

### บทที่ 3

#### ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง เพื่อศึกษาผลของไนโตรเจนต่อความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ที่มีส่วนผสมโครเมียม 28 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นิกเกิล 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไนโตรเจน 0.0018, 0.1100, 0.2300 และ 0.3400 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (K1-K4) และเหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์ที่มีส่วนผสมโครเมียม 28 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นิกเกิล 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไนโตรเจน 0.0020, 0.0440, 0.0920 และ 0.1800 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (L1-L4) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส ที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 ประกอบด้วย

#### 3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

##### 3.1.1 ชิ้นงานที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1.1 ชิ้นงาน K1-K4 มีขนาดเกรนอสเตไนต์ในแนวขวางประมาณ 6-20 ไมครอน

ตัวอย่างชิ้นงานได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Nisshin Steel Co., Ltd. ซึ่งมีส่วนผสมทางเคมีดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ของเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ (K1-K4)

ชิ้นงาน	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	O	Al
K1	0.008	0.010	<0.01	0.003	0.0007	7.09	28.17	0.0018	0.0057	0.023
K2	0.005	0.020	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.15	0.1100	0.0039	0.014
K3	0.007	0.040	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.16	0.2300	0.0026	0.022
K4	0.010	0.050	0.02	0.002	0.0010	7.04	28.24	0.3400	0.0035	0.015

นำตัวอย่างชิ้นงานที่ได้ไปผ่านการตีขึ้นรูป (forging) ที่ช่วงอุณหภูมิ 1150-1050 องศาเซลเซียส ให้เป็นแผ่นขนาดหนา 15 มิลลิเมตร กว้าง 100 มิลลิเมตร และยาวประมาณ 50-300 มิลลิเมตร เนื่องจากสัดส่วนโครงสร้างอสเตไนต์ต่อโครงสร้างเฟอร์ไรต์มีผลต่อความสามารถใน

การต้านทานการกัดกร่อน (25) จึงควบคุมสัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์ต่อโครงสร้างเฟอร์ไรต์โดยใช้กระบวนการอบชุบด้วยความร้อน (heat treatment) ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการอบชุบด้วยความร้อนเพื่อควบคุมสัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์ต่อโครงสร้างเฟอร์ไรต์ให้ได้ประมาณ 1:1

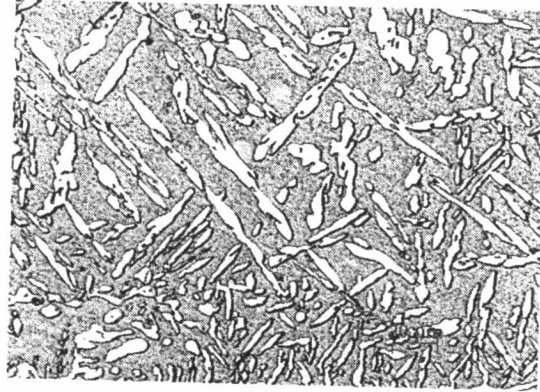
ชิ้นงาน	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (ชั่วโมง)
K1	900	24
K2	900	24
K3	1050	24
K4	1100	24

ที่มาของสภาวะในกระบวนการอบชุบด้วยความร้อนแสดงในภาคผนวก ฉ

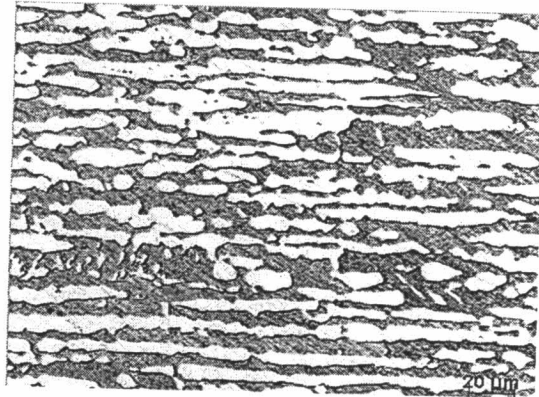
นำตัวอย่างชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอบชุบด้วยความร้อนไปตรวจสอบสัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์ต่อโครงสร้างเฟอร์ไรต์ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.3 (รายละเอียดการทดสอบแสดงในภาคผนวก ก)

ตารางที่ 3.3 สัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์และโครงสร้างเฟอร์ไรต์ (สัดส่วนโดยปริมาตร)

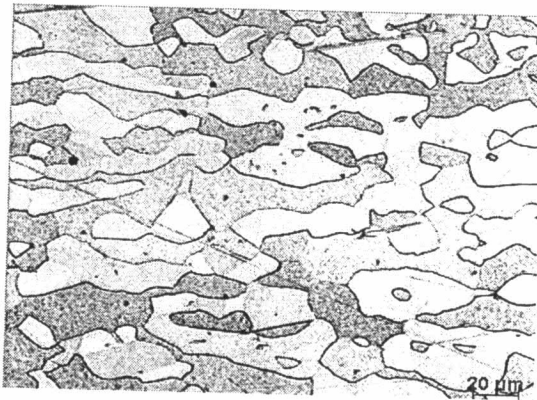
ชิ้นงาน	สัดส่วนโครงสร้างโดยปริมาตร	
	ออสเตไนต์	เฟอร์ไรต์
K1 (0.0018 wt.%)	0.45	0.55
K2 (0.1100 wt.%)	0.50	0.50
K3 (0.2300 wt.%)	0.51	0.49
K4 (0.3400 wt.%)	0.64	0.36



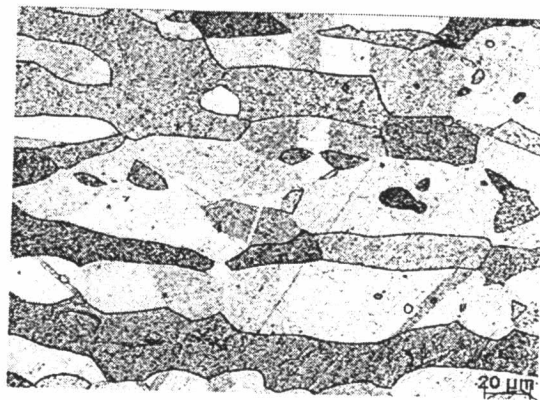
ก. K1 (0.0018 wt.%)



ข. K2 (0.1100 wt.%)



ค. K3 (0.2300 wt.%)



ง. K4 (0.3400 wt.%)

รูปที่ 3.1 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ (K1-K4)

3.1.1.2 ชิ้นงาน S1-S4 มีขนาดเกรนออสเตไนต์ในแนวขวางประมาณ 5-15 ไมครอน  
ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานมีดังนี้

-นำชิ้นงาน K1, K2, K3 และ K4 ขนาด 5x10x10 มิลลิเมตร ออบชุบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 1200, 1250, 1275 และ 1300 องศาเซลเซียสตามลำดับ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้โครงสร้างเป็นเฟอไรต์ 100 เปอร์เซ็นต์

-นำชิ้นงานไปผ่านการรีดเย็นให้มีความหนาลดลงประมาณ 70 เปอร์เซ็นต์ หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปอบชุบด้วยความร้อนเช่นเดียวกันกับ K1-K4 ตามตารางที่ 3.2 ชิ้นงานที่ได้จะเรียกว่า S1, S2, S3 และ S4 เนื่องจากส่วนผสมไนโตรเจนอาจมีการเปลี่ยนแปลงไปจากชิ้นงาน K1, K2, K3 และ K4 จึงได้วิเคราะห์ค่าส่วนผสมทางเคมีใหม่ ดังแสดงในภาคผนวก จ พบว่าส่วนผสมโครเมียมและ นิกเกิล ยังคงเหมือนกับตัวอย่างชิ้นงาน K1-K4 เพราะไม่มีการสูญเสียไปในระหว่างการผลิตส่วนผสมทางเคมีของตัวอย่าง S1-S4 แสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ส่วนผสมทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ของเหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์  
(S1-S4)

ชิ้นงาน	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก								
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	O	Al
S1	0.008	0.010	<0.01	0.003	0.0007	7.09	28.17	0.0057	0.023
S2	0.005	0.020	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.15	0.0039	0.014
S3	0.007	0.040	0.01	0.002	0.0008	7.05	28.16	0.0026	0.022
S4	0.010	0.050	0.02	0.002	0.0010	7.04	28.24	0.0035	0.015

นำตัวอย่างชิ้นงานไปตรวจสอบสัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์ต่อโครงสร้างเฟอไรต์ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.5 (รายละเอียดการทดสอบแสดงในภาคผนวก ก)

ตารางที่ 3.5 สัดส่วนโครงสร้างออสเตไนต์และโครงสร้างเฟอไรต์ (สัดส่วนโดยปริมาตร)

ชิ้นงาน	สัดส่วนโครงสร้างโดยปริมาตร	
	ออสเตไนต์	เฟอไรต์
S1 (0.0018 wt.%)	0.45	0.55
S2 (0.1100 wt.%)	0.59	0.41
S3 (0.2300 wt.%)	0.58	0.42
S4 (0.3400 wt.%)	0.35	0.65

จากค่าสัดส่วนโครงสร้างที่ได้ พบว่าชิ้นงานในกลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์มีสัดส่วนไม่เข้าใกล้ 1:1 จึงได้ทำการตรวจสอบปริมาณไนโตรเจนพบว่ามี การสูญเสียไนโตรเจน ได้ผล ดังตารางที่ 3.6 (รายละเอียดการทดสอบแสดงในภาคผนวก ข)

ตารางที่ 3.6 ผลการทดสอบปริมาณไนโตรเจน

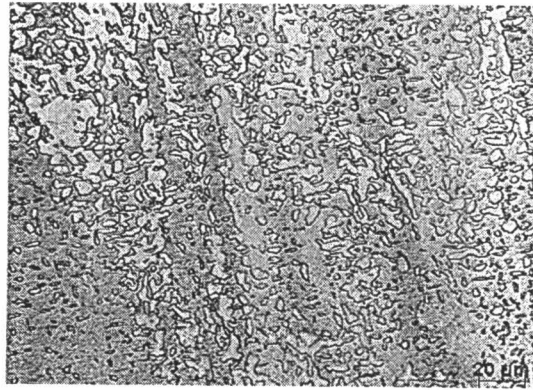
ชิ้นงาน	ปริมาณไนโตรเจน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)
S1 (0.0018 wt.%)	0.0020
S2 (0.1100 wt.%)	0.0920
S3 (0.2300 wt.%)	0.1800
S4 (0.3400 wt.%)	0.0440

จากตารางที่ 3.6 เพื่อความสะดวกในการวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้ในบทต่อไปจึงได้มีการเปลี่ยนชื่อชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์ใหม่จาก S1-S4 เป็น L1-L4 และชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบมีปริมาณไนโตรเจน ดังนี้คือ

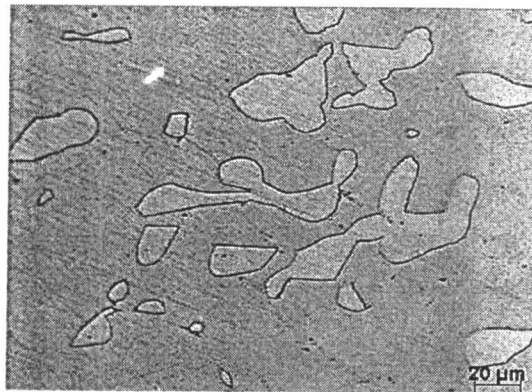
ชิ้นงาน K1	มีปริมาณไนโตรเจน	0.0018 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน K2	มีปริมาณไนโตรเจน	0.1100 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน K3	มีปริมาณไนโตรเจน	0.2300 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน K4	มีปริมาณไนโตรเจน	0.3400 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน L1	มีปริมาณไนโตรเจน	0.0020 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน L2	มีปริมาณไนโตรเจน	0.0440 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน L3	มีปริมาณไนโตรเจน	0.0920 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
ชิ้นงาน L4	มีปริมาณไนโตรเจน	0.1800 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

3.1.1.3 ตัดชิ้นงานให้มีขนาด 30x15x5 มิลลิเมตร

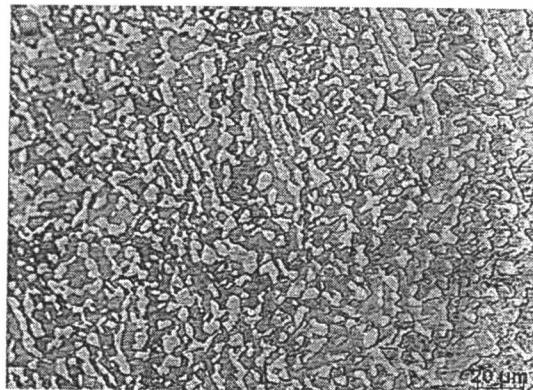
3.1.1.4 นำแผ่นชิ้นงานที่ตัดได้ตามขนาดดังกล่าว ไปขัดผิวเพื่อทำความสะอาดด้วยกระดาษทรายหยาบและละเอียดจนถึงเบอร์ 1200 หลังจากนั้นทำความสะอาดด้วยแอลกอฮอล์ เพื่อล้างคราบไขมันโดยใช้เครื่องทำความสะอาดคลื่นอุลตราโซนิค แล้วเก็บชิ้นงานไว้ในเดสซิเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดชั้นฟิล์มออกไซด์ที่เสถียร



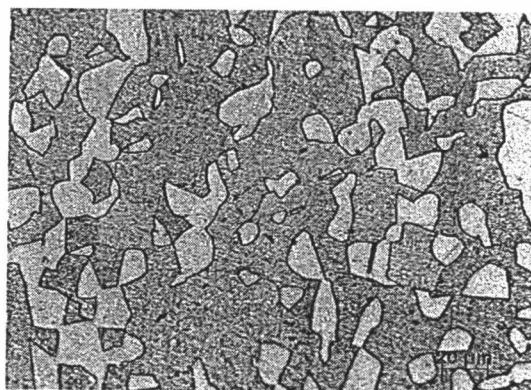
ก. L1 (0.0020 wt.%)



ข. L2 (0.0440 wt.%)



ค. L3 (0.0920 wt.%)



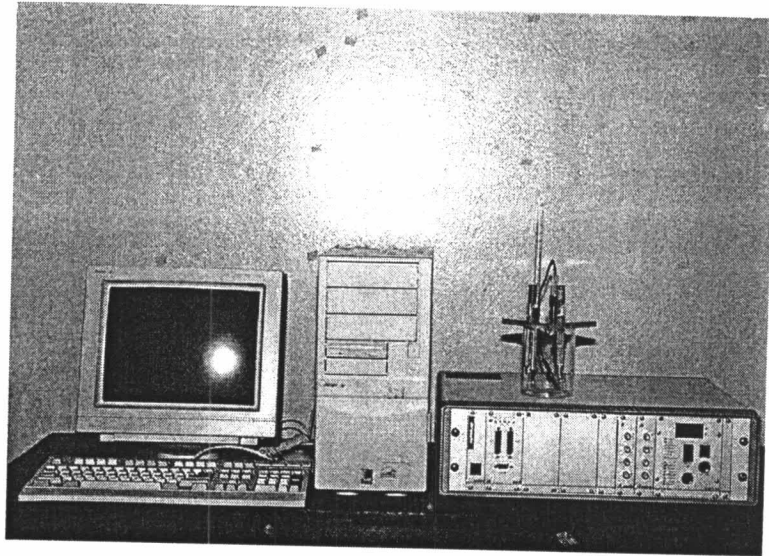
ง. L4 (0.1800 wt.%)

รูปที่ 3.2 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเหล็กกล้าไร้สนิมดูไมโครเพิล็กซ์ (L1-L4)

### 3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

#### 3.1.2.1 เครื่องโพเทนชิโอสแตท

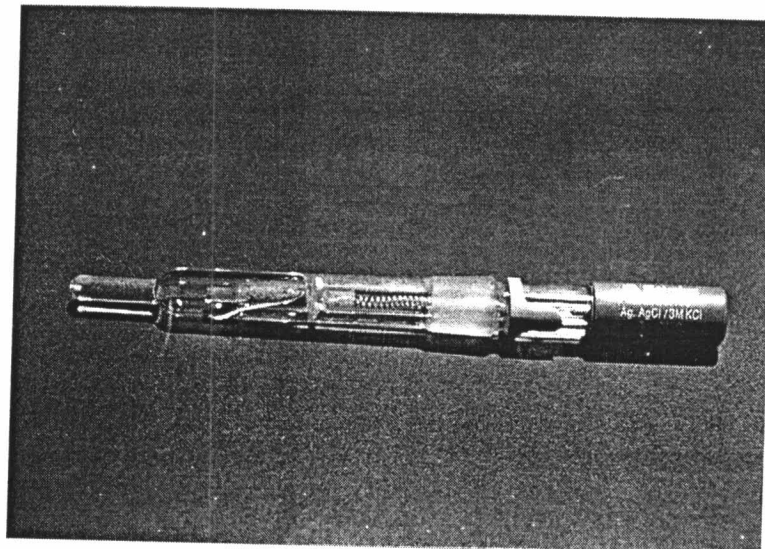
เครื่องโพเทนชิโอสแตท รุ่น PGSTAT 20 ของบริษัทออดีแล็ป จำกัด เป็นเครื่องแบบใช้งาน  
ได้หลายวัตถุประสงค์ (general purpose electrochemical system ;GPES)



รูปที่ 3.3 เครื่อง โพเทนชิโอสแตทรุ่น PGSTAT 20

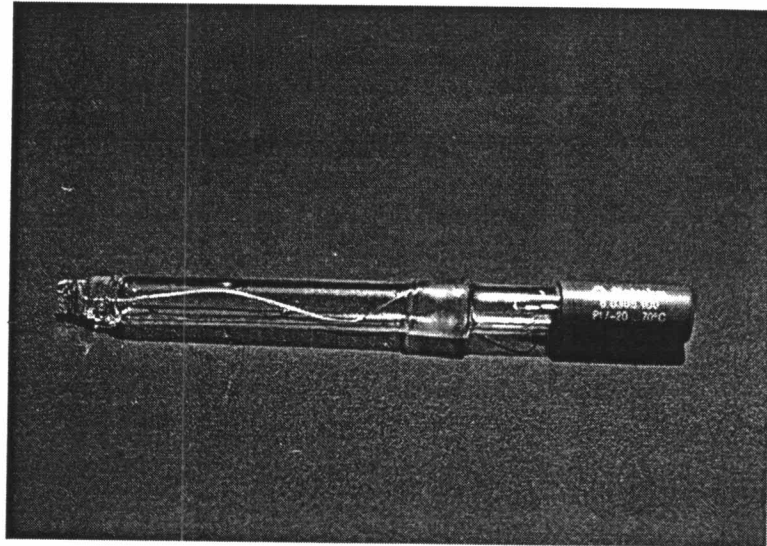
#### 3.1.2.2 อิเล็กโทรดที่ใช้

\* อิเล็กโทรดอ้างอิง (reference electrode) คือ Ag / AgCl (3 M KCl) (silver chloride electrode) ของบริษัท Metrohm AG แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 อิเล็กโทรดอ้างอิง (Ag/AgCl 3M KCl)

\* อิเล็กโทรดวัดกระแส (counter electrode) คือ แพลทินัม (Pt) ของบริษัท Metrohm AG แสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 อิเล็กโทรดวัดกระแส (Pt)

\*อิเล็กโทรดตัวอย่าง (specimen) คือ ชิ้นงานทดสอบเหล็กกล้าไร้สนิมเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ที่มีส่วนผสมโครเมียม 28 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นิกเกิล 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไนโตรเจน 0.0018, 0.1100, 0.2300 และ 0.3400 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (K1-K4) และเหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์ที่มีส่วนผสมโครเมียม 28 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นิกเกิล 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไนโตรเจน 0.020, 0.0440, 0.0920 และ 0.1800 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (L1-L4)

3.1.2.3 เครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นอุลตราโซนิก (ultrasonic cleaning)

เครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นอุลตราโซนิกที่ใช้คือ Metason 60



### 3.1.3 สารละลายที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายที่ใช้ในการทดลองคือ สารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 3.5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก มีค่าพีเอชเท่ากับ 7

ทำการปรับค่าพีเอชของสารละลายให้มีค่าเท่ากับ 2 โดยกรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้น 6 โมลาร์ ประมาณ 3 หยด ต่อสารละลาย 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ทำการปรับค่าพีเอชของสารละลายให้มีค่าเท่ากับ 10 โดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ประมาณ 5-6 หยด ต่อสารละลาย 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร

### 3.2. ขั้นตอนการทดลอง {6}

เนื่องจากสภาวะการทดลองมีผลต่อเส้นโพลาริเซชัน จึงจำเป็นต้องควบคุมสภาวะการทดลองให้คงที่ ตัวอย่างตัวแปรที่มีผลต่อเส้นโพลาริเซชันได้แก่

- 3.2.1 ปริมาณออกซิเจนในสารละลาย
- 3.2.2 อัตราการแสงน
- 3.2.3 อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง
- 3.2.4 ความเข้มข้นของสารละลาย

จากการศึกษาวิจัย {6} ที่ผ่านมามีพบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ

- เวลาที่ใช้ในการที่ทำให้ออกซิเจนในอากาศอิมตัวในสารละลายเท่ากับ 5 นาที
- อัตราการแสงนเท่ากับ 0.1 มิลลิโวลต์ต่อวินาที
- อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองเท่ากับ 27 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์เท่ากับ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
- เวลาที่ใช้ในการแช่ชิ้นงานก่อนการแสงนเท่ากับ 45 นาที

### 3.3 วิธีทดลอง {6}

3.3.1 เตรียมสารละลาย NaCl 3.5% โดยน้ำหนัก ปริมาตร 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.3.2 ใช้เครื่องพ่นอากาศพ่นลงในสารละลาย เป็นเวลา 5 นาทีเพื่อให้ออกซิเจนอิมตัวในสารละลาย

3.3.3 ควบคุมอุณหภูมิการทดลองให้ได้เท่ากับ 27 องศาเซลเซียส

3.3.4 แช่ชิ้นงานลงในสารละลายทดลองที่มีออกซิเจนอิมตัวแล้วโดยให้ชิ้นงานสัมผัสกับสารละลายเป็นพื้นที่ 4 ตารางเซนติเมตร

3.3.5 หาเส้นโพลาริเซชันของเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ (K1-K4) และ เหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์ (L1-L4)

3.3.6 ทำการทดลองตามสภาวะเดิมอีกอย่างน้อย 3 ครั้ง

3.3.7 แปลความหมายของเส้นกราฟที่ได้ โดยพิจารณาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (corrosion potential,  $E_{corr}$ ) ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (corrosion current density,  $I_{corr}$ ) ค่าอัตราการกัดกร่อน (corrosion rate,  $R_{mpy}$ ) ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าขณะวัสดุเกิดฟิล์มที่ผิว (passive current density,  $I_p$ ) และค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็มหรือหลุม (pitting potential,  $E_p$ ) ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ และ เหล็กกล้าไร้สนิมไมโครดูเพล็กซ์ที่มีปริมาณไนโตรเจนต่างกัน

3.3.8 ตรวจสอบพื้นผิวบริเวณที่ถูกกัดกร่อน โดยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง