กลไกการเกิดชั้นสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่ใกล้จุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียม



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งเต่ปีคารศึกษา 2556 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR) เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิสูงสัทส์พลิหุษาใญหรัญชื่อให้เราหญาสมัณฑิตวิทยาลัย The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)

are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

## MECHANISM OF NICKEL ALUMINIDE COMPOUND FORMATION AT NEAR MELTING POINT OF ALUMINIUM



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical Engineering Department of Metallurgical Engineering Faculty of Engineering Chulalongkorn University Academic Year 2013 Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	กลไกการเกิดชั้นสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่ใกล้จุด
	หลอมเหลวของอะลูมิเนียม
โดย	นายมารุต เขียวแก่
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธาชาย เหลืองวรานันท์

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

\_\_\_\_\_คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร.บัณฑิต เอื้ออาภรณ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)

\_\_\_\_อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธาชาย เหลืองวรานันท์)

\_\_\_\_กรรมการ

(อาจารย์ ดร.มาวิน สุประดิษฐ ณ อยุธยา)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิติ ยงวณิชย์)

มารุต เขียวแก่ : กลไกการเกิดชั้นสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่ใกล้จุดหลอมเหลว ของอะลูมิเนียม. (MECHANISM OF NICKEL ALUMINIDE COMPOUND FORMATION AT NEAR MELTING POINT OF ALUMINIUM) อ.ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.ธาชาย เหลืองวรานันท์ , 77 หน้า.

โลหะผสมนิกเกิลถูกใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมที่อุณหภูมิสูง เช่น ใบพัดใน ้อุตสาหกรรมกังหันแก๊ส รวมถึงชิ้นส่วนต่าง ๆ ที่ต้องทนต่ออุณหภูมิสูง และกระบวนการอะลูมิไนซิ ้งเป็นกระบวนการหนึ่งที่นิยมใช้ในการเพิ่มความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชั่นในโลหะผสม นิกเกิล ด้วยการทำให้เกิดการแพร่และเกิดสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์บนผิวนิกเกิล จาก ้งานวิจัยที่ผ่านมาได้ทำการทดลองที่ 1073 เคลวิน ซึ่งอยู่สูงกว่าจุดหลอมเหลวอะลูมิเนียม ยืนยัน ้ว่าเฟสที่เกิดขึ้นในการทำอะลูมิในซิ่ง คือเฟสของสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> และ NiAl<sub>3</sub> โดยมี Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เป็นเฟสหลักที่เกิดขึ้นในชั้นสารประกอบ งานวิจัยครั้งนี้ต้องการศึกษาโครงสร้างจุลภาค และ สารประกอบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 873 เคลวิน ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่อยู่ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของ ้อะลูมิเนียมเล็กน้อยที่เวลาต่าง ๆ กัน โดยมีการอบขึ้นไปที่อุณหภูมิ 1073 เคลวิน เป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้นิกเกิลและอะลูมิเนียมยึดติดกันก่อน จากนั้นวัดความหนาและศึกษากลไกการแพร่ของ นิกเกิลในสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ซึ่งเฟสที่เกิดขึ้นหลักคือ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ส่วนเฟส NiAl<sub>3</sub> มีน้อยลง จนถึงไม่มี ้ เลย สำหรับการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> นั้นคำนวณโดย ใช้หลักการแพร่ในระบบของโลหะผสมที่ละลายกันอย่างไม่สมบูรณ์ แนวคิดเรื่องสมดุลมวล ผลต่าง ของฟลักซ์ที่รอยต่อระหว่างเฟสทำให้เกิดการสะสมของอะตอมที่ชั้นสารประกอบ ค่าสัมประสิทธิ์ การแพร่ของนิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 873 เคลวิน มีค่า 4.19 imes 10<sup>-12</sup> ตารางเมตรต่อวินาที และจากสมการการแพร่ของอาร์เรเนียส D = D<sub>o</sub>exp(-Q/RT) พบว่าพลังงานก่อกัมมันต์สำหรับ การแพร่ของนิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> มีค่า 288 กิโลจูลต่อโมล

# จุหาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University

ภาควิชา วิศวกรรมโลหการ สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ ปีการศึกษา 2556

ลายมือชื่อนิสิต	
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	

#### # # 5370327421 : MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING KEYWORDS: NICKEL ALUMINDE / DIFFUSION / DIFFUSION COEFFICIENT

MARUT KHIEOKAE: MECHANISM OF NICKEL ALUMINIDE COMPOUND FORMATION AT NEAR MELTING POINT OF ALUMINIUM. ADVISOR: ASST. PROF. TACHAI LUANGVARANUNT, Ph.D., 77 pp.

Nickel-based superalloys have been widely used in many hightemperature industries such as gas turbine blades and engines. Aluminizing is an effective technique to increase oxidation resistance of nickel by diffusing and forming nickel aluminide compounds on the nickel surface. Previous studies investigated at 1073 K, above the melting point of aluminum, and confirmed the presence of Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (main phase) and NiAl<sub>3</sub> at the couple interface. This research aims to study the microstructure and intermetallic compound formation at 873 K, which is below the melting point of aluminum, at various times. Heating to 1073 K for 5 minutes was employed to hold the Ni/Al diffusion couple together prior to heat treatment at 873 K, the thickness of the compound layer and diffusion behavior of Ni/Al diffusion couple were then studied. The main phase was Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> with traces of NiAl<sub>3</sub>. The diffusion coefficient of Ni in Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> was determined by diffusion in a non-isometric alloy system. The flux difference at the interphase causes accumulation of atoms in the compound layer. The diffusion coefficient of Nickel in Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> at 873 K was found to be 4.19 x  $10^{-12}$  m<sup>2</sup>/s with the activation energy is 288 kJ/mol.

# จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University

Department:	Metallurgical Engineering	Student's Signature
Field of Study:	Metallurgical Engineering	Advisor's Signature
Academic Year:	2013	

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ ต้องขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์ เป็นอย่างสูง ที่กรุณาถ่ายทอดความรู้ อบรม แนะนำ สั่งสอน ให้คำปรึกษา และข้อคิดเห็นต่าง ๆ ใน การศึกษาและวิจัย ทั้งคอยให้คำแนะนำ เป็นห่วงไต่ถามในเรื่องส่วนตัวข้าพเจ้าตลอดเวลาที่ศึกษาที่นี่

ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย, อาจารย์ ดร.มาวิน สุประดิษฐ ณ อยุธยา และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิติ ยงวณิชย์ ที่กรุณาให้เกียรติเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ให้ คำปรึกษา คำแนะนำ และข้อคิดเห็นต่าง ๆ ในงานวิจัยนี้ รวมทั้งคณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ ทุกท่าน ที่ได้อบรมให้ความรู้ในงานด้านโลหะวิทยาต่าง ๆ อีกทั้งคำแนะนำ และข้อคิดเห็นที่เป็น ประโยชน์ต่องานวิจัย ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ในภาควิชาวิศวกรรมโลหการทุกท่าน ที่ให้การ สนับสนุนข้าพเจ้าในทุกด้านด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ และศูนย์วิจัยชีววิทยาช่องปากคณะทันต แพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือทดสอบตลอดมาจน เสร็จสิ้นงานวิจัยด้วยดี

ขอบคุณนายรฐกฤษฏิ์ รามสูต, นายรัชชวิทย์ หาญอมรรุ่งเรือง, นายปภาวิชญ์ งามเฉลียว และ นายอัครเดช เตชะเกสรี สำหรับปริญญานิพนธ์ที่เป็นจุดตั้งต้นสำคัญของงานวิจัยนี้ ขอบคุณ นางสาวจิณห์นิภา ฤทธิ์วิรุฬห์ ผู้ช่วยงานวิจัย และผู้ให้คำปรึกษาด้านจิตใจ ขอบคุณเพื่อนพี่น้องนิสิต ภาควิชาวิศวกรรมโลหการหลายท่านที่ไม่อาจไล่ชื่อได้หมดภายในกิติกรรมประกาศนี้ สำหรับ คำปรึกษา และกำลังใจตลอดมา

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณบิดามารดา ครอบครัวโล่สุวรรณ ครอบครัวเขียวแก่ และเครือญาติ รวมทั้งบุคคลอันเป็นที่เคารพรักที่ให้สนับสนุนในด้านการศึกษา สอบถาม รอคอย และ ให้โอกาสที่ดีในชีวิตแก่ข้าพเจ้าด้วยดีตลอดมา

> จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	१
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ົ
สารบัญ	ช
สารบัญภาพ	ญ
สารบัญตาราง	j
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมา และความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 วรรณกรรมปริทัศน์	3
2.1 การแพร่ในสารละลายของแข็งแบบแทนที่ [1]	3
2.1.1 การแพร่ในสารละลายสมบูรณ์แบบ	3
2.1.2 The Kirkendall Effect	6
2.1.3 รูพรุน	9
2.1.4 สมการของ Darken (Darken's Equations)	. 10
2.1.5 กฎข้อสองของ Fick	. 13
2.1.6 The Matano Method	. 16
2.1.7 การแพร่ในระบบของโลหะผสมที่ละลายกันอย่างไม่สมบูรณ์	. 19
2.2 แผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม [2]	.23
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	. 26
2.3.1 การวิเคราะห์ผลของกรรมวิธีการเคลือบนิกเกิลด้วยผงอะลูมิเนียม [25]	. 26
2.3.2 การศึกษาเชิงวิเคราะห์ของการแพร่ระหว่างโลหะนิกเกิลและอะลูมิเนียม [26]	. 28
2.3.3 Measurement of intrinsic diffusion coefficients of Al and Ni in Ni₃Al usir Ni/NiAl diffusion couples [13]	ng . 30
2.3.4 Intrinsic diffusion in Ni $_3$ Al system [14]	. 31

บทที่ 3 วิธีการทดลอง	32
3.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	32
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลองการแพร่	32
3.1.2 อุปกรณ์ในการให้ความร้อน	32
3.1.3 อุปกรณ์สำหรับเตรียมชิ้นงานเพื่อทดลอง และวิเคราะห์ผล	32
3.1.4 เครื่องมือวิเคราะห์	32
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	33
3.2.1 Diffusion Couple ของ Ni/NiAl <sub>3</sub>	33
3.2.1.1 การเตรียมชิ้นงาน	33
3.2.1.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชั้นเคลือบ	33
3.2.1.3 ขั้นตอนการคำนวณทางทฤษฎี	34
3.2.2 Diffusion Couple ของ Ni/Al ที่ 600°C	34
3.2.2.1 การเตรียมชิ้นงาน	34
3.2.2.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชั้นเคลือบ	35
3.2.2.3 ขั้นตอนการคำนวณทางทฤษฎี	36
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	37
Diffusion Couple ของ Ni/NiAl <sub>3</sub>	37
Diffusion Couple ของ Ni/Al ที่ 600°C	38
4.1 โครงสร้างจุลภาคชั้นสารประกอบ	38
4.1.1 ชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียม ลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด B)	38
4.1.2 ชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียม ลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด P)	41
4.2 ความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียมกับนิกเกิล และ concentration profile	44
4.3 ความหนาชั้นสารประกอบ	62
4.4 ความเร็วการเคลื่อนที่ของชั้นสารประกอบ	65
4.5 สัมประสิทธิ์การแพร่	66
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	70
5.1 สรุปผลการทดลอง	70

ซ

# หน้า

ณ

5.1.1 โครงสร้างจุลภาคของชั้นสารประกอบ	70
5.1.2 ความหนาชั้นสารประกอบ	70
5.1.3 สัมประสิทธิ์การแพร่	70
5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ	71
รายการอ้างอิง	72
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	75



# สารบัญภาพ

หน้า
3
ແລະ Au-Pt [1] 6

รูปที่ 1 ผลึกเดี่ยวสมมติที่มีอัตราผลต่างความเข้มข้นของอะตอม A [1]	3
รูปที่ 2 ภาพบางส่วนของผลึกเดี่ยวจากรูปที่ 1 ในระดับอะตอม [1]	4
รูปที่ 3 การเปลี่ยนแปลงของสัมประสิทธิ์การแพร่ D ในอัลลอย Au-Ni, Au-Pd และ Au-Pt [1]	6
รูปที่ 4 Kirkendall Diffusion Couple [1]	7
รูปที่ 5 เส้นโค้งแสดงความเข้มข้นสัมพันธ์ต่อระยะทาง [1]	7
รูปที่ 6 การเคลื่อนตัวของมาร์คเกอร์ใน Kirkendall Diffusion Couple [1]	8
รูปที่ 7 กลไกการแพร่โดยการแลกเปลี่ยนโดยตรง [1]	8
รูปที่ 8 กลไกการแพร่แบบ Zener ring [1]	9
รูปที่ 9 Diffusion Couple ของทองแดง-นิกเกิล [1]	. 10
รูปที่ 10 ระยะมาร์คเกอร์ วัดจากปลายด้านหนึ่ง [1]	. 11
รูปที่ 11 แสดงภาคตัดขวาง mm และ nn [1]	. 12
รูปที่ 12 Penetration curve, Grube method [1]	. 14
รูปที่ 13 Matano Interface แบ่งพื้นที่ M กับ N ให้เท่ากัน [1]	. 16
รูปที่ 14 ข้อมูลการแพร่สมมติในรูปแบบ Matano Method [1]	. 17
รูปที่ 15 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ความเข้มข้นต่างๆ [1]	. 18
รูปที่ 16 แผนภูมิสมดุลของธาตุ A และ B [1]	. 19
รูปที่ 17 เส้นโค้งแสดงปริมาณ B ในจุดต่างๆบน Diffusion Couple ที่อุณหภูมิ T $_1$ [1]	. 20
รูปที่ 18 เส้นโค้งแสดงความสัมพันธ์ของ free energy กับส่วนผสม ที่อุณหภูมิ T <sub>1</sub> [1]	. 21
รูปที่ 19 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของ free energy ต่อส่วนผสม ที่อุณหภูมิ T <sub>1</sub> [1]	. 21
รูปที่ 20 Diffusion Couple ของ ทองแดง-สังกะสี [1]	. 22
รูปที่ 21 แผนภูมิสมดุลเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม [2]	. 23
รูปที่ 22 ข้อมูล interdiffusion coefficient ของสารประกอบโลหะนิกเกิล-อะลูมิเนียม ชนิดต่าง	ๆ
โดยรวบรวมจากงานวิจัย ที่ T < 800°C [2]	. 25
รูปที่ 23 ข้อมูล interdiffusion coefficient ของสารประกอบโลหะนิกเกิล-อะลูมิเนียม ชนิดต่าง	ๆ
โดยรวบรวมจากงานวิจัย ที่ 800°C < T < 1100 °C [2]	. 25
รูปที่ 24 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานนิกเกิลที่ผ่านการทำอะลูมิไนซิง ที่อุณหภูมิ 700°C เวลา 4 ชั่วโม	٩
[25]	. 26
รูปที่ 25 ผลการเปรียบเทียบเฟสต่างๆที่ปรากฏจากการตรวจสอบชิ้นงานด้วยวิธี XRD โดยสีแต่ละเ	เส้น
แสดงความลึกของชิ้นงานที่ถูกขัดออกไป [25]	. 27

รูปที่ 26 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างรากที่สองของเวลาและความหนาชั้นเคลือบของชิ้นงานที่ได้ผ่า	น
การอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 700°C และ 800°C อัดโดยใช้แรงอัดด้วยความดัน 312 MPa และมีค่า	
ความหยาบผิว (Rq) 1.059 และ 2.308 µm [25]	28
รูปที่ 27 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลา และความหนาชั้นเคลือบ [26]	29
รูปที่ 28 แสดงโครงสร้างจุลภาคบริเวณมาร์คเกอร์ และตำแหน่งต่างๆ ที่ใช้ในการวัดค่าบนชิ้นงาน	
[26]	29
รูปที่ 29 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุต่อระยะทางของชิ้นงาน ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 800°C	
ด้วยเวลา 1 ชั่วโมง [26]	30
รูปที่ 30 ขั้นตอนการอบชิ้นงาน	35
รูปที่ 31 ผลการตรวจสอบชิ้นงานที่ผ่านการ arc-melt ด้วยวิธี XRD	37
รูปที่ 32 แสดงลักษณะภายนอกของชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลที่ผ่านการอบ .	38
รูปที่ 33 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน TB	39
รูปที่ 34 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลที่อัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม แล้วนำไปอบที่ 600°C ที่เวล	ุลา
ต่าง ๆ	40
รูปที่ 35 ลักษณะภายนอกของชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลที่ผ่านการอบ	41
รูปที่ 36 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน TP	41
รูปที่ 37 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลที่อัดด้วยผงอะลูมิเนียม แล้วนำไปอบที่ 600°C ที่เวลา	
ต่าง ๆ	42
รูปที่ 38 ชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม และผงอะลูมิเนียม ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 600°C	
เป็นเวลา 2.15 ชั่วโมง	43
รูปที่ 39 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยผงอะลูมิเนียม แล้วทำการอบ	44
รูปที่ 40 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน TB โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS	45
รูปที่ 41 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TB จากการวิเคราะห์เง	ป็น
ବ୍ମ	46
รูปที่ 42 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 1B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS	47
รูปที่ 43 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1B จากการวิเคราะห์เง็	ป็น
ବ୍ଜ	48
รูปที่ 44 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 2B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS	49
รูปที่ 45 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2B จากการวิเคราะห์เง็	ป็น
จุด	50
รูปที่ 46 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 4B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS	51

รูปที่ 47 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4B จากการวิเคราะห์เป็น
จุด52
รูปที่ 48 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 6B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS 52
รูปที่ 49 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6B จากการวิเคราะห์เป็น
จุด53
รูปที่ 50 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน TP โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS 54
รูปที่ 51 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TP จากการวิเคราะห์เป็น
จุด
รูปที่ 52 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 1P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS56
รูปที่ 53 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1P จากการวิเคราะห์เป็น
จุด57
รูปที่ 54 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 2P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS 57
รูปที่ 55 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2P จากการวิเคราะห์เป็น
จุด58
รูปที่ 56 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 4P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS 59
รูปที่ 57 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4P จากการวิเคราะห์เป็น
จุด
รูปที่ 58 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 6P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS 60
รูปที่ 59 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6P จากการวิเคราะห์เป็น
จุด
รูปที่ 60 การวัดความหนาชิ้นงานด้วยโปรแกรม SemAfore
รูปที่ 61 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนากับเวลา ในชิ้นงานชนิด B
รูปที่ 62 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนากับเวลา ในชิ้นงานชนิด P
รูปที่ 63 แสดงระยะต่าง ๆ ในการคำนวณความเร็วการเคลื่อนที่ของชั้นสารประกอบ
รูปที่ 64 แผนผังแสดงความเข้มข้นของการแพร่ในระบบโลหะผสม [1] เทียบกับผลความเข้มข้นที่ได้
จากเครื่อง EDS

# สารบัญตาราง

1 81 1
ตารางที่ 1 การเปลี่ยนแปลงของสัมประสิทธิ์การแพร่ เทียบกับส่วนประกอบของออกซิเจน ต่อ
ไฮโดรเจน [1]
ตารางที่ 2 ค่า Error function [1]15
ตารางที่ 3 ข้อมูลสมมติการแพร่สำหรับคำนวณด้วย Matano Method [1]
ตารางที่ 4 ค่าตัวแปรในการอบชิ้นงาน
ตารางที่ 5 ค่าตัวแปรของการเคลือบผิวชิ้นงานนิกเกิลแต่ละชิ้น
ตารางที่ 6 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TB ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด 45
ตารางที่ 7 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด 47
ตารางที่ 8 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด 49
ตารางที่ 9 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด 51
ตารางที่ 10 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด53
ตารางที่ 11 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TP ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด54
ตารางที่ 12 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด56
ตารางที่ 13 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด58
ตารางที่ 14 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด59
ตารางที่ 15 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด61
ตารางที่ 16 ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานชนิด B
ตารางที่ 17 ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานชนิด P
ตารางที่ 18 ความหนาจากการอบชิ้นงานชนิด B ที่ 600°C ในเวลาต่าง ๆ กัน63
ตารางที่ 19 ความหนาจากการอบชิ้นงานชนิด P ที่ 600°C ในเวลาต่าง ๆ กัน
ตารางที่ 20 เปรียบเทียบค่า k ในงานวิจัยต่าง ๆ65

บทที่ 1 บทนำ

### 1.1 ความเป็นมา และความสำคัญของงานวิจัย

โลหะผสมพิเศษ เป็นกลุ่มโลหะผสมที่ทนความร้อน สามารถคงความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูง ต้านทานความล้า ความคืบ รวมทั้งป้องกันการกัดกร่อน และการเกิดออกซิเดชั่นได้ดี การใช้งานโลหะ ผสมพิเศษส่วนใหญ่จะถูกใช้อย่างแพร่หลายในชิ้นส่วน หรือในอุตสาหกรรมที่ต้องทนอุณหภูมิสูงๆ ทน การกัดกร่อน และสามารถใช้งานซ้ำๆเป็นเวลานาน ได้แก่ กังหันแก๊สสำหรับเครื่องบิน, เรือเดินสมุทร, ยานพาหนะ รวมทั้งในอุตสาหกรรมต่างๆ, ใช้ทำเป็นชิ้นส่วนในยานอวกาศ, เครื่องยนต์จรวด, เตา ปฏิกรณ์ปรมาณู, เรือดำน้ำ, โรงงานไฟฟ้าไอน้ำ หรือในงานด้านปิโตรเคมี โดยอุตสาหกรรมกังหันแก๊ส เป็นอุตสาหกรรมที่นิยมใช้โลหะผสมพิเศษมากสุดกลุ่มหนึ่ง

โลหะผสมพิเศษนิกเกิล เป็นโลหะผสมพิเศษชนิดหนึ่งที่นิยมใช้กัน เนื่องจากนิกเกิลบริสุทธิ์มี จุดหลอมเหลวสูงถึง 1455 องศาเซลเซียส แต่อย่างไรก็ตาม ในเครื่องยนต์กังหันแก๊สนั้นมีอุณหภูมิการ ใช้งานอยู่ที่ 730-1370 องศาเซลเซียส ด้วยเงื่อนไขด้านอุณหภูมิของโลหะผสมพิเศษ ทำให้ไม่สามารถ เพิ่มคุณสมบัติต่างๆของโลหะผสมพิเศษด้วยกรรมวิธีอบชุบทางความร้อนได้ ฉะนั้นการเคลือบผิวจึง เป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเพิ่มคุณสมบัติต่างๆของโลหะผสมพิเศษ

หนึ่งในวิธีที่นิยมใช้ในการเคลือบผิวโลหะผสมพิเศษนิเกิล คือการทำอะลูมิไนซิง เนื่องจากธาตุ ผสมที่เติมลงไป เพื่อช่วยคงความแข็งแรงของโลหะผสมพิเศษนิกเกิลไว้ได้ที่อุณหภูมิสูงนั้น มักจะไปลด ค่าความต้านทานการกัดกร่อน และการเกิดออกซิเดชั่นที่ผิวของนิกเกิล ซึ่งจากการทำวิจัยเรื่องการ วิเคราะห์ผลของกรรมวิธีการเคลือบนิกเกิลด้วยผงอะลูมิเนียม พบว่าการทำอะลูมิไนซิงจะทำให้เกิดผิว เคลือบของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ ที่ช่วยป้องกันการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชั่นได้ โดย กลไกสำคัญของการทำอะลูมิในซิง ก็คือการแพร่ของอะลูมิเนียม และนิกเกิล ปัจจุบันถึงมีการใช้งาน การเคลือบผิวด้วยวิธีอะลูมิในซิง ก็คือการแพร่หลาย แต่กลไลของการแพร่ที่ทำให้เกิดชั้นสารประกอบ นิกเกิลอะลูมิไนด์นั้น ยังไม่เป็นที่ทราบแน่ชัด ถึงแม้จะมีงานวิจัยติพิมพ์ในหัวข้อดังกล่าวเป็นจำนวน มาก แต่ก็ยังไม่สามารถสรุปกลไกการแพร่ที่เกิดขึ้นในกระบวนการอะลูมิไนซิงได้

ในการวิจัยครั้งนี้จึงทำการศึกษากลไกการแพร่ ต่อการเกิดสารประกอบที่เป็นชั้นเคลือบจาก การทำอะลูมิในซิง เพื่อพัฒนาองค์ความรู้ในด้านการแพร่ และการเคลือบผิวด้วยวิธีอะลูมิในซิง ให้มี ประสิทธิภาพยิ่งขึ้น ลักษณะการศึกษาจะเป็นในเชิงทฤษฎี โดยค้นคว้ารวบรวมงานวิจัยทางด้านการ แพร่ของระบบ นิกเกิล-อะลูมิเนียม สร้างสมมติฐาน และทำการคำนวณการถ่ายเทมวลสาร ที่อุณหภูมิ ที่นิยมในการทำอะลูมิในซิง คือ ใกล้จุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียม จากนั้นทำการทดลองเพื่อยืนยัน สมมติฐาน และการคำนวณทางทฤษฎี

#### 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1) เพื่อตรวจสอบชนิดของชั้นผิวสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่เกิดขึ้น จากการทำอะลูมิ ไนซิงเคลือบลงบนผิวชิ้นงานนิกเกิลบริสุทธิ์ โดยการอัดผงอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลแล้วให้ความร้อน

1.2.2) เพื่อตรวจสอบชนิดของชั้นผิวสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่เกิดขึ้น จากการทำอะลูมิ ในซิงเคลือบลงบนผิวชิ้นงานนิกเกิลบริสุทธิ์ โดยการอัดแท่งอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลแล้วให้ความร้อน

1.2.3) เพื่อหาผลของตัวแปร คือ เวลาที่ใช้ในการอบชิ้นงาน ที่มีต่อความหนาของชั้นผิว เคลือบของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น

1.2.4) เพื่อหากลไกในการแพร่ของนิกเกิล และ อะลูมิเนียม จากความหนาที่เพิ่มขึ้นของชั้น ผิวเคลือบของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ชนิดต่างๆ

#### 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

 1.3.1) ทำการเคลือบผิวแบบอะลูมิในซิ่ง โดยใช้ผงอะลูมิเนียม อัดติดลงบนผิวของก้อนนิกเกิล บริสุทธิ์ แล้วให้ความร้อน โดยควบคุมอุณหภูมิในช่วงใกล้จุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียม คือ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ถึง 6.25 ชั่วโมง

 1.3.2) ทำการอัดก้อนอะลูมิเนียม ติดลงบนผิวของก้อนนิกเกิลบริสุทธิ์ แล้วให้ความร้อน โดย ควบคุมอุณหภูมิในช่วงใกล้จุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียม คือ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ถึง 6.25 ชั่วโมง

 1.3.3) ศึกษาชนิดของชั้นเคลือบของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่เกิดขึ้น โดยอาศัยกล้อง จุลทรรศน์แสง กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุ Energy Dispersive Spectrometer (EDS) และเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เรย์ (XRD)

1.3.4) วัดความหนาของชั้นเคลือบของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ชนิดต่างๆที่เกิดขึ้น โดย อาศัยมาร์คเกอร์ที่รอยต่อระหว่างนิกเกิลและอะลูมิเนียม

 1.3.5) ตั้งสมมติฐานการแพร่ และคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของอะลูมิเนียม และ/หรือ นิกเกิล ภายในชั้นผิวเคลือบของสารประกอบแต่ละชนิด โดยใช้ข้อมูลจากความหนาของชั้นเคลือบ, เวลา และอุณหภูมิที่กำหนดไว้

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1) ทราบชนิดของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ ที่เกิดในลักษณะชั้นเคลือบ บนผิว นิกเกิลบริสุทธิ์ จากการทำอะลูมิไนซิงด้วยการอัดผงอะลูมิเนียมบนผิวของนิกเกิล ที่เวลาต่าง ๆ กัน

1.4.2) ทราบชนิดของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ ที่เกิดในลักษณะชั้นเคลือบ บนผิว นิกเกิลบริสุทธิ์ ด้วยการอัดก้อนอะลูมิเนียมบนผิวของนิกเกิล ที่เวลาต่าง ๆ กัน

1.4.3) ทราบความสัมพันธ์ของเวลาในการอบให้ความร้อน ต่อการเกิดของสารประกอบ ชนิด และความหนาของชั้นเคลือบของสารประกอบ

1.4.4) ทราบสัมประสิทธิ์การแพร่ของอะลูมิเนียม และ นิกเกิล ภายในชั้นผิวเคลือบของ สารประกอบแต่ละชนิด และสามารถนำไปวิเคราะห์กลไกการแพร่ภายในชั้นผิวเคลือบได้

1.4.5) นำเสนอกลไกการแพร่ที่ทำให้เกิดสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ จากการทำอะลูมิไน

# บทที่ 2 วรรณกรรมปริทัศน์

## 2.1 การแพร่ในสารละลายของแข็งแบบแทนที่ [1]

ความหมายของ การแพร่ คือการเคลื่อนที่ของอะตอมภายในสารละลาย ดังนั้นสิ่งที่เราสนใจ จึงเป็นการเคลื่อนที่ของอะตอมต่างๆ ซึ่งการแคลื่อนที่ของอะตอมในสารละลายของแข็งนั้น มีทั้งแบบ แทนที่ และแบบแทรกที่ ซึ่งในส่วนนี้จะเน้นที่ การเคลื่อนที่ของอะตอมในสารละลายของแข็งแบบ แทนที่เป็นหลัก

## 2.1.1 การแพร่ในสารละลายสมบูรณ์แบบ

พิจารณาสารละลายของแข็งที่ประกอบด้วยการรวมตัวของอะตอมสองชนิดคือ A กับ B ตามลำดับ โดยสมมติให้ส่วนประกอบ A เป็นตัวถูกละลาย ส่วนประกอบ B เป็นตัวทำละลาย และ พิจารณาสารละลายที่เกิดขึ้นเป็นสารละลายสมบูรณ์แบบ (Ideal Solution) คือไม่เกิดปฏิกิริยา ระหว่างอะตอมของตัวทำละลาย กับตัวถูกละลาย

จากการวิจัยพบว่า อะตอมทั้งในโลหะทั้งโครงสร้างแบบ face-centered cubic, bodycentered cubic และ hexagonal จะเคลื่อนตัวในโครงสร้างผลึก เนื่องจากการเคลื่อนที่ของช่องว่าง (vacancy) ถ้าพิจารณาให้การกระโดดของอะตอมเป็นลักษณะสุ่ม นั่นคือความน่าจะเป็นในการ กระโดดของอะตอมที่ถูกล้อมภายใต้ช่องว่าง ทุกอะตอมมีค่าเท่ากัน ซึ่งสิ่งที่กำหนดขึ้นข้างต้นนั้น แสดงให้เห็นว่า อัตราในการกระโดดของอะตอมนั้นไม่ได้ขึ้นกับความเข้มข้น



# รูปที่ 1 ผลึกเดี่ยวสมมติที่มีอัตราผลต่างความเข้มข้นของอะตอม A [1]

รูปที่ 1 เป็นแท่งผลึกเดี่ยวที่ประกอบด้วยสารละลายของแข็งของอะตอม A และ B ซึ่ง ส่วนประกอบในแต่ละจุดนั้นมีความแตกต่างกันต่อเนื่องตามแนวยาว แต่เหมือนกันตลอดแนว ภาคตัดขวาง เพื่อให้พิจารณาเรื่องนี้ง่ายขึ้น จึงสมมติให้โครงสร้างผลึกของแท่งผลึกนี้เป็นโครงสร้างซิม เปิลคิวบิก โดยให้ทิศทางตามแนวความยาวผลึกเป็นทิศ <100> และสมมติให้ทางขวามีความเข้มข้น ของอะตอม A ภายในผลึกมากสุด และทางซ้ายมีความเข้มข้นของอะตอม A ในผลึกน้อยสุด และ อัตราผลต่างความเข้มข้น dN<sub>4</sub>/dx นั้นกระทำบนระยะอะตอม ดังนั้นความแตกต่างของส่วนประกอบ ระหว่างระนาบอะตอมตามแนวขวางสองระนาบที่อยู่ติดกัน คือ

$$(a)\frac{dn_A}{dx} \tag{1}$$

โดย a คือระยะห่างระหว่างอะตอม หรือ ระหว่างโครงผลึก (ตามรูปที่ 2) กำหนดให้เวลาเฉลี่ยของการ กระโดดของอะตอมบน Lattice Site เป็น **τ** ดังนั้นความถี่เฉลี่ยที่อะตอมกระโดดเป็น 1/**τ** 



รูปที่ 2 ภาพบางส่วนของผลึกเดี่ยวจากรูปที่ 1 ในระดับอะตอม [1]

ในโครงผลึกแบบซิมเปิลคิวบิก เมื่อพิจารณาอะตอมใดๆ เช่นอะตอม × ในรูป 2.2 อะตอม สามารถกระโดดได้ใน 6 ทิศทาง ซ้าย, ขวา, ขึ้น, ลง, เข้า หรือ ออก เมื่อพิจารณาการแลกเปลี่ยน อะตอม A ระหว่างสองระนาบอะตอมที่ติดกัน เช่นระนาบ X กับ Y พบว่าอะตอม A ที่สามารถ กระโดดได้ 6 ทิศทางนั้น มีเพียงทิศทางเดียวเท่านั้นที่จะทำให้อะตอมข้ามจากระนาบ X ไประนาบ Y ได้ ซึ่งความน่าจะเป็นเท่ากับ 1/6 ฉะนั้นความถี่เฉลี่ยที่อะตอม A จะข้ามจากระนาบ X ไป Y ก็จะเป็น 1/6 ซึ่งความน่าจะเป็นเท่ากับ 1/6 ฉะนั้นความถี่เฉลี่ยที่อะตอม A จะข้ามจากระนาบ X ไป Y ก็จะเป็น ระนาบ X คูณด้วยความถี่ที่อะตอมจะข้ามจากระนาบ X ไประนาบ Y ส่วนปริมาณอะตอมทั้งหมดใน ระนาบ X คูณด้วยความถี่ที่อะตอมจะข้ามจากระนาบ X ไประนาบ Y ส่วนปริมาณอะตอมตัวถูก ละลายในระนาบ X เท่ากับปริมาณอะตอมตัวถูกละลายต่อหนึ่งหน่วยปริมาตร (หรือเรียกอีกอย่างว่า ความเข้มข้น n<sub>A</sub>) คูณด้วยปริมาตรของอะตอมบนระนาบ X ไประนาบ Y ได้ว่า

$$J_{X \to Y} = \frac{1}{6\tau} (n_A a) \tag{2}$$

- au = เวลาเฉลี่ยของการกระโดดของอะตอมตัวถูกละลายบน Lattice Site
- **n**<sub>A</sub> = ปริมาณอะตอม A ต่อหน่วยปริมาตร
- *α* = ระยะห่างระหว่างโครงผลึก

ความเข้มข้นของอะตอม A ในระนาบ Y สามารถเขียนได้ว่า

$$(n_A)_Y = n_A + (a)\frac{dn_A}{dx}$$
(3)

และสามารถหาฟลักซ์ของอะตอมตัวถูกละลายที่กระโดดจากระนาบ Y ไประนาบ X ได้ว่า

$$J_{Y \to X} = \left[ n_A + (a) \frac{dn_A}{dx} \right] \frac{a}{6\tau}$$
<sup>(4)</sup>

แต่เนื่องจากฟลักซ์ของอะตอมจากขวาไปซ้าย ไม่เท่ากับฟลักซ์จากซ้ายไปขวา จึงต้องมีการคำนวณ ฟลักซ์ลัพธ์ (ใช้สัญลักษณ์ J) ซึ่งคำนวณได้ดังนี้

$$J = J_{X \to Y} - J_{Y \to X} = (n_A) \frac{a}{6\tau} - \left[n_A + (a) \frac{dn_A}{dx}\right] \frac{a}{6\tau}$$
(5)

$$J = -\frac{a^2}{6\tau} \cdot \frac{dn_A}{dx} \tag{6}$$

กำหนดให้  $D=rac{a^2}{6 au}$  จะได้

$$J = -D\frac{dn_A}{dx} \tag{7}$$

ซึ่งสมการนี้ถูกคิดค้นครั้งแรกโดย Adolf Fick ในปี ค.ศ. 1855 และถูกนิยามว่ากฎข้อหนึ่งของฟิก (Fick's first law) โดย J คือฟลักซ์ เป็นปริมาณต่อเวลาของสสาร ที่ผ่านพื้นที่หนึ่งอัตราผลต่างความ เข้มข้น  $dn_A/dx$ และนิยาม D ว่า สัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient, diffusivity)

แรกเริ่มเดิมทีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ D นั้นถูกกำหนดให้เป็นค่าคงที่ ณ อุณหภูมิคงที่ แต่ ความจริงนั้นมีแค่กรณีของสารละลายของแก๊สสองชนิดเท่านั้น ที่ได้รับผลการทดลองยืนยันว่าค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ เข้าใกล้ค่าคงที่ เมื่ออุณหภูมิคงที่ ตัวอย่างเช่น ส่วนผสมระหว่างแก๊สออกซิเจน และไฮโดรเจน แสดงตามตารางที่ 1 สาเหตุที่ใช้แก๊สสองชนิดนี้ เพราะมีความแตกต่างกันทั้งด้านมวล อะตอม (16:1) และความเร็วเฉลี่ย (4:1) ผลจากตารางแสดงให้เห็นว่า ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ D นั้น เปลี่ยนแปลงไปน้อยกว่า 5% ในขณะที่สัดส่วนอะตอม (atom fraction)  $n_1/(n_1 + n_2)$ นั้น เปลี่ยนแปลงตั้งแต่ค่า 0.25 ถึง 0.75

Atom Fraction	Diffusivity
$n_1/(n_1 + n_2)$	D
0.25	0.767
0.50	0.778
0.75	0.803

ตารางที่ 1 การเปลี่ยนแป	ลงของสัม	ประสิทธิ์การแ	พร่
เทียบกับส่วนประกอบของ	ออกซิเจน	ต่อไฮโดรเจน	[1]

ในทางตรงกันข้าม ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ทั้งในของเหลว และของแข็งนั้น จะไม่ค่อยคงที่ ตัวอย่างคือรูปที่ 3 ที่แสดงการเปลี่ยนแปลงของสัมประสิทธิ์การแพร่ของสารละลายของแข็ง 3 ตัวที่ เกิดจากผสมทองด้วยนิกเกิล, พัลลาเดียม และ แพลตินัม





ซึ่งในระบบ ทอง-นิกเกิล นั้นมีการเปลี่ยนแปลงของสัมประสิทธิ์การแพร่ *D* ที่เด่นซัดมาก ส่วนระบบ ทอง-แพลตินัมนั้น แม้จะมีการเปลี่ยนแปลงน้อย แต่ก็ยังมากกว่า หากเทียบกับการเปลี่ยนแปลงของ สัมประสิทธิ์การแพร่ *D* ในแก๊ส ฉะนั้น จึงสรุปได้ว่าในสารละลายของแข็งของโลหะ สัมประสิทธิ์การ แพร่จะไม่คงที่

## 2.1.2 The Kirkendall Effect

ในสารละลายของแข็งที่เกิดจากสารสองชนิดผสมกันนั้น อะตอมของสารต่างชนิดกัน จะมี ความเร็วในการเคลื่อนที่ต่างกัน การทดลองนี้เริ่มทดลองโดย Smigelskas กับ Kirkendall โดยศึกษา ระหว่างอะตอมของ ทองแดง กับสังกะสี โดยอะตอมสังกะสีละลายในทองแดง และอัลลอยที่ได้ยังคง เป็นโครงสร้างผลึกแบบ Face-centered cubic ของทองแดงอยู่



รูปที่ 4 Kirkendall Diffusion Couple [1]

รูปที่ 4 แสดงภาพสามมิติของ Kirkendall diffusion couple คือแท่งโลหะที่เกิดจากการนำ แท่งโลหะสองชนิดที่มีส่วนประกอบต่างกันมาเชื่อมติดกัน และมีลวดที่ทำจากวัสดุทนไฟ ที่ไม่ละลาย ในสารประกอบที่จะทดสอบเรียกว่า มาร์คเกอร์ (marker)

จากรูปได้สมมติให้ข้างหนึ่งของรอยเชื่อมเป็นโลหะ A บริสุทธิ์ และอีกข้างก็เป็นโลหะ B บริสุทธิ์ เพื่อให้ง่ายต่อการวิเคราะห์ และทำการให้อุณหภูมิไปจนถึงจุดหลอมเหลวของโลหะ และคงไว้ ที่อุณหภูมินั้นเป็นเวลานานหลายชั่วโมง เพื่อให้การแพร่นั้นเป็นไปในปริมาณมาก เพราะการแพร่ใน ของแข็งนั้นช้ากว่าในของเหลวและแก๊สมาก หลังจากนั้นเย็นตัวลงถึงอุณหภูมิห้อง ก็จะพบว่าลวด มาร์คเกอร์นั้นเลื่อนไปจากตำแหน่งเดิมที่มีรอยจากการเชื่อมอยู่



เมื่อวิเคราะห์ผลของความเข้มข้น ให้เป็นฟังก์ชั่นของระยะทางตลอดแท่งโลหะ จะได้เป็นเส้น โค้งตามรูปที่ 5 ซึ่งอนุมานได้ว่าการเคลื่อนตัวของอะตอม B เคลื่อนจากซ้ายไปขวา ส่วน A ก็เป็น ในทางกลับกัน และได้ทำการตรวจสอบการเลื่อนไปของมาร์คเกอร์ พบว่าลักษณะการเคลื่อนที่เป็นไป ตามรูปที่ 6



รูปที่ 6 การเคลื่อนตัวของมาร์คเกอร์ใน Kirkendall Diffusion Couple [1]

โดยด้านซ้ายจะเป็น Diffusion Couple ก่อนเกิดการแพร่ และด้านขวาคือภายหลัง จะเห็นว่ามาร์ค เกอร์เลื่อนไปจากเดิมเป็นระยะ x โดยระยะที่มาร์คเกอร์เลื่อนไปนั้นสัมพันธ์กับรากที่สองของเวลา ในช่วงอุณหภูมิที่เกิดการแพร่ ซึ่งสาเหตุที่ทำให้มาร์คเกอร์เคลื่อนไปตามรูป 6B เกิดจากอะตอม A แพร่ได้ไวกว่าอะตอม B จึงทำให้ จึงทำให้มีอะตอม A ข้ามมาร์คเกอร์ไปยัง B มากกว่า อะตอม B ข้าม มา A ทำให้มวลโดยรวมนั้นข้ามจากฝั่งขวามาฝั่งซ้าย แล้วพอวัดระยะห่างของมาร์คเกอร์จากปลาย ด้านหนึ่งของแท่งโลหะเลยได้ค่าเปลี่ยนไป

ปรากฏการณ์ Kirkendall ยังถูกใช้ในการยืนยันเรื่องการแพร่จากการเคลื่อนที่ของช่องว่าง (vacancy mechanism)โดยตลอดเวลาที่ผ่านมาได้มีวิธี และกลไกต่างๆ ที่ใช้พิสูจน์การเคลื่อนที่ของ อะตอมในโครงผลึก รวมทั้งการเคลื่อนที่ของช่องว่าง และการเคลื่อนที่หรือการแพร่ของอะตอมแบบ แทรกที่ การแพร่ของอะตอมแบบแทรกที่นั้น จะมีกลไกที่ชัดเจนในการอธิบายคือการเคลื่อนที่ของ อะตอมเล็กๆจากตำแหน่งแทรกที่หนึ่ง (interstitial position) ผ่านระหว่างโครงผลึกเข้าไปยังอีก ตำแหน่งแทรกที่หนึ่ง แต่กับอะตอมใหญ่ๆนั้น เป็นไปได้ยากเนื่องด้วยการนำอะตอมไปใส่ในตำแหน่ง แทรกที่นั้น โครงผลึกจะบิดเบี้ยว หรือพื้นที่ตำแหน่งแทรกที่ต้องมากพอ และต้องใช้พลังงานมาก ฉะนั้นอีกกลไกนั่นคือการเคลื่อนที่ของช่องวาง จึงน่าจะเหมาะสมสำหรับอธิบายในการแพร่ในแบบ แทนที่มากกว่า



รูปที่ 7 กลไกการแพร่โดยการแลกเปลี่ยนโดยตรง [1]

การเคลื่อนที่ของอะตอมสองตัวสัมพันธ์กันอย่างง่ายที่สุดที่เป็นไปได้ คือการแลกเปลี่ยน โดยตรง ตามรูปที่ 7 สองอะตอมที่ติดกัน เคลื่อนที่ผ่านกันและกันและแลกตำแหน่งอะตอม ซึ่งสัมพันธ์ กับระยะห่างของอะตอมรอบนอกอะตอมที่แลกตำแหน่งกัน โดย Huntington และ Seitz ได้คำนวณ พลังงานที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนอะตอมโดยตรงมากกว่าพลังงานที่อะตอมใช้ในการเคลื่อนไปยังช่องว่าง (vacancy) มาก ทำให้กลไกนี้ไม่ถูกยอมรับเป็นกลไกหลักในการแพร่ของโลหะ อีกกลไกที่เป็นไปได้คือ กลไก Zener ring โดยสมมติว่าการสั่นจากความร้อน มีผลต่ออะตอม จำนวนมากเคลื่อนที่เป็นวงอย่างสอดคล้องกัน ตามรูปที่ 8 ที่อะตอมเคลื่อนไปตามทิศในลูกศร



รูปที่ 8 กลไกการแพร่แบบ Zener ring [1]

ซึ่ง Zener ได้วิเคราะห์ว่าการแพร่แบบนี้ เกิดบนโลหะที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Bodycentered cubic มากกว่าเนื่องจากโครงสร้างเปิดมากกว่าโลหะที่มีโครงสร้าง Close-packed (ทั้ง Face-centered cubic และ close-packed hexagonal) ทำให้เกิดการบิดเบี้ยวของโครงผลึก ระหว่างการเคลื่อนตัวน้อยกว่า และใช้พลังงานน้อยกว่า แต่กลไกนี้ก็ถูกคัดค้านด้วย Kirkendall Effect เพราะการทดลองของ Kirkendall นั้น อะตอมของ A และ B จะแพร่ไม่เท่ากัน แต่การแพร่ แบบ Zener ring นั้นอะตอม A และ B ต้องแพร่ไปเท่ากัน กลไกนี้ และกลไกการแลกเปลี่ยนโดยตรง จึงไม่ได้รับการยอมรับ

กลไกการเคลื่อนที่ของซ่องว่าง (vacancy mechanism) ได้รับการยอมรับว่าเป็นกลไกในการ แพร่ของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ Face-centered cubic เพราะหลายเหตุผล ประการแรกเพราะ กลไกนี้ใช้พลังงานกระตุ้นน้อยกว่า อีกประการคือได้มีการทดสอบ Kirkendall Effect บนโครงสร้าง Face-centered cubic แล้วพบว่าเกิดขึ้นจริง

# **GHULALONGKORN UNIVER**

## 2.1.3 รูพรุน

การทดลองของ Kirkendall ได้พิสูจน์ว่าอัตราการแพร่ของสองอะตอมไม่เท่ากัน และธาตุที่มี จุดหลอมเหลวต่ำกว่า จะแพร่ได้ดีกว่า เช่นในทองเหลือง สังกะสีจะแพร่เร็วกว่าทองแดง ส่วนทองแดง กับนิกเกิลนั้น ทองแดงจะแพร่เร็วกว่า

ตัวอย่างในรูปที่ 9 คือ Diffusion Couple ระหว่าง ทองแดง กับ นิกเกิล ซึ่งมีการแพร่ของ ทองแดงสู่นิกเกิลเป็นปริมาณมาก ส่งผลให้ด้านขวา ที่เป็นด้านของทองแดงนั้นเกิดการหดตัว ส่วน ด้านซ้ายของนิกเกิล จะเกิดการขยายตัว ปกติแล้วโลหะที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ปริมาตรจะเปลี่ยน ในลักษณะเท่ากันทุกทิศทาง (isotropic) ยกเว้นในกรณี Diffusion Couple หรือกรณีใดๆที่มี ขอบเขตการแพร่เล็กน้อย ที่ทำให้ปริมาตรที่เปลี่ยนไปมีแค่เล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งการหดตัวและการ ขยายตัวที่เกิดในทิศตั้งฉากกับแนวเชื่อมจะเกิดขึ้นโดยไม่มีผลควบคุมจากโลหะส่วนที่เหลือภายนอก ขอบเขตการแพร่ แต่ในแนวขนานนั้นได้รับผลต่อต้านจากโลหะส่วนอื่นๆ ผลของแรงนั้น ทำให้ฝั่งขวา ของรูป 2.9 ที่สูญเสียมวลจำนวนมากจากการแพร่นั้นอยู่ภายใต้ความเค้นแรงดึง (Tensile Stress) ส่วนอีกข้างนั้นอยู่ภายใต้ความเค้นแรงอัด (Compressive Stress)



ยิ่งไปกว่านั้นอีกปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นมาคือจะเกิดรูพรุนขึ้นในบริเวณที่เกิดการแพร่ เนื่องจากอะตอม สองตัวได้เกิดการแพร่ด้วยอัตราที่แตกต่างมาก และมีการแพร่ผ่านช่องว่าง (vacancy)ทำให้เวลาแพร่ นั้นอะตอมจะข้ามไปทางหนึ่ง ส่วนช่องว่างจะข้ามไปในทางตรงกันข้าม ยิ่งอะตอมแพร่ไปโดยไม่สมดุล กันเท่าไร ช่องว่างก็แพร่ไปในทิศตรงข้ามอย่างไม่สมดุลเช่นนั้น โดยช่องว่างจะถูกสร้างจากฝั่งที่มีการ เพิ่มของมวล และจะถูกดูดซับเข้าไปในข้างของมวล โดยจะถูกสร้างและดูดซับจากขอบเกรน หรือ พื้นผิวภายนอกต่างๆ และรูพรุนจะเกิดขึ้นมากบนจุดที่ช่องว่างถูกดูดซับเข้าไป

## 2.1.4 สมการของ Darken (Darken's Equations)

Kirkendall effect แสดงถึงการแพร่ของอะตอมโลหะสองชนิด โดยมีการแพร่ในอัตรา ต่างกัน ซึ่งสามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์

$$J_A = -D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} \quad \text{use} \quad J_B = -D_B \frac{\partial n_B}{\partial x} \quad (8)$$

ซึ่งสัมประสิทธิ์การแพร่  $D_A$  และ  $D_B$  นั้นถูกเรียกว่า Intrinsic Diffusivities ซึ่งเป็นฟังก์ชั่นของ ส่วนผสม และตำแหน่งตลอดช่วงของ Diffusion couple

สมการของ Darken นั้นได้ถูกสร้างขึ้นเพื่อเป็นสมการที่ช่วยในการหา intrinsic diffusivity โดยขั้นแรกนั้น สมมติให้การขยายของปริมาตรที่เกิดจากการแพร่นั้น เป็นแค่ในทิศตั้งฉากกับผิวที่ทำ การเชื่อมเท่านั้น (พื้นที่หน้าตัดไม่มีการเปลี่ยนแปลงขนาด) และให้ส่วนที่เกิดการแพร่นั้นเล็กมากหาก เทียบกับขนาด Diffusion Couple จึงสมมติได้ว่า และอีกเงื่อนไขคือ ต้องไม่มีรูพรุนเกิดขึ้นระหว่างการแพร่



## รูปที่ 10 ระยะมาร์คเกอร์ วัดจากปลายด้านหนึ่ง [1]

จากรูปที่ 10 พิจารณาความเร็วของมาร์คเกอร์จากระยะ x ไประยะ x' โดยเวลาเปลี่ยนไป dt และช่วงการแพร่สั้นจนไม่มีผลต่อจุดตั้งต้นในการวัดระยะที่ปลายข้างหนึ่งของแท่งโลหะ จะได้ว่า

$$v = \frac{x - x'}{dt} \tag{9}$$

ความเร็วของมาร์คเกอร์ นั้นจะมีปริมาณเท่ากับปริมาตรที่ข้ามผ่านมาร์คเกอร์ต่อวินาที หารด้วย พื้นที่หน้าตัดของแท่งโลหะ

 $v = \frac{\text{volume}}{\text{seconds}} \times \frac{1}{\text{unit area}}$ 

ซึ่งปริมาตรของสสารที่ผ่านมาร์คเกอร์ต่อวินาที ก็เท่ากับผลรวมฟลักซ์ของอะตอม (จำนวนอะตอมต่อ วินาที) หารด้วยปริมาตรต่ออะตอม $1/(n_A+n_B)$ 

$$\frac{\text{volume}}{\text{seconds}} = \frac{J_{net}}{n_A + n_B}$$

ผลรวมของฟลักซ์มีค่าเท่ากับ

$$J_{net} = J_A + J_B = -D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} - D_B \frac{\partial n_B}{\partial x}$$
(10)

นำกลับไปแทนค่า

$$v = -\frac{\text{volume}}{\text{seconds}} \times \frac{1}{\text{area}} = \frac{(D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} + D_B \frac{\partial n_B}{\partial x})}{n_A + n_B}$$
(11)

จากที่กำหนดให้  $n_A + n_B$ คงที่ สัดส่วนอะตอม  $N_A$  และ  $N_B$  สามารถคำนวณได้จาก

$$N_A = rac{n_A}{n_A + n_B}$$
,  $N_B = rac{n_B}{n_A + n_B}$   
 $N_B = 1 - N_A$  was  $rac{\partial N_B}{\partial x} = -rac{\partial N_A}{\partial x}$ 

นำไปแทนค่าในสมการก่อนหน้าจะได้

$$v = (D_A - D_B) \frac{\partial N_A}{\partial x}$$
(12)

ซึ่งค่า  ${m v}$  ที่ได้นั้นจะเป็นค่าที่สัมพันธ์กับตำแหน่งของ Diffusion Couple

แต่สมการที่ (12) เป็นสมการที่ต้องมีสมการอื่นเพื่อให้ได้ผลตัวแปรทุกตัวออกมาสมบูรณ์ จึง ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของอะตอม A ภายในปริมาตรระหว่างพื้นที่หน้าตัด mm กับ nn ตาม รูปที่ 11

์ ซึ่งเท่ากับผลต่างของปริมาณอะตอม A ที่เข้าและออกต่อวินาที หรือเท่ากับความแตกต่างของฟลักซ์ อะตอม A ที่ข้ามผิวหน้าตัดที่ x กับที่ x + dx



รูปที่ 11 แสดงภาคตัดขวาง mm และ nn [1]

เนื่องจากระยะ x นั้นเป็นระยะที่สัมพันธ์กับปลายของแท่งโลหะ ฉะนั้นการคำนวณการแพร่ต้อง คำนึงถึงการเลื่อนของโลหะเนื่องจากการแพร่ ด้วยค่า  $n_A 
u$  โดยต้องเอาฟลักซ์ที่เกิดขึ้นจากจุดนี้ไป รวมด้วย จะได้

$$(J_A)_x = -D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} + n_A v$$

ส่วนฟลักซ์ของอะตอม A ที่ผ่านหน้าตัด x+dx คือ

$$(J_A)_{x+dx} = (J_A)_x + \frac{\partial (J_A)_x}{\partial x} \cdot dx$$

้อัตราการเปลี่ยนแปลงของอะตอมภายในปริมาตร dx คือ

$$(J_A)_x - (J_A)_{x+dx} = \frac{\partial}{\partial x} \left[ D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} - n_A v \right] \cdot dx$$

หรืออัตราของการเปลี่ยนแปลงของจำนวนอะตอม A ต่อหน่วยปริมาตรคือ

$$\frac{(J_A)_x - (J_A)_{x+dx}}{dx} = \frac{\partial n_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[ D_A \frac{\partial n_A}{\partial x} - n_A v \right]$$

ซึ่งสมการข้างต้นสามารถเขียนอีกรูปได้ว่า

$$\frac{\partial N_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[ D_A \frac{\partial N_A}{\partial x} - N_A v \right]$$
(13)

จากที่กำหนดให้  $n_A + n_B$ คงที่ และได้ว่า  $N_B = 1 - N_A$ นำไปแทนในสมการข้างต้นจะได้  $\partial N_A = \partial_A + D_B + D_B + D_B + \partial_A \Delta_A$ 

$$\frac{\partial N_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[ N_B D_A + N_A D_B \right] \frac{\partial N_A}{\partial x}$$
(14)

้ซึ่งอยู่ในฟอร์มของกฎข้อที่สองของ Fick ซึ่งปกติเขียนในลักษณะนี้

$$\frac{\partial N_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \widetilde{D} \frac{\partial N_A}{\partial x}$$
(15)

ซึ่ง  $\widetilde{D}$  นั้นเรียกว่า interdiffusion Coefficient

$$\widetilde{D} = N_B D_A + N_A D_B \tag{16}$$

ซึ่งค่า  $\widetilde{D}$  สามารถหาได้จากการการทดลอง เช่นเดียวกับสัดส่วนอะตอม $N_A$ และ  $N_B$ จากสมการนี้ จะใช้หา intrinsic diffusivity  $D_A$  และ  $D_B$  ได้

## 2.1.5 กฎข้อสองของ Fick

กฎข้อสองของ Fick (Fick's second law) เป็นสมการเบื้องต้นในการศึกษาการแพร่ ณ อุณหภูมิคงที่ จากสมการที่ (15) หากสัมประสิทธิ์การแพร่  $\widetilde{D}$ คงที่ จะสามารถเขียนกฎข้อสองของ Fick ได้ดังนี้

$$\frac{\partial N_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \widetilde{D} \frac{\partial N_A}{\partial x} = \widetilde{D}_y \frac{\partial^2 N_A}{\partial^2 x_y}$$
(17)

โดยส่วนใหญ่แล้ว ชิ้นงานทางด้านโลหการจะเป็นชิ้นงานที่มีการแพร่ของอะตอมไปทางเดียว และมีขนาดยาวพอที่ทำให้การแพร่ไม่เปลี่ยนโครงสร้างทางด้านปลายของชิ้นงาน ซึ่งจะมีวิธีมาตรฐาน สองวิธีไว้ใช้หาสัมประสิทธิ์การแพร่ของชิ้นงานเหล่านี้ วิธีแรกคือให้เป็นค่าคงที่ อีกวิธีคือเป็นฟังก์ชั่น ของส่วนประกอบ หรือที่เรียกว่า Grube Method โดยสมการในกรณี Diffusion couple ประกอบด้วยธาตุผสม A และ B ด้านหนึ่งมีส่วนประกอบ  $N_{A_1}$  อีกข้างเป็น  $N_{A_2}$ จะเป็น

$$N_{A} = N_{A_{1}} + \frac{(N_{A_{2}} - N_{A_{1}})}{2} \left[ 1 - \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{\widetilde{D}t}} \right] \text{ for } -\infty < x < \infty \text{ (18)}$$

ซึ่ง  $N_A$  คือส่วนประกอบ หรือสัดส่วนอะตอม ณ ระยะทาง × (ในหน่วย cm) จากจุดที่เชื่อม ส่วน สัญลักษณ์ erf คือ error function โดยถ้าให้  $Y = rac{x}{2\sqrt{\widetilde{D}t}}$  แล้ว

$$\operatorname{erf}(y) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^y e^{-y^2} dy$$
 (19)

ซึ่งค่า error function นั้นได้ถูกคำนวณเป็นตารางเรียบร้อยแล้ว ซึ่งพอนำค่าไปคำนวณ โดย กำหนดให้ค่า  $\widetilde{D}$  นั้นคงที่ หรือมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมากในช่วง  $N_{A_1}$ ถึง  $N_{A_2}$ (ส่วนประกอบเดิมที่ ปลายสองด้านของแท่งDiffusion Couple) จะได้เป็นเส้นโค้งที่เรียกว่า penetration curve ตามรูป ที่ 12 โดยมีเงื่อนไขว่าค่าความเข้มข้นนั้นมีค่าเดียว ภายใต้ตัวแปร  $rac{x}{2\sqrt{\widetilde{D}t}}$  และต้องอุณหภูมิคงที่ ภายในช่วงเวลา t ที่เกิดการแพร่



รูปที่ 12 Penetration curve, Grube method [1]

ซึ่งจากการกำหนดให้ค่าความเข้มข้นนั้นมีค่าเดียว ภายใต้ตัวแปร  $\frac{x}{2\sqrt{\mathcal{D}t}}$  ทำให้สามารถย้อนหาค่า  $\widetilde{D}$ หากทราบตัวแปรอื่นๆได้ เช่น ใน Diffusion Couple ที่เกิดจากโลหะผสมของ A กับ B สองชนิดมา เชื่อมติดกัน โดยด้านหนึ่งมี  $N_{A_1}$ อยู่ 40% ของ A ส่วนอีกด้านมี  $N_{A_2}$  อยู่ 50% ของ A อบขึ้นไป อย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิ T<sub>1</sub> แล้วคงไว้เป็นเวลา 40 ชั่วโมง (144,000 วินาที) เมื่อเย็นตัวมาที่ อุณหภูมิห้องพบว่าที่ระยะ 2x10<sup>-3</sup> เมตรไปทางขวาของผิวเชื่อม มีส่วนผสม  $N_A$ อยู่ 42.5% โดยการ หา  $\widetilde{D}$  สามารถหาจากการแทนค่าตัวแปรต่างๆลงในสมการที่ (18) จะได้

$$0.425 = 0.400 + \frac{(0.500 - 0.400)}{2} \left[ 1 - \operatorname{erf} \frac{0.002}{2\sqrt{\widetilde{D}(144,000)}} \right]$$

หรือ

$$\operatorname{erf} \frac{0.001}{\sqrt{\widetilde{D}(144,000)}} = 0.500$$

จากนั้นก็นำไปเทียบค่ากับตาราง error function ตามตารางที 2

ตารางที่ 2 ค่า Error function	[1]	]
-------------------------------	-----	---

erf(y)
0
0.2227
0.42839
0.50006
0.60386
0.74210
0.84270
0.95229
0.99532
0.99998

ซึ่งจากตารางที่ 2 พบว่า error function เข้าใกล้ 0.5 เมื่อ $y = rac{x}{2\sqrt{ ilde Dt}}$  เท่ากับ 0.477 ฉะนั้นจะได้

 $\widetilde{D}$  เท่ากับ 3.04x10<sup>-11</sup> ตารางเมตรต่อวินาที

จากการสมมติให้สัมประสิทธิ์การแพร่  $\widetilde{D}$  นั้นคงที่ตลอดอุณหภูมิการแพร่เดียวกัน ถ้าต้องการ ให้จุดที่ห่างจากจุดเดิมเป็นระยะสองเท่า มีส่วนประกอบ 42.5% นั้นต้องใช้เวลาเท่าไร สามารถ คำนวณได้จาก

$$\frac{x_1}{2\sqrt{\tilde{D}t_1}} = \frac{x_2}{2\sqrt{\tilde{D}t_2}}$$
$$\frac{x_1^2}{t_1} = \frac{x_2^2}{t_2}$$
(20)

โดย

 $x_1 = 2 imes 10^{-3}$  เมตร $x_2 = 4 imes 10^{-3}$  เมตร

 $t_1 = 40$  ชั่วโมง

 $t_2$  = เวลาที่ทำให้ส่วนประกอบที่ตำแหน่ง $4 imes 10^{-3}$  เมตรจากผิวเชื่อม มีค่า 42.5%

สรุป โดยทั่วไป Grube method นั้นเป็นวิธีประเมินค่าของ error function ในค่าของ ส่วนประกอบของชิ้นงานที่จุดใดๆ ด้วยตาราง error function ทำให้ได้ค่า y ซึ่งนำไปหาค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ที่ต้องการได้

#### 2.1.6 The Matano Method

วิธีที่สองที่นิยมใช้วิเคราะห์ข้อมูลการแพร่ของโลหะ คือวิธีของ Matano ซึ่งถูกคิดค้นขึ้นในปี ค.ศ. 1933 โดยมีพื้นฐานจากการวิเคราะห์สมการของกฎข้อสองของ Fick โดย Boltzmann เมื่อปี 1984 ซึ่งวิธีนี้ได้สมมติให้สัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusivity) ขึ้นกับความเข้มข้น ทำให้กฎข้อสองของ Fick นั้นจะอยู่ในรูปสมการซึ่งจะคำนวณยากกว่ากรณีที่ **D**ิ คงที่ ดังนี้

$$\frac{\partial N_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \widetilde{D}(N_A) \frac{\partial N_A}{\partial x}$$
(21)

โดยวิธี Matano-Boltzmann นั้นจะใช้การคำนวณด้วยการ integrate กราฟ ในการประมาณค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ ขั้นแรก หลังจากอบอ่อนให้เกิดการแพร่ และหาความเข้มข้นของสารที่จุดต่างๆ ตลอดแนวความยาวของแท่งโลหะ โดยสมมติให้ปริมาณอะตอมต่อหน่วยปริมาตรคงที่ ขั้นที่สองคือ การประมาณพื้นที่หน้าตัดของจุดที่ปริมาณฟลักซ์สองข้างมีค่าเท่ากัน พื้นที่หน้าตัดนี้เรียกว่า Matano Interface ถูกวางอยู่ในตำแหน่งที่สามารถแบ่งพื้นที่ M กับ N ในรูปที่ 13 ให้เท่ากันได้



รูปที่ 13 Matano Interface แบ่งพื้นที่ M กับ N ให้เท่ากัน [1]

จากรูปให้จุดที่เชื่อมโลหะสองชนิดติดกันในตอนแรกเป็น Matano Interface และกำหนดให้พื้น ผิวหน้าตัดตรงนั้นเป็นจุดกำเนิดตามแนวแกน x และให้ทิศทางขวาเป็นบวก จากการ integrate กราฟ สมการของกฏข้อสองของ Fick ที่วิเคราะห์โดย Boltzmann จะได้

$$\widetilde{D} = -\frac{1}{2t} \frac{\partial x}{\partial N_A} \int_{N_{A_1}}^{N_A} x \, dN_A \tag{22}$$

โดย t คือเวลาในการแพร่  $N_A$  คือความเข้มข้นในหน่วยอะตอมที่ระยะ x วัดจาก Matano Interface  $N_{A_1}$ คือความเข้มข้นที่ด้านหนึ่งของ Diffusion Couple ในจุดซึ่งไม่ได้รับผลจากการแพร่

ยกตัวอย่างการคำนวณสมการของ Boltzmann โดยให้ข้อมูลการแพร่ที่วัดได้เป็นไปตาม ตารางที่ 3 และมี penetration curve ตามรูปที่ 14

Composition Atomic Percent Metal A	Distance from the Matano Interface, mm
100.00	5.08
93.75	3.14
87.50	1.93
81.25	1.03
75.00	0.51
68.75	0.18
62.50	-0.07
56.25	-0.27
50.00	-0.39
43.75	-0.52
37.50	-0.62
31.25	-0.72
25.00	-0.87
18.75	-1.07
12.50	-1.35
6.25	-1.82
0.00	-2.92

ตารางที่ 3 ข้อมูลสมมติการแพร่สำหรับคำนวณด้วย Matano Method [1]



รูปที่ 14 ข้อมูลการแพร่สมมติในรูปแบบ Matano Method [1]

จากรูป ถ้าต้องการหาสัมประสิทธิ์การแพร่ตรงจุด C ในรูปที่ 14 ที่มีความเข้มข้นอ้างอิงที่ 0.375 โดย ใช้สมการที่ (22) ต้องหาค่าอีกสองค่า ค่าแรกคืออนุพันธ์ของ  $\frac{\partial x}{\partial N_A}$  โดยใช้ส่วนกลับของความชันของ เส้น E ซึ่งเป็นเส้นสัมผัสส่วนโค้งของจุด C อีกค่าคือคือที่ได้จากการ integrate ซึ่งหาได้จากพื้นที่ใต้ ส่วนโค้งจากจุดที่มีค่า  $N_{A_1}$ = 0 ถึงจุด  $N_A$ = 0.375 จะได้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เป็น

$$\widetilde{D}(0.375) = \frac{1}{2t} \left( \frac{1}{\text{slope at } 0.375} \right) \times \text{(area from } N_A = 0 \text{ to } N_A = 0.375)$$

ถ้าให้เวลาในการแพร่เป็น 50 ชั่วโมง จะคำนวณ  $\widetilde{D}$  ออกมาได้ว่า

$$\widetilde{D}(0.375) = \frac{1}{2(180,000)} \times \frac{1}{6.10} \times 4.66 \times 10^{-4} = 2.1 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$$

ซึ่งการคำนวณวิธีนี้สามารถใช้กับสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ความเข้มข้นใดก็ได้ที่ไม่ชิดปลายข้างใดข้างหนึ่ง มากเกินไป เพราะที่จุดใกล้ๆค่า  $N_A$ = 0 หรือ  $N_A$ = 1 จะไม่แม่นยำ โดยจะได้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ เข้าใกล้ 0 หรือ 1



รูปที่ 15 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ความเข้มข้นต่างๆ [1]

รูปที่ 15 เป็นกราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสัมประสิทธิ์การแพร่จากข้อมูลในรูป 14 พบว่า ค่า  $\widetilde{D}$  จะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นเข้าใกล้ 1 และมีค่าต่ำสุดอยู่ที่ตรงกลาง ซึ่งกราฟลักษณะนี้ถูกพบใน การแพร่ระหว่างเซอร์โคเนียมกับยูเรเนียม แต่โดยทั่วไปแล้ว จะเป็นลักษณะตามรูปที่ 3

## 2.1.7 การแพร่ในระบบของโลหะผสมที่ละลายกันอย่างไม่สมบูรณ์

ในตัวอย่างก่อนหน้านี้ในระบบทองแดง-สังกะสีนั้น มีการละลายระหว่างกันเกิดขึ้นอย่าง สมบูรณ์ โดยไม่เกิดสารประกอบ แต่หากมีการเกิดสารประกอบขึ้นในระบบการแพร่ที่ศึกษา การ วิเคราะห์การแพร่จะมีความซับซ้อนขึ้น ดังในตัวอย่างในรูปที่ 16 เป็นแผนภูมิสมดุลระหว่างโลหะ A และโลหะ B



เมื่อเกิดการผสม สามารถเฟสใหม่สามเฟสคือ **α**,β และ γ โดยแต่ละเฟสมีช่วงความเข้มข้นตามที่ แสดงในรูป 16 เมื่อเกิดการแพร่ระหว่างโลหะ A และ B โดยการอบให้ความความร้อนที่อุณหภูมิ T<sub>1</sub> ก็ จะพบชั้นของสามเฟสดังกล่าว ดังแสดงในรูปที่ 17

# Chulalongkorn University



รูปที่ 17 เส้นโค้งแสดงปริมาณ B ในจุดต่างๆบน Diffusion Couple ที่อุณหภูมิ T $_1$  [1]

จากรูปที่ 17 เส้นโค้งแสดงปริมาณ B ตัดผ่านระหว่างรอยต่อเฟสอย่างไม่ต่อเนื่องกัน จุดที่มีการ เปลี่ยนแปลงของปริมาณ B อย่างรวดเร็ว จะเกิดเฟสสองเฟสอยู่ร่วมกัน คือในช่วง ab ที่มีเฟส lpha กับ eta อยู่ร่วมกัน และช่วง cd ที่มีเฟส eta และ  $\gamma$  อยู่ร่วมกัน ซึ่งจุดต่างๆนั้น คือจุดเดียวกับจุดบน เส้นตัดขวางแผนภูมิสมดุลในรูปที่ 16 ที่อุณหภูมิ T<sub>1</sub> ซึ่งพื้นที่ส่วนที่เป็นเฟสเดียวจะแสดงเป็นพื้นที่บน Diffusion Couple ชัดเจน แต่จุดที่เป็นสองเฟสจะอยู่ในลักษณะพื้นผิวรอยต่อ

เมื่อเกิดการแพร่นั้นจะเกิดความแตกต่างหรือเกรเดียนท์ของความเข้มข้น และเกิดเกรเดียนท์ ของแอคทิวิตีด้วย ถ้าจุดไหนไม่มีเกรเดียนท์ก็จะไม่มีฟลักซ์ระหว่าง A กับ B ตรงบริเวณนั้น ซึ่งสามารถ เขียนสมการของ B ได้ดังนี้

$$\Delta \bar{G}_B = \bar{G}_B - G_B^\circ = RT \ln a_B \tag{23}$$

 $ar{G}_B$  = Partial molal free energy ของ B

 $G_B^\circ$  = free energy ต่อโมล ของ B บริสุทธิ์ที่อุณหภูมินั้น

 $a_B$  = แอคทิวิตีของ B

สมการนี้พบว่าที่อุณหภูมิคงที่พบว่า แอคทิวิตีของ B จะสัมพันธ์โดยตรงกับผลต่างของ partial molal free energy



รูปที่ 18 เส้นโค้งแสดงความสัมพันธ์ของ free energy กับส่วนผสม ที่อุณหภูมิ T<sub>1</sub> [1]



รูปที่ 19 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของ free energy ต่อส่วนผสม ที่อุณหภูมิ T<sub>1</sub> [1]

รูปที่ 18 เป็นเส้นโค้งสมมติของ Free Energy ต่อส่วนผสมที่อุณหภูมิ T<sub>1</sub> ของเฟส  $\alpha$ ,  $\beta$  และ  $\gamma$  เมื่อลากเส้นสัมผัสส่วนโค้งของ  $\alpha$  กับ  $\beta$  และ  $\beta$  กับ  $\gamma$  จะได้ช่วงระหว่างจุดตัดเส้นโค้งกับเส้น สัมผัสเป็นช่วงที่เกิดสองเฟสขึ้น ซึ่งถ้าสร้างกราฟความสัมพันธ์ของ Free Enegry จากรูปที่ 18 จะ

พบว่า ช่วงที่เกิดสองเฟสนั้น partial molal free energy ของ B จะรักษาค่าให้คงที่เท่ากับค่า free energy ที่ลากจากเส้นสัมผัสส่วนโค้ง ดังรูปที่ 19 ทำให้ช่วงนั้น ปริมาณของ B บน Diffusion Couple จะคงที่อยู่ในลักษณะพื้นผิวรอยต่อ

ส่วนความ<sup>้</sup>กว้างของเฟสเดี่ยวนั้น จะถูกกำหนดโดยความเร็วสัมพัทธ์ ที่รอยต่อระหว่างเฟส เคลื่อนที่เข้าหากัน ตัวอย่างคือรูปที่ 20 ที่เป็นความสัมพันธ์ระหว่าง ทองแดง-สังกะสี หลังผ่านการอบ อ่อนที่ 380°C เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง พบว่าเฟส β หายไปเหลือแค่พื้นที่เล็กมาก



รูปที่ 20 Diffusion Couple ของ ทองแดง-สังกะสี [1]

ซึ่งการเคลื่อนที่ของรอยต่อนั้น ถูกควบคุมโดยการแพร่ เมื่อพิจารณาการโตของเฟส eta ในรูปที่ 17 ตอนแรก eta ยังไม่มีความหนา และจะหนาขึ้นตามเวลา แต่การโตต้องสัมพันธ์กับความเร็วสัมพัทธ์การ เคลื่อนที่ของรอยต่อสองเฟส ซึ่งโดยปกติจะไม่เท่ากัน โดยเขียนเป็นสมการได้ดังนี้

$$\left(n_{B}^{b}-n_{B}^{a}\right)A\,dx_{\alpha\beta}=AD_{\alpha}\left(\frac{dn_{B}^{a}}{dx}\right)dt-AD_{\beta}\left(\frac{dn_{B}^{b}}{dx}\right)dt \qquad (24)$$

โดย  $n_B^a$  กับ  $n_B^b$  คือปริมาณอะตอม B ต่อหน่วยปริมาตรของสองเฟสที่รอยต่อ  $rac{dn_B^*}{dx}$  และ  $rac{dn_B^*}{dx}$ คือความแตกต่างของความเข้มข้นของเฟส lpha และ eta ที่รอยต่อ  $D_{lpha}$ กับ  $D_{eta}$  คือสัมประสิทธิ์การแพร่ จะเห็นว่าด้านซ้ายคือปริมาณอะตอม B ที่วิ่งผ่านรอยต่อเข้าไปเป็นระยะ  $dx_{lphaeta}$  ส่วนด้านขวาคือ ผลรวมของฟลักซ์

ซึ่งสมการ (24) สามารถจัดรูปใหม่ได้เป็น

$$\frac{dx_{\alpha\beta}}{dt} = \frac{1}{(n_B^b - n_B^a)} \left[ D_\alpha \left( \frac{dn_B^a}{dx} \right) - D_\beta \left( \frac{dn_B^b}{dx} \right) \right]$$
(25)

ในทางเดียวกัน ความเร็วในการโตของรอยต่อระหว่าง eta กับ  $\gamma$  เขียนได้ดังนี้

$$\frac{dx_{\beta\gamma}}{dt} = \frac{1}{\left(n_B^c - n_B^d\right)} \left[ D_\alpha \left(\frac{dn_B^c}{dx}\right) - D_\beta \left(\frac{dn_B^d}{dx}\right) \right]$$
(26)

โดยปรกตินั้น สัมประสิทธิ์การแพร่จะไม่คงที่ โดยขึ้นกับส่วนผสม ซึ่งทำให้การคำนวณปัญหาด้านการ โตของชั้นสารประกอบเป็นเรื่องยาก จากการคำนวณขั้นต้นภายใต้สมมติฐานว่า ระบบอยู่ในสภาวะ สมดุลในทุกขณะระหว่างการโตของชั้นสารประกอบ ซึ่งหมายถึง ชิ้นงานที่เกิดการแพร่นั้นมีขนาดใหญ่ โดยส่วนผสมที่ปลายทั้งสองด้านนั้นคงที่

#### 2.2 แผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม [2]

พิจารณาแผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม ตามรูปที่ 21 พบว่าประกอบด้วยสารละลาย ของแข็ง 2 ชนิดคือ Al(Ni) กับ  $\gamma$ -Ni(Al) และ เฟสสารประกอบ 5 ชนิด คือ NiAl<sub>3</sub>,  $\delta$ -Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>,  $\beta$ -NiAl, Ni<sub>5</sub>Al<sub>3</sub> และ  $\gamma$ -Ni<sub>3</sub>Al โดยสารประกอบ 4 ชนิดมีปริมาณส่วนผสมเป็นช่วง ยกเว้น NiAl<sub>3</sub> ที่มีปริมาณ ส่วนผสมคงที่ค่าเดียว [3]



ความหนาของเฟสเหล่านี้มีขนาดตั้งแต่ไม่กี่ไมครอน ไปจนหลักร้อยไมครอน ในงานวิจัยของ Mehrer และคณะ [4] ทำการอบอ่อน diffusion couple ของ Ni-Al ที่ 550°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบ NiAl<sub>3</sub> หนาประมาณ 20 µm และ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> หนาประมาณ 120 µm บางงานวิจัยก็พบขั้นสารประกอบ บนฟิล์มบางได้ เช่นงานของ Liu และคณะ [5] ทำการศึกษาการเกิดขึ้นของเฟส NiAl<sub>3</sub> และ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่ เกิดขึ้นระหว่าง Al (หนา 420 nm) และ Ni (หนา 52 nm) ที่เกิดจากการทำ PVD ด้วยการอบที่ อุณหภูมิระหว่าง 375-500°C ซึ่งงานวิจัยนี้ตรวจไม่พบ β-NiAl และ γ-Ni<sub>3</sub>Al เกิดขึ้นมา เพราะการ แพร่ของนิกเกิล และ อะลูมิเนียมในสองเฟสนี้ต้องขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง ทั้งส่วนผสม, โครงสร้าง ผลึก และ อุณหภูมิ
้มีงานวิจัยที่อธิบายแต่ละเฟสในแผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียมไว้ดังนี้

- การแพร่ของอะลูมิเนียมในเฟส NiAl<sub>3</sub> และ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 600°C
  [5] งานวิจัยของ Janssen และคณะ [6] พบว่าที่อุณหภูมิ 600°C การแพร่ของ นิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เกิดขึ้นได้ยาก ถ้าเทียบกับการแพร่ของอะลูมิเนียม การแพร่ของ นิกเกิลจะมีนัยยะสำคัญเฉพาะเฟสที่มีอะลูมิเนียมสูงในอุณหภูมิสูงเท่านั้น
- การแพร่ของเฟส β-NiAl นั้นจะใกล้เคียงกับการเกิดตำหนิแบบจุด [7-9] ซึ่งรูปแบบ การเกิดจะขึ้นกับปริมาณสารสัมพันธ์ โดยในเฟส β-NiAl ที่มีสัดส่วนอะลูมิเนียม เยอะกว่า การแพร่ของอะลูมีเนียมจะเร็วกว่านิกเกิลถึง 10 เท่า [10] ส่วนเฟส β-NiAl ที่มีสัดส่วนนิกเกิลเยอะกว่า คือมากกว่า 51% โดยอะตอม การแพร่ของ นิกเกิลจะเกิดขึ้นมากกว่าจนถึง 1100°C และสัมประสิทธิ์การแพร่ของทั้งนิกเกิลและ อะลูมิเนียมจะลดลงตามปริมาณสารสัมพันธ์จนถึงค่าต่ำสุดเมื่อปริมาณอะลูมิเนียม ประมาณ 49% โดยอะตอม [9, 11]
- ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ระหว่างกัน (interdiffusion coefficient) ใน Ni<sub>5</sub>Al<sub>3</sub> [12] จะสูงกว่าใน  $\gamma$ -Ni<sub>3</sub>Al และจะใกล้เคียงกับค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ระหว่างกันใน  $\beta$ -NiAl ที่มีปริมาณนิกเกิลสูง
- จากงานวิจัยของ Fujiwara และคณะ [13] รวมทั้งงานวิจัยกลไกการแพร่ของ Cserhati และคณะ [14] พบว่าสัมประสิทธิ์การแพร่ในตัวเอง (self-diffusion coefficient) ของทั้งนิกเกิลและอะลูมิเนียม ใน γ-Ni<sub>3</sub>Al มีค่าใกล้เคียงกัน

จากการศึกษาที่ผ่านมา [7, 9, 12, 15-24] มีการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ระหว่างกัน (interdiffusion coefficient) ของอะลูมิเนียมในเฟสสารประกอบนิกเกิล-อะลูมิเนียมชนิดต่าง ๆ ไว้ มากมาย Brossard และคณะ จึงทำการรวบรวมค่าเหล่านี้และเปรียบเทียบกันตามรูปที่ 22 สำหรับค่า สัมประสิทธิ์ที่ทำการวิจัยในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 800°C และรูปที่ 23 สำหรับค่าสัมประสิทธิ์ที่ทำการ วิจัยในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 800°C ถึง 1100°C ซึ่งค่าจะแตกต่างกันไปเนื่องจากลักษณะของ Diffusion Couple ในงานวิจัยนั้น ๆ (เช่น ชิ้นงานเป็นก้อน หรือเป็นฟิล์มบาง, วัสดุมีเฟสเดียว หรือ มีหลายเฟส) หรือช่วงอุณหภูมิ เป็นต้น



รูปที่ 22 ข้อมูล interdiffusion coefficient ของสารประกอบโลหะนิกเกิล-อะลูมิเนียม ชนิดต่าง ๆโดยรวบรวมจากงานวิจัย ที่ T < 800°C [2]



รูปที่ 23 ข้อมูล interdiffusion coefficient ของสารประกอบโลหะนิกเกิล-อะลูมิเนียม ชนิดต่าง ๆ โดยรวบรวมจากงานวิจัย ที่ 800°C < T < 1100 °C [2]

### 2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.3.1 การวิเคราะห์ผลของกรรมวิธีการเคลือบนิกเกิลด้วยผงอะลูมิเนียม [25]

การทดลองนี้ได้ทำการศึกษาการสร้างชั้นผิวนิกเกิลอะลูมิไนด์ บนผิวนิกเกิลบริสุทธิ์ โดยการ อัดผงอะลูมิเนียมบนผิวของนิกเกิลด้วยแรงทางกล แล้วนำไปอบให้ความร้อน โดยมีตัวแปรได้แก่ แรงที่ ใช้อัดผงอะลูมิเนียมลงบนพื้นผิวนิกเกิล ความเรียบผิวของนิกเกิล อุณหภูมิในการอบ และเวลาที่ใช้ใน การอบให้ความร้อนชิ้นงาน ที่มีผลต่อชนิด ลักษณะ และความหนาของชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้น



รูปที่ 24 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานนิกเกิลที่ผ่านการทำอะลูมิไนซิง ที่อุณหภูมิ 700°C เวลา 4 ชั่วโมง [25]

เฟสที่เกิดขึ้นในการทดลองนี้ประกอบด้วย 3 ส่วน ดังรูปที่ 24 จากบนไปล่างตามลำดับ

- ส่วนที่ติดกับเนื้อพื้นนิกเกิลมีลักษณะเป็นเฟสเดียว คือเป็นเฟสสีเทาอ่อนมีความหนาเฉลี่ย
  76, 177 และ 249 µm สำหรับเวลาที่ใช้ในการอบ 1 ชั่วโมง, 2 ชั่วโมง 15 นาที และ 4 ชั่วโมง ตามลำดับ โดย ด้านของส่วนนี้ที่ติดกับเนื้อพื้นนิกเกิลจะค่อนข้างเรียบ ส่วนด้านตรง ข้ามจะขรุขระเล็กน้อย
- ส่วนที่ติดกับชั้นสีเทาอ่อน เป็นสีขาว มีลักษณะเป็นเกาะแก่งยื่นออกมาจากส่วนสีเทาอ่อน รูปร่างเรียวยาว มีทั้งขนาดเล็กและใหญ่
- ส่วนที่เป็นสีเทาเข้มมีลักษณะเป็นเนื้อพื้น ผสมกับส่วนสีขาวเป็นเหลี่ยมเป็นแท่งกระจายใน ส่วนสีเทาเข้ม

เมื่อนำชิ้นงานมาขัดผิวด้านที่มีอะลูมิเนียมเกาะอยู่บนผิวออกทีละน้อย แล้วนำไปตรวจสอบ ผิวของชิ้นงานด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ทำซ้ำ ๆ เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นใน ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ ในแนวตั้งฉากกับผิวชั้นเคลือบ ทำให้ได้ผลการตรวจสอบดังรูปที่ 25 ซึ่งแสดง ให้เห็นว่าเฟสที่เกิดขึ้นบนผิวของชิ้นงาน ได้แก่ Al, NiAl<sub>3</sub>, Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> และ Ni ตามลำดับ



# รูปที่ 25 ผลการเปรียบเทียบเฟสต่างๆที่ปรากฏจากการตรวจสอบชิ้นงานด้วยวิธี XRD โดยสีแต่ละเส้นแสดงความลึกของชิ้นงานที่ถูกขัดออกไป [25]

เมื่อนำผลกลับไปเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค จะพบว่าเฟสสีเทาอ่อนที่ติดกับ เนื้อพื้นนิกเกิล คือเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ส่วนเฟสสีขาวที่มีลักษณะเป็นเกาะแก่งคือเฟส NiAl<sub>3</sub> และส่วนที่สามที่ เป็นเนื้อพื้นสีเทา และเฟสสีขาว ก็คือเนื้อพื้นของอะลูมิเนียม และเฟส NiAl<sub>3</sub> ตามลำดับ

เมื่อวิเคราะห์ผลจากตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้นพบว่า

- อุณหภูมิในการอบที่สูงขึ้น ความหนาของชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> จะเพิ่มขึ้น หรืออีกนัยยะคือ อัตราการขยายตัวของชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> จะเพิ่มขึ้น และที่ขอบของชั้นเคลือบมีลักษณะ ที่ขรุขระขึ้น
- เวลาในการทำอะลูมิไนซิงที่เพิ่มขึ้น จะทำให้ชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> หนาขึ้น แต่เมื่อ
  เวลานานขึ้นอัตราการขยายตัวของชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> จะค่อย ๆ ลดลง ตามรูปที่ 26
  โดยลักษณะการโตต่อเวลาจะเป็นไปตามสมการพาราโบลิก x<sup>2</sup> = kt



# รูปที่ 26 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างรากที่สองของเวลาและความหนาชั้นเคลือบของชิ้นงานที่ได้ ผ่านการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 700°C และ 800°C อัดโดยใช้แรงอัดด้วยความดัน 312 MPa และ มีค่าความหยาบผิว (Rq) 1.059 และ 2.308 µm [25]

 แรงอัด และ ความเรียบผิว ไม่มีผลต่อความหนาของชั้นสารประกอบ แต่พบว่า พื้นผิวของ โลหะนิกเกิลที่ละเอียด จะทำให้ชั้นเกาะแก่งของเฟส NiAl<sub>3</sub> มีลักษณะที่เชื่อมติดกันและมี ความสม่ำเสมอมากขึ้นตลอดแนวที่ติดกับชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>

#### 2.3.2 การศึกษาเชิงวิเคราะห์ของการแพร่ระหว่างโลหะนิกเกิลและอะลูมิเนียม [26]

การทดลองนี้ได้ทำการศึกษาการอัตราการเกิด และทิศทางการเกิดสารประกอบระหว่าง นิกเกิลและอะลูมิเนียมต่อเวลา ในการแพร่ระหว่างชั้นของอะลูมิเนียมที่เคลือบอยู่บนนิกเกิลบริสุทธิ์ที่ อุณหภูมิ 800°C รวมทั้งวิเคราะห์สัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิล และอะลูมิเนียม และอื่น ๆ

เนื่องจากการทดลองนี้ได้เลือกใช้วิธีของ Matano และวิธีการคำนวณการแพร่ในระบบของ โลหะผสมที่ละลายกันอย่างไม่สมบูรณ์ในการคำนวณ [1] ในขั้นต้นการทดลองนี้จึงทำการศึกษามาร์ค เกอร์ที่เหมาะสม โดยทดลองทั้ง ลวดทังสเตน, ลวดเหล็ก, ลวดทองคำขาว, แผ่นทองคำเปลว และ ผง อะลูมินา จากการทดลองพบว่ามีเพียงผงอะลูมินาเท่านั้นที่ยังคงเหลือช่องว่าง ซึ่งแสดงรอยต่อดั้งเดิม ของโลหะสองชนิดได้ จึงใช้ผงอะลูมินาเป็นมาร์คเกอร์หลักในการทดลองนี้

เฟสและลักษณะรูปร่างของชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้นในการทดลองนี้ ก็ยังคงเหมือนกับงาน ทดลองของ รฐกฤษฏิ์ และ รัชชวิทย์ [25] คือชั้นสารประกอบที่ติดกับเนื้อพื้นนิกเกิลเป็นเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> มี ลักษณะเป็นเนื้อเดียวเรียบ ๆ ส่วนถัดมาที่ติดกันคือ NiAl<sub>3</sub> มีลักษณะเป็นเกาะแก่งยื่นออกมา รูปร่าง เรียวยาว มีทั้งขนาดเล็กและใหญ่ และส่วนที่สามเป็นเนื้อพื้นอะลูมิเนียม และเฟส NiAl<sub>3</sub> ที่มีลักษณะ เหลี่ยม เรียวยาว

เมื่อวิเคราะห์ความหนาของชั้นสารประกอบ ที่เกิดขึ้นต่อเวลาที่ทำการทดลองคือ 3.45 นาที, 15 นาที และ 60 นาทีตามลำดับ โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการอบคงที่ คือ 800°C พบว่าเป็นไปตามสมการ พาราโบลิกจริง



เมื่อใช้สมการพาราโบลิก  $\mathbf{x}^2$  = kt คำนวณเพื่อเปรียบเทียบค่า k พบว่างานของรฐกฤษฏิ์ และ รัชช

วิทย์ [25] มีค่า k เท่ากับ 1.604 x 10<sup>-12</sup> ส่วนค่า k ที่คำนวณได้จากงานชื้นนี้ มีค่าเท่ากับ 2.844 x 10<sup>-13</sup> ซึ่งค่า k ต่างกันนั้นเกิดจากอัตราการเย็นตัวในงานวิจัยต่างกัน



รูปที่ 28 แสดงโครงสร้างจุลภาคบริเวณมาร์คเกอร์ และตำแหน่งต่างๆ ที่ใช้ในการวัดค่าบนชิ้นงาน [26]

จากการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของความหนากับเวลา ในรูปแบบสมการพาราโบลิก เราจะ สามารถคำนวณความเร็วของชั้นเคลือบได้จาก dx/dt = k/2x ้โดยทำการคำนวณค่าความเร็วใน ้ชิ้นงานที่ผ่านการอบเป็นเวลา 1 ชั่วโมงของผิวระหว่างเนื้อนิกเกิล และชั้นสารประกอบเท่ากับ 5.06 x 10<sup>-8</sup> m/s และค่าความเร็วของผิวระหว่างอะลูมิเนียม และชั้นสารประกอบเท่ากับ 4.74 x 10<sup>-8</sup> m/s





และจากการวิเคราะห์ความเข้มข้นด้วยเครื่อง Electron Probe Micro Analyzer ณ บริเวณขั้น สารประกอบ ตามรูปที่ 29 นำผลการทดลองมาคำนวณการแพร่ในระบบโลหะผสมที่ละลายกันอย่าง ไม่สมบูรณ์ ตามสมการที่ (25) และ (26) โดยค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิล บนเนื้อพื้น อะลูมิเนียมหลอมเหลว มีค่าเท่ากับ 1.71  $\times$  10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/sec [27] จะได้สัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิล บนเนื้อพื้นสารประกอบมีค่าเท่ากับ 9.97  $\times$  10<sup>-10</sup> m<sup>2</sup>/s และสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลบนเนื้อ พื้นนิกเกิลเอง มีค่าเท่ากับ 4.55  $\times$  10<sup>-11</sup> m<sup>2</sup>/s

แต่งานวิจัยนี้ไม่สามารถวิเคราะห์ด้วยวิธี Matano ได้ เนื่องจากมาร์คเกอร์ไม่ได้วางอยู่ ระหว่างชั้นสารประกอบ ทำให้ไม่สามารถคำนวณได้

# 2.3.3 Measurement of intrinsic diffusion coefficients of Al and Ni in $Ni_3Al$ using Ni/NiAl diffusion couples [13]

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมการแพร่ของ อะลูมิเนียมและนิกเกิลในเฟส Ni₃Al โดย การใช้ intrinsic diffusion coefficient โดยขั้นต้นได้ทำการทดลองการเกิดชั้นสารประกอบ Ni₃Al ที่ ผิวสัมผัสระหว่าง diffusion couple ของ Ni/NiAl แล้วคำนวณหา interdiffusion coefficient ของ ระบบนี้ โดย intrinsic diffusion coefficient จะคำนวณโดยค่า interdiffusion coefficient และ ความเร็วการเคลื่อนที่ของ Kirkendall interface โดยเปรียบเทียบกับ Matano plane ผ่านสมการ ของ Darken

พบว่าที่อุณหภูมิที่ทำการทดลอง คือ 1423-1523 K ค่า intrinsic diffusion coefficient ของ Al และ Ni ในเฟส Ni₃Al นั้นจะใกล้เคียงกัน และยังสามารถนำมาใช้คำนวณ self-diffusion coefficient ของ Al ใน Ni₃Al ได้เช่นกัน

#### 2.3.4 Intrinsic diffusion in Ni<sub>3</sub>Al system [14]

การทดลองเกี่ยวกับ interdiffusion ทำได้โดยอาศัยความแตกต่างระหว่างเฟสในโลหะผสม Ni-Al แล้วประมาณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ขององค์ประกอบชนิดใดชนิดหนึ่ง และนำไปสู่การ ประมาณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ขององค์ประกอบอีกชนิดหนึ่งได้ทันที กระบวนการในการทดลองมี พื้นฐานมาจากการวิเคราะห์แบบ Darken-Manning ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของอะลูมิเนียมในเฟส Ni<sub>3</sub>Al สามารถหาได้จากสมการ

$$D_{Al}^{*} = 5.05 \times 10^{-7} \left( \frac{+2.28 \times 10^{-6}}{-1.117 \times 10^{-7}} \right) \exp \left[ \frac{-243 \pm 16 \text{ KJ/mol}}{\text{RT}} \right] \text{m}^{2}/\text{s}$$

เมื่อเปรียบเทียบผลการศึกษากับงานวิจัยอื่น ๆ ที่ปรากฏ พบว่าค่า self-diffusion coefficient ของ อะลูมิเนียมที่คำนวณได้จากการทดลอง interdiffusion มีค่าตรงกัน เป็นสิ่งที่สนับสนุนทฤษฎีที่ว่าการ แพร่ของธาตุย่อยจะเกิดขึ้นผ่านกลไกการเกิดช่องว่างภายใน Ni<sub>3</sub>Al



# บทที่ 3 วิธีการทดลอง

### 3.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

## 3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลองการแพร่

- 3.1.1.1 ชิ้นงานนิกเกิล 99.99% (Kojundo, Japan) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร หนา 5 มิลลิเมตร
- 3.1.1.2 ชิ้นงานอะลูมิเนียม 99.99% (Kojundo, Japan) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร หนา 5 มิลลิเมตร
- 3.1.1.3 ผงอะลูมิเนียม 99% (Kojundo, Japan) ขนาด 106-180ไมครอน

#### 3.1.2 อุปกรณ์ในการให้ความร้อน

- 3.1.2.1 เตาท่อ
- 3.1.2.2 แก๊สอาร์กอน เกรดอุตสาหกรรม

#### 3.1.3 อุปกรณ์สำหรับเตรียมชิ้นงานเพื่อทดลอง และวิเคราะห์ผล

- 3.1.3.1 เครื่องอัดชิ้นงานไฮดรอลิกขนาด 3000 กิโลกรัม
- 3.1.3.2 กระดาษขัดเบอร์ต่างๆ (80, 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200)
- 3.1.3.3 ผ้าสักหลาดสำหรับขัด
- 3.1.3.4 ผงขัดเพชร
- 3.1.3.5 เครื่องขัด
- 3.1.3.6 เรซิ่นหล่อใส สำหรับทำที่จับชิ้นงาน
- 3.1.3.7 เครื่องตัดละเอียด

### 3.1.4 เครื่องมือวิเคราะห์

- 3.1.4.1 กล้องจุลทรรศน์แสง (Optical Microscope, OM)
- 3.1.4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
- 3.1.4.3 X-ray Diffractometer (XRD)
- 3.1.4.4 Energy Dispersive X-ray Micro Analysis System (EDS)

### 3.2 ขั้นตอนการทดลอง

#### 3.2.1 Diffusion Couple ของ Ni/NiAl<sub>3</sub>

# 3.2.1.1 การเตรียมชิ้นงาน

- (1) เตรียมชิ้นงาน NiAl<sub>3</sub> โดยเตรียมนิกเกิลและอะลูมิเนียม เพื่อให้สัดส่วนใกล้เคียงกับ
  NiAl<sub>3</sub> แล้วทำ arc-melt เพื่อหลอมเข้าด้วยกัน
- นำชิ้นงานที่ผ่านการ arc-melt ไปอบเพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยอบที่อุณหภูมิ
  800°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นด้วย XRD
- (3) อัดชิ้นงาน arc-melt ติดกับชิ้นงานนิกเกิลด้วยเหล็กแผ่นหนาสองแผ่นประกอบแล้ว ขันน็อต
- (4) นำชิ้นงานใส่ถ้วยเผาสารสำหรับทำการอบ นำถ้วยเผาสารใส่เข้าเตาท่อ แล้วอบที่ อุณหภูมิ และเวลาตามตารางที่ 4 โดยอัตราการให้ความร้อนขึ้นไปที่อุณหภูมินั้น ๆ เท่ากับ 10°C ต่อนาที

กลุ่มชิ้นงานที่	อุณหภูมิในการอบ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)
1		4
2	(00	6
3	600	8
4		10
5	A A A A A A A A A A A A A A A A A A A	4
6	700	6
7	700	8
8		10

### ตารางที่ 4 ค่าตัวแปรในการอบชิ้นงาน

(5) ปล่อยชิ้นงานให้เย็นตัวในเตาจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำชิ้นงานมาวิเคราะห์

### 3.2.1.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชั้นเคลือบ

- (1) ตัดชิ้นงานด้วยเครื่องตัดละเอียด เพื่อแบ่งครึ่งชิ้นงานตามขวาง
- (2) ขัดชิ้นงานตามหน้าที่แบ่งครึ่ง สำหรับนำไปศึกษาลักษณะของชั้นเคลือบที่เกิดขึ้น
- (3) นำชิ้นงานไปวิเคราะห์ลักษณะ โดยการถ่ายรูปของชั้นเคลือบผิว ด้วยกล้อง จุลทรรศน์แสง
- (4) วิเคราะห์ลักษณะของชั้นเคลือบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และวัดความหนาด้วยโปรแกรม SemAfore โดยถ่ายทั้งสิ้น 5-7 ภาพต่อชิ้นงาน แล้ววัดความหนาภาพละ 9 จุด แล้ว นำมาหาค่าความหนาเฉลี่ยของชิ้นงานนั้น

- (5) วิเคราะห์องค์ประกอบของชั้นเคลือบ ด้วย X-ray Diffractometer (XRD)
- (6) วิเคราะห์ธาตุของชั้นเคลือบ และความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียมกับนิกเกิล ในทิศ ตั้งฉากกับชั้นเคลือบโดยใช้ Energy Dispersive X-ray Micro Analysis System (EDS) ที่ติดตั้งในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

# 3.2.1.3 ขั้นตอนการคำนวณทางทฤษฎี

- เปรียบเทียบข้อมูลจากงานวิจัยนี้ กับ ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง [13, 14] รวมทั้ง ผลงานวิจัยอื่น ๆ ที่ได้รับการตีพิมพ์ในอดีต ว่ามีความเหมือน หรือแตกต่างอย่างไร เนื่องจากสาเหตุใด
- (2) ตั้งสมมติฐานว่าชั้นสารเคลือบที่เกิดขึ้นจะเป็นเฟสใด หาทฤษฎี และข้อมูลที่
  เกี่ยวข้องกับการคำนวณ
- (3) ตรวจสอบสมมติฐาน โดยอาศัยการคำนวณด้วยวิธีจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

$$\frac{D_{\text{Al}}}{D_{\text{Ni}}} = \frac{V_{\text{Al}}}{V_{\text{Ni}}} \left[ \frac{N_{\text{Al}}^{+} \int_{-\infty}^{x_{\text{k}}} \left(\frac{N_{\text{Al}} - N_{\text{Al}}}{V_{\text{m}}}\right) dx - N_{\text{Al}}^{-} \int_{x_{\text{k}}}^{\infty} \left(\frac{N_{\text{Al}}^{+} - N_{\text{Al}}}{V_{\text{m}}}\right) dx}{N_{\text{Ni}}^{+} \int_{-\infty}^{x_{\text{k}}} \left(\frac{N_{\text{Al}}^{-} - N_{\text{Al}}^{-}}{V_{\text{m}}}\right) dx - N_{\text{Ni}}^{-} \int_{x_{\text{k}}}^{\infty} \left(\frac{N_{\text{Al}}^{+} - N_{\text{Al}}}{V_{\text{m}}}\right) dx} \right] \tag{XX}$$

โดยใช้ข้อมูลจากงานวิจัยนี้ เพื่อเสนอกลไกการแพร่ที่ทำให้เกิดสารประกอบนิกเกิล อะลูมิไนด์ขึ้น

### 3.2.2 Diffusion Couple ของ Ni/Al ที่ 600°C

#### 3.2.2.1 การเตรียมชิ้นงาน

(1) เตรียมชิ้นงาน โดยแบ่งเป็นสองชนิด
 <u>ชนิด P (Powder)</u> คือ อัดผงอะลูมิเนียมลงบนผิวชิ้นงานนิกเกิลแต่ละชิ้นด้วยแรงกด
 125 MPa เท่ากัน
 <u>ชนิด B (Bulk)</u> คือ อัดก้อนอะลูมิเนียมลงบนผิวชิ้นงานนิกเกิลแต่ละชิ้นด้วยแรงกด

<u>ชนิด B (Bulk)</u> คือ อัดก้อนอะลูมิเนียมลงบนผิวชินงานนิกเกิลแต่ละชินด้วยแรงกด 125 MPa เท่ากัน

โดยทุกชิ้นงานจะมีการใส่ผงอะลูมินาไว้บนผิวของนิกเกิลเพื่อเป็นมาร์คเกอร์

(2) นำชิ้นงานวางไว้ในถ้วยเผาสารที่ใส่ชิ้นงานสำหรับทำการอบ นำถ้วยเผาสารใส่เข้า เตาท่อ และตั้งโปรแกรมการทำงาน ตามรูปที่ 30 อบชิ้นงานโดยควบคุมบรรยากาศ เตาด้วยแก๊สอาร์กอน โดยแต่ละกลุ่มชิ้นงาน จะถูกอบขึ้นไปที่อุณหภูมิ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที เพื่อให้ชิ้นงานติดกัน แล้วให้เย็นตัวลงมาที่ 600℃ แล้วแช่คงไว้ที่เวลาต่าง ๆ กัน ดังตารางที่ 5

กลุ่มที่	ชนิด	ชื่อชิ้นงาน	เวลาที่ใช้ในการอบที่ 600°C (ชั่วโมง)
1	Bulk	ТВ	0
Ţ	Powder	TP	0
2	Bulk	1B	1
Z	Powder	1P	1
2	Bulk	2B	0.05
5	Powder	2P	2.25
1	Bulk	4B	
4	Powder	4P	4
E	Bulk	6B	6.25
5	Powder	6P	0.25
		////	(ST 1) () ()

ตารางที่ 5 ค่าตัวแปรของการเคลือบผิวชิ้นงานนิกเกิลแต่ละชิ้น



รูปที่ 30 ขั้นตอนการอบชิ้นงาน

ส่วนชิ้นงานกลุ่มที่ 1 ทั้งชนิด B (TB) และชนิด P (TP) ที่ใช้เวลา 0 ชั่วโมง คือ เมื่อ ้หลังจากอบขึ้นไปที่อุณหภูมิ 800℃ แล้วแซ่ไว้ 5 นาที ก็จะปล่อยให้เย็นตัวภายใน เตาจนถึงอุณหภูมิห้องทันที โดยไม่มีการแช่ที่อุณหภูมิ 600°C นั่นเอง

้ปล่อยให้ชิ้นงานให้เย็นตัวภายในเตาจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำชิ้นงานมาวิเคราะห์ (3)

# 3.2.2.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชั้นเคลือบ

- ตัดชิ้นงานด้วยเครื่องตัดละเอียด เพื่อแบ่งครึ่งชิ้นงานตามขวาง (1)
- ขัดชิ้นงานตามหน้าที่แบ่งครึ่ง สำหรับนำไปศึกษาลักษณะของชั้นเคลือบที่เกิดขึ้น (2)
- นำชิ้นงานไปวิเคราะห์ลักษณะ โดยการถ่ายรูปของชั้นเคลือบผิว ด้วยกล้อง (3) จุลทรรศน์แสง

- (4) วิเคราะห์ลักษณะของชั้นเคลือบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
  (Scanning Electron Microscope, SEM) และวัดความหนาด้วยโปรแกรม
  SemAfore โดยถ่ายทั้งสิ้น 5-7 ภาพต่อชิ้นงาน แล้ววัดความหนาภาพละ 9 จุด แล้ว นำมาหาค่าความหนาเฉลี่ยของชิ้นงานนั้น
- (5) วิเคราะห์ธาตุของชั้นเคลือบ และความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียมกับนิกเกิล ในทิศ ตั้งฉากกับชั้นเคลือบโดยใช้ Energy Dispersive X-ray Micro Analysis System (EDS) ที่ติดตั้งในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope SEM)

# 3.2.2.3 ขั้นตอนการคำนวณทางทฤษฎี

- เปรียบเทียบข้อมูลจากงานวิจัยนี้ กับ งานทดลองที่ผ่านมา [25, 26] รวมทั้ง ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์ในอดีต ว่ามีความเหมือน หรือแตกต่างอย่างไร เนื่องจากสาเหตุใด
- (2) ตั้งสมมติฐานความหนาของชั้นสารประกอบว่า ความหนาจริงที่เกิดจากการแพร่ที่ 600°C ที่เวลาใด ๆ เท่ากับผลต่างของความหนาที่วัดได้จากชิ้นงานกับความหนา ของชิ้นงานที่อบที่ 800°C เวลา 5 นาที โดยไม่ได้อบที่ 600°C ต่อ
- (3) ตั้งสมมติฐานการแพร่ของนิกเกิล และ/หรือ อะลูมิเนียม ในชั้นสารประกอบที่เวลา
  ต่าง ๆ กัน ว่าเป็นไปตามสมการพาราโบลิก x<sup>2</sup> = kt
- (4) ตรวจสอบสมมติฐาน โดยอาศัยการคำนวณการแพร่ในระบบโลหะผสมที่ละลายกัน
  อย่างไม่สมบูรณ์ ตามสมการที่ (25) และ (26)

$$\frac{dx_{\alpha\beta}}{dt} = \frac{1}{\left(n_B^b - n_B^a\right)} \left[ D_\alpha \left(\frac{dn_B^a}{dx}\right) - D_\beta \left(\frac{dn_B^b}{dx}\right) \right]$$
(25)

$$\frac{dx_{\beta\gamma}}{dt} = \frac{1}{\left(n_B^c - n_B^d\right)} \left[ D_\alpha \left(\frac{dn_B^c}{dx}\right) - D_\beta \left(\frac{dn_B^d}{dx}\right) \right]$$
(26)

โดยใช้ข้อมูลจากงานวิจัยนี้ เพื่อเสนอกลไกการแพร่ที่ทำให้เกิดสารประกอบนิกเกิล อะลูมิไนด์ชนิดต่างๆ

# บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

#### Diffusion Couple ของ Ni/NiAl<sub>3</sub>

จากการนำชิ้นงานที่ผ่านการ arc-melt แล้วนำไปอบให้เป็นเนื้อเดียวกัน ไปวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าเกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> ขึ้นจริง สามารถนำไปใช้เป็น Diffusion couple ได้



แต่หลังจากทำการทดลอง นำชิ้นงาน Diffusion Couple ของ Ni/NiAl<sub>3</sub> เข้าไปอบในเตาท่อ แล้วพบว่าไม่สามารถอบให้เกิดชั้นสารประกอบระหว่างชิ้นงาน arc-melt ที่มีเฟส NiAl<sub>3</sub> เป็นหลักกับ ก้อนนิกเกิลได้ แม้จะปรับเงื่อนไขการอบทั้งเวลาที่เพิ่มขึ้นเป็น 20 ชั่วโมง หรือปรับเปลี่ยนชุดจับยึด แล้วก็ตาม

สาเหตุที่ทำให้ไม่เกิดชั้นสารประกอบขึ้น เนื่องจากชิ้นงาน arc-melt มีเฟส NiAl<sub>3</sub> เป็นหลัก ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงโลหะ ทำให้กลไกการแพร่ของมันต่างจากกลไกการแพร่ระหว่างโลหะสองชนิด และอีกประการคือ ถ้าพิจารณาแผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม พบว่างานวิจัยที่ผ่านมา [13, 14] นั้น เลือกทำการวิเคราะห์เฟส Ni<sub>3</sub>Al ที่เกิดขึ้นระหว่าง Diffusion couple ของ Ni กับ NiAl ซึ่ง เป็น การวิจัยที่ทำในเฟสที่ใกล้กันตามสมดุล รวมทั้งเป็นเฟสที่เกิดขึ้นตามจุดยูเท็คติก ทำให้สามารถเกิดขึ้น ได้ง่ายกว่า เฟส NiAl<sub>3</sub> และ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่เป็นเฟสที่เกิดในตำแหน่งที่ห่างจากเฟสนิกเกิล

# Diffusion Couple ของ Ni/Al ที่ 600°C

ผลการทดลองพบว่าสามารถสร้างชั้นสารประกอบขึ้นระหว่างผิวสัมผัสของนิกเกิลและ อะลูมิเนียมได้จริง จึงนำมาวิเคราะห์ผลดังนี้

### 4.1 โครงสร้างจุลภาคชั้นสารประกอบ

เมื่อนำชิ้นงานที่ผ่านการอบ มาผ่าครึ่งตามขวาง แล้วนำไปขัดผิว เพื่อตรวจสอบโครงสร้าง จุลภาค จะพบว่าทุกชิ้นมีลักษณะคล้ายคลึงกัน

## 4.1.1 ชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียม ลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด B)

เมื่อพิจารณาลักษณะของชิ้นงานด้วยตาเปล่า จะพบว่าส่วนที่เป็นก้อนนิกเกิลเดิมไม่มีการ เปลี่ยนรูปเกิดขึ้น แต่ส่วนที่เป็นก้อนอะลูมิเนียมมีการเปลี่ยนรูปทรง ตามรูปที่ 32



รูปที่ 32 แสดงลักษณะภายนอกของชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลที่ผ่านการอบ

สาเหตุเกิดจากตอนแรกมีการอบขึ้นไปที่อุณหภูมิ 800℃ ซึ่งสูงกว่าจุดหลอมเหลวของ อะลูมิเนียม (660℃) ทำให้ก้อนอะลูมิเนียมเกิดการหลอมเหลวและเปลี่ยนรูปทรง แต่อุณหภูมิ 800℃ นั้นยังต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของนิกเกิล (1455℃) ทำให้ก้อนนิกเกิลยังคงรูปเดิมได้ ที่จำเป็นต้องอบ ขึ้นงานขึ้นไปเกินจุดหลอมเหลวของอะลูมิเนียมนั้น เพื่อให้เกิดการยึดติดกันระหว่างก้อนนิกเกิลและ ก้อนอะลูมิเนียม ก่อนจะนำไปอบต่อที่ 600℃ ในเวลาต่าง ๆ กันไป โดยสิ่งที่ช่วยให้ยึดติดกัน ก็คือชั้น สารประกอบที่เกิดขึ้นนั่นเอง



รูปที่ 33 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน TB

จากรูปที่ 33 แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน TB ที่อบขึ้นไปที่ 800℃ แซ่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวในเตาทันที โดยไม่มีการอบต่อที่ 600℃ จากรูปจะแสดงให้เห็น 3 ส่วน ส่วนที่ (1) แสดงถึงด้านที่เป็นก้อนนิกเกิล พบว่าส่วนนี้จะเรียบ มีเฟสเดียว ส่วนที่ (2) แสดงถึงชั้นสารประกอบที่ เกิดขึ้นตรงกลาง โดยส่วนที่ติดกับนิกเกิลจะเป็นเฟสสีเทากลาง มีขนาดหนา และส่วนที่ติดกับก้อน อะลูมิเนียมจะเป็นเฟสสีเทาเข้ม มีขนาดเล็กกว่า และหลายจุดก็ไม่พบ และส่วนที่ (3) แสดงส่วนที่เป็น ก้อนอะลูมิเนียมที่อัดลงบนก้อนนิกเกิล จะไม่เรียบเนียน มีเฟสเดียวเหมือนส่วนที่ (1) แต่จะมีอีกเฟส หนึ่ง ที่มีลักษณะเหลี่ยม ๆ เกิดขึ้นบนเนื้อพื้นด้วย ซึ่งตรงกับที่กลุ่มทดลองของรฐกฤษฏิ์ และ รัชชวิทย์ [25] กับกลุ่มทดลองของ อัครเดช และ ปภาวิชญ์ [26] ทำการทดลองไว้ ซึ่งงานของรฐกฤษฏิ์ และ รัชชวิทย์ [25] ได้ทำการวิเคราะห์และสรุปไว้ว่า สารประกอบสีเทากลางที่อยู่ติดกับนิกเกิล คือเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ส่วนเฟสที่ติดกับก้อนอะลูมิเนียมคือ NiAl<sub>3</sub> และเฟสเหลี่ยม ๆ ที่อยู่บนเนื้อพื้นอะลูมิเนียมก็เป็น NiAl<sub>3</sub> เช่นเดียวกัน

> จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University



รูปที่ 34 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลที่อัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม แล้วนำไปอบที่ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ

## a) 1 ชั่วโมง b) 2.25 ชั่วโมง c) 4 ชั่วโมง และ d) 6.25 ชั่วโมง

รูปที่ 34a แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน 1B ที่หลังจากอบขึ้นไป 800℃ เวลา 5 นาที ก็ ปล่อยให้เย็นตัวลงมาถึง 600℃ แล้วแซ่ไว้ 1 ชั่วโมง จะพบว่าโครงสร้างจุลภาคนั้นมีลักษณะคล้ายกับ ชิ้นงาน TB ทุกประการ คือมีชั้นสารประกอบเกิดขึ้นที่รอยต่อของก้อนนิกเกิลและก้อนอะลูมิเนียม โดยส่วนที่ติดกับนิกเกิลจะเป็นเฟสของ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ส่วนที่ติดกับก้อนอะลูมิเนียมคือเฟส NiAl<sub>3</sub> และส่วนที่ เป็นเนื้อพื้นอะลูมิเนียม ก็จะเกิดเฟสเหลี่ยม ๆ ของ NiAl<sub>3</sub> เช่นเดียวกับชิ้นงาน 2B (รูปที่ 34b), 4B (รูปที่ 34c) และ 6B (รูปที่ 34d) ที่แช่ไว้ที่ 600℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง, 4 ชั่วโมง และ 6.25 ชั่วโมง ตามลำดับ ก็จะมีลักษณะที่เกิดขึ้นเหมือนกัน

เมื่อสังเกตจากแผนภูมิเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม ในรูปที่ 21 จะพบว่าถ้าปล่อยให้การแพร่ เกิดขึ้นตามสมดุลนั้น โดยสัดส่วนอะตอมแล้ว (จากการคำนวณสัดส่วนชิ้นงานโดยอะตอม จะได้นิกเกิล 60% อะลูมิเนียม 40%) จะเกิดเฟส NiAl เป็นหลัก และอาจเกิด Ni₅Al<sub>3</sub> ปนอยู่ด้วย แต่เนื่องจาก งานวิจัยนี้ ทำในช่วงที่นิกเกิลเป็นของแข็ง ไม่ได้เริ่มจากเฟสหลอมเหลว อีกทั้งมีอัตราการเย็นตัวที่ไม่ เป็นตามสมดุล ทำให้การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียมเป็นไปได้น้อย และเกิดแค่เฟส NiAl<sub>3</sub> และ Ni₂Al<sub>3</sub> ที่มีสัดส่วนอะตอมต่ำกว่า ส่วนสาเหตุที่ในเนื้อพื้นอะลูมิเนียมเกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> ขึ้น เนื่องจากจุดยู เท็คติกของ Ni-NiAl<sub>3</sub> อยู่ที่ 639.9°C แล้วในงานวิจัยได้ทำการอบชิ้นงานทุกชิ้นขึ้นไปที่ 800°C ซึ่งอยู่ เหนือจุดยูเท็คติกของ Ni-NiAl<sub>3</sub> ต่อมาก็เกิดการแพร่ของทั้งนิกเกิลและอะลูมิเนียมระหว่างรอยต่อ ทำ ให้เมื่อปล่อยชิ้นงานเย็นตัวลงมา จะเกิดโครงสร้างยูเท็คติก Ni-NiAl<sub>3</sub> ขึ้นบนเนื้อพื้นอะลูมิเนียมด้วย

# 4.1.2 ชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียม ลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด P)

เมื่อพิจารณาลักษณะของขึ้นงานด้วยตาเปล่า ตามรูปที่ 35a จะพบว่าเหมือนกับขึ้นงานชนิด B คือเมื่ออบขึ้นไปที่อุณหภูมิ 800°C ส่วนที่เป็นก้อนนิกเกิลเดิมไม่มีการเปลี่ยนรูปเกิดขึ้น และส่วนที่ เป็นผงอะลูมิเนียมมีการเปลี่ยนรูปทรง เพียงแต่ผงอะลูมิเนียมที่ทำการอัดนั้น ยังเป็นแค่ green compact ที่ถูกอัดขึ้นรูป และยังไม่ได้เผาผนึกก่อน ทำให้ในบางขึ้นงาน เมื่ออบไปถึงอุณหภูมิ 800°C จะมีผงบางส่วนที่หลอมละลายลงบนผิวของนิกเกิล พอเย็นตัวลงมา ส่วนที่หลอมละลาย ก็จะรวมตัว เกิดเป็นก้อนอะลูมิเนียม แล้วดันตัว green compact เดิมให้เผยอขึ้นเล็กน้อย ตามรูปที่ 35b



รูปที่ 35 ลักษณะภายนอกของชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลที่ผ่านการอบ

# (b) ภาคตัดขวางของชิ้นงานที่แสดงให้เห็นลักษณะของอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิล

แต่เมื่อพิจารณาโครงสร้างจุลภาคในส่วนที่รวมตัวกันนั้น คือบริเวณตำแหน่งที่ (3) ในรูปที่ 36 จะ พบว่ายังคงเป็นเนื้อพื้นของอะลูมิเนียม โดยมีเฟส NiAl<sub>3</sub> ที่เกิดจากโครงสร้างยูเท็คติก Ni-NiAl<sub>3</sub> ปนอยู่ เหมือนกับชิ้นงานชนิด B



## รูปที่ 36 โครงสร้างจุลภาคของขึ้นงาน TP

จากรูปที่ 36 แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน TP ที่อบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวในเตาทันที โดยไม่มีการอบต่อที่ 600℃ พบว่าภาพโครงสร้างจุลภาคก็ยังคง ประกอบด้วย 3 ส่วนเช่นเดิม คือ ส่วนที่ (1) เนื้อพื้นนิกเกิล เรียบ มีเฟสเดียว ส่วนที่ (2) แสดงถึงชั้น สารประกอบที่เกิดขึ้นตรงกลาง โดยส่วนที่ติดกับนิกเกิลจะเป็นเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> สีเทากลางมีขนาดหนา และส่วนที่ติดกับก้อนอะลูมิเนียมจะเป็นเฟส NiAl<sub>3</sub> สีเทาเข้ม และส่วนที่ (3) เนื้อพื้นอะลูมิเนียมที่มี เฟส NiAl<sub>3</sub> เกิดขึ้นจากโครงสร้างยูเท็คติก Ni-NiAl<sub>3</sub> ปนอยู่



รูปที่ 37 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลที่อัดด้วยผงอะลูมิเนียม แล้วนำไปอบที่ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ

a) 1 ชั่วโมง b) 2.25 ชั่วโมง c) 4 ชั่วโมง และ d) 6.25 ชั่วโมง

รูปที่ 37a แสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน 1P ที่หลังจากอบขึ้นไป 800°C เวลา 5 นาที ก็ ปล่อยให้เย็นตัวลงมาถึง 600°C แล้วแช่ไว้ 1 ชั่วโมง จะพบว่าโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะคล้ายคลึงกับ ชิ้นงาน TP ทุกประการ เช่นเดียวกับชิ้นงาน 2P (รูปที่ 37b), 4P (รูปที่ 37c) และ 6P (รูปที่ 37d) ที่ แช่ไว้ที่ 600°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง, 4 ชั่วโมง และ 6.25 ชั่วโมง ตามลำดับ ก็จะมีลักษณะที่เกิดขึ้น เหมือนกัน



รูปที่ 38 ชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม และผงอะลูมิเนียม ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 2.15 ชั่วโมง

รูปที่ 38 แสดงการเปรียบกันระหว่างชิ้นงานที่ใช้ก้อนอะลูมิเนียมอัดบนผิวนิกเกิล (รูปที่ 38a) กับชิ้นงานที่ใช้ผงอะลูมิเนียมอัดบนผิวนิกเกิล (รูปที่ 38b) ที่เวลาในการอบเท่า ๆ กัน เห็นได้ชัดว่ามี เฟสที่เกิดขึ้นเหมือนกัน

เนื่องจากการวิจัยนี้ใช้อุณหภูมิในการอบ 600°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่อยู่ในช่วงที่ต่ำกว่าจุด หลอมเหลวของอะลูมิเนียม เพื่อให้ใช้วิธีการคำนวณการแพร่ในสารละลายของแข็ง [1] ได้ และยังต่ำ กว่าอุณหภูมิ 700°C และ 800°C ที่รฐกฤษฏิ์ และ รัชชวิทย์ [25] ทำการทดลองไว้ ซึ่งเป็นอุณหภูมิ ในช่วงที่อะลูมิเนียมเกิดการหลอมเหลว จึงนำภาพโครงสร้างจุลภาคจากงานวิจัยนี้ กับงานวิจัยของ ของรฐกฤษฏิ์ และ รัชชวิทย์ [25] มาเปรียบเทียบลักษณะของชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้น ตามรูปที่ 39



รูปที่ 39 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยผงอะลูมิเนียม แล้วทำการอบ (a) ผ่านการอบที่ 600°C (b) ผ่านการอบที่ 800°C [25] เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมงเท่ากัน

เมื่อเปรียบเทียบโครงสร้างของชิ้นงานที่ผ่านการอบที่เวลาเท่ากัน (2.25 ชั่วโมง) พบว่าเฟส NiAl<sub>3</sub> ที่ ติดกับเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ของชิ้นงานในการวิจัยนี้ จะมีขนาดเล็กกว่า และมีปริมาณรวมทั้งการกระจายตัว น้อยกว่า หลายจุดก็ไม่พบเฟส NiAl<sub>3</sub> เลย เนื่องจากการแพร่ในสารละลายของเหลว จะมีสัมประสิทธิ์ สูงกว่าการแพร่ในสารละลายของแข็ง ทำให้นิกเกิลแพร่เข้าไปในอะลูมิเนียมหลอมเหลว แล้วเกิด NiAl<sub>3</sub> ได้มากกว่าในอะลูมิเนียมที่เป็นของแข็ง และยังส่งผลต่อขนาดของเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่หนาขึ้นด้วย

#### 4.2 ความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียมกับนิกเกิล และ concentration profile

ทำการตรวจสอบความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียม และนิกเกิล ตรงบริเวณรอยต่อที่เกิด สารประกอบเป็นชั้นขึ้นมา ด้วย Energy Dispersive X-ray Micro Analysis System (EDS) ที่ติดตั้ง ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) โดยวัดในแนวตั้งฉากกับแนวของชั้นสารประกอบ ที่เกิดขึ้น ทั้งด้วยการวิเคราะห์ตามแนวเส้น (Line Scan) เพื่อสร้าง concentration profile และ วิเคราะห์เป็นจุด (Point Analysis) 7-8 จุด ห่างเท่า ๆ กัน ซ้ำตามแนวเส้น Line Scan เพื่อดูความ เข้มข้นของธาตุ ณ ตำแหน่งใด ๆ ใน concentration profile แล้วทำการเปรียบเทียบ concentration profile ที่วาดจากข้อมูลที่วัดได้ กับ concentration profile จาก Line Scan เพื่อ ช่วยยืนยันค่าที่วัด กับตำแหน่งจริงใน concentration profile ที่ได้จาก Line Scan

เมื่อทำการตรวจสอบชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม TB ที่อบขึ้นไปที่ 800°C แซ่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวในเตาทันที ด้วย EDS แบบ Line Scan ตามตำแหน่งในรูปที่ 40a จนได้ concentration profile ตามรูปที่ 40b และวัดค่าความเข้มข้นของธาตุด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด 7 จุด (ตามตารางที่ 6) และสร้างเป็น concentration profile อีกหนึ่งชุดดังรูปที่ 41 ตามลำดับ



รูปที่ 40 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน TB โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS

ตารางที่ 6 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TB ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

SDe Control	สัดส่วน		ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
ขนงาน	ธาตุ	ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7			
	%	Al	91.85	48.2	41.05	39.49	38.54	37.76	0.32			
TB -	Element	Ni	8.15	51.8	58.95	60.51	61.46	62.24	99.68			
	%	Al	96.08	66.94	60.24	58.67	57.7	56.9	0.7			
	Atomic	Ni	3.92	33.06	39.76	41.33	42.3	43.1	99.3			

จุหาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Chulalongkorn University



รูปที่ 41 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TB จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

เมื่อเทียบกราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุที่ได้ (รูปที่ 41) กับกราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุต่อ ระยะทางที่วัดโดยเครื่อง Electron Probe Micro Analyzer ในกลุ่มทดลองของ อัครเดช และ ปภา วิชญ์ [26] (รูปที่ 29) พบว่าสัดส่วนโดยอะตอมของทั้งนิกเกิลและอะลูมิเนียม ณ บริเวณชั้น สารประกอบ ของชิ้นงาน TB มีค่าใกล้เคียงกับที่กลุ่มทดลองของ อัครเดช และ ปภาวิชญ์ [26] วิเคราะห์ได้

ตรวจสอบชิ้นงาน 1B ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800°C แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600°C แช่ไว้ 1 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว ด้วยวิธีเดียวกัน





รูปที่ 42 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 1B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS (a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 1B

ตารางที่ 7 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

ชิ้นงาน	a dour com	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
	ត៧ត រ ៤០	ธาตุ	1	2	3	4	5	6			
% Elemen 1B % Atomic		Al	92.18	67.48	28.42	28.15	27.12	0.46			
	% etement	Ni	7.82	32.52	71.58	71.85	72.88	99.54			
	0/ 4+	Al	96.25	81.87	46.35	46.02	44.74	1			
	% Atomic	Ni	3.75	18.13	53.65	53.98	55.26	99			

**CHULALONGKORN UNIVERSITY** 



รูปที่ 43 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1B จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

จากรูปที่ 42b จะเห็นว่าเส้นแสดงปริมาณของอะลูมิเนียม ช่วงความชั้นจากจุดตั้งต้นที่เป็นอะลูมิเนียม ล้วน ไปยังจุดที่เกิดชั้นสารประกอบจะน้อยกว่า เพราะเส้น Line Scan ตัดผ่านส่วนที่เป็นเฟส NiAl<sub>3</sub> ที่ มีความเข้มข้นอะลูมิเนียมสูงกว่า Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (ตามรูปที่ 42a) ทำให้ลักษณะกราฟต่างจากชิ้นงาน TB ที่ เส้น Line Scan ไม่ตัดผ่านส่วนที่มี NiAl<sub>3</sub> ส่วนรูปที่ 43 ก็แสดงค่าที่สอดคล้องกัน

ตรวจสอบชิ้นงาน 2B ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600℃ แช่ไว้ 2.25 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว





รูปที่ 44 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 2B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS (a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 2B

ตารางที่ 8 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

ชิ้นงาน	สัดส่วนธาตุ	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
		ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7		
	% Element	Al	95.93	50.88	39.38	40.44	40.7	40.44	0.28		
2B %		Ni	4.07	49.12	60.62	59.56	59.3	59.56	99.72		
	0/ Atomia	Al	98.09	69.27	58.57	59.63	59.9	59.63	0.61		
	% Atomic	Ni	1.91	30.73	41.43	40.37	40.1	40.37	99.39		

GHULALONGKORN UNIVERSITY



รูปที่ 45 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2B จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

จะเห็นว่าเส้น Line Scan ของชิ้น 2B ผ่านส่วนที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> เหมือนชิ้น 1B ทำให้เส้นแสดง ปริมาณของอะลูมิเนียมในชิ้นงาน 2B (รูปที่ 44b) แสดงช่วงเฟส NiAl<sub>3</sub> ที่มีอะลูมิเนียมสูงกว่า Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เหมือนชิ้น 1B แต่ในช่วงที่เป็นชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> นั้น ก็ยังคงมีสัดส่วนของนิกเกิลและอะลูมิเนียม ตามตารางที่ 7 และรูปที่ 45 ซึ่งใกล้เคียงกับงานวิจัยที่ผ่านมา [26] เช่นเดียวกับชิ้นงาน 4B ที่หลังจาก อบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600℃ แช่ไว้ 4 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว เส้น Line Scan ของชิ้น 4B (รูปที่ 46a) ที่ตัดช่วงที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> ทำให้ผลจาก EDS (รูปที่ 46b) มีช่วงที่แสดง ถึงความเข้มข้นของอะลูมิเนียมในบริเวณที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> เช่นกัน แต่ความเข้มข้นในบริเวณที่เป็นชั้น สารประกอบ ก็ยังมีลักษณะตรงคงที่ แสดงว่ามีเฟส NiAl<sub>3</sub> เกิดขึ้นเพียงเฟสเดียวในบริเวณนั้น โดย สัดส่วนของนิกเกิลและอะลูมิเนียมในชิ้นงาน 4B เป็นไปตามตารางที่ 9 และรูปที่ 47

สิ่งที่สังเกตได้ชัดในขึ้นงาน 4B และหลายขึ้น ก็คือแนวของชั้นสารประกอบมีลักษณะโค้ง ตาม รูปที่ 46a สาเหตุเพราะบริเวณนั้นมีผงอะลูมินาวางตัวอยู่บนผิวนิกเกิลคอยขวางการแพร่ทำให้อะตอม ไม่สามารถวิ่งแนวตรงตั้งฉากกับผิวนิกเกิลได้ แต่ส่วนที่ไม่มีผงอะลูมินากันอยู่ ก็ยังคงแพร่ทุกทิศทุกทาง ได้ ทำให้ชั้นสารประกอบโค้งเข้าหาจุดที่มีผงอะลูมินาอยู่

50



รูปที่ 46 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 4B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS (a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 4B

ตารางที่ 9 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

ชิ้นงาน	a dour com	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
	สพเส มนิง เพ่	ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7		
4B -	0/ Element	Al	99.02	62.13	33.27	32.91	32.03	31.48	0.35		
	% Element	Ni	0.98	37.87	66.73	67.09	67.97	68.52	99.65		
	% Atomic	Al	99.55	78.12	52.04	51.63	50.62	50	0.75		
		Ni	0.45	21.88	47.96	48.37	49.38	50	99.25		

**CHULALONGKORN UNIVERSITY** 



รูปที่ 47 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4B จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

ตรวจสอบชิ้นงาน 6B ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600℃ แช่ไว้ 6.25 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว เส้น Line Scan ของชิ้น 6B (รูปที่ 48a) ตัดช่วงที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> ตรง ขอบของชั้นสารประกอบฝั่งที่ติดกับอะลูมิเนียม ทำให้ผลจาก EDS (รูปที่ 48b) มีช่วงที่แสดงถึงความ เข้มข้นของอะลูมิเนียมในบริเวณที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> และเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เกิดขึ้น โดยสัดส่วนของนิกเกิลและ อะลูมิเนียมในชิ้นงาน 6B เป็นไปตามตารางที่ 10 และรูปที่ 49



รูปที่ 48 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 6B โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 6B

9 9 9 9 9 9	a doursom	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
ขนงาน	สพเส มนอาทุ	ธาตุ	1	2	3	4	5	6			
	% Element	Al	93.45	72.6	42.49	41.23	40.84	1.33			
6B -		Ni	6.55	27.4	57.51	58.77	59.16	98.67			
		Al	96.88	85.22	61.65	60.42	60.04	2.85			
	% Atomic	Ni	3.12	14.78	38.35	39.58	39.96	97.15			

ตารางที่ 10 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6B ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด



รูปที่ 49 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6B จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

ส่วนชิ้นงานที่เป็นผงอะลูมิเนียมอัดลงบนผิวนิกเกิล ก็จะทำการวิเคราะห์ด้วย EDS ด้วยวิธี เดียวกันกับการวิเคราะห์ชิ้นงานที่เป็นก้อนอะลูมิเนียมอัดลงบนผิวนิกเกิล

ตรวจสอบชิ้นงาน TP ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800°C แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวในเตาลงมาที่ อุณหภูมิห้อง โดยไม่อบที่ 600°C ต่อ ด้วย EDS แบบ Line Scan โดยวัดเป็นเส้นตามรูป 49a ได้ผล เป็นปริมาณธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียมตามรูปที่ 50b จากนั้นทำการวิเคราะห์แบบเป็นจุดตามเส้น Line Scan โดยแบ่งเป็น 6 จุดห่างเท่า ๆ กัน จะได้ค่าสัดส่วนของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียมที่จุดต่าง ๆ ซึ่งค่าที่ได้ในตารางที่ 11 และรูปที่ 51



รูปที่ 50 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน TP โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS (a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม TP

ตารางที่ 11 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TP ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

ชิ้นงาน	a doursom	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
	สพิศ มินบ เพื่	ธาตุ	1	2	3	4	5	6			
TP -	0/ Element	Al	31.11	28.64	27.56	2.32	0.1	0.02			
	% Element	Ni	68.89	71.36	72.44	97.68	99.9	99.98			
	% Atomic	Al	49.57	46.62	45.29	4.91	0.23	0.05			
		Ni	50.43	53.38	54.71	95.09	99.77	99.95			

**CHULALONGKORN UNIVERSITY** 



รูปที่ 51 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน TP จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

ซึ่งค่าที่ได้นั้นออกมาต่างจากชิ้นงานที่ผ่านมา อาจเกิดจากเส้น Line Scan ที่ลากนั้นไม่ผ่าน ส่วนที่เป็นอะลูมิเนียม แต่เริ่มตรงส่วนที่เป็น Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เลย แต่ถ้าพิจารณาสัดส่วนของอะลูมิเนียม และ นิกเกิล ในตำแหน่งที่ 1-3 ก็ถือว่าใกล้เคียงงานวิจัยที่ผ่านมา [26]

ตรวจสอบชิ้นงาน 1P ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800°C แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600°C แช่ไว้ 1 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว แล้ววิเคราะห์ EDS แบบ Line Scan ตามรูปที่ 52a และได้ผลออกมาเป็น ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ตามเส้น Line Scan ตามรูปที่ 52b พบว่าบริเวณที่เกิด ชั้นสารประกอบนั้น มีปริมาณธาตุเท่ากันตลอดช่วง แสดงว่าชั้นสารประกอบนั้น มีเฟสเดียวเป็นหลัก ซึ่งก็คือเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> นั่นเอง

> จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University



รูปที่ 52 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 1P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS

ชิ้นงาน	a doduson	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
ขนงเน	ถติด เมา	ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7		
	% Element 1P % Atomic	Al	85.15	46.07	45.57	44.91	44.31	30.53	0.24		
1 D		Ni	14.85	53.93	54.43	55.09	55.69	69.47	99.76		
IP		Al	92.58	65.02	64.56	63.95	63.39	48.88	0.51		
		Ni	7.42	34.98	35.44	36.05	36.61	51.12	99.49		

ตารางที่ 12 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด

**CHULALONGKORN UNIVERSITY** 



รูปที่ 53 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 1P จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

จากนั้นดูค่าสัดส่วนธาตุ จากการวิเคราะห์ทีละจุด ตามตารางที่ 12 และรูปที่ 53 พบว่าค่าสัดส่วนของ ธาตุอะลูมิเนียมและนิกเกิลในชิ้นงาน 1P นี้ มีค่าใกล้เคียงกับชิ้นงานอื่น

ตรวจสอบชิ้นงาน 2P ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800°C แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600°C แช่ไว้ 2.25 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว



รูปที่ 54 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 2P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS (a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 2P

ชิ้นงาน	dodousom		ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น									
	តារ ពេ ។ ព្រាំ	ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7			
	% Element	Al	98.57	43.79	42.93	42.66	42.59	0.15	0.15			
2P % A		Ni	1.43	56.21	57.07	57.34	57.41	99.85	99.85			
	0/ Atomia	Al	99.34	62.9	62.07	61.82	61.74	0.33	0.33			
	% Atomic	Ni	0.66	37.1	37.93	38.18	38.26	99.67	99.67			

ตารางที่ 13 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด



รูปที่ 55 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 2P จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

เมื่อดูเส้นแสดงปริมาณของนิกเกิลในชิ้นงาน 2P ที่ได้จากการทำ EDS แบบ Line Scan พบว่าความ ชันในช่วงที่เข้าสู่ส่วนที่เป็นชั้นสารประกอบ มีลักษณะดิ่งลง(ในอะลูมิเนียม) และสูงขึ้น(ในนิกเกิล) อย่างรวดเร็ว แสดงว่าไม่พบเฟส NiAl<sub>3</sub> ตรงบริเวณรอยต่อของอะลูมิเนียมกับชั้นสารประกอบ ซึ่ง สอดคล้องกับรูป 54a ที่แสดงตำแหน่งการทำ Line Scan ส่วนความเข้มข้นที่วัดค่าได้จากการ วิเคราะห์เป็นจุด ก็มีค่าใกล้เคียงกับชิ้นงานอื่น

ซึ่งชิ้นงาน 4P ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600℃ แช่ไว้ 4 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว และชิ้นงาน ก็ได้ผลจากการทดสอบด้วย EDS คล้ายคลึงกัน



รูปที่ 56 ผลการตรวจสอบชั้นสารประกอบของชิ้นงาน 4P โดยวิธี Line scan ด้วยเครื่อง EDS

ตารางที่	14	ความเข้ม	เข้นของธ	าตุนิก	เกิลแ	<b>ຄະ</b> ວະຄູ <b>ົ</b> ່າ	ົ້ງເນີຍນ	ในชิ้นงาน	4P	ด้วยกา	รวิเคร	าะห์เป็นจุเ	ด

a a a a a a a a a a a a a a a a a a a	สัดส่วน		ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น											
ขนงาน	ธาตุ	ธาตุ	1	2	3	4	5	6	7	8				
	%	Al	99.14	78.14	42.22	41.82	40.8	40.29	39.62	0.17				
40	Element	Ni	0.86	21.86	57.78	58.18	59.2	59.71	60.38	99.83				
42	%	Al	99.6	88.61	61.39	61	60	59.49	58.81	0.37				
	Atomic	Ni	0.4	11.39	38.61	39	40	40.51	41.19	99.63				
	1	WIS	างกร	ถมา	<b>N</b> 131	ายาส	สย							

Chulalongkorn University


รูปที่ 57 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 4P จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

ชิ้นงาน 6P ที่หลังจากอบขึ้นไปที่ 800℃ แช่ไว้ 5 นาที แล้วเย็นตัวลงมาที่ 600℃ แช่ไว้ 6.25 ชั่วโมง แล้วเย็นตัว เมื่อตรวจสอบด้วย EDS ก็ให้ผลคล้ายคลึงกัน



(a) แสดงบริเวณที่ทำ Line scan ของชิ้นงานนิกเกิลอัดด้วยก้อนอะลูมิเนียม 6P

Spe Control	dodourcom	ตำแหน่งที่วัดจากจุดตั้งต้น							
ขนงาน	สตสานอาตุ	ธาตุ	1	2	3	4	5	6 1 50.19 9 49.81 7 68.67 3 31.33	7
6P	% Element	Al	91.56	52.61	51.06	50.68	50.41	50.19	0.45
		Ni	8.44	47.39	48.94	49.32	49.59	49.81	99.55
	% Atomic	Al	95.94	70.72	69.42	69.1	68.87	68.67	0.97
		Ni	4.06	29.28	30.58	30.9	31.13	31.33	99.03

ิตารางที่ 15 ความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6P ด้วยการวิเคราะห์เป็นจุด



รูปที่ 59 กราฟแสดงความเข้มข้นของธาตุนิกเกิลและอะลูมิเนียม ในชิ้นงาน 6P จากการวิเคราะห์ เป็นจุด

จากการทดสอบขึ้นงานทุกขึ้นด้วย Energy Dispersive X-ray Micro Analysis System (EDS) ที่ติดตั้งในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) ทั้งวิธีการ Line Scan และ วิเคราะห์แบบจุด พบว่าทุกขึ้นมีผลการทดสอบเหมือนกัน คือ ส่วนที่เป็นขั้นสารประกอบนั้นมีปริมาณ ธาตุอะลูมิเนียม และนิกเกิลเท่ากันตลอดแนวชั้นสารประกอบ ซึ่งตรงกับช่วงที่เกิดเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> แต่ช่วง ขอบของชั้นสารประกอบด้านที่ติดกับอะลูมิเนียมในบางชิ้นงาน จะพบช่วงที่มีปริมาณธาตุอะลูมิเนียม ที่สูงขึ้นเล็กน้อย ซึ่งบริเวณนั้นคือจุดที่เกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> นั้นเอง ส่วนค่าสัดส่วนปริมาณอะลูมิเนียม และ นิกเกิล ก็ใกล้เคียงกับค่าที่กับที่กลุ่มทดลองของ อัครเดช และ ปภาวิชญ์ [26] วิเคราะห์ด้วย EPMA

เมื่อพิจารณาค่าที่วัดได้จาก EDS จะเห็นว่าในจุดสุดท้ายที่วัด หรือบริเวณที่มีเนื้อพื้นนิกเกิล เป็นหลักนั้น จะมีปริมาณอะลูมิเนียมอยู่น้อยมาก หรือบางชิ้นก็ไม่มีเลยด้วยซ้ำ ทั้งที่จริงถ้าพิจารณา จากแผนภูมิสมดุลเฟสแล้ว จะพบว่าตัวนิกเกิลนั้นเป็นสารละลายของแข็งที่อะลูมิเนียมสามารถละลาย ได้มากถึงประมาณ 10% ที่อุณหภูมิ 600°C ที่ใช้ทำการวิจัยนี้ แสดงว่าการแพร่ของอะลูมิเนียมใน นิกเกิลนั้น จะแพร่เข้ามาถึงในเนื้อนิกเกิลและละลายน้อยมาก ส่วนใหญ่จะเกิดเป็นเฟสสารประกอบ มากกว่า ส่วนอีกด้านที่เป็นเนื้อพื้นอะลูมิเนียม จะพบปริมาณนิกเกิลอยู่บางส่วน ซึ่งส่วนใหญ่นิกเกิลจะ พบในรูปสารประกอบ NiAl<sub>3</sub> มากกว่า เพราะความสามารถการละลายนิกเกิลในอะลูมิเนียมค่อนข้าง ต่ำ คือไม่ถึง 1% ณ อุณหภูมิ 600°C ส่วนนิกเกิลที่เหลือก็จะสร้างเฟส NiAl<sub>3</sub> ขึ้นมาตามปฏิกิริยายูเท็ค ติก ที่ 639.9°C

# 4.3 ความหนาชั้นสารประกอบ

ถ่ายภาพชิ้นงานจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) เป็นไฟล์ภาพด้วย โปรแกรม SemAfore จากนั้นใช้โปรแกรมเดียวกันวัดค่าความหนาของชั้นสารประกอบ Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> โดย ถ่ายทั้งสิ้น 5-7 ภาพ แล้ววัดค่าความหนาภาพละ 9 จุด แล้วนำมาหาค่าความหนาเฉลี่ยของชิ้นงานนั้น



# รูปที่ 60 การวัดความหนาชิ้นงานด้วยโปรแกรม SemAfore

ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียมลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด B) เป็นไปตามตารางที่ 16

เวลาที่ใช้ในการอบที่ 600°C (ชั่วโมง)	ความหนา (µm)
0	26.76
IULALUNG <sub>1</sub> URN UNI	27
2.25	41.68
4	49.13
6.25	50.15

# ตารางที่ 16 ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานชนิด B

ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียมลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด P) เป็นไปตามตารางที่ 17

เวลาที่ใช้ในการอบที่ 600°C (ชั่วโมง)	ความหนา (µm)
0	28.23
1	45.93
2.25	70.36
4	77.68
6.25	79.83

# ตารางที่ 17 ความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงานชนิด P

เมื่อเทียบความหนาชั้นสารประกอบในชิ้นงาน ทั้งชิ้นงานจากการอัดก้อนอะลูมิเนียมลงบนผิว นิกเกิล (ชนิด B) และชิ้นงานจากการอัดผงอะลูมิเนียมลงบนผิวนิกเกิล (ชนิด P) ที่เวลาต่าง ๆ กัน พบว่าความหนาชั้นสารประกอบที่ได้จากอบ 600°C ที่เวลาใด ๆ เพิ่มขึ้นจากการอบที่อุณหภูมิ 800°C โดยไม่อบต่อที่ 600°C จริง แสดงว่ามีการแพร่ของนิกเกิลและอะลูมิเนียมในช่วงที่เป็นของแข็งเกิดขึ้น จริง ซึ่งช่วยยืนยันสมมติฐานและวิธีการทดลองว่าทำได้จริง และเมื่อเวลาที่ใช้ในการอบที่อุณหภูมิ 600°C เพิ่มขึ้น ความหนาก็จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เช่นกัน

เพื่อปรับให้การคำนวณอยู่ในรูปแบบที่ง่ายขึ้น จึงสมมติว่าความหนาที่เกิดขึ้นในชิ้นงานจาก การอัดก้อนอะลูมิเนียมลงบนผิวนิกเกิล ตอนอบที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 5 นาที ก่อนนำไปอบต่อ ที่ 600°C ที่เวลาใด ๆ ได้แก่ชิ้นงาน 1B, 2B, 4B และ 6B นั้นมีความหนาเท่ากัน และเท่ากับความ หนาของชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียมอัดลงบนผิวนิกเกิล ตอนอบที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 5 นาที แล้ว เย็นตัวในเตาทันที (ชิ้นงาน TB) จึงทำให้ความหนาจริง ที่เกิดจากการอบที่ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ กัน มี ค่าเท่ากับผลต่างของความหนาของชิ้นงานนั้นที่วัดได้ กับความหนาของชิ้นงานที่ไม่ผ่านการอบที่ 600°C (ชิ้นงาน TB) ตามตารางที่ 18

ชื่อชิ้นงาน	เวลา (วินาที)	ความหนา (µm)	SD (µm)
1B	3600	0.2411	1.232
2B	8100	14.92	1.909
4B	14400	22.37	2.536
6B	22500	23.39	2.432

ตารางที่ 18 ความหนาจากการอบขึ้นงานชนิด B ที่ 600°C ในเวลาต่าง ๆ กัน

ในทางเดียวกัน สมมติว่าความหนาที่เกิดขึ้นในขึ้นงานจากการผงอะลูมิเนียมลงบนผิวนิกเกิล ตอนอบที่ อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 5 นาที ก่อนนำไปอบต่อที่ 600°C ที่เวลาใด ๆ ได้แก่ชิ้นงาน 1P, 2P, 4P และ 6P นั้นมีความหนาเท่ากัน และเท่ากับความหนาของชิ้นงานผงอะลูมิเนียมอัดลงบนผิวนิกเกิล ตอนอบที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 5 นาที แล้วเย็นตัวในเตาทันที (ชิ้นงาน TP) จึงทำให้ความหนา จริงที่เกิดจากการอบที่ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ กัน มีค่าเท่ากับผลต่างของความหนาของชิ้นงานนั้นที่วัด ได้ กับความหนาของชิ้นงานที่ไม่ผ่านการอบที่ 600°C (ชิ้นงาน TP) ตามตารางที่ 19

ชื่อชิ้นงาน	เวลา (วินาที)	ความหนา (µm)	SD (µm)
1P	3600	17.70	3.576
2P	8100	42.14	7.331
4P	14400	49.45	6.430
6P	22500	51.60	6.993

ตารางที่ 19 ความหนาจากการอบชิ้นงานชนิด P ที่ 600°C ในเวลาต่าง ๆ กัน

เมื่อนำผลความหนาในแต่ละกลุ่มมาทำเป็นกราฟ พบว่าเมื่อใช้เวลาในการอบที่เพิ่มขึ้น แนวโน้มที่ อัตราการโตของชั้นสารประกอบจะลดลง ตามที่แสดงในรูปที่ 61 สำหรับชิ้นงานชนิด B และรูปที่ 62 สำหรับชิ้นงานชนิด P จากนั้นวิเคราะห์ผลอัตราการโตของชั้นเคลือบ ตามสมการพาราโบลิก x<sup>2</sup> = kt [25] จากนั้นเปรียบเทียบกับงานที่ผ่านมาตามตารางที่ 20



รูปที่ 61 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนากับเวลา ในชิ้นงานชนิด B



รูปที่ 62 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนากับเวลา ในชิ้นงานชนิด P

งานวิจัย	ค่า k
ชิ้นงาน 1P, 600°C	8.701 x 10 <sup>-14</sup>
[25], 800°C	1.604 x 10 <sup>-12</sup>
[26], 800°C	2.844 x 10 <sup>-13</sup>

## ตารางที่ 20 เปรียบเทียบค่า k ในงานวิจัยต่าง ๆ

พบว่าค่า k ที่ได้ในงานวิจัยนี้มีค่าต่ำกว่างานที่ผ่านมา เพราะการแพร่ที่อุณหภูมิ 600°C นั้นจะมีอัตรา ที่ช้ากว่างานที่ผ่านมา ที่ทำการทดลองที่ 800°C

## 4.4 ความเร็วการเคลื่อนที่ของชั้นสารประกอบ

ในงานวิจัยนี้ได้มีการใช้ผงอะลูมินาเป็นมาร์คเกอร์ เพื่อใช้แสดงตำแหน่งรอยต่อดั้งเดิมของ ผิวสัมผัสระหว่างนิกเกิลกับอะลูมิเนียม ทำให้เห็นระยะทางและการเคลื่อนที่ของผิวสัมผัสระหว่างชั้น สารประกอบกับเนื้อนิกเกิล (ระยะ A) และผิวสัมผัสระหว่างอะลูมิเนียมกับชั้นสารประกอบ (ระยะ B) ตามรูปที่ 63 ซึ่งจากผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค และการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วย EDS พบว่ามีปริมาณ NiAl<sub>3</sub> ที่รอยต่อผิวสัมผัสระหว่างอะลูมิเนียมชั้นสารประกอบน้อย งานวิจัยนี้จึงสมมติ ว่าปริมาณของ NiAl<sub>3</sub> ไม่มีผลต่อการคำนวณ และด้านตรงข้ามกับอะลูมิเนียมที่ตรงผิวสัมผัส เป็นเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> อย่างเดียวเท่านั้น



รูปที่ 63 แสดงระยะต่าง ๆ ในการคำนวณความเร็วการเคลื่อนที่ของชั้นสารประกอบ

จากหัวข้อที่แล้วที่ได้วิเคราะห์ความหนาของชั้นสารประกอบเอาไว้ พบว่าเป็นไปตามสมการพาราโบ ลิก x<sup>2</sup> = kt ซึ่งจากสมการนี้ สามารถคำนวณหาความเร็วการเคลื่อนที่ของผิวสัมผัสแต่ละอันได้จาก อนุพันธ์อันดับที่ 1 ของสมการพาราโบลิก คือ dx/dt = k/2x โดยใช้ค่า k จากสมการพาราโบลิกที่ เวลาและความหนานั้น ๆ

ทำการคำนวณค่าความเร็วการเคลื่อนที่ ของผิวสัมผัสในขึ้นงานผงอะลูมิเนียม อัดลงบนผิว นิกเกิลและผ่านการอบที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากสมการพาราโบลิก ซึ่งชิ้นงานนี้มีค่า k = 2.192 × 10<sup>-13</sup> นำไปแทนค่าในสมการอนุพันธ์อันดับที่ 1 จะได้ความเร็วของผิวสัมผัสระหว่างเนื้อ นิกเกิล และชั้นสารประกอบเท่ากับ 5.799 × 10<sup>-9</sup> m/s และค่าความเร็วของผิวระหว่างอะลูมิเนียม และชั้นสารประกอบเท่ากับ 1.609 × 10<sup>-9</sup> m/s

ส่วนชิ้นงานที่เป็นก้อนอะลูมิเนียม อัดลงบนผิวนิกเกิล ก็ใช้วิธีคำนวณแบบเดียวกัน โดยค่า k ของชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียม อัดลงบนผิวนิกเกิลและผ่านการอบที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่า เท่ากับ 2.749 × 10<sup>-14</sup> นำไปแทนค่าในสมการอนุพันธ์อันดับที่ 1 จะได้ความเร็วของผิวสัมผัสระหว่าง เนื้อนิกเกิล และชั้นสารประกอบเท่ากับ 8.231 × 10<sup>-10</sup> m/s และค่าความเร็วของผิวระหว่าง อะลูมิเนียม และชั้นสารประกอบเท่ากับ 2.235 × 10<sup>-10</sup> m/s

้ค่าเหล่านี้จะถูกนำไปคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่ในหัวข้อถัดไป

### 4.5 สัมประสิทธิ์การแพร่

จากวิธีการวิเคราะห์การแพร่ในระบบโลหะผสม (Non-isomorphic Alloy System) [1] โดยใช้สมการ (25) และ (26) เมื่อวิเคราะห์เส้นแสดงความเข้มข้นของนิกเกิล และแทนค่าด้วยผลจาก งานวิจัยนี้ จะได้สมการดังนี้

$$\left[\frac{dx_{\alpha\beta}}{dt}\right] = \frac{1}{(n^b - n^a)} \left\{ D_\alpha \left[\frac{dn^\alpha}{dx}\right] - D_\beta \left[\frac{dn^\beta}{dx}\right] \right\}$$
(27)

และ

$$\left[\frac{dx_{\beta\gamma}}{dt}\right] = \frac{1}{\left(n^{c} - n^{d}\right)} \left\{ D_{\beta} \left[\frac{dn^{\beta}}{dx}\right] - D_{\gamma} \left[\frac{dn^{\gamma}}{dx}\right] \right\}$$
(28)



รูปที่ 64 แผนผังแสดงความเข้มข้นของการแพร่ในระบบโลหะผสม [1] เทียบกับผลความเข้มข้นที่ได้จากเครื่อง EDS

โดย  $\frac{d\times \alpha\beta}{dt}$  และ  $\frac{d\times \beta\gamma}{dt}$  คือ ความเร็วของผิวสัมผัสระหว่างเนื้อนิกเกิลกับชั้นสารประกอบ และค่า ความเร็วของผิวสัมผัสระหว่างอะลูมิเนียมกับชั้นสารประกอบตามลำดับ n คือความเข้มข้น หรือ สัดส่วนอะตอม ณ ตำแหน่ง a, b, c และ d ตามรูปที่ 63 ส่วน  $\frac{dn^{\alpha}}{dx}$ ,  $\frac{dn^{\beta}}{dx}$  และ  $\frac{dn^{\gamma}}{dx}$  คือ ความแตกต่าง ของความเข้มข้นของสาร (Concentration Gradient) D<sub>\alpha</sub>, D<sub>\beta</sub> และ D<sub>\gamma</sub> คือสัมประสิทธิ์การแพร่ของ นิกเกิลในอะลูมิเนียม, ของนิกเกิลในชั้นสารประกอบ และ ของนิกเกิลในนิกเกิลเอง ตามลำดับ

ใช้ข้อมูลความเข้มข้นที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS และความเร็วของผิวสัมผัสจากอนุพันธ์ อันดับ 1 ของสมการพาราโบลิก ส่วนค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในตัวมันเอง (Diffusivity of Ni in Ni) หาจาก Self-Diffusion ของนิกเกิล โดยงานวิจัยที่ผ่านมา [28] หาค่าไว้เท่ากับ 2.042×10<sup>-21</sup> m<sup>2</sup>/s นำค่าเหล่านี้ไปคำนวณเพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> และสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียม

<u> </u>							
จากสมการที่ (27) และ (28) แทนค่าตัวแปรได้ดังนี้							
<sup>dx</sup> αβ dt	= 1.609×10 <sup>-9</sup>	<sup>dx</sup> βγ dt	= 5.799×10 <sup>-9</sup>				
n <sup>a</sup>	= 0.66	n <sup>b</sup>	= 37.1				
n <sup>c</sup>	= 38.26	n <sup>d</sup>	= 99.67				
$dx_{\alpha}$	= 2.46 µm	dxβ	= 49.2 µm	dxγ	= 2.46 µm		

$$5.799 \times 10^{-9} = \frac{1}{38.26 - 99.67} \left( 2.403 \times 10^{-21} \times \frac{99.67 - 38.26}{2.46 \times 10^{-6}} - D_{\beta} \times \frac{38.26 - 37.1}{49.2 \times 10^{-6}} \right)$$
$$D_{\beta} = 1.51 \times 10^{-11}$$
$$1.609 \times 10^{-9} = \frac{1}{37.1 - 0.66} \left( D_{\alpha} \times \frac{37.1 - 0.66}{2.46 \times 10^{-6}} - 1.51 \times 10^{-11} \times \frac{38.26 - 37.1}{49.2 \times 10^{-6}} \right)$$
$$D_{\alpha} = 2.80 \times 10^{-14}$$

จะได้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (Diffusivity of Ni in Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (D<sub>β</sub>)) เท่ากับ 1.51 x 10<sup>-11</sup> m<sup>2</sup>/s และสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียม (Diffusivity of Ni in Al (D<sub>α</sub>)) เท่ากับ 2.80 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>/s

จากสมการอาร์เรเนียสของการแพร่ D = D<sub>o</sub>exp(-Q/RT) สามารถคำนวณหา Q หรือพลังงาน ก่อกัมมันต์ (activation energy) ของนิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ได้ โดยเทียบกับค่า D ที่ 800°C ซึ่งเท่ากับ 6.82×10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/s [26]

$$D = D_0 e^{-Q_{RT}}$$
$$\ln D = \ln D_0 - \frac{Q}{RT}$$

แทนค่า

$$\ln D_{600} = \ln D_0 - \frac{Q}{R \times 873} \tag{a}$$

$$\ln D_{800} = \ln D_0 - \frac{Q}{R \times 1073} \tag{b}$$

นำสมการ (a) กับ (b) ลบกัน

$$\ln D_{800} - \ln D_{600} = \frac{Q}{R \times 873} - \frac{Q}{R \times 1073}$$
(c)

แทนค่าตัวแปรลงไป จะได้ค่า Q เท่ากับ 238 kJ/mol ซึ่งใกล้เคียงกับค่า Q ของการโตของ เฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ในฟอยล์ Al/Ni ที่ผ่านการรีดเย็น จากงานวิจัยที่ L. Battezzati และคณะ ได้รวบรวมค่า เอาไว้ คือ 192 kJ/mol [29]

<u>คำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ในชิ้นงาน 2</u>B จากสมการที่ (27) และ (28) แทนค่าตัวแปรได้ดังนี้ dxαβ  $= 2.235 \times 10^{-10}$ <sup>dx</sup>βγ = 8.231 × 10<sup>-10</sup> dt dt n<sup>b</sup> n<sup>a</sup> = 1.91 = 34.17 n<sup>d</sup> n<sup>c</sup> = 40.37 = 99.39 = 13.78 µm dxß = 44.8 µm  $dx_{\gamma} = 6.89 \ \mu m$ dxa

 $8.231 \times 10^{-10} = \frac{1}{40.37 - 99.39} \left( 2.403 \times 10^{-21} \times \frac{99.39 - 40.37}{6.89 \times 10^{-6}} - D_{\beta} \times \frac{40.37 - 36.08}{44.8 \times 10^{-6}} \right)$ 

$$D_{\beta} = 5.05 \times 10^{-12}$$

$$2.235 \times 10^{-10} = \frac{1}{36.08 - 1.91} \left( D_{\alpha} \times \frac{36.08 - 1.91}{13.78 \times 10^{-6}} - 5.05 \times 10^{-12} \times \frac{40.37 - 36.08}{44.8 \times 10^{-6}} \right)$$
$$D_{\alpha} = 1.978 \times 10^{-13}$$

จะได้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (Diffusivity of Ni in Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (D<sub>β</sub>)) เท่ากับ 5.05 x 10<sup>-12</sup> m<sup>2</sup>/s และสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียม (Diffusivity of Ni in Al (D<sub>α</sub>)) เท่ากับ 1.98 x 10<sup>-13</sup> m<sup>2</sup>/s

จากสมการอาร์เรเนียสของการแพร่ แทนค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ของชิ้นงานนี้ลงไปในสมการ (c) จะได้ค่า Q เท่ากับ 281 kJ/mol

ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> และพลังงานก่อกัมมันต์ของทั้งสองกลุ่มที่มีค่า ไม่เท่ากัน แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการแพร่ของนิกเกิลที่ต่างกัน นิกเกิลจะแพร่ใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ของ กลุ่มชิ้นงานผงอะลูมิเนียมได้ดีกว่ากลุ่มชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียม แสดงว่า Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่เกิดจากสองกลุ่มจะ มีความแตกต่างกัน เช่น ตำหนิในระดับอะตอมใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ของกลุ่มชิ้นงานผงอะลูมิเนียม จะมีมากกว่า กลุ่มชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียม ทำให้แพร่ได้ดีกว่า ส่วนค่าพลังงานก่อกัมมันต์นั้นก็สอดคล้องกับค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ คือ ถ้าพลังงานก่อกัมมันต์ต่ำกว่า พลังงานที่ใช้ในการกระตุ้นให้เกิดการแพร่จะ ต่ำกว่า จึงแพร่ได้ดีกว่า และทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงกว่า

แต่ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียมของกลุ่มชิ้นงานผงอะลูมิเนียมจะมีค่าต่ำ กว่ากลุ่มชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียม เพราะในชิ้นงานผงอะลูมิเนียมจะมีรูพรุน ทำให้การแพร่เป็นไปได้ช้า กว่าชิ้นงานก้อนอะลูมิเนียมที่มีรูพรุนน้อยกว่า

> จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University

# บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อตรวจสอบชนิดของชั้นผิวสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่เกิดขึ้น ทั้งจากการอัดผงอะลูมิเนียมบนผิวนิกเกิลแล้วให้ความร้อน และจากการอัดแท่งอะลูมิเนียมบนผิว นิกเกิลแล้วให้ความร้อน รวมทั้งศึกษาผลของตัวแปร คือ เวลาที่ใช้ในการอบชิ้นงาน ที่มีต่อความหนา ของชั้นสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ และหากลไกในการแพร่ของนิกเกิลและอะลูมิเนียม จากความ หนาของชั้นสารประกอบนิกเกิลอะลูมิไนด์ที่เพิ่มขึ้น ผ่านการคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่ ซึ่งสรุปเป็น หัวข้อย่อย ๆ ได้ดังนี้

## 5.1.1 โครงสร้างจุลภาคของชั้นสารประกอบ

เมื่อทำการอบชิ้นงานขึ้นไปที่ 800°C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้ชิ้นงานเกิดการยึดติดกันก่อน จะนำไปอบต่อด้วยอุณหภูมิ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ พบว่าเกิดการยึดติดกันขึ้นจริง โดยสิ่งที่ช่วยให้ ชิ้นงานยึดติดกันก็คือชั้นสารประกอบที่เกิดขึ้นตรงกลางนั่นเอง

ชั้นสารประกอบตรงกลางประกอบด้วยเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เป็นหลัก ยังมีเฟส NiAl<sub>3</sub> เกิดขึ้น แต่น้อย กว่างานวิจัยที่ผ่านมาที่ทำการทดลองที่ 800°C เป็นหลัก และหลายจุดก็ไม่พบเฟส NiAl<sub>3</sub> เพราะที่ อุณหภูมิ 800°C นั้นอะลูมิเนียมกลายเป็นของเหลว ซึ่งสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในอะลูมิเนียม จะสูงกว่า ณ อุณหภูมิ 600°C ที่อะลูมิเนียมเป็นของแข็ง

เนื้อพื้นนิกเกิลไม่มีการเปลี่ยนแปลง แต่เนื้ออะลูมิเนียมจะเกิดเฟส NiAl<sub>3</sub> ขึ้นมา โดยเมื่อ พิจารณาจากแผนภูมิสมดุลเฟสของนิกเกิล-อะลูมิเนียม พบว่า NiAl<sub>3</sub> ที่เกิดขึ้น มาจากโครงสร้างยูเท็ค ติกของ Ni-NiAl<sub>3</sub> นั่นเอง

## 5.1.2 ความหนาชั้นสารประกอบ

เมื่อใช้เวลาในการอบที่อุณหภูมิ 600°C เพิ่มขึ้น ความหนาของชั้นสารประกอบก็จะเพิ่มขึ้น ตาม และเมื่อคำนวณความหนาจริงโดยหักจากความหนาที่เกิดจากการอบยึดติดที่ 800°C พบว่า ความหนาจะเป็นไปตามสมการพาราโบลิก x<sup>2</sup> = kt จริง โดยค่า k ที่ได้จะต่ำกว่าการทดลองที่ 800°C [26,27]

## 5.1.3 สัมประสิทธิ์การแพร่

นำข้อมูลความเข้มข้นของงานวิจัยนี้ที่วิเคราะห์ด้วย EDS ไปเทียบกับงานที่ผ่านมา [26] พบว่าค่าใกล้เคียงกัน จึงนำค่าที่ได้ และค่าความเร็วการเคลื่อนที่ของผิวสัมผัส มาคำนวณด้วยการ วิเคราะห์การแพร่ในระบบโลหะผสมที่ละลายไม่สมบูรณ์ [1] โดยค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลใน ตัวมันเอง [28] เท่ากับ 2.042x10<sup>-21</sup> m<sup>2</sup>/s สำหรับชิ้นงานผงอะลูมิเนียมอัดบนผิวนิกเกิล จะได้ค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> เท่ากับ 1.51 x 10<sup>-11</sup> m<sup>2</sup>/s และสัมประสิทธิ์การแพร่ ของนิกเกิลในอะลูมิเนียม เท่ากับ 2.80 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>/s เมื่อนำค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของนิกเกิลในเฟส Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่ 600°C และที่ 800°C [26] มา คำนวณหาค่าพลังงานก่อกัมมันต์ (activation energy) โดยสมการอาร์เรเนียสของการแพร่ จะได้ค่า เท่ากับ 238 kJ/mol เมื่อนำไปแทนค่าในสมการอาร์เรเนียสของการแพร่ เพื่อหาค่า preexponential factor (D<sub>0</sub>) จะได้สมการอาร์เรเนียสของการแพร่ของนิกเกิลใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ดังสมการ D = 2648.3exp(-238051/RT)

## 5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ

Diffusion couple ของ Ni/NiAl<sub>3</sub>

 การวิจัย Diffusion couple ของ Ni/NiAl<sub>3</sub> เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ใน Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> ที่ อุณหภูมิ 600-700°C ไม่สามารถทำได้ เนื่องจาก NiAl<sub>3</sub> เป็นสารประกอบเชิงโลหะซึ่งมีกลไก การแพร่ต่างจากกลไกการแพร่ระหว่างโลหะสองชนิด อีกทั้งตามแผนภูมิสมดุลเฟสนั้น การ เกิดเฟสสารประกอบทำได้ยาก

Diffusion couple ของ Ni/Al

- การวิจัยนี้ ยังคงไม่สามารถคำนวณด้วยวิธี Matano ได้ เนื่องจากมาร์คเกอร์ไม่อยู่กึ่งกลาง ของชั้นสารประกอบ
- ถ้าเปลี่ยนขั้นตอนการอบ เป็นเมื่อหลังจากทำการอบยึดติดที่ 800°C แล้วปล่อยให้เย็นตัวลง มาที่อุณหภูมิห้อง ผ่าตามขวาง แล้วก็วิเคราะห์ความหนาชั้นสารประกอบที่เกิดจากการอบยึด ติด รวมทั้งวัดระยะทางจากมาร์คเกอร์ไปยังผิวสัมผัสของเฟสต่าง ๆ ให้เรียบร้อย ค่อยอบใหม่ ที่ 600°C ที่เวลาต่าง ๆ น่าจะทำให้ได้ความหนาจริงที่แม่นยำขึ้น
- อีกด้านของ Diffusion Couple ไม่ใช่อะลูมิเนียมบริสุทธิ์ แต่เกิดโครงสร้างยูเท็คติกขึ้น ทำให้ การใช้วิธีวิเคราะห์การแพร่ในระบบของโลหะผสมที่ละลายกันอย่างไม่สมบูรณ์ [1] อาจได้ค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ที่ไม่แม่นยำ
- ควรพิจารณาปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการแพร่ด้วย เช่น ขนาดเกรน และกลไกการแพร่ตามขอบ เกรน
- ควรเพิ่มช่วงอุณหภูมิในการวิจัย เพื่อคำนวณค่าพลังงานก่อกัมมันต์ หาค่า pre-exponential factor (D<sub>0</sub>) และนำไปสร้างสมการอาร์เรเนียสของการแพร่ เพื่อใช้แทนค่าหาสัมประสิทธิ์การ แพร่ที่แม่นยำได้

รายการอ้างอิง



### รายการอ้างอิง

- 1. Reza Abbaschian, L.A., Robert E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*. Fourth ed. 2009.
- 2. Brossard, J.M., et al., *Modelling of aluminized coating growth on nickel.* Acta Materialia, 2007. **55**(19): p. 6586-6595.
- 3. Hansen, M., *Constitution of binary alloys (Metallurgy and metallurgical engineering series)*. 2nd ed. 1958, New York: McGraw-Hill.
- Mehrer, H., *Diffusion in intermetallics.* Materials Transactions, JIM, 1996. **37**(6):
   p. 1259-1280.
- Liu, J.C., J.W. Mayer, and J.C. Barbour, *Kinetics of NiAl3 and Ni2Al3 phase* growth on lateral diffusion couples. Journal of Applied Physics, 1988. 64(2): p. 656-662.
- 6. M. M. P. Janssen, G.D.R., Trans. AIME, 1967. 239: p. 1372.
- Kim, S. and Y. Austin Chang, An interdiffusion study of a NiAl alloy using single-phase diffusion couples. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2000. 31(6): p. 1519-1524.
- 8. Frank, S., et al., *Ni tracer diffusion in the B2-compound NiAl: influence of temperature and composition.* Acta Materialia, 2001. **49**(8): p. 1399-1411.
- 9. Nakamura, R., et al., *Single-phase interdiffusion in the B2 type intermetallic compounds NiAl, CoAl and FeAl.* Intermetallics, 2002. **10**(2): p. 195-204.
- Chien, A., D. Gan, and P. Shen, *Microstructures of two-stage aluminized coatings on pure Ni.* Materials Science and Engineering: A, 1999. 272(1): p. 207-214.
- 11. Wei, H., et al., *Estimation of interdiffusivity of the NiAl Phase in Ni–Al binary system.* Acta Materialia, 2004. **52**(9): p. 2645-2651.
- 12. Ootoshi, Y., et al., *Formation of Ni 5Al 3 phase in Ni 3Al/NiAl diffusion couples.* Materials Transactions, JIM, 1998. **39**(1): p. 225-229.
- Fujiwara, K. and Z. Horita, Measurement of intrinsic diffusion coefficients of Al and Ni in Ni3Al using Ni/NiAl diffusion couples. Acta Materialia, 2002. 50(6): p. 1571-1579.
- 14. Cserháti, C., et al., *Intrinsic diffusion in Ni3Al system.* Intermetallics, 2003.
  11(4): p. 291-297.
- 15. Garcia, V.H., P.M. Mors, and C. Scherer, *Kinetics of phase formation in binary thin films: the Ni/Al case.* Acta Materialia, 2000. **48**(5): p. 1201-1206.

- 16. Garg, S.P., et al., *Thermodynamic interdiffusion coefficient in binary systems* with intermediate phases. Intermetallics, 1999. **7**(8): p. 901-908.
- 17. Susan, D.F. and A.R. Marder, *Ni–Al composite coatings: diffusion analysis and coating lifetime estimation.* Acta Materialia, 2001. **49**(7): p. 1153-1163.
- López, G.A., et al., *Kinetic behaviour of diffusion-soldered Ni/Al/Ni* interconnections. Materials Chemistry and Physics, 2003. 78(2): p. 459-463.
- Voudouris, N., C. Christoglou, and G.N. Angelopoulos, *Formation of aluminide coatings on nickel by a fluidised bed CVD process*. Surface and Coatings Technology, 2001. 141(2–3): p. 275-282.
- 20. Ikeda, T., et al., *Single-phase interdiffusion in Ni3Al.* Acta Materialia, 1998.
  46(15): p. 5369-5376.
- 21. Shankar, S. and L.L. Seigle, *Interdiffusion and intrinsic diffusion in the Ni AI* (**D**) phase of the Al-Ni system. Metallurgical Transactions A, 1978. **9**(10): p. 1467-1476.
- 22. Y. Yamamoto, T.T., K. Nishida, Trans Jap Inst Mat., 1980. 21(9).
- 23. Muralidharan, G., et al., *Interaction of Si and Al during interdiffusion in Ni-Al-Si alloys*. Scripta Materialia, 1997. **36**(2): p. 219-225.
- 24. L. S. Castleman, L.L.S., Trans. TMS-AIME, 1958. 212.
- รฐกฤษฏิ์ รามสูต, รัชชวิทย์ หาญอมรรุ่งเรือง, การวิเคราะห์ผลของกรรมวิธีการเคลือบ นิกเกิลด้วยผงอะลูมิเนียม. 2009.
- ปภาวิชญ์ งามเฉลียว, อัครเดช เตชะเกสรี, การศึกษาเชิงวิเคราะห์ของการแพร่ระหว่าง โลหะนิกเกิลและอะลูมิเนียม. 2010.
- 27. Eremenko, V.N., Y.V. Natanzon, and V.P. Titov, *Dissolution kinetics and diffusion coefficients of iron, cobalt, and nickel in molten aluminum.* Soviet materials science : a transl. of Fiziko-khimicheskaya mekhanika materialov / Academy of Sciences of the Ukrainian SSR, 1978. **14**(6): p. 579-584.
- 28. K. Maier, H.M., E. Lessmann, W. Schule, *Self-diffusion in nickel at low temperatures.* Phys. Stat. Sol. (b), 1976. **78**(2): p. 689-698.
- 29. Battezzati, L., et al., *Solid state reactions in Al/Ni alternate foils induced by cold rolling and annealing.* Acta Materialia, 1999. **47**(6): p. 1901-1914.

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายมารุต เขียวแก่ เกิดวันอาทิตย์ที่ 3 พฤศจิกายน พ.ศ. 2528 ที่โรงพยาบาลตากสิน กรุงเทพฯ เป็นบุตรคนเดียวของนายดำรงค์ เขียวแก่ และนางสาววราภรณ์ โล่สุวรรณ

จบการศึกษาระดับประถมศึกษาจากโรงเรียนวัดชัยฉิมพลี มัธยมศึกษาตอนต้นจากโรงเรียน นวมินทราชินูทิศ สตรีวิทยา พุทธมณฑล มัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนเตรียมอุดมศึกษา

จบการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2550 และได้เข้าศึกษาต่อในระดับ วิศวกรรมศาตรมหาบัณฑิต ในสาขาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2553



ติดต่อผู้เขียนได้ที่ marut.kh@gmail.com

