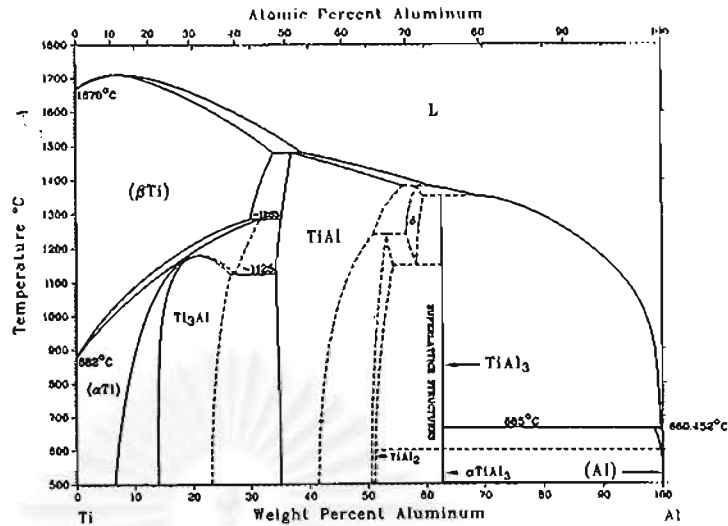
#### 5.4 ความแข็งของชิ้นงาน

ความแข็งของชิ้นงานอัดขึ้นรูปเย็นที่ไม่ผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมาตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางไม่สม่ำเสมอโดยความแข็งที่ขอบชิ้นงานมีความแข็งสูงสุด เนื่องจากความเค้นขณะอัดขึ้นรูปชิ้นงานไม่สม่ำเสมอ ซึ่งเป็นไปตามแบบจำลองของ Thomson ซึ่งแสดงให้เห็นว่าส่วนกลางชิ้นงานได้รับความเค้นจากการขึ้นรูปต่ำกว่ากลางขอบของชิ้นงานดังรูปที่ 2.18 แต่เมื่อวัดความแข็งภายในชิ้นงานบริเวณกลางชิ้นงานมีค่าใกล้เคียงกับผิวชิ้นงานจึงสามารถนำมาใช้เปรียบเทียบเพื่อศึกษาผลของไนโตรดิงแบบพลาสมา ลักษณะเช่นนี้สามารถอธิบายได้จากแบบจำลองของ Thomson ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความเค้นในส่วนกลางของชิ้นงานทั้งบริเวณผิวและภายในมีค่าเท่ากันตลอดทั้งชิ้นจึงทำให้ความหนาแน่นและความแข็งของส่วนกลางของชิ้นงานมีค่าใกล้เคียงกัน

ความแข็งผิวของชิ้นงานทั้งที่ขึ้นรูปจากวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและ Bulk Mechanical Alloying เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ได้ทำไนโตรดิงแบบพลาสมาและความแข็งภายในชิ้นงานเดียวกัน ความแข็งผิวที่เพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเนื่องจากเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งเป็นเซรามิกที่มีความแข็งสูงประมาณ 1400 HV ขึ้นที่ผิวชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนโตรดิงแบบพลาสมา ความแข็งผิวของชิ้นงานที่ทำไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 600 °C มีแนวโน้มสูงกว่า ชิ้นงานที่ทำไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C เนื่องจากความหนาของชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้นสูงกว่าดังที่อธิบายในส่วน 5.2 และความแข็งภายในของชิ้นงานมีค่าสูงกว่าเนื่องจากการเกิด sintering สมบูรณ์กว่า

เมื่อพิจารณาความแข็งภายในชิ้นงานพบว่าความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมามีค่าต่ำกว่าชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเย็นแต่ไม่ผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมา เนื่องจากขณะไนโตรดิงแบบพลาสมาให้อุณหภูมิสูงมากเมื่อเทียบกับจุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียมประมาณ 660 °C และใช้เวลานานถึง 100 ชั่วโมงจึงเกิดการอ่อนตัว (Annealing) ภายในชิ้นงานทำให้ปริมาณของ

Dislocation ที่เกิดการขึ้นรูปเย็นหมดไปทำให้ความแข็งแรงภายในชิ้นงานหลังจากผ่านไนโตรดิงแบบพลาสมาแล้วมีค่าลดลง



รูปที่ 5.3 แผนภูมิสมดุลของอะลูมิเนียมและไทเทเนียม<sup>26</sup>

สำหรับชิ้นงานอะลูมิเนียมไทเทเนียมร้อยละ 1 โดยน้ำหนักที่ขึ้นรูปจากวิธี Bulk Mechanical Alloying มีความแข็งแรงสูงกว่าชิ้นงานอะลูมิเนียมที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ใกล้เคียงกัน เนื่องจากขนาดเกรนหลังจากวิธี Bulk Mechanical Alloying ลดลงและไทเทเนียมทำหน้าที่ช่วยลดขนาดเกรน (grain refiner) ด้วย ดังนั้นเมื่อเกิดการตกผลึกใหม่ระหว่างการทำไนโตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C จึงยังคงมีขนาดเกรนเล็กกว่าชิ้นงานอะลูมิเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็น และเมื่อพิจารณาความสามารถในการละลายของไทเทเนียมในอะลูมิเนียมจากแผนภูมิสมดุลพบว่าไทเทเนียมสามารถละลายในอะลูมิเนียมได้สูงสุดร้อยละ 1.3 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 665 °C และลดลงจนต่ำกว่าร้อยละ 1 ที่อุณหภูมิประมาณ 640 °C ดังนั้นเมื่อลดอุณหภูมิของชิ้นงานลงต่ำกว่า 640 °C จะกลายเป็นสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (super saturated solid solution) จึงสามารถเกิดการตกผลึกของ TiAl<sub>3</sub> ทำให้ความแข็งแรงเพิ่มสูงขึ้น (precipitation hardening) อย่างไรก็ตามคุณสมบัติเชิงกลของโลหะผสมอะลูมิเนียมไทเทเนียมเพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากการลดขนาดของเกรนมากกว่าการตกผลึกของสารประกอบ<sup>26</sup>

## บทที่ 6

### สรุปผลการทดลอง

#### 6.1 สรุปผลการทดลอง

1. ความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปตั้งแต่ 2- 5 ตันต่อตารางเซนติเมตรให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานตั้งแต่ร้อยละ 90 ถึง 98 แต่เมื่อผลิตโลหะผสมด้วยวิธี Bulk Mechanical Alloying ทำให้เกิด dislocation จำนวนมากจึงต้องใช้ความดันในการขึ้นรูปสูงขึ้น
2. ผิวของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปเย็นและ Bulk Mechanical Alloying และผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาเกิดขึ้นของสารประกอบไนตรายด์ขึ้นและยังคงมีอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สลายตัวจากการสปีดเตอร์ไม่สมบูรณ์ มีพื้นฐานเป็นเม็ดกลม กระจายอยู่บนผิวชิ้นงาน
3. ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาเกิดการ sintering ขึ้นในชิ้นงาน
4. ความแข็งผิวของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมาเพิ่มสูงขึ้นอย่างมากแต่ชั้นผิวแข็งที่เกิดขึ้นบางกว่า 5 ไมครอน
5. ความหนาแน่นของชิ้นงานไม่มีผลต่อการเกิดขึ้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไนตรายด์แต่มีผลต่อความแข็งผิวเนื่องจากความแข็งภายในของชิ้นงานแปรผันกับความหนาแน่นของชิ้นงาน
6. โทเทเนียมที่เติมไม่มีผลชัดเจนต่อโครงสร้างผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา แต่โทเทเนียมมีผลทำให้ความแข็งของผิวและภายในสูงกว่าอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ เนื่องจากการลดขนาดเกรนและเพิ่มอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ของอะลูมิเนียม
7. ความแข็งภายในของชิ้นงานที่ผ่านไนไตรดิงแบบพลาสมาลดลงเนื่องจากเกิดการอ่อนตัว (Annealing) ระหว่างกระบวนการไนไตรดิงแบบพลาสมา

## 6.2 ข้อเสนอแนะสำหรับการทดลองในอนาคต

1. เพิ่มช่วงเวลาสับเตอรอะลูมิเนียมออกไซด์ออกจากผิวโลหะอะลูมิเนียมก่อนทำไนไตรดิงแบบพลาสมา
2. ตรวจสอบขนาดของเกรนจากเครื่อง XRD และ Scherrer's formula เพื่อศึกษาเปรียบเทียบขนาดของเกรนที่ขึ้นรูปจาก Bulk Mechanical Alloying ก่อนและหลังไนไตรดิงแบบพลาสมา
3. ตรวจสอบชั้นของสารประกอบที่ผิวจาก GAXD และคำนวณหาความหนาของชั้นสารประกอบได้
4. ลดความดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปเพื่อเพิ่มผิวของผงโลหะทำให้การแพร่เป็นไป得更เร็วขึ้นและเห็นผลของไนไตรดิงแบบพลาสมาชัดเจนขึ้น



## รายการอ้างอิง

- 1) William F. Smith. *Foundations of Materials Science and Engineering*.(n.p.): Mc Graw Hill, 1993:432-472.
- 2) H.-Y. Chen, H.R. Stock, P. Mayr. Plasma nitriding of Al 99.5. *Journal De Physique IV* Vol.3 1993: 971-979.
- 3) Miodrag Zdujic, Kojiro F. Kobayashi, Paul H. Shihgu. Mechanical Alloying of Al-3 at.% Mo Powders. *Z. Metallkde* 1990: 380-385.
- 4) Virun Mangclaviraj, Suvit Punnachaiya. Experimental Studies of Arc Plasma Generation. *Suranaree Journal Science Technology Vol.2 No.2* 1995: 119-130.
- 5) D. Apelian. Plasma Processing and Synthesis of Materials. *Materials Research Society Symposia Proceeding Vol. 30* : 1-12.
- 6) P.A. Dearnley, T. Bell, F. Himbeck. Plasma assisted Diffusion Treatments. *Surface Modification Technologies VI TMS* 1993:143-165.
- 7) Milton Ohrings. *The Materials Science of Thin Films*. San Diego : Academic Press Inc , 1992: 101-118.
- 8) B. Edenhofer. Physical and Metallurgical Aspects of Ion Nitriding, *Heat Treatment of Metals* 1974.1: 23-28.
- 9) Prasom Sthapitanonda, John L. Margrave. *Kinetics of Nitridation of Magnesium and Aluminium*.1628-1633.
- 10) H.-Y. Chen, H.R. Stock, P. Mayr. Plasma-assisted Nitriding of Aluminium. *Surface and Coating Technology* 64 1994: 139-147.

- 11) H.R. Stock, C. Jarms, F. Seidel, J.E.Doring. Fundamental and Applied Aspects of Plasma-assisted Nitriding Process for Aluminium and Its Alloys. *Surface and Coating Technology* 94-95 1997: 247-254.
- 12) ประสงค์ ศรีเจริญชัย. เอกสารประกอบการสอนวิชา *Surface Technology*. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- 13) Paul Shewmon. *Diffusion in Solids*.(n.p.): The Mineral Metal and Materials Society 1989: 189-220.
- 14) David V. Ragone. *Thermodynamics of Mterials Vol 2*. (n.p.): John Wiley & Sons Inc.1995: 148-152.
- 15) D.R. Poirer , G.H. Geiger. *Transport Phenomena in Material Processing* .(n.p.): The Mineral Metal and Materials Society 1994: 420-425.
- 16) C. Suryanarayana. Structure and properties of nanocrystalline materials. *Bull Mater Sci Vol 17*: 307-346.
- 17) *Metal Handbook Vol. 7 Powder Metallurgy*, American Society for Metals 9<sup>th</sup> edition, 298-321.
- 18) ไสว ด่านชัยวิจิตร. เอกสารประกอบการสอนวิชา *Powder Metallurgy*. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- 19) R. Sundaresan, F.H. Froes. Mechanical Alloying overview. *Journal of Metals August 1987*: 22-27.
- 20) T. Aizawa, K. Tokumitu. Bulk Mechanical Alloying for Productive Processing of Functional Alloys. *Materials Science Forum Vols. 312-314 1999*: 13-22.



- 21) T. Aizawa, K. Kihara. Nano-Crystallization by high speed mechanical alloying. *Powder Metallurgy* 1994: 1357-1360.
- 22) Osamu Kobayashi, Tatsuhiko Aizawa, Junji Kihara. High speed Bulk Mechanical Alloying of Cu/Ag/Co Systems. *Materials Transaction JIM Vol.37 No 9 1996*: 1497-1504.
- 23) L. F. Mondolfo. *Aluminium Alloys Structure and Properties: Mechanical Properties*. (n.p.): Butter Worths 1979: 67-76.
- 24) Bernd Edenhofer. Production Ionitriding. *Metal Progress March 1976*: 38-42.
- 25) Hirai N., Katayama H.. Synthetic Methods for AlN Powders: Focus on Formation Mechanism. *Nihon KinzokuGakkaikaihō vol.29 1990* : 534-541.
- 26) L. F. Mondolfo. *Aluminium Alloys Structure and Properties:Aluminium Titanium system*. Butter Worths 1979: 377-387.



ภาคผนวก

ตาราง ก1 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
54.54	55.77	55.16	30.5
57.99	57.99	57.99	28.0
56.81	56.27	56.54	29.0
54.01	56.27	55.14	31.0
54.78	54.89	54.84	30.8
55.90	55.28	55.59	30.0
53.94	53.81	53.88	31.9
52.66	53.96	53.31	32.6
59.00	57.69	58.35	27.2
51.96	52.46	52.21	34.0
ความแข็งเฉลี่ย			30.5

ตาราง ก2 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
54.27	53.47	53.87	31.8
51.96	52.46	52.21	34.0
56.81	58.76	57.79	27.8
51.21	51.98	51.60	34.8
54.01	56.27	55.14	30.5
54.78	54.89	54.84	30.8
53.94	53.81	53.88	31.9
52.66	53.96	53.31	32.6
54.54	55.77	55.16	30.5
56.30	57.38	56.84	28.6
ความแข็งเฉลี่ย			31.3

ตาราง ก3 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
55.87	55.96	55.92	29.7
56.97	56.04	56.51	29.0
54.69	57.81	56.25	29.3
52.73	54.47	53.60	32.3
53.19	52.20	52.70	33.4
50.76	50.56	50.66	36.1
49.88	51.16	50.52	36.3
51.84	49.08	50.46	36.4
52.25	48.00	50.13	36.9
48.42	49.16	48.79	39.0
ความแข็งเฉลี่ย			33.8

ตาราง ก4 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
52.60	52.16	52.38	33.8
51.42	51.14	51.28	35.3
49.00	51.12	50.06	37.0
47.63	50.65	49.14	38.4
49.13	50.85	49.99	37.1
53.14	53.68	53.41	32.5
53.87	52.95	53.41	32.5
50.67	53.01	51.84	34.5
50.20	52.16	51.18	35.4
52.11	51.11	51.61	34.8
ความแข็งเฉลี่ย			35.1

ตาราง.ป5 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
45.49	46.63	46.06	43.7
47.28	47.68	47.48	41.1
45.03	44.45	44.74	46.3
44.00	44.79	44.40	47.0
47.37	45.18	46.28	43.3
44.34	45.06	44.70	46.4
46.22	41.51	43.87	48.2
43.58	43.24	43.41	49.2
44.28	46.31	45.30	45.2
45.36	42.31	43.84	48.3
ความแข็งเฉลี่ย			46.1

ตาราง.ป6 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร  
( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
46.30	46.60	46.45	43.0
48.32	47.68	47.99	40.2
45.03	44.45	44.74	46.4
46.38	45.52	45.95	43.9
44.18	44.18	44.18	47.5
44.34	45.02	44.68	46.5
45.00	41.51	45.25	45.3
44.58	45.02	44.80	46.2
46.93	47.31	47.12	41.8
46.14	47.72	46.93	42.1
ความแข็งเฉลี่ย			44.4

ตาราง ก7 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง ( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
63.23	63.96	63.60	22.9
64.66	62.84	63.75	22.8
63.04	66.24	64.64	22.6
62.30	62.60	62.45	24.3
61.73	58.21	59.97	25.8
66.24	65.54	65.89	22.2
30.39	69.49	49.94	21.0
58.90	66.39	62.65	23.6
66.22	65.27	65.75	21.5
66.56	65.94	66.25	22.1
ความแข็งเฉลี่ย			22.8

ตาราง ก8 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง ( แรงกด 10 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
20.20	20.16	20.18	45.6
23.43	23.08	23.26	34.3
23.17	21.77	22.47	36.8
21.46	20.79	21.13	41.4
21.22	21.44	21.33	40.8
21.95	20.30	21.13	41.6
24.88	20.79	22.84	35.6
22.68	22.10	22.39	37.0
22.44	19.81	21.13	41.6
22.68	22.59	22.64	36.2
ความแข็งเฉลี่ย			38.9

ตาราง ๑๑ ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง ( แรงกด 50 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
62.69	60.79	61.74	24.3
58.18	59.58	58.88	26.7
60.24	58.33	59.29	26.4
56.19	57.67	56.93	28.6
56.86	63.34	60.10	25.7
63.69	60.34	62.02	24.1
57.99	55.33	56.66	26.9
59.29	60.43	59.86	25.9
60.49	58.14	59.32	26.4
61.53	61.34	61.44	24.6
ความแข็งเฉลี่ย			25.9

ตาราง ๑๑๐ ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง ( แรงกด 10 กรัม )

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
17.84	17.32	17.58	60.1
18.54	17.19	17.87	58.2
17.80	18.66	18.23	55.8
19.27	17.19	18.23	55.9
18.29	18.01	18.15	56.4
18.78	18.66	18.72	53.0
18.51	19.27	18.89	52.3
17.32	17.19	17.26	62.4
18.29	19.15	18.72	53.0
18.76	18.54	18.65	53.5
ความแข็งเฉลี่ย			55.7

ตาราง ก11 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 50 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
53.70	56.68	55.19	30.4
53.78	52.39	53.09	32.9
53.08	56.63	54.86	30.8
56.81	55.31	56.06	29.5
58.56	56.33	57.45	28.1
56.77	53.78	55.28	30.3
55.00	54.91	54.96	30.7
54.79	54.20	54.50	31.2
54.56	53.34	53.95	31.9
52.74	54.35	53.55	32.3
ความแข็งเฉลี่ย			30.9

ตาราง ก12 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 10 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
17.56	15.88	16.72	68.4
18.05	17.51	17.78	60.7
16.12	16.88	16.50	68.7
17.32	16.86	17.09	65.6
18.23	17.84	18.03	58.9
18.54	17.68	18.11	58.6
16.86	17.56	17.21	64.7
18.29	18.01	18.15	58.4
16.59	17.51	17.05	65.9
17.32	16.73	17.03	67.4
ความแข็งเฉลี่ย			63.70



ตาราง ก13 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 50 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
64.00	64.10	64.05	22.6
61.44	60.12	60.78	25.1
62.04	62.52	62.28	23.9
63.75	65.79	64.77	22.1
63.16	62.18	62.67	23.6
61.14	60.78	60.96	24.9
55.19	65.89	60.54	25.3
59.97	58.99	59.48	26.2
64.97	62.59	63.78	22.8
64.06	63.24	63.65	22.9
ความแข็งเฉลี่ย			23.9

ตาราง ก14 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 2 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 10 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
20.73	19.64	20.19	45.6
16.34	17.35	16.85	65.4
20.49	18.50	19.50	48.9
19.27	19.05	19.16	50.3
19.02	19.64	19.33	49.7
18.05	18.66	18.36	55.1
18.29	19.48	18.89	52.0
19.27	20.13	19.70	47.8
19.76	19.37	19.57	48.6
19.27	19.48	19.38	49.5
ความแข็งเฉลี่ย			50.2

ตาราง ก15 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 50 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
56.37	56.43	56.40	29.1
53.18	53.00	53.09	32.9
55.69	56.55	56.12	29.4
55.33	54.15	54.74	30.9
52.51	55.18	53.85	32.0
55.76	54.76	55.26	30.4
56.38	56.58	56.48	29.1
58.46	54.70	56.58	29.0
56.59	58.41	57.50	28.0
52.76	54.37	53.57	32.3
ความแข็งเฉลี่ย			30.3

ตาราง ก16 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 3 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนไตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 7 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
13.17	11.46	12.32	85.7
14.15	12.77	13.46	71.8
12.20	12.60	12.40	84.6
14.39	13.59	13.99	66.4
14.63	12.93	13.78	68.4
14.15	13.75	13.95	66.8
14.15	11.62	12.89	78.4
13.66	14.08	13.87	67.6
14.39	13.09	13.74	68.8
14.15	11.95	13.05	76.4
ความแข็งเฉลี่ย			72.9

ตาราง ก17 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 100 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
75.56	75.02	75.29	32.7
79.23	77.99	78.61	30.0
75.37	74.53	74.95	33.0
74.69	73.21	73.95	33.9
75.91	71.99	73.95	33.9
74.27	75.63	74.95	33.0
72.63	71.29	71.96	35.8
72.17	71.55	71.86	35.9
72.71	72.03	72.37	35.4
73.63	72.99	73.31	34.5
ความแข็งเฉลี่ย			34.0

ตาราง ก18 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมอัดขึ้นรูปเย็นด้วยความดัน 5 ตัน/ตารางเซนติเมตร และไนโตรดิงแบบพลาสติกที่อุณหภูมิ 600 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 15 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
18.54	18.17	18.36	82.6
17.98	17.50	17.74	88.5
17.07	16.69	16.88	97.6
18.80	18.70	18.75	79.1
17.32	15.22	16.27	105.2
19.76	17.68	18.72	79.5
18.34	18.00	18.17	84.3
19.76	18.01	18.89	78.1
17.19	19.02	18.11	84.9
19.27	18.33	18.80	78.8
ความแข็งเฉลี่ย			84.4

ตาราง ก19 ผลการวัดความแข็งภายในชิ้นงานอะลูมิเนียมขึ้นรูปเย็นด้วย Bulk Mechanical Alloying และไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง (แรงกด 50 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
33.67	33.79	33.73	81.5
34.04	33.00	33.52	82.5
33.85	32.95	33.40	83.1
35.16	33.56	34.36	78.5
34.86	33.40	34.13	79.6
34.66	32.76	33.71	81.6
33.87	32.49	33.18	84.2
36.51	32.99	34.75	76.8
35.15	34.89	35.02	75.6
33.89	34.35	34.12	79.6
ความแข็งเฉลี่ย			80.4

ตาราง ก20 ผลการวัดความแข็งผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมขึ้นรูปเย็นด้วย Bulk Mechanical Alloying และไนไตรดิงแบบพลาสมาที่อุณหภูมิ 550 °C 100 ชั่วโมง(แรงกด 10 กรัม)

d1	d2	d เฉลี่ย	ความแข็ง
11.46	12.28	11.87	131.8
11.40	12.34	11.87	131.8
12.20	11.95	12.08	127.4
11.95	12.11	12.03	128.2
11.46	12.44	11.95	130.0
11.95	11.62	11.79	133.6
12.20	11.13	11.67	136.5
11.46	11.95	11.71	135.5
10.98	12.93	11.96	129.9
11.95	13.42	12.69	115.3
ความแข็งเฉลี่ย			131.0

## การคำนวณเวลาที่ใช้ทำให้อุณหภูมิภายในเท่ากับภายนอก

พิจารณาชิ้นงานขณะไนโตรดิงแบบพลาสมา ชิ้นงานมีอุณหภูมิสูงขึ้นเริ่มจากบริเวณผิว เนื่องจากการชนและถ่ายเทพลังงานจากอิออนไนโตรเจนและไฮโดรเจนให้กับผิวชิ้นงาน จึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจากพลังงานจลน์เป็นพลังงานความร้อนให้แก่ผิวชิ้นงานทำให้บริเวณผิวชิ้นงานมีอุณหภูมิสูงตลอดเวลา จากนั้นจึงเริ่มเกิดการถ่ายเทความร้อนเข้าสู่ภายในชิ้นงาน จึงสามารถตั้งสมมติฐานได้ว่า ค่า Bi (Biot number) สำหรับกรณีนี้มีค่าสูงมาก

เมื่อพิจารณาให้อุณหภูมิภายในมีค่าเท่ากับอุณหภูมิภายนอก จะได้ว่า ค่า  $\frac{T - T_f}{T_i - T_f}$  มีค่าเท่ากับ 0 โดย

$T$	คือ	อุณหภูมิภายในชิ้นงาน
$T_f$	คือ	อุณหภูมิที่ผิวชิ้นงาน
$T_i$	คือ	อุณหภูมิภายในชิ้นงานเริ่มต้น

รูปที่ ก1 ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิ ค่า Bi และ Fo ที่ศูนย์กลางของชิ้นงานทรงกระบอก

สำหรับชิ้นงานทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.2 เซนติเมตร เมื่อกำหนดให้มีค่า Bi สูงมาก ประมาณ 1000 เมื่ออุณหภูมิภายในเท่ากับอุณหภูมิภายนอก จากรูปที่ ก1 อ่านค่าได้ว่าค่า Fo มีค่าประมาณ 2 สามารถคำนวณเวลาที่ใช้ได้จากสมการ ก1 ดังนี้

$$F_o = \frac{kt}{\rho C_p R^2} \quad (n1)$$


โดยค่า $k$	คือ	ค่าการนำความร้อน (W/mK)
$t$	คือ	เวลา (ks)
$\rho$	คือ	ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )
$C_p$	คือ	ความจุความร้อนจำเพาะ (kJ/kgK)
$R$	คือ	รัศมีชิ้นงาน (m)

จากนั้นแทนค่า  $F_o$  ที่อ่านค่าจากรูป n1. และค่า  $k$   $\rho$  และ  $C_p$  ของโลหะอะลูมิเนียมและค่ารัศมีของชิ้นงานจากนั้นคำนวณจะได้ค่าเวลา ประมาณ 2 วินาทีซึ่งเป็นเวลาที่ทำให้อุณหภูมิภายในเท่ากับอุณหภูมิภายนอก

ตาราง n21 สมบัติทางความร้อนของโลหะอะลูมิเนียม

อุณหภูมิ (K)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$C_p$ (kJ/kgK)	$K$ (W/mK)	$H_f$ KJ/kg
300	2698	0.90	237	
600	2636	1.04	232	
933(s)	2555	1.19	211	398
933(l)	2368	1.09	91	
1200	2296	1.09	99	

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	น.ส.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล	
วัน เดือน ปี เกิด	2 กรกฎาคม พ.ศ. 2520	
สถานที่เกิด	โรงพยาบาลศิริราช กรุงเทพมหานคร	
การศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ) คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2540 เข้าศึกษาระดับวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2541	
การทำงาน	อาจารย์ ประจำคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตั้งแต่ 3 กันยายน พ.ศ.2541	