ผลของการเติมซิลิคอนในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงต่อชั้นเคลือบบนเหล็ก



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2562 ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Effect of silicon addition in pack aluminizing process on coating layer of steel



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Engineering in Metallurgical and Materials Engineering Department of Metallurgical Engineering FACULTY OF ENGINEERING Chulalongkorn University Academic Year 2019 Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของการเติมซิลิคอนในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงต่อ	
	ชั้นเคลือบบนเหล็ก	
โดย	น.ส.บวรรัตน์ เอมทิพย์	
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการและวัสดุ	
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล	
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์	

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

		คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
	(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)	
คณะกรรมก	าารสอบวิทยานิพนธ์	
	(รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)	ประธานกรรมการ
		อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
	(รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล)	
	<u> ຈຸหາລงกรณ์แหาวิทยาลั</u>	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
	(อาจารย์ ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์) KORN UNIVERS	ITY
		กรรมการ
	(รองศาสตราจารย์ ดร.ธาชาย เหลืองวรานันท์)	
		กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
	(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปิโยรส พรหมดิเรก)	

บวรรัตน์ เอมทิพย์ : ผลของการเติมซิลิคอนในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงต่อชั้น เคลือบบนเหล็ก. (Effect of silicon addition in pack aluminizing process on coating layer of steel) อ.ที่ปรึกษาหลัก : รศ. ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล, อ.ที่ ปรึกษาร่วม : อ. ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์

กระบวนการอะลูมิในซิ่งเป็นวิธีการปรับปรุงผิวชิ้นงานที่รู้จักกันดี โดยการสร้างชั้นเคลือบ อะลูมิไนด์ เช่น นิกเกิลอะลูมิไนด์ (Ni_xAl_y) บนนิกเกิลอัลลอยด์ (nick alloys) และเหล็กอะลูมิไนด์ (Fe_xAl_v) บนเหล็กกล้า (steel) โดยชั้นเคลือบอะลูมิในด์สามารถปรับปรุงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันให้แก่ชิ้นงานได้โดยการเป็นแหล่งที่มาของอะลูมิเนียมในการเกิดชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเติมซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO₂) ในกระบวนการอะลูมิไนซิ งแบบผงบนชิ้นงานเหล็ก (Fe 99.45 wt.%) เพื่อปรับปรุงความต้านทานการเกิดออกซิเดชันแก่ ชิ้นงาน โดยเติมซิลิคอนไดออกไซด์ในสองอัญรูปได้แก่ ควอตซ์ (Quartz) และแกลบ (Rice Husk Ash: RHA) กระบวนการอะลูมิไนซิงทำที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง เติมซิลิคอนได ออกไซด์ 9, 13.5 และ 18 wt.% และทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ้ชั่วโมง นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงมาวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นของชั้นเคลือบโดยเทคนิค X-ray diffractometer (GIXD), วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานและความหนาของชั้น เคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (Optical microscope), วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและปริมาณ ธาตุในชั้นเคลือบด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) และ energy dispersive spectroscope (EDS) ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงโดยเติมควอตซ์และแกลบสามารถ สร้างชั้นเคลือบเหล็กอะลูมิไนด์ได้ ชิ้นงานที่เติมควอตซ์มีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่ดีกว่า ้ชิ้นงานอะลูมิไนซิงในช่วง 150 ชั่วโมงแรก และดีกว่าชิ้นงานที่เติมแกลบ โดยชิ้นงานที่เติมควอตซ์ ้น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นในช่วงแรก 0 – 40 ชั่วโมง มาจากการโตของอะลูมิเนียมออกไซด์ ทำให้อัตราการ เพิ่มขึ้นของน้ำหนักต่ำกว่าชิ้นงานที่เติมแกลบ จากนั้นทั้งชิ้นงานที่เติมควอตซ์และแกลบพบว่า ้น้ำหนักจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วซึ่งเป็นผลมาจากข้อบกพร่อง (defect) ในชั้นเคลือบ

สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการและวัสดุ	ลายมือชื่อนิสิต
ปีการศึกษา	2562	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
		ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5971424321 : MAJOR METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

KEYWORD: aluminization, Oxidation, Silicon addition, surface improvement
 Bovonrat Emtip : Effect of silicon addition in pack aluminizing process on
 coating layer of steel . Advisor: Assoc. Prof. Patama Visuttipitukul, Ph.D.
 Co-advisor: SIRICHAI LEELACHAO, D.Eng.

The aluminizing process has been widely used to improve the metal surface by the formation of an aluminide layer on the metal surface, iron aluminide (Fe_xAl_y) on steels. The aluminide layers improve the oxidation resistance by acting as an aluminium source for the formation of aluminium oxide (Al_2O_3) layer. In this research, the study of the effect of the silicon dioxide addition (SiO_2) in the pack aluminizing process on pure iron (99.45 wt.%). Two types of SiO₂, quartz and rice husk ash (RHA) powders. The pack aluminizing process was heated to 1000 °C for 2.25 h by adding 9, 13.5, and 18 wt.% SiO₂ on the pack. The oxidation test was carried out at 1000°C for a total of 200 h. The aluminized specimens were analyzed by a glancing incident angle X-ray diffractometer (GIXD), an optical microscope, and a scanning electron microscope (SEM) with EDS. The aluminized specimens by SiO₂ addition were confirmed a successful formation of iron aluminide by GIXD analysis. Quartz-modified specimens had better oxidation resistance than the aluminized specimen in the first 150 hours and better than RHA-modified specimens. The weight of quartzmodified specimen increases in the initial stage due to the growth of Al₂O₃. These cause the oxidation rate lower than the RHA-modified specimen. In the final stage, their weight increased in SiO₂-modified specimens rapidly due to defects in the aluminized coating.

Field of Study:	Metallurgical and Materials	Student's Signature
	Engineering	
Academic Year:	2019	Advisor's Signature
		Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้วิจัยขอกราบ ขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร. ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล ซึ่งได้กรุณาให้ ความรู้ ความช่วยเหลือ ข้อเสนอแนะ แนวคิด ตลอดจนแนะนำข้อพกพร่องต่างๆให้ปรับปรุงมาโดยตลอด จนวิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์ และขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม อาจารย์ ดร.ศิริชัย ลีลาเซาว์ ที่ให้ความรู้ คำแนะนำ เสนอแนะแนวคิดต่างๆแก่ผู้วิจัยด้วยดีตลอดมา ตลอดจน อนุเคราะห์ผงอะลูมิเนียมบริสุทธิ์สำหรับงานวิจัย ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ประสงค์ ศรีเจริญชัย ประธานสอบวิทยานิพนธ์ ผู้อนุเคราะห์ชิ้นงานโลหะบริสุทธิ์สำหรับงานวิจัย รวมถึงให้ คำแนะนำอันเป็นประโยชน์ ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์ ที่ให้ ความอนุเคราะห์ผงเถ้าแกลบ ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์ ที่ให้ คำแนะนำเละข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ต่างๆ ขอขอบพระคุณ ดร. จตุพล โอภาไพบูลย์ และคุณ กำพล ลีลาฤดี ที่ให้คำแนะนำ และการช่วยเหลือ ตลอดจนขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรม โลหการทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบ ขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่สนับสนุนในด้านต่างๆด้วยดีตลอดจนสำเร็จการศึกษา และ ขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจแก่ผู้วิจัยด้วยดีเสมอ

บวรรัตน์ เอมทิพย์

CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ዋ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	٩
กิตติกรรมประกาศ	ຈ
สารบัญ	ຊ
สารบัญตาราง	1
สารบัญรูปภาพ	2
บทที่ 1 บทนำ	10
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา	10
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	11
1.3 ขอบเขตการศึกษา	11
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	11
บทที่ 2 ปริทรรศน์วรรณกรรม	12
2.1 เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ (Low carbon steel)	12
2.2 กระบวนการอะลูมิไนซิง (Aluminizing process)	12
2.3 ผลของซิลิคอนไดออกไซด์ต่อกระบวนการอะลูมิไนซิง	17
2.4 ผลของการเติมธาตุต่อกระบวนการอะลูมิไนซิง	23
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	
3.2 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบ	
3.3 ขั้นตอนกระบวนการอะลูมิไนซิง	
3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานจากกระบวนการอะลูมิไนซิง	

3.5 ขั้นตอนการทดสอบและวิเคราะห์ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน	32
บทที่ 4 ผลการทดลอง	33
4.1 ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง	33
4.1.1 ลักษณะชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง	33
4.1.2 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นเคลือบ	33
4.1.3 โครงสร้างของสารประกอบในชั้นเคลือบ	35
4.2 ข้อบกพร่อง (Defect) ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง	37
4.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน	38
4.3.1 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชัน	38
4.3.2 โครงสร้างของสารประกอบที่เกิดขึ้นหลังการทดสอบออกซิเดชัน	40
บทที่ 5 วิเคราะห์ผลการทดลอง	42
5.1 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการเติมซิลิคอนไดออกไซด์ในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผง	42
5.2 ซิลิคอนที่พบในชั้นเคลือบ	42
5.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน	43
5.3.1 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กและชิ้นงานเหล็กเคลือบผิว	43
5.3.1 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเคลือบโดยเติมควอตซ์	45
5.3.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเคลือบโดยเติมแกลบ	49
บทที่ 6 สรุปผลการทดลอง	53
บรรณานุกรม	54
ภาคผนวก	56
ประวัติผู้เขียน	87

สารบัญตาราง

ตาราง หน้	ำ
ตารางที่ 2. 1 องค์ประกอบทางเคมีของแต่ละตำแหน่ง 5, 6 และ7 ดังรูปที่ 2.17 ง. [16]	6
ตารางที่ 3. 1 ตารางธาตุองค์ประกอบของชิ้นงาน	1
ตารางที่ 3. 2 อัตราส่วนโดยมวลของผงอะลูมิไนซิงตามสูตรต่างๆ	2
ตารางที่ 4. 1 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของชิ้นงานที่ ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	4
ตารางที่ ก. 1 พื้นที่โดยรวมของ defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนอะลูมิไน ซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	ן 3
ตารางที่ ก. 2 น้ำหนักของชิ้นงานที่นำมาทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง	4
ตารางที่ ก. 3 พื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้าที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวล 2.25 ชั่วโมง และผ่านการทดสอบออกซิเดชันทุก 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง	ו 5

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University

สารบัญรูปภาพ

รูป	หน้า
รูปที่ 2. 1 ขั้นตอนการเกิด single layer ของชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ [6]	14
รูปที่ 2. 2 แผนภูมิสมดุลเฟส (phase diagram) แสดงสัดส่วนอะตอมของ Fe และ Al [4]	15
รูปที่ 2. 3 ภาพจำลองการแพร่ของแก๊สอะลูมิเนียมเฮไลด์ ก.) ไม่เกิดเฟสควบแน่น	
ข.) เกิดเฟสควบแน่นบริเวณ aluminium-depleted zone [8]	16
รูปที่ 2. 4 SEM micrograph และ linear EDS analysis ของชิ้นงานผ่านกระบวนการ	
อะลูมิในซิง ก.) high activity ที่ 700°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง (ชิ้นงานที่1) ข.) low activity	
ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ชิ้นงานที่3) [7]	17
รูปที่ 2. 5 ภาพตัดขวางของชิ้นงาน CLAM steel ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบ	
จุ่มร้อนของอ่างอะลูมิเนียมหลอมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิต่างกัน ก.) 700°C, ข.) 750°C,	
ค.) 800°C และ ง.) 850°C [2]	18
รูปที่ 2. 6 ภาพตัดขวางของชิ้นงาน CLAM steel ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบ	
จุ่มร้อนของอ่างอะลูมิเนียมหลอมเติมซิลิคอนที่อุณหภูมิต่างกัน ก.) 700°C, ข.) 750°C,	
ค.) 800°C และ ง.) 850°C [2]	18
รูปที่ 2. 7 ภาพตัดขวาง optical micrographs ของ AISI 1005 steel ผ่าน	
การจุ่มร้อนในอ่าง ก.) อะลูมิเนียมบริสุทธิ์, ข.) Al-0.5Si, ค.) Al-2.5Si, ง.) Al-5Si	
และจ.) Al-10Si (wt.%) ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 180 วินาที [10]	19
รูปที่ 2. 8 ภาพตัดขวาง BSE micrographs ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะและ	
องค์ประกอบทางเคมี (EDS) ของ AISI 1005 steel ผ่านการจุ่มร้อนในอ่าง ก.) Al–2.5 Si,	
ข.) Al–5 Si และ ค.) Al 10 Si (wt.%) ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 180 วินาที โดย	
ตำแหน่งเฟส A, B, C และ D แทน FeAl₃, Fe₂Al₅, Al₂Fe₃Si₃ และ AlァFe₂Si [10]	20
รูปที่ 2. 9 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100°C [11].20

รูปที่ 2. 10 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 700°C [12].21
รูปที่ 2. 11 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain ²) และเวลาของชิ้นงานในการทดสอบ
ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C [12]21
รูปที่ 2. 12 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ
1000°C เป็นเวลา 75 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบ และข.) ชิ้นงาน Cast-aluminizing ; กราฟเส้นตรง (weight gain ²) และเวลา ค.) ชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบ และง.) ชิ้นงาน Cast- aluminizing [13]
ร ูปที่ 2. 13 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ ก.) กราฟแสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) และข.) กราฟเส้นตรงแสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain ²) และเวลา ; 1.) ชิ้นงาน Bare TiAl alloy, 2.) ชิ้นงาน E-SiO ₂ coating, 3.) ชิ้นงาน อะลมิไนด์ และ 4.) ชิ้นงาน Si-Al composite [14]
รูปที่ 2. 14 ก.) แผนภาพบริเวณวิเคราะห์ด้วย EDS และ ข.) ปริมาณ Zr (at.%) บน
้ ชั้นเคลือบของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนของแต่ละอ่างชุบนิกเกิลซึ่งเติม 0.1–0.7 wt.%Zr [16] 24
รูปที่ 2. 15 ก.) และ ข.) PSLS spectra ของออกไซด์เมื่อทดสอบออกซิเดชัน
ที่อุณหภูมิ 1150℃ ที่เวลาผ่านไป 10 และ 90 นาที [16]25
รูปที่ 2. 16 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวออกไซด์บนชั้นเคลือบเมื่อออกซิเดชันที่อุณหภูมิ
1150℃ เป็นเวลา 10 นาที ก.) ชิ้นงานไม่ซึ่งเติม Zr ที่กำลังขยายต่ำ, ข.) ชิ้นงานซึ่งเติม
Zr 0.7 wt.% ที่กำลังขยายต่ำ, ค.) ชิ้นงานไม่ซึ่งเติม Zr ที่กำลังขยายสูง และ ง.) ชิ้นงานซึ่งเติม
Zr 0.7 wt.% ที่กำลังขยายสูง [16]26
รูปที่ 2. 17 Cyclic oxidation tests ที่อุณหภูมิ 1100°C [17]27
รูปที่ 2. 18 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของ Mar M247 superalloy โดยเส้นที่ 1
แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่เติม Zr และเส้นที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ [18]
รูปที่ 2. 19 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของนิกเกิลบริสุทธิ์ โดยเส้นที่ 1 แสดง
ชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ และเส้นที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่เติม Zr [18]

รูปที่ 2. 20 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของ Mar M200 superalloy โดยเส้นที่ 1 แสดงชั้นเคลือบ อะลูมิไนด์ และเส้นที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่เติม Zr [18]	. 29
รูปที่ 2. 21 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ	
1000°C และ 1100°C [19]	. 30
รูปที่ 4. 1 ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	. 33
รูปที่ 4. 2 ความหนาของชั้นฟิล์มโดยเฉลี่ยของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่	
อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	. 35
รูปที่ 4. 3 XRD pattern ของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ	
1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานเคลือบไม่เติมซิลิคอน ข.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 9 wt.% ค.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 13.5 wt.% ง.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 18 wt.%	
จ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 9 wt.% ฉ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 13.5 wt.% และ	
จ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 18 wt.%	. 36
รูปที่ 4. 4 การวิเคราะห์พื้นที่โดยรวมของ defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงาน	
ที่ผ่านกระบวนอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	. 37
รูปที่ 4. 5 พื้นที่โดยรวม defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ	
อะลูมิในซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง	. 38
รูปที่ 4. 6 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) กับเวลา (time) ในการทดสอบ ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง	39
รูปที่ 4. 7 XRD pattern ของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา	
50 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานไม่เติมซิลิคอน ข.) ชิ้นงานเติมควอตซ์ 9 wt.% ค.) ชิ้นงานเติมควอตซ์	
13.5 wt.% ง.) ชิ้นงานเติมควอตซ์ 18 wt.% และจ.) ชิ้นงานเติม RHA 9 wt.%	. 40
รูปที่ 5. 1 บริเวณชั้นเคลือบที่นำมาวิเคราะห์โดยเทคนิค Energy Dispersive X-ray	
Spectroscopy (EDS) ของ ก.) ชิ้นงานเติมแกลบ 13.5 wt.% ข.) กราฟ EDS spectrum	
บริเวณที่ 1 และ ค.) กราฟ EDS spectrum บริเวณที่ 2	. 43
รูปที่ 5. 2 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) กับเวลา (time)	

ของชิ้นงานเหล็ก (Bare) และชิ้นงานเหล็กที่ผ่านการเคลือบผิว (No-Si) ในการทดสอบ
ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง
รูปที่ 5. 3 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักของชิ้นงาน (weight gain) กับเวลา (time)
ของชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์ ในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ
1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง
รูปที่ 5. 4 แบบจำลอง oxidation stage ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักชิ้นงาน
ที่ผ่านการเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์นการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C
ก.) Initial stage ข.) Transition stage และ ค.) Final stage
รูปที่ 5. 5 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C
ช่วง Initial stage ของชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์ ก.) แสดงความสัมพันธ์
ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain) กับเวลา (time) และ ข.) กราฟ exponential function ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain) ² กับเวลา (time)
รูปที่ 5. 6 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อน้ำหนักเริ่มต้นในการทดสอบออกซิเดชันที่
อุณหภูมิ 1000°C ของชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์และชิ้นงานเหล็ก (Bare)
รูปที่ 5. 7 แบบจำลองการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเคลือบผิว
โดยการเติมควอตซ์ในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C
รูปที่ 5. 8 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) กับเวลา (time) ของชิ้นงาน เคลือบผิวโดยการเติมแกลบในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C
รูปที่ 5. 9 แบบจำลอง oxidation stage ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติม แกลบในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ก.) Initial stage และ ข.) Final stage51
รูปที่ 5. 10 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อน้ำหนักเริ่มต้นในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ
1000°C ของชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมแกลบและชิ้นงานเหล็ก (Bare)
รูปที่ 5. 11 แบบจำลองการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมแกลบใน การทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C52

รูปที่ ก. 1 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	7
รูปที่ ก. 2 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	8
รูปที่ ก. 3 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	8
รูปที่ ก. 4 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	9
รูปที่ ก. 5 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	9
รูปที่ ก. 6 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum5 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	0
รูปที่ ก. 7 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS	ย 1
รูปที่ ก. 8 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	2
รูปที่ ก. 9 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 90 บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	2
 ง บานอนอาการและ อาการและ อาการ อาการและ อาการและ อาการและ อาการและ อาการและ อาการเลละ อาการเลละ อาการเลละ อาการเลละ อาการเลละ อาการเลละ อาการเ	3
งูปที่ ก. 11 เครางกรา เงิงุกรา เคและ อรม เนอ เพุ่ เนชนเคกอออของชนง เน ๑๐ อรเรนที่ 2 ต แต่นง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	3
รูปที่ ก. 12 โครงสร้างจุลภาคและปรีมาณธาตุในชั้นเคลื่อบของชั้นงาน 9Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	4
ร ูปที่ ก. 13 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ : ด้วยเทคนิค SEM และ EDS	1 5
รูปที่ ก. 14 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS	6

รูปที่ ก. 15 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS66
รูปที่ ก. 16 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่งที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 17 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่งที่ 2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 18 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 19 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุผิวของชิ้นงานเคลือบ 18Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 20 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 21 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS71
รูปที่ ก. 22 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS71
รูปที่ ก. 23 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS72
รูปที่ ก. 24 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS72
รูปที่ ก. 25 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum5 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS73
รูปที่ ก. 26 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 27 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS75
รูปที่ ก. 28 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS75

รูปที่ ก. 29 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS76
รูปที่ ก. 30 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS76
รูปที่ ก. 31 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS77
รูปที่ ก. 32 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 33 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 34 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 35 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum5 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 36 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum6 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 37 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum7 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 38 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum8 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 39 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
ร ูปที่ ก. 40 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS
รูปที่ ก. 41 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

รูปที่ ก.	42 โครงสร้	างจุลภาคและ	พื้นที่โดยร	วมของ d	lefect	ที่พบตาม	มช่วงควา	เมลึกจาห	าผิวชิ้นงา	นที่
ผ่านกระ	ะบวนอะลูมิไข	นซิงที่อุณหภูมิ	ì 1000°C	เป็นเวลา	2.25 '	ชั่วโมง				82



บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำเป็นเหล็กชนิดหนึ่งที่นิยมนำมาใช้งาน เนื่องจากราคาค่อนข้างต่ำและมี คุณสมบัติทางวัสดุที่เหมาะสมสำหรับงานหลากหลายประเภท ไม่เปราะ (brittle) หรือเหนียว (ductile) เนื่องจากมีองค์ประกอบของคาร์บอนต่ำ นอกจากนี้ยังมีความต้านทานแรงดึงต่ำ (tensile strength) และมีความสามารถดัดรูป (malleable) แต่อย่างไรก็ตามเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำยังมี คุณสมบัติที่ควรปรับปรุงให้เหมาะสมกับการใช้งานนั่นคือ ความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) และความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชั่น (oxidation resistance) ด้วยเหตุนี้จึงนำมาสู่ การพัฒนาปรับปรุงผิว ซึ่งเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่สามารถปรับปรุงคุณสมบัติและยืดอายุการใช้งานให้ นานขึ้น

กระบวนการอะลูมิในซิงแบบผงเป็นกระบวนการปรับปรุงผิวที่รู้จักกันดีเพื่อเพิ่มต้านทานการ เกิดออกซิเดชันโดยการสร้างชั้นเคลือบอะลูมิในด์ โดยชั้นเคลือบอะลูมิในด์เป็นแหล่งที่มาของ อะลูมิเนียมสูง ชั้นเคลือบอะลูมิในด์บนชิ้นงานเหล็กสามารถเกิดเฟส Fe₂Al₅, FeAl₂, FeAl หรือ Fe₃Al ส่งผลให้มีความต้านทานเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้โดยเกิดชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งมีคุณสมบัติ เป็นชั้นออกไซด์ที่สม่ำเสมอ มีความหนาแน่นสูง มีอัตราการโตที่ต่ำ และมีความเสถียรเมื่อใช้งานเป็น เวลานาน [1] การทำอะลูมิในซิงแบบผงโดยการเติมซิลิคอนไดออกไซด์ จากงานวิจัยของ Shilei Han และคณะ [2] พบว่าซิลิคอนที่เติมในกระบวนการอะลูมิในซิงแบบจุ่มร้อนส่งผลต่อความหนา และ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชั้นเคลือบ ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะลดลง มีความเรียบ มากขึ้น และไม่พบรูพรุน

โดยงานวิจัยนี้เล็งเห็นถึงความสำคัญของผลของการเติมซิลิคอนในกระบวนการอะลูมิไนซิ งแบบผงต่อการเกิดชั้นเคลือบบนเหล็ก โดยเติมซิลิคอนไดออกไซด์สองรูปแบบได้แก่ควอตซ์ และ แกลบ เพื่อให้ทราบถึงโครงสร้างจุลภาคและเฟสของชั้นเคลือบ รวมถึงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาผลของปริมาณและชนิดของซิลิคอนไดออกไซด์ในกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผงต่อ
 เฟสและโครงสร้างของชั้นเคลือบบนเหล็ก

1.2.2 ศึกษาผลของปริมาณและชนิดของซิลิคอนไดออกไซด์ต่อความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน
 ของเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผง

1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 ศึกษาปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์ 0-18 wt.% ซึ่งเติมในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงบน เหล็กที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

1.3.2 ศึกษาชนิดซิลิคอนไดออกไซด์ได้แก่ควอตซ์ (quartz) และแกลบ (rice husk ash; RHA) ซึ่ง เติมในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผง

1.3.3 ศึกษาเฟสและโครงสร้างของชั้นเคลือบบนเหล็กที่ผ่านกระบวนการทำอะลูมิไนซิงแบบผง

1.3.4 ศึกษาความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงเฟสและโครงสร้างของชั้นเคลือบบนเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงซึ่ง เติมซิลิคอนไดออกไซด์

1.4.2 ทราบถึงชนิดและปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์ที่เหมาะสมต่อชั้นเคลือบบนเหล็กที่ผ่าน กระบวนการอะลูมิในซิงแบบผง

1.4.3 ทราบถึงความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันของเหล็กที่ผ่านกระบวนการ อะลูมิในซิงแบบผงซึ่งเติมซิลิคอนไดออกไซด์

บทที่ 2 ปริทรรศน์วรรณกรรม

2.1 เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ (Low carbon steel)

เหล็กกล้าคาร์บอน (carbon steel) คือเหล็กที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนสูง มีการเติมธาตุ เช่น แมงกานีส ทองแดง ซิลิคอน เป็นต้น โดยเหล็กกล้าคาร์บอนสามารถแบ่งเป็น เหล็กกล้าคาร์บอน ต่ำ (low carbon steel), เหล็กกล้าคาร์บอนปานกลาง (medium carbon steel) และเหล็กกล้า คาร์บอนสูง (high carbon steel) เหล็กกล้าที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนต่ำจะมีสมบัติเชิงกลคล้าย กับเหล็ก (iron) เมื่อโลหะมีคาร์บอนเพิ่มขึ้นจะส่งผลต่อความแข็งเพิ่มขึ้น ความเหนียวลดลง ยากต่อ การเชื่อม และจุดหลอมเหลวต่ำลง

เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำเป็นเหล็กชนิดหนึ่งที่นิยมนำมาใช้งานมากที่สุด เนื่องจากราคาค่อนข้าง ต่ำและมีคุณสมบัติทางวัสดุที่สามารถยอมรับได้สำหรับงานหลากหลายประเภท ไม่เปราะ (brittle) หรือเหนียว (ductile) เนื่องจากมีองค์ประกอบของคาร์บอนต่ำ ความต้านทานแรงดึงต่ำ (tensile strength) และมีความสามารถดัดรูป (malleable) [3]

นอกจากนี้เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำยังมีคุณสมบัติที่ควรปรับปรุงให้เหมาะสมกับการใช้งาน เช่น งานที่ต้องการความแข็งแกร่งต่อการล้า (fatigue strength), ความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) และ ความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชั่น (oxidation resistance) ด้วยเหตุนี้จึงนำมา สู่การพัฒนาปรับปรุงผิว ซึ่งเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่สามารถปรับปรุงคุณสมบัติและยืดอายุการใช้งานให้ นานขึ้น [4]

2.2 กระบวนการอะลูมิในซิง (Aluminizing process)

กระบวนการอะลูมิไนซิงเป็นกระบวนการปรับปรุงผิวเพื่อเพิ่มต้านทานการเกิดออกซิเดชัน ของชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้เกิดการเคลือบผิวโดยการเกิดชั้นเคลือบที่มีองค์ประกอบของธาตุอะลูมิเนียมสูง ส่งผลให้มีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันโดยการเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) เมื่ออะลูมิเนียมแพร่เข้าสู่ชิ้นงานจะเกิดปฏิกิริยากับเหล็ก เกิดเป็นชั้นสารประกอบเหล็กอะลูมิไนด์ อุณหภูมิที่มีประสิทธิภาพสำหรับกระบวนการอะลูมิในซิงเหล็ก โดยทั่วไปอุตสาหกรรมนิยมใช้อุณหภูมิ สูงกว่า 900°C เป็นเวลาหลายชั่วโมงสำหรับกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผง [5]

องค์ประกอบของกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงประกอบไปด้วย 3 ส่วนดังนี้ [6]

- ผงโลหะ (metallic powder) : ในปริมาณ 1-10 wt.% ผงโลหะที่มีความละเอียดซึ่งจะไป เกิดการตกตะกอน (deposition) บนผิวของโลหะ เช่น อะลูมิเนียม, ซิลิคอน, โครเมียม และ ไทเทเนียม เป็นต้น
- เกลือเฮไลด์ (halide salt activator) : ในปริมาณ 1-5 wt.% เป็นสารกระตุ้นการ เกิดปฏิกิริยา เช่น NaCl, NH₄Cl, AlCl₃, NaF และ NH₄F เป็นต้น
- อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) : ในปริมาณ 85 wt.% ช่วยป้องกันการหลอมของผงต่างๆที่ อุณหภูมิสูง

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงขึ้นอยู่กับการเกิดเฟสแก๊สของ halide เป็นดังสมการเกิดปฏิกิริยาดังนี้

 $NH_4Cl(s) \rightarrow NH_3(g) + HCl(g)$ สมการที่ 2.1

$$M(s) + nHCl(g) \rightarrow MCl_n(g) + \frac{n}{2}H_2(g)$$
 สมการที่ 2.2

แก๊สของโลหะคลอไรด์ (MCl_n) หรือแก๊สอะลูมิเนียมเฮไลด์ (AlX_n) ที่เกิดขึ้นคือ AlCl₃, AlCl₂, AlCl, Al₂Cl₆ และ Al₂Cl₄ ในกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิต่ำ แก๊สหลักที่เกิดขึ้นคือ AlCl₃ และสำหรับ กระบวนการที่อุณหภูมิสูงคือ AlCl เมื่อเกิดสารประกอบแก๊สโลหะคลอไลด์จะผ่านบริเวณเฟสแก๊สเข้า สู่ผิวขึ้นงานเหล็ก สามารถเกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้

Decomposition	$MCl_n(g) \to M(s) + \frac{n}{2}Cl_2(g)$	สมการที่ 2.3
Disproportiation	$(n+1)MCl_n(g) \rightarrow M(s) + nMCl_{n+1}(g)$	สมการที่ 2.4
Exchange	$2MCl(g) + Fe(s) \rightarrow M_2(s) + FeCl_2(g)$	สมการที่ 2.5

เมื่อเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวจะส่งผลให้ชั้นเคลือบจะโตขึ้น ปฏิกิริยาที่เกิดจะขึ้นอยู่กับความ เสถียรของแก๊ส halide นอกจากนี้ในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงยังต้องคำนึงถึง องค์ประกอบ ทางเคมี ชนิดของเกลือเฮไลด์ อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในกระบวนการอะลูมิไนซิง [6] การเกิดชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ประกอบด้วย 6 ขั้นตอน แสดงดังรูปที่ 2.1 สามารถอธิบายการ เกิดได้ดังนี้ [6]

- โมเลกุลแก๊สอะลูมิเนียมเฮไลด์แพร่จากผงอะลูมิในซิงสู่บริเวณผิวเคลือบข้าม Al depleted zone
- 2. เกิดการสะสมแก๊สอะลูมิเนียมเฮไลด์ ที่บริเวณ gas/coating interface
- เกิดการแพร่แบบ solid state ของเหล็กผ่านขั้นเคลือบไปสู่บริเวณ coating/gas interface
- 4. เกิดการโตของเฟสชั้นเคลือบที่บริเวณ coating/gas interface
- 5. halogen species แพร่ออกจากบริเวณ gas/coating interface
- 6. แก๊ส halogen แพร่กลับออกมาสู่บริเวณผงอะลูมิไนซิง



รูปที่ 2. 1 ขั้นตอนการเกิด single layer ของชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ [6]

เฟสที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาประกอบด้วย Fe₂Al₅, FeAl₂, FeAl และ Fe₃Al ดังเช่น งานวิจัยของ Levin และคณะ [7] โดยทำอะลูมิไนซิงบนเหล็กบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง พบเฟส Fe₂Al₅, FeAl₂ และ FeAl เป็นไปตามแผนภูมิสมดุลเฟส (equilibrium diagram) ดัง แสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2. 2 แผนภูมิสมดุลเฟส (phase diagram) แสดงสัดส่วนอะตอมของ Fe และ Al [4]

Halide salt activator คือเกลือเฮไลด์ที่ช่วยกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการอะลูมิไน ซิง จากงานวิจัยของ N. KANDASAMY และคณะ [8] กล่าวถึงสมมติฐานของ Levine และ Caves ว่า แก้สอะลูมิเนียมเฮไลด์แพร่ผ่าน aluminium-depleted zone ไปสู่ซิ้นงาน ซึ่งการก่อตัวที่เกิดขึ้น แบ่งเป็น 2 กรณีคือ กรณีแรกเมื่อเกลือเฮไลด์เป็น NH₄Cl, NH₄I หรือ NH₄Br เมื่อเกิดปฏิกิริยาในระบบ จะไม่เกิดการควบแน่นที่ผิวของชิ้นงาน ดังรูปที่ 2.3 ก. จากปฏิกิริยาในสมการที่ 2.2 แก้สอะลูมิเนียม เฮไลด์ที่เกิดคือ AlX และ AlX₂ ซึ่งแพร่เข้าสู่ผิวชิ้นงาน และทำปฏิกิริยากับผิวเกิดชั้นเคลือบของ อะลูมิเนียมดังสมการที่ 2.3 และได้ผลิตภัณฑ์เป็น AlX₃ แพร่กลับออกมาสู่ระบบอย่างเป็นวัฐจักร กรณี ที่สองเมื่อเกลือเฮไลด์เป็น NH₄F, AlF₃, NaF หรือ NaCl ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะก่อให้เกิดการควบแน่น ของเฟส AlF₃ หรือ NH₄F ที่บริเวณ depleted zone เมื่อเฟสควบแน่นมีปริมาณมากขึ้นส่งผล ขัดขวางการแพร่ของแก้สในระบบเนื่องจากปิดรูพรุนที่ผิวของชิ้นงาน ทำให้ยากต่อการเกิดปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.3 ข.



รูปที่ 2. 3 ภาพจำลองการแพร่ของแก๊สอะลูมิเนียมเฮไลด์ ก.) ไม่เกิดเฟสควบแน่น ข.) เกิดเฟสควบแน่น บริเวณ aluminium-depleted zone [8]

จากงานวิจัยของ L. Levin และคณะ [7] ศึกษาการควบคุมการเกิดขั้นเคลือบจาก กระบวนการอะลูมิในซิงแบบผงบนชิ้นงานเหล็กบริสุทธิ์ แสดงในรูปที่ 2.4 แบ่งเป็น high activity และ low activity พบว่าชิ้นงาน high activity มีส่วนผสมของผงอะลูมิไนซิงคือ Al, Al₂O₃ และ NH₄Cl เผาชิ้นงานที่ 1 ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง เกิดชั้น Fe₂Al₅ ส่วนชิ้นงานที่ 2 เผาที่ อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง เกิดชั้น Fe₂Al₅, FeAl₂ และ FeAl และชิ้นงานที่ 3 low activity มีส่วนผสมของผงอะลูมิในซิงคือ Fe₂Al₅, Al₂O₃ และ NH₄Cl ซึ่งผ่านการให้ความร้อนที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเหนี่ยวนำเฟส Fe₂Al₅ ให้เกิดขึ้นก่อนจึงนำมาเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เกิดชั้น FeAl และสารละลายของแข็ง (solid solution)



รูปที่ 2. 4 SEM micrograph และ linear EDS analysis ของชิ้นงานผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง ก.) high activity ที่ 700°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง (ชิ้นงานที่1) ข.) low activity ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ชิ้นงานที่ 3) [7]

เหล็กที่ผ่านการทำอะลูมิไนซิงสามารถนำมาใช้งานได้หลากหลาย เช่น ส่วนประกอบในเครื่อง ทำน้ำอุ่น, เตาเผา, ผนังเตาอบแห้งและประตู, เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน, เตาเผาขยะสำหรับ ครัวเรือนและอุตสาหกรรม ท่อส่งแก๊สร้อน และท่อความดันในกระบวนการอุตสาหกรรม ซึ่งเป็น เครื่องมือที่ต้องใช้เหล็กที่มีสมบัติในการต้านทานการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง [4]

เมื่อขึ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซึงนำไปใช้งานในสภาวะแวดล้อมที่เกิดการกัดกร่อน ทั้งจากน้ำและดิน เพื่อป้องกันการกัดกร่อนซึ่งเกิดจากการละลายของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และ การกัดกร่อนแบบกัดเซาะ ที่บริเวณผิวของชิ้นงานจะเกิดฟิล์มปกป้องชนิดอะลูมิเนียมออกไซด์ (passive aluminum oxide) [4]

2.3 ผลของซิลิคอนไดออกไซด์ต่อกระบวนการอะลูมิไนซิง

จากงานวิจัยของ M.M. Al-Aiat และคณะ [9] กล่าวถึงผลของซิลิคอนต่อชั้นโลหะผสมโดย ชิ้นงานผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบจุ่มร้อน (hot-dip aluminization) พบว่าชั้นเคลือบมีความ หนาลดลงอย่างมากเมื่อเติมซิลิคอน 7 wt.% ลงในอ่างหลอมอะลูมิเนียม โดยผลของซิลิคอนสามารถ อธิบายความเป็นไปได้ 3 ทฤษฎี คือ

- ทฤษฎีที่ 1 ซิลิคอนส่งผลต่อการโตของชั้นเคลือบ เนื่องจากซิลิคอนลดความสามารถในการ แพร่ของอะลูมิเนียมในชิ้นงานและเพิ่มอัตราการละลายของชั้นสารประกอบในอ่างหลอม
- ทฤษฎีที่ 2 จะเกิดเฟส Fe-Al-Si เมื่อเติมซิลิคอน ซึ่งเป็นเฟสที่เกิดและโตช้ากว่าเฟส Fe₂Al₅
 ซึ่งเป็นเฟสที่พบทั่วไปในกระบวนการทำอะลูมิในซิงบนชิ้นงานเหล็ก
- ทฤษฎีที่ 3 ซิลิคอนเข้าแทรกที่ในตำแหน่ง c-axes ของโครงสร้าง orthorhombic ของเฟส Fe₂Al₅ และขัดขวางการแพร่ของอะตอมอะลูมิเนียมจากผิวชิ้นงาน ส่งผลให้ลดอัตราการโต ของเฟส Fe₂Al₅ [9]

นอกจากนี้การเติมซิลิคอนจะสามารถเพิ่มความสม่ำเสมอของชั้นเคลือบและเพิ่ม ความสามารถในการยึดเกาะระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานได้มากขึ้น

ซึ่งสอดคล้องกับรายงานวิจัยของ Shilei Han และคณะ [2] พบว่าในรูปที่ 2.5 แสดงให้เห็น ขั้นเคลือบชั้นนอกสุดคือชั้นอะลูมิเนียม ถัดลงมาคือชั้นเหล็กอะลูมิไนด์ และชิ้นงาน เมื่อเทียบกับรูปที่ 2.6 เมื่อเติมซิลิคอนในอะลูมิเนียมหลอมเหลวจะส่งผลต่อความหนาและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ ชั้นเคลือบ ความหนาของชั้นเคลือบลดลง มีความเรียบสม่ำเสมอมากขึ้น และไม่พบรูพรุน โดยซิลิคอน ไปยับยั้ง solid-state growth ของเฟส FeAl₃ and Fe₂Al₅ ซึ่งเป็นเฟสที่เปราะ ทั้งนี้จะสนับสนุน ความเป็นไปได้ของทฤษฎีที่ 3 ของ M.M. Al-Aiat และคณะ



รูปที่ 2. 5 ภาพตัดขวางของชิ้นงาน CLAM steel ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบจุ่มร้อนของอ่าง อะลูมิเนียมหลอมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิต่างกัน ก.) 700°C, ข.) 750°C, ค.) 800°C และ ง.) 850°C [2]



รูปที่ 2. 6 ภาพตัดขวางของชิ้นงาน CLAM steel ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบจุ่มร้อนของอ่าง อะลูมิเนียมหลอมเติมซิลิคอนที่อุณหภูมิต่างกัน ก.) 700℃, ข.) 750℃, ค.) 800℃ และ ง.) 850℃ [2] จากงานวิจัยของ Wei-Jen Cheng และคณะ [10] พบว่า AISI 1005 steel ผ่านการจุ่มร้อน ในอ่างอะลูมิเนียมหลอมบริสุทธิ์, Al–0.5 Si, Al–2.5 Si, Al–5 Si และ Al–10 Si (wt.%) ที่อุณหภูมิ 700 ℃ เป็นเวลา 180 วินาที เมื่อจุ่มร้อนในอ่าง Al–10 Si (wt.%) พบว่าชั้นเคลือบมีความหนาลดลง เหลือ 3.5 µm จาก 130 µm นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อปริมาณซิลิคอนเพิ่มถึง 2.5 wt.% พื้นผิวรอยต่อ ระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานเหล็กจะเกิดลักษณะไม่เป็นระเบียบ (irregular interface) แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2. 7 ภาพตัดขวาง optical micrographs ของ AISI 1005 steel ผ่านการจุ่มร้อนในอ่าง ก.) อะลูมิเนียมบริสุทธิ์, ข.) Al-0.5Si, ค.) Al-2.5Si, ง.) Al-5Si และจ.) Al-10Si (wt.%) ที่อุณหภูมิ 700℃ เป็นเวลา 180 วินาที [10]

ภาพตัดขวาง BSE micrographs ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะของชิ้นงานที่จุ่มร้อนใน อะลูมิเนียมบริสุทธิ์และ Al-0.5Si wt.% จากการพิสูจน์ Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) พบว่าชั้นของสารประกอบเชิงโลหะทั้งสองประกอบด้วย FeAl₃ และ Fe₂Al₅ ตามลำดับ เมื่อ ปริมาณซิลิคอนในอ่างจุ่มร้อนเพิ่มขึ้นจาก 2.5 wt.% จะพบเฟสดังนี้ FeAl₃, Fe₂Al₅, Al₂Fe₃Si₃ และ Al₇Fe₂Si แสดงดังรูปที่ 2.8

ก.) Al-	2.5Si A			ข.) Al- <u></u> ร	Si			ค.) Al-	10Si		
-1	,c		B	D		-	A		D		
1 -	- 1		۲. ¹	В	4-4	.C	1 T	Ser.		A	С
			10 µm		-		10 µm	В	-		1µm
Phase	Al	Fe	Si	Phase	Al	Fe	Si	Phase	Al	Fe	Si
Α	74.30	23.25	2.45	Α	73.52	23.34	3.14	А	67.75	25.05	7.20
В	70.46	26.48	3.06	В	69.06	27.83	3.11	В	66.73	28.55	4.72
С	47.33	32.36	20.31	С	46.71	33.27	20.02	С	44.07	32.34	23.59
D	74.70	17.19	8.10	D	73.46	18.23	8.31	D	68.24	20.56	11.19

ร**รูปที่ 2. 8** ภาพตัดขวาง BSE micrographs ของขั้นสารประกอบเชิงโลหะและองค์ประกอบทางเคมี (EDS) ของ AISI 1005 steel ผ่านการจุ่มร้อนในอ่าง ก.) Al–2.5 Si, ข.) Al–5 Si และ ค.) Al 10 Si (wt.%) ที่ อุณหภูมิ 700 ℃ เป็นเวลา 180 วินาที โดยตำแหน่งเฟส A, B, C และ D แทน FeAl₃, Fe₂Al₅, Al₂Fe₃Si₃ และ Al₇Fe₂Si [10]

จากงานวิจัยของ Y. Ruibo และคณะ [11] ศึกษาการปรับปรุงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันของชั้นเคลือบ Al, Al-Si และ Cr-Al-Si บนชิ้นงาน IC20 alloy ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการ อะลูมิไนซิงแบบผง พบว่าหลังจากทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบผิวมีอัตราการเพิ่มน้ำหนักน้อยลงเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบผิว แสดงดังรูปที่ 2.9 ชิ้นงานที่เคลือบผิวที่เติม Si (Al-Si) มีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่ดี ขณะที่ ชิ้นงานที่เติม Cr (Cr-Al-Si) พบว่าจะเร่งให้เกิดการหลุดร่อน



รูปที่ 2. 9 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100℃ [11]

จากงานวิจัยของ W.T. Tsai และคณะ [12] ศึกษาการปรับปรุงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันของ AISI 310 SS โดยผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 48 ชั่วโมง โดยทดสอบออกซิเดชันด้วยเทคนิค thermal gravimetric analysis (TGA) ที่อุณหภูมิ 700 และ 1000℃ พบว่าชิ้นงานที่มีปริมาณอะลูมิเนียมสูง (PB) มีอัตราการเกิดออกซิเดชันที่ต่ำ เนื่องจากเกิดเฟส Al₂O₃ แทนที่เฟส Cr₂O₃ แสดงดังรูปที่ 2.10 และ 2.11



รูปที่ 2. 10 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 700℃ [12]



รูปที่ 2. 11 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain²) และเวลาของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่ อุณหภูมิ 1000°C [12]

จากงานวิจัยของ F. Zareia และคณะ [13] ศึกษาเกี่ยวกับปริมาณซิลิคอนที่ส่งผลต่อความ ต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงาน HH309 stainless steel ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยวิธีการ Cast-aluminizing (CA) กับแผ่นอะลูมิเนียมอัลลอยด์ (Al-5wt%Si, Al-8wt%Si, and Al12wt%Si) และผ่านการอบอ่อน (annealing) ที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อนำมาทดสอบ ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 75 ชั่วโมงพบว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงาน ถูกควบคุมโดย diffusion-controlled โดยอัตราคงที่ของการเกิดออกซิเดชัน (parabolic rate constant; k_p) ของชิ้นงาน cast-aluminizing ซึ่งไม่มีซิลิคอนเท่ากับ 1.5 × 10⁻¹¹ g²cm⁻⁴s⁻¹ และ ค่า k_p ของชิ้นงานที่มีซิลิคอน 5, 8 และ 12 wt.% เท่ากับ 1.175 × 10⁻¹¹,6.39 × 10⁻¹² และ4.36 × 10^{-12} g²cm⁻⁴s⁻¹ ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.12 ชิ้นงานที่พบซิลิคอนในชั้นเคลือบอะลูมิไนด์สามารถ ปรับปรุงความต้านทานการเกิดออกซิเดชันแก่ชิ้นงานโดยการเกิดเฟสร่วมกันของ Al₂O₃-SiO₂ พบว่า การเติมซิลิคอนสามารถเปลี่ยนกลไกการเสื่อมสลาย (degradation mechanism) ของชั้นออกไซด์ จากการโตและหลุดร่อนเปลี่ยนเป็นการโตของออกไซด์แบบ nodular



รูปที่ 2. 12 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 75 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบ และข.) ชิ้นงาน Cast-aluminizing ; กราฟเส้นตรง (weight gain²) และเวลา ค.) ชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบ และง.) ชิ้นงาน Cast-aluminizing [13]

จากงานวิจัย L.K. Wu และคณะ [14] ศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ของชิ้นงาน γ-TiAl alloy โดยการสร้างชั้นเคลือบซิลิคอน-อะลูมิเนียม (Si-Al composite) จากกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ นำมาเคลือบ SiO₂ ด้วยเทคนิค cathodic electrodeposition นำมาเทียบกับชิ้นงานอะลูมิในด์ที่ ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิง (aluminizing coating) และ ชิ้นงานที่เคลือบ SiO₂ ด้วยเทคนิค cathodic electrodeposition (E-SiO₂ coating) พบว่าชิ้นงานอะลูมิในด์และชิ้นงาน E-SiO₂ มีการ เปลี่ยนแปลงน้ำหนักชิ้นงานที่ต่ำและสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้เพียงแค่ในช่วงระยะเวลา แรกเท่านั้น ขณะที่เวลาเพิ่มมากขึ้นชิ้นงาน Si-Al composite ยังคงมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักที่ต่ำ กว่าและสามารถคงความต้านทานการเกิดออกซิเดชันไว้ได้ แสดงดังรูปที่ 2.13 เนื่องจากชั้นเคลือบ ชั้นนอกสุดประกอบด้วยซิลิคอนและอะลูมิเนียมที่มีความหนาแน่นสูง และไม่มีรอยร้าว ทำหน้าที่ เปรียบเสมือนชั้นขัดขวางการแพร่เข้าของออกซิเจน (inward diffusion)



รูปที่ 2. 13 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ ก.) กราฟ แสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) และข.) กราฟเส้นตรงแสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง(weight gain²) และ เวลา ; 1.) ชิ้นงาน Bare TiAl alloy, 2.) ชิ้นงาน E-SiO₂ coating, 3.) ชิ้นงานอะลูมิไนด์ และ 4.) ชิ้นงาน Si-Al composite [14]

2.4 ผลของการเติมธาตุต่อกระบวนการอะลูมิไนซิง

จากงานวิจัยของ Robert Bianco และคณะ [15] กล่าวถึงการเติม reactive element: RE เช่น อิตเทรียม (Y), เซอร์โคเนียม (Zr), แฮฟเนียม (Hf), ทอเรียม (Th) และ ซีเรียม (Ce) ปริมาณ 1 wt.% ซึ่งสามารถปรับปรุงการยึดติด (adherence) ของโครเมียและชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ปกคลุม ผิวบนโลหะผสม Ni, Co และ Fe โดยประสิทธิภาพของ RE นั้นเป็นที่ยอมรับดังนี้

- สามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้น
- การแยกตัวของไอออน RE หรือการก่อตัวของ RE-rich precipitate ที่บริเวณขอบเกรนของ ออกไซด์สามารถลดการโตของออกไซด์
- การก่อตัวของ RE-rich ภายในชั้นออกไซด์สามารถเป็นตัวช่วยยึดติด (pegs) ระหว่างชั้น ออกไซด์และโลหะผสม

นอกจากนี้ Robert Bianco และคณะได้ศึกษางานวิจัยอื่น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อเติม Zr, Y และ Si ลงไปเล็กน้อยสามารถปรับปรุงการยึดติดของฟิล์มอะลูมินาบน β-NiAl ระหว่างการเกิด ออกซิเดชัน กระบวนการเคลือบที่เกิดขึ้นอาจเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเติม RE ลงไปที่ผิวเคลือบของอะลูมิ ในด์ ในการเพิ่มปริมาณ RE oxide ส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของ RECl_y เช่นการเพิ่ม Y₂O₃ จะลดปริมาณ แก๊ส AlCl_x แต่จะเกิดปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊ส YCI มากขึ้น การเติม ZrO₂ ในกระบวนการอะลูมิ ในซิงแบบผงส่งผลให้ Cr ซึ่งเป็นองค์ประกอบบริเวณผิวลดลง ขณะที่ชั้นเคลือบอะลูมิไนด์เพิ่มขึ้นจาก 107, 115, และ 120 µm โดยเติม 2, 4, และ 6% ZrO₂

จากงานวิจัยของ Yuhua Zhou และคณะ [16] ศึกษาชั้นเคลือบ β-NiAl เติม Zr บน Hasttelloy เตรียมโดยวิธี composite electrodeposition ซึ่งควบคุมปริมาณซึ่งเติม Zr ในแต่ละ อ่างซุบนิกเกิลแตกต่างกัน 0–0.7 wt.% และ pack cementation ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอบอ่อนที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเกิดการแปลงเฟสของ δ-β และอัตราการแพร่ของ Zr, Al และ Ni แตกต่างกันจึงก่อให้เกิดรูพรุนขนาดเล็ก (void) โดยปริมาณ Zr แสดงในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2. 14 ก.) แผนภาพบริเวณวิเคราะห์ด้วย EDS และ ข.) ปริมาณ Zr (at.%) บนชั้นเคลือบของชิ้นงาน ที่ผ่านการอบอ่อนของแต่ละอ่างชุบนิกเกิลซึ่งเติม 0.1–0.7 wt.%Zr [16]

เมื่อนำชิ้นงานทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150°C ผ่านไป 12 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ผ่าน การชุบนิกเกิลซึ่งไม่เติม Zr มีการหลุดร่อนที่ผิวสูง ส่วนชิ้นงานที่ผ่านชุบนิกเกิลซึ่งเติม Zr 0.1 และ 0.3 wt.% ปรากฏการหลุดร่อนของออกไซด์เมื่อผ่านไป 24 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ผ่านชุบนิกเกิลซึ่งเติม Zr 0.5 และ 0.7 wt.% มีความคล้ายกันอย่างมากและปรากฏการหลุดร่อนเล็กน้อยที่ 48 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ ผ่านชุบนิกเกิลซึ่งเติม Zr 0.7 wt.% ปรากฏชั้นเคลือบแยกออกจากผิวชิ้นงานเมื่อผ่านไป 60 ชั่วโมง ดังนั้นชิ้นงานผ่านชุบนิกเกิลซึ่งเติม Zr 0.5 wt.% เป็นชิ้นงานที่สามารถต้านทานการหลุดร่อน เนื่องจากการเกิดออกซิเดชันได้ดี

จากข้อมูลการเกิดออกซิเดชัน แสดงในรูปที่ 2.15 พบว่าปริมาณเฟส θ-Al₂O₃ ลดลง สอดคล้องกับการเพิ่มปริมาณเติม Zr ในอ่างชุบนิกเกิลจาก 0.1-0.7 wt.% ดังนั้นแสดงให้เห็นว่า Zr สามารถเร่งการแปลงเฟส θ-Al₂O₃ เป็น α-Al₂O₃ เนื่องจากเมื่อเกิดออกซิเดชันจะเกิดการก่อตัวของ RE oxide ซึ่งทำหน้าที่เป็น nucleation sites สำหรับการโตของ α-Al₂O₃ โดยอัตราการโตของ θ-Al₂O₃ มีมากกว่า α-Al₂O₃ จึงส่งผลต่อความหนาของชั้นออกไซด์ที่ก่อตัวขึ้น



ร**ูปที่ 2. 15** ก.) และ ข.) PSLS spectra ของออกไซด์เมื่อทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150℃ ที่เวลา ผ่านไป 10 และ 90 นาที [16]

เมื่อทดสอบออกซิเดชันเป็นเวลา 10 นาที พบว่า **0**-Al₂O₃ มีลักษณะสัณฐานวิทยาคล้ายเกล็ด เลือด (platelet) หรือเข็ม (needles) แสดงในรูปที่ 2.16 ก. และ ข. ซึ่งเป็นชิ้นงานที่ไม่ซึ่งเติม Zr ใน ชั้นเคลือบ ขณะที่ชิ้นงานซึ่งเติม Zr 0.7 wt.% เมื่อวิเคราะห์ EDS ในแต่ละตำแหน่งพบธาตุดังตารางที่ 2.1 แสดงให้เห็นว่าเกิดออกไซด์ที่ซึ่งเติม Zr อยู่บริเวณผิวของชั้นเคลือบตำแหน่ง 6 และ 7 ดังรูปที่ 2.16 ง. นอกจากนี้ผิวของชิ้นงานซึ่งเติม Zr 0.1, 0.3 และ 0.5 wt.% พบลักษณะสัณฐานวิทยา เช่นเดียวกับชิ้นงานที่ซึ่งเติม Zr 0.7 wt.%

	Point	Element constant (in at.%)						
		0	Al	Zr	Ni			
5		43.02	57.98	-	-			
6		34.26	49.89	8.15	7.70			
7		35.99	52.39	5.20	6.42			

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีของแต่ละตำแหน่ง 5, 6 และ7 ดังรูปที่ 2.17 ง. [16]



รูปที่ 2. 16 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวออกไซด์บนชั้นเคลือบเมื่อออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 10 นาที ก.) ชิ้นงานไม่ซึ่งเติม Zr ที่กำลังขยายต่ำ, ข.) ชิ้นงานซึ่งเติม Zr 0.7 wt.% ที่กำลังขยายต่ำ, ค.) ชิ้นงานไม่ซึ่งเติม Zr ที่กำลังขยายสูง และ ง.) ชิ้นงานซึ่งเติม Zr 0.7 wt.% ที่กำลังขยายสูง [16]

จากงานวิจัยของ I. khakpour และคณะ [17] กล่าวว่าการเติมธาตุ RE เช่น Y, Hf และ Zr ในชั้นเคลือบสามารถปรับปรุงความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน ซึ่ง Zr และ Hf สามารถปรับปรุงการ ลดความเค้น (stress relief) โดยการลดอัตราการเปลี่ยนแปลงความคืบของออกไซด์ (oxide creep rate) เซอร์โคเนียมไอออนที่ขอบเกรนของอะลูมิเนียมออกไซด์สามารถขัดขวางการแพร่ออกของ อะลูมิเนียมและป้องกันการเกิดช่องว่างระหว่างออกไซด์และชิ้นงาน สามารถปรับปรุงการยึดติดของ α -Al₂O₃ และ Zr สามารถเร่งการแปลงเฟส θ -Al₂O₃ เป็น α -Al₂O₃ และลดความเครียดที่เกิดจากการ แปลงเฟส (phase transformation stress) ซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิดแตกร้าว (crack)

งานวิจัยของ I. khakpour และคณะศึกษาผลของการเติม Zr ในรูปของสารช่วยกระตุ้น (activator) ในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงที่อุณหภูมิ 1080 °C ใช้เวลา 3-5 ชั่วโมงและใช้ 1-6% ZrOCl_{2.8}H₂O/NH₄Cl (activator) บนโลหะผสม Inc-738 เมื่อทดสอบออกซิเดชัน (cyclic oxidation tests) ที่อุณหภูมิ 1100 °C พบว่า ชิ้นงานที่ใช้เวลาเผา 3 ชั่วโมงและใช้ activator 1, 2 และ 6 % มี น้ำหนักเพิ่มขึ้นเนื่องจากมีอัตราการเกิดออกซิเดชันสูงกว่าชิ้นงานที่ใช้เวลาเผา 5 ชั่วโมงและใช้ activator 1 และ 2 % ซึ่งมีการก่อตัวของชั้นออกไซด์ช่วงแรกเกิดการโตของออกไซด์และเมื่อถึงจุด ความหนาวิกฤต (critical thickness) จึงเกิดการหลุดร่อนของออกไซด์ส่งผลให้น้ำหนักชิ้นงานลดลง แสดงดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2. 17 Cyclic oxidation tests ที่อุณหภูมิ 1100°C [17]

ดังนั้นการเติม Zr บนชั้นเคลือบอะลูมิไนด์สามารถปรับปรุงความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิสูงได้เมื่อเทียบกับชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่ไม่เติม Zr รวมถึงการเพิ่มเวลาในกระบวนการอะลูมิ ในซิงและเพิ่มปริมาณ activator ส่งผลต่ออัตราการแพร่ของอะลูมิเนียม ซึ่งเกิดและโตเป็นชั้น อะลูมิเนียมออกไซด์ปกคลุมผิวชิ้นงาน แต่เมื่อเติม activator ปริมาณมากเกินจะส่งผลให้เกิดรูพรุน และการเกิดตำหนิ (defect) ในชั้นเคลือบ

จากงานวิจัยของ Maryana และคณะ [18] ศึกษาชั้นเคลือบที่เติม Zr บนนิกเกิลบริสุทธิ์, Mar M247 และ Mar M200 superalloys ซึ่งผ่านกระบวนการ chemical vapor deposition: CVD พบว่าเกิดชั้นเฟส β-NiAl และชั้น interdiffusion โดยพบว่ามีอนุภาคที่มีองค์ประกอบ Zr เกิด บนผิวของชั้นเคลือบอะลูมิไนด์บนชิ้นงานนิกเกิลบริสุทธิ์มากกว่าบนชิ้นงาน superalloy เนื่องจาก ความสามารถในการละลาย (solubility) ของ Zr บนชั้นเคลือบของชิ้นงานนิกเกิลบริสุทธิ์ต่ำกว่า

การเติม Zr สามารถปรับปรุงความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน เมื่อทดสอบออกซิเดชันของ ชั้นเคลือบที่เติมและไม่เติม Zr บน Mar M247 มีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันสูงแสดงในรูปที่ 2.18 เช่นเดียวกับชั้นเคลือบที่เติม Zr บนนิกเกิลบริสุทธิ์ และบน Mar M200 มีความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันสูงกว่าชั้นเคลือบที่ไม่เติม Zr แสดงดังรูปที่ 2.19 และ 2.20 เซอร์โคเนียมออกไซด์จะก่อตัว ที่ผิวชั้นเคลือบระหว่างเกิดออกซิเดชันสามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างอะลูมิเนียมออกไซด์และชั้น เคลือบอะลูมิไนด์จึงสามารถลดการหลุดร่อนได้



รูปที่ 2. 18 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของ Mar M247 superalloy โดยเส้นที่ 1 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิ ไนด์ที่เติม Zr และเส้นที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ [18]


รูปที่ 2. 19 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของนิกเกิลบริสุทธิ์ โดยเส้นที่ 1 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ และเส้น ที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่เติม Zr [18]



รูปที่ 2. 20 การเปลี่ยนแปลงเชิงมวลของ Mar M200 superalloy โดยเส้นที่ 1 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิ ในด์ และเส้นที่ 2 แสดงชั้นเคลือบอะลูมิไนด์ที่เติม Zr [18]

จากงานวิจัยของ D. li และคณะ [19] ศึกษาผลของการเติม Ti ต่อพฤติกรรมการเกิด ออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงของ FeAl intennetallic alloys พบว่าอัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงาน สามารถอธิบายได้โดย Parabolic rate law โดยพบว่าชิ้นงาน Fe-36.5Al alloy ที่ทดสอบออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิ 1000°C มีอัตราคงที่การเกิดออกซิเดชัน (k_p) เท่ากับ 2.4 mg²cm⁻⁴h⁻¹ ที่อุณหภูมิ 1100°C มีค่า kp เท่ากับ 3.3 mg²cm⁻⁴h⁻¹ และชิ้นงาน Fe-36.5A1-2Ti alloy อุณหภูมิ 1000°C มีค่า k_p เท่ากับ 1.3 mg²cm⁻⁴h⁻¹ ที่อุณหภูมิ 1100°C มีค่า k_p เท่ากับ 2.0 mg²cm⁻⁴h⁻¹ แสดงดังรูปที่ 2.21 ความแตกต่างของอัตราการเกิดออกซิเดชันเนื่องจากความแตกต่างของลักษณะสัณฐานวิทยาของ พื้นผิวและเฟสที่เกิดขึ้น โดยชิ้นงาน Fe-36.5Al alloy พบเฟส Al₂O₃ ที่ผิว ขณะที่ ชิ้นงาน Fe-36.5A1-2Ti alloy พบเฟส TiO และ Al₂O₃ โดยการเติม Ti สามารถปรับปรุงความต้านทานการเกิด ออกซิเดชันแก่ชิ้นงาน Fe-36.5Al alloy เนื่องจากเกิดเฟส TiO



บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 ชิ้นงานเหล็ก มีองค์ประกอบดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3. 1 ตารางธาตุองค์ประกอบของชิ้นงาน

Elements	Fe	Mn	Cu	С	Al	Ni	Со	Cr
Composition (wt.%)	Balance	0.226	0.089	0.067	0.05	0.029	0.026	0.0211
Elements	S	Si	, P	V	Мо	Nb	Ti	В
Composition (wt.%)	0.0153	0.0077	0.0058	0.0015	0.0014	0.0011	8000.0	0.0001

- 3.1.2 ผงซิลิคอนไดออกไซด์ (quartz, RHA)
- 3.1.3 ผงอะลูมิเนียม
- 3.1.4 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃)
- 3.1.5 ผงแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl)
- 3.1.6 อะซิโตน (Acetone)
- 3.1.7 ถ้วยอะลูมินา (Alumina crucible)

3.2 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบ รณ์มหาวิทยาลัย

3.3.1 ตัดชิ้นงานเหล็กกล้า ONGKORN ON VERSITY

- 3.3.2 ขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 220 2000
- 3.3.3 ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยอะซิโตนและจัดเก็บไว้ในภาชนะป้องกันความชื้น

3.3 ขั้นตอนกระบวนการอะลูมิไนซิง

3.3.1 เตรียมผงอะลูมิไนซิงด้วยเครื่องชั่งดิจิตอลมีองค์ประกอบดังตารางที่ 3.2

3.3.2 นำผงอะลูมิไนซิงเทลงถ้วยอะลูมินา โดยนำชิ้นงานวางไว้ตรงใจกลาง จากนั้นใช้ผง อะลูมิไนซิงและผงอะลูมิเนียมไดออกไซด์ปิดด้านบนสุด และอัดให้แน่น

3.3.3 ปิดฝาถ้วยอะลูมินา และใช้ลวดเหล็กกล้าไรสนิมมัดฝาให้แน่น

3.3.4 นำถ้วยอะลูมินาเข้าเตา ควบคุมบรรยากาศด้วยแก๊สอาร์กอน 3.5 L/min

3.3.5 ตั้งค่าอุณหภูมิ และเวลาในการเผาอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้ความร้อนที่ 5°C/min จากนั้นปล่อยชิ้นงานให้เย็นตัวในเตา

3.3.6 นำชิ้นงานจาก 3.3.5 ไปวิเคราะห์

ตารางที่ 3. 2 อัตราส่วนโดยมวลของผงอะลูมิในซิงตามสูตรต่างๆ

ชิ้นงาน	องค์ประกอบ (Composition, wt.%)				
(Specimens)	Quartz	RHA	Al	Al ₂ O ₃	NH ₄ Cl
No-Si	-	-	38		
9Q	9	-	29		
13.5Q	13.5	-	24.5		
18Q	18	1111/200	20	60	2
9R	- 1	9	29		
13.5R	- 3	13.5	24.5		
18R		18	20		

3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานจากกระบวนการอะลูมิไนซิง

3.4.1 นำชิ้นงานไปวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นของชั้นเคลือบโดยเทคนิค X-ray diffractometer (XRD) โดยใช้เป้าทองแดง รังสีเอกซ์ชนิด Ka** a=alpha

3.4.2 ตัดชิ้นงานตามแนวขวางด้วยเครื่องตัดละเอียด

3.4.3 นำชิ้นงานที่ตัดมาหล่อตัวเรือน (Mounting press) จากนั้นนำมาขัดระนาบ, ขัด ละเอียด (Grinding) และขัดเงา (Polishing)

3.4.4 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานและความหนาของชั้นเคลือบด้วยกล้อง จุลทรรศน์แสง (Optical microscope)

3.4.5 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) และ energy dispersive spectroscope (EDS)

3.5 ขั้นตอนการทดสอบและวิเคราะห์ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

3.5.1 นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงมาบันทึกขนาดของพื้นที่ผิว และชั่งน้ำหนัก

3.5.2 นำชิ้นงานเผาที่อุณหูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง โดยนำชิ้นงานออกมาชั่ง น้ำหนัก ทุก 10 ชั่วโมง

3.5.3 เมื่อเผาชิ้นงานครบ 50 ชั่วโมง นำชิ้นงานมาวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นโดยเทคนิค X-ray diffractometer (XRD) โดยใช้เป้าทองแดง รังสีเอกซ์ชนิด Ka** a=alpha

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง

4.1.1 ลักษณะชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง

ชิ้นงานเหล็กกล้าที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานมีลักษณะพื้นผิวดังรูปที่ 4.1 ชิ้นงานที่เติมควอตซ์และแกลบ 18 wt.% (ง. และช.) ปรากฏผิวเคลือบสีน้ำตาลแดงซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสนิมเหล็ก แตกต่างจากชิ้นงานอื่นที่ปรากฏผิว เคลือบโทนสีดำและสีเงิน



4.1.2 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นเคลือบ

ชิ้นงานเหล็กกล้าที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง เมื่อผ่านการตัดและขัดชิ้นงานพบว่าสามารถสร้างชั้นเคลือบบนชิ้นงานได้แสดงดังตารางที่ 4.1 โดย ลักษณะของผิวเคลือบมีความสม่ำเสมอและความหนาแตกต่างกันตามชนิดและปริมาณของซิลิคอนได ออกไซด์ที่เติมลงไป การเติมในปริมาณที่เท่ากันพบว่าชิ้นงานที่เติมควอตซ์มีผิวเรียบสม่ำเสมอมากกว่า ชิ้นงานที่เติมแกลบ

ความหนาของชั้นเคลือบลดลงเมื่อเติมซิลิคอนไดออกไซด์มากขึ้นแสดงดังรูปที่ 4.2 ชิ้นงาน เคลือบที่ไม่เติมซิลิคอนไดออกไซด์มีความหนาเฉลี่ย 215.29 µm ชิ้นงานที่เติมควอตซ์ 9, 13.5, 18 wt.% มีความหนาเฉลี่ย 153.86, 142.01 และ 139.8 μm ตามลำดับ และชิ้นงานที่เติมแกลบ 9, 13.5, 18 wt.% มีความหนาเฉลี่ย 189.14, 135.42 และ 116.37 μm ตามลำดับ โดยสังเกตเห็นว่า ชิ้นงานที่เติมแกลบความหนาลดลงอย่างมีนัยสำคัญ

ตารางที่ 4. 1 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ อะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง





รูปที่ 4. 2 ความหนาของขั้นฟิล์มโดยเฉลี่ยของขิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

4.1.3 โครงสร้างของสารประกอบในชั้นเคลือบ

ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง พบว่า ชิ้นงานที่ไม่เติมซิลิคอนไดออกไซด์ (No-Si) เกิดเฟส FeAl, Fe₃Al และ Al₂O₃ ชิ้นงาน 9Q และ 13.5Q เกิดเฟส FeAl ชิ้นงาน 18Q พบเฟส Al₂O₃, FeSi, Fe₂O₃ และ Fe₃O₄ แสดงดังรูปที่ 4.3

ชิ้นงานที่เติมแกลบ 9R เกิดเฟส FeAl, Fe₃Al, Al₂O₃ และ Fe₂O₃ ชิ้นงานเติมแกลบ 13.5R เกิดเฟส Al₂O₃ และ Fe₂O₃ ชิ้นงานที่เติมแกลบ 18R พบเฟส Fe₂O₃, FeSi และ Al₂O₃ แสดงดังรูปที่ 4.3



ร**ูปที่ 4. 3** XRD pattern ของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานเคลือบไม่เติมซิลิคอน ข.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 9 wt.% ค.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 13.5 wt.% ง.) ชิ้นงานเคลือบเติมควอตซ์ 18 wt.% จ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 9 wt.% ฉ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 13.5 wt.% และจ.) ชิ้นงานเคลือบเติม RHA 18 wt.%

4.2 ข้อบกพร่อง (Defect) ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิง

ชิ้นงานที่ผ่านการตัดขวางและขัด เมื่อนำมาวิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์แสงที่กำลังขยาย 1485 เท่า เพื่อหาพื้นที่โดยรวมของ defect ที่เกิดขึ้นตามความลึกจากผิวชิ้นงาน โดยแบ่งพิจารณา ช่วงละ 5 μm จากผิวชิ้นงานจนถึงบริเวณที่ไม่มี defect ปรากฏ แสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4. 4 การวิเคราะห์พื้นที่โดยรวมของ defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวน อะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

ชิ้นงาน 9Q พบการเกาะกลุ่มของ defect ที่ความลึก 55-65 μm ชิ้นงาน 13.5Q พบ defect ที่ความลึก 5-40 μm และพบมากที่ความลึก 10-15 μm ขณะที่ชิ้นงานเติมแกลบพบ defect จำนวน มากในชั้นเคลือบ ชิ้นงานเติมแกลบ 9R มี defect กระจายตัวอยู่ที่ความลึก 0-60 μm แต่จะพบ หนาแน่นที่ความลึก 40-60 μm และชิ้นงานที่เติมแกลบ 13.5R พบกระจายตัวอยู่ที่ความลึก 5-40 μm โดยพบ defect ในชั้นเคลือบของชิ้นงานเติมแกลบ 13.5R น้อยกว่าชิ้นงานที่เติมแกลบ 9R นอกจากนี้ชิ้นงานที่เติมซิลิคอนไดออกไซด์ 18 wt.% มีลักษณะการกระจายตัวของ defect ในชั้น เคลือบที่คล้ายกัน โดยพบมากสุดที่ผิวบริเวณ 0-20 μm เช่นเดียวกับชิ้นงานที่ไม่เติมซิลิคอนได ออกไซด์ พบ defect มากสุดบริเวณผิวชั้นเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4. 5 พื้นที่โดยรวม defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

4.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

4.3.1 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชัน

ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงโดยเติมซิลิคอนไดออกไซด์ พบว่าชิ้นงานเติมควอตซ์ 9Q, 13.5Q และ 18Q เมื่อผ่านการทดสอบออกซิเดชันเป็นเวลา 100 ชั่วโมง มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 37.48, 150.27 และ 108.93 mg/cm² ตามลำดับ และเมื่อผ่านไป 200 ชั่วโมง มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 248.15, 303.73 และ 289.26 mg/cm² ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ต่อพื้นที่กับเวลาในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ1000℃

ชิ้นงานเติมแกลบ 9R, 13.5R และ 18R เมื่อผ่านการทดสอบออกซิเดชันเป็นเวลา 100 ชั่วโมง มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 131.42, 155.51 และ 247.80 mg/cm² ตามลำดับ เมื่อเวลาในการทดสอบ ออกซิเดชันเพิ่มขึ้นจนถึง 200 ชั่วโมง พบว่ามีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 282.51, 210.49 และ 325.41 mg/cm² ตามลำดับ

ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงโดยไม่เติมซิลิคอนไดออกไซด์ (No-Si) เมื่อทดสอบ ออกซิเดชันที่เวลาผ่านไป 100 และ 200 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักเพิ่มขึ้น 89.39 และ 175.71 mg/cm² ตามลำดับ และชิ้นงานเหล็ก (bare sample) เมื่อนำมาทดสอบออกซิเดชัน 100 และ 200 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักเพิ่มขึ้น 299.56 และ 308.24 mg/cm² ตามลำดับ



ร**ูปที่ 4. 6** ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) กับเวลา (time) ในการทดสอบ ออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง



4.3.2 โครงสร้างของสารประกอบที่เกิดขึ้นหลังการทดสอบออกซิเดชัน

ร**ูปที่ 4. 7** XRD pattern ของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 50 ชั่วโมง ก.) ชิ้นงานไม่เติมซิลิคอน ข.) ชิ้นงานเติมควอตซ์ 9 wt.% ค.) ชิ้นงานเติมควอตซ์ 13.5 wt.% ง.) ชิ้นงานเติม ควอตซ์ 18 wt.% และจ.) ชิ้นงานเติม RHA 9 wt.%

ชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 50 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ เติมควอตซ์ 9Q พบเฟส α-Al₂O₃, Fe₃Al, Fe₂O₃, FeAl₂ และ FeO สังเกตได้ว่ายังคงพบเฟสของ สารประกอบเหล็กอะลูมิในด์อยู่ ชิ้นงานที่เติมควอตซ์ 13.5Q พบเฟส Fe₃O₄, Fe₂O₃, α-Al₂O₃ และ FeO เมื่อพิจารณาความเข้มสัมพัทธ์ของพีค Al₂O₃ ใน XRD pattern ของชิ้นงานเติมควอตซ์ 9Q จะ เห็นได้ว่ามีความเข้มของพีคสูงกว่าเฟสอื่นในชั้นเคลือบ ขณะที่ชิ้นงานที่เติมควอตซ์ 18Q พบเฟส Fe₂O₃, **α**-Al₂O₃, Fe₃O₄, SiO₂ และ FeO แสดงดังรูปที่ 4.7

ชิ้นงานที่เติมแกลบ 9R พบเฟส Fe₂O₃, **α**-Al₂O₃, Fe₃O₄ และ FeO โดยที่ไม่พบเฟสของ สารประกอบเหล็กอะลูมิไนด์ นอกจากนี้ชิ้นงานที่ไม่เติมซิลิคอนไดออกไซด์ (No-Si) พบเฟส **α**-Al₂O₃, FeAl₂, Fe₃Al, **γ**-Al₂O₃ และFe₂O₃ โดยเฟส **α**-Al₂O₃ ปรากฏความเข้มสัมพัทธ์ของพีคสูงกว่าเฟสอื่น ในชั้นเคลือบ เมื่อพิจารณาชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 50 ชั่วโมง จะสังเกตุได้ว่าทุกชิ้นงานจะพบเฟสอะลูมิเนียมออกไซด์และเหล็กออกไซด์



บทที่ 5 วิเคราะห์ผลการทดลอง

5.1 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการเติมซิลิคอนไดออกไซด์ในกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผง

การเติมซิลิคอนไดออกไซด์ในกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผงจะส่งผลต่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นใน ระบบ โดยซิลิคอนไดออกไซด์จะสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับอะลูมิเนียมตามสมการที่ 5.1 ส่งผล ให้ปริมาณอะลูมิเนียมในระบบลดลง

3SiO₂ (s) + 4Al (l) → 3Si (s) + 2Al₂O₃ (s) สมการที่ 5.1

เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมในระบบลดลงจะส่งผลต่อความดันไอของ AlCl₃(g) ที่เกิดจาก ปฏิกิริยาดังสมการที่ 5.2 ลดลงไปด้วย โดยสารประกอบ AlCl₃(g) เป็นสารตั้งต้นในขั้นตอนการ เกิดปฏิกิริยาแตกตัว (decomposition) บริเวณผิวของชิ้นงานได้ผลิตภัณฑ์เป็น Al(s) ดังสมการที่ 5.3 และ Al(s) จะแพร่และเกิดเป็นชั้นเคลือบเหล็กอะลูมิไนด์

Al (s) + 3HCl (g) \rightarrow AlCl₃(g) + 3/2H₂(g) สมการที่ 5.2

AlCl₃(g) → Al (s) + 3/2Cl₂(g) สมการที่ 5.3

5.2 ซิลิคอนที่พบในชั้นเคลือบ สามารณ์มหาวิทยาลัย

ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงโดยเติมซิลิคอนไดออกไซด์ผ่านการวิเคราะห์โดยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) โดยเครื่อง JEOL JSM-IT300/Oxford X-Max 20 จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS แสดงให้เห็นว่าซิลิคอนในชั้นเคลือบมีปริมาณน้อยมากกว่าค่า ขอบเขตของเครื่องมือที่จะทำการวิเคราะห์ออกมาเป็นเชิงปริมาณได้ (quantitative analysis) นั่นคือ น้อยกว่า 0.1–0.2 %wt. ทั้งนี้สามารถบ่งชี้ถึงการพบซิลิคอนในชั้นเคลือบได้จากกราฟแสดง EDS spectrum ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นเคลือบ แสดงดังรูปที่ 5.1 ชิ้นงานเคลือบเติมแกลบ 13.5 wt.% พบว่าเมื่อวิเคราะห์ EDS spectrum 1 แสดงดังรูปที่ 5.1 ข. พบพีคเอกลักษณ์ของซิลิคอน ในขณะที่ EDS spectrum 2 แสดงดังรูปที่ 5.1 ค. ตำแหน่งที่ลึกเข้ามาจากผิวของชิ้นงานกราฟไม่ แสดงพีคเอกลักษณ์ของซิลิคอน



รูปที่ 5. 1 บริเวณชั้นเคลือบที่นำมาวิเคราะห์โดยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ของ ก.) ชิ้นงานเติมแกลบ 13.5 wt.% ข.) กราฟ EDS spectrum บริเวณที่ 1 และ ค.) กราฟ EDS spectrum บริเวณที่ 2

5.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

5.3.1 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กและชิ้นงานเหล็กเคลือบผิว

ชิ้นงานเหล็กที่ไม่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผง (Bare) โดยผ่านกระบวนการขัดผิว มา ทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 5.2 พบว่าน้ำหนักของ ชิ้นงานมีการเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และน้ำหนักของชิ้นงานเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไป 100 ชั่วโมงจึงได้ แบ่งช่วงในการวิเคราะห์การเพิ่มขึ้นของน้ำหนักของชิ้นงานออกเป็นสองช่วงคือ ช่วง 0 – 100 ชั่วโมง และช่วง 110 – 200 ชั่วโมง

ช่วงแรกของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักที่เวลา 0 – 100 ชั่วโมง น้ำหนักของชิ้นงานมีการเพิ่มขึ้น อย่างรวดเร็วจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จากกราฟจะแสดงให้เห็นความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่ เพิ่มขึ้นต่อเวลามีรูปแบบเป็นพาราโบลิค (parabolic relationship) โดยขณะที่น้ำหนักชิ้นงานเพิ่มขึ้น อย่างต่อเนื่องแต่อัตราการเกิดออกซิเดชันกลับลงลง จึงคำนวณอัตราคงที่ของการเกิดออกซิเดชันของ ชิ้นงาน (k_p) โดยใช้ความสัมพันธ์เชิงพาราโบลิคพบว่ามีอัตราคงที่ของการเกิดออกซิเดชัน (k_p) เท่ากับ 2.63 x 10⁻⁷ g².cm⁻⁴.s⁻¹ เมื่อพิจารณาค่าที่คำนวณมาได้เที่ยบกับอัตราคงที่ของการเกิดออกซิเดชันใน เหล็ก พบว่าเป็นค่าที่อยู่ในช่วง 1.6 × 10⁻⁷ ถึง 7.9 × 10⁻⁶ g².cm⁻⁴.s⁻¹ ของการเกิดเหล็กออกไซด์ (FeO) ซึ่งรายงานไว้ในงานวิจัย [20-23] ทำให้การโตของออกไซด์จะเกิดจากการเคลื่อนที่ (migration) ของไอออนผ่านชั้นออกไซด์ที่มีลักษณะหนาแน่น (compact) และมีการยึดติดที่ดี (adherent) ดังนั้น อัตราการโตของชั้นออกไซด์ถูกควบคุมโดยการแพร่ (diffusion-controlled)

หลังจากชิ้นงานเหล็กผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 100 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักของชิ้นงานเริ่มคงที่ และน้ำหนักของชิ้นงานไม่เปลี่ยนแปลงหลังจากเวลาผ่านไป 170 ชั่วโมง จึงคาดว่าชิ้นงานเหล็กที่นำมาทดสอบออกซิเดชันเกิดเป็นเหล็กออกไซด์ทั้งชิ้นงาน



ร**ูปที่ 5. 2** ความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (weight gain) กับเวลา (time) ของชิ้นงานเหล็ก (Bare) และชิ้นงานเหล็กที่ผ่านการเคลือบผิว (No-Si) ในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง

ชิ้นงานเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงแบบผง (No-Si) เมื่อทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C แสดงดังรูปที่ 5.2 พบว่าน้ำหนักของชิ้นงานเพิ่มขึ้นคงที่กับเวลาเป็นความสัมพันธ์แบบ เส้นตรง (linear relationship) อัตราคงที่ของการเกิดออกซิเดชัน (k_i) เท่ากับ 2.49 x10⁻⁷ g.cm⁻².s⁻¹ ซึ่งการโตของออกไซด์จะถูกควบคุมโดย reaction-controlled โดยชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความพรุน (porosity) และมีรอยแตกร้าวขนาดไมครอน (microcrack) จะเห็นได้ว่าการปรับปรุงผิวโดย กระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงบนชิ้นงานเหล็ก (No-Si) สามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดีกว่า ชิ้นงานที่ไม่ผ่านการเคลือบ (Bare)

5.3.1 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเคลือบโดยเติมควอตซ์

ชิ้นงานเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงแบบผงโดยเติมควอตซ์ 9Q, 13.5Q และ 18Q ที่ อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง และนำมาทดสอบการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานแสดงดังรูปที่ 5.3 จะเห็นได้ว่าใน ช่วงแรกมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานเล็กน้อย จากนั้นน้ำหนักของชิ้นงานจะค่อยๆเพิ่มขึ้น และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จึงสามารถแบ่งช่วงในการวิเคราะห์ออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ initial stage, transition stage และ final stage แสดงดังรูปที่ 5.4



รูปที่ 5. 3 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักของชิ้นงาน (weight gain) กับเวลา (time) ของชิ้นงานเคลือบผิวโดย การเติมควอตซ์ ในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง



รูปที่ 5. 4 แบบจำลอง oxidation stage ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบผิวโดย การเติมควอตซ์นการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ก.) Initial stage ข.) Transition stage และ ค.) Final stage

ในช่วง initial stage แสดงดั่งรูปที่ 5.5 ก. พบว่าชิ้นงานเคลือบที่เติมควอตซ์ 9Q มีน้ำหนัก ชิ้นงานที่ต่ำกว่า 13.5Q และ 18Q ตามลำดับ น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นต่อเวลามีรูปแบบเป็นพาราโบลิค ดังนั้นจึงนำมาสร้างกราฟรูปแบบ exponential function ดังรูป 5.5 ข. เพื่อแสดงให้เห็นถึง ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงาน (weight gain)² กับเวลา (time) ในลักษณะ กราฟเส้นตรง ชิ้นงาน 9Q พบว่ามีช่วง initial stage ที่เวลา 0 – 40 ชั่วโมง มีค่า k_p เท่ากับ 1.92 x 10^{-10} g².cm⁻⁴.s⁻¹ ชิ้นงาน 13.5Q พบว่ามีช่วง initial stage ที่เวลา 0 – 30 ชั่วโมง มีค่า k_p เท่ากับ 6.61 × 10^{-10} g².cm⁻⁴.s⁻¹ และคาดว่าชิ้นงาน 18Q มีช่วง initial stage ที่น้อยกว่า 10 ชั่วโมง มีค่า k_p เท่ากับ 6.61 × 10^{-10} g².cm⁻⁴.s⁻¹ และคาดว่าชิ้นงาน 18Q มีช่วง initial stage ที่น้อยกว่า 10 ชั่วโมง เมื่อนำ ค่า k_p ที่ได้จากการคำนวณมาเทียบกับค่าอัตราคงที่การเกิดออกซิเดชันในโลหะ พบว่ามีค่าใกล้เคียง กับ k_p ของการโตของ Al₂O₃ (k_p = 6.67 × 10^{-10} g².cm⁻⁴.s⁻¹) [19] โดยจากผลการวิเคราะห์ X-ray diffractometer (XRD) ของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 50 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่าในชิ้นงานที่เติมควอตช์พบเฟส Al₂O₃ จึงสรุปได้ว่าในช่วง initial stage น้ำหนักเพิ่มขึ้นจากการโตของ Al₂O₃ กลไกการโตของออกไซด์ถูกควบคุมโดย diffusioncontrolled ซึ่งได้จำลองโครงสร้างจุลภาคของการทดสอบออกซิเดชันในช่วง initial stage ดังรูปที่ 5.7 ก. และ ข.



TULALUNUKUNN UNIVENJI

รูปที่ 5. 5 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ช่วง Initial stage ของ ชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์ ก.) แสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain) กับเวลา (time) และ ข.) กราฟ exponential function ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (weight gain)² กับเวลา (time)

เมื่อผ่านช่วง initial stage น้ำหนักของชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องเป็นช่วง transition stage โดยจำลองโครงสร้างจุลภาคของการเกิดออกซิเดชันในช่วง transition stage ดังรูปที่ 5.7 ค. และ ง. พบว่า defect ที่มีอยู่ในชั้นเคลือบอะลูมิไนด์จะส่งผลอย่างมากต่อการเสื่อมสภาพของชั้น Al₂O₃ โดยผลจาก thermal expansion coefficient (TEC) ทำให้ microcrack ที่มีอยู่ในชั้นเคลือบ โตขึ้น และส่งผลให้น้ำหนักเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง final stage เมื่อพิจารณาช่วง final stage พบว่าอัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเติมควอตซ์คล้ายกับ อัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็ก (Bare) ในหัวข้อ 5.3.1 พบว่าช่วงหลังจาก 100 ชั่วโมง ชิ้นงานเหล็ก (Bare) มีแนวโน้มเกิดเป็นออกไซด์ทั้งชิ้นงาน ดังนั้นเพื่อลดผลของมวลชิ้นงานเหล็กที่มี ขนาดเล็ก ซึ่งจะส่งผลต่ออัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานที่เวลามากขึ้น จึงได้ตั้งสมมุติฐาน "ชิ้นงานเหล็กที่มีขนาดเล็ก เวลาที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชันควรสั้น" หมายถึงในการทดสอบ ออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กที่มีขนาดเล็ก เวลาที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชันควรสั้น" หมายถึงในการทดสอบ ออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กที่มีขนาดเล็ก เวลาที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชันควรสั้น" หมายถึงในการทดสอบ ออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กที่มีขนาดเล็ก เวลาที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชันควรส้้น" หมายถึงในการทดสอบ ออกซิเดชันของชิ้นงานเหล็กที่มีขนาดเล็ก เวลาที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชันควรจำกัดอยู่เพียงระยะ สั้นที่เพียงพอจะไม่ทำให้ผลของปริมาณเหล็กในชิ้นงานส่งผลต่ออัตราการเกิดออกซิเดชันเมื่อเวลา เพิ่มขึ้น จึงได้ออกแบบการวิเคราะห์ในช่วง final stage โดยการสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง น้ำหนักของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปต่อน้ำหนักเริ่มต้น (ΔW/Wi) และเวลา (time) แสดงดังรูปที่ 5.6 จะเห็นได้ว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานเติมควอตซ์ในช่วง final stage คล้ายกับชิ้นงาน เหล็ก (Bare) ดังนั้นน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นเป็นการโตของชั้นเหล็กออกไซด์ ซึ่งได้จำลองโครงสร้างจุลภาคดัง รูปที่ 5.7 จ. และ ฉ



รูปที่ 5. 6 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อน้ำหนักเริ่มต้นในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ของ ชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมควอตซ์และชิ้นงานเหล็ก (Bare)





5.3.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานเคลือบโดยเติมแกลบ

ชิ้นงานเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงโดยเติมแกลบที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง นำมาทดสอบการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 5.8 เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของชิ้นงานพบว่าน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นจากการทดสอบ ออกซิเดชันแบ่งเป็น 2 ช่วง นั่นคือ initial stage และ final stage ดังแสดงดังรูปที่ 5.9





ช่วง initial stage ของขึ้นงานที่เติมแกลบอยู่ที่ 0 – 20 ชั่วโมง มีอัตราการเกิดออกซิเดชันที่ ต่ำกว่าช่วง final stage คาดว่าเป็นผลมาจากการโตของเฟส α-Al₂O₃ ยืนยันได้จากผลการวิเคราะห์ X-ray diffractometer (XRD) ของขึ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 50 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.7 การโตของเฟส α-Al₂O₃ ทำให้น้ำหนักของชิ้นงานจากการเกิด ออกซิเดชันเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งชั้น α-Al₂O₃ สามารถคงอยู่ได้เพียงช่วงระยะสั้น 0 - 20 ชั่วโมง โดยได้ จำลองโครงสร้างจุลภาคของการเกิดออกซิเดชันในช่วง initial stage ดังรูปที่ 5.11 ก.

ช่วง final stage น้ำหนักของชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างมากเป็นผลจากการมีอยู่ของ defect และ เหล็กออกไซด์ที่พบจากผลการวิเคราะห์ XRD ของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C รูปที่ 4.3 ดังนั้นเพื่อพิจารณาในช่วง final stage จึงนำกราฟระหว่างน้ำหนักของชิ้นงานที่ เปลี่ยนแปลงไปต่อน้ำหนักเริ่มต้น (ΔW/Wi) และเวลา (time) มาวิเคราะห์ แสดงดังรูปที่ 5.10 เมื่อนำ ชิ้นงานเคลือบที่เติมแกลบ มาเทียบกับชิ้นงานเหล็ก (Bare) พบว่ามีอัตราการเกิดออกซิเดชันคล้ายกัน ดังนั้นน้ำหนักของชิ้นงานเคลือบที่เติมแกลบเพิ่มขึ้นเนื่องจากการโตของชั้นเหล็กออกไซด์ โดยได้ จำลองโครงสร้างจุลภาคของการเกิดออกซิเดชันในช่วง final stage ดังรูปที่ 5.11 ข.



รูปที่ 5. 9 แบบจำลอง oxidation stage ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติม แกลบในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ก.) Initial stage และ ข.) Final stage



รูปที่ 5. 10 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อน้ำหนักเริ่มต้นในการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C ของ ชิ้นงานเคลือบผิวโดยการเติมแกลบและชิ้นงานเหล็ก (Bare)



บทที่ 6 สรุปผลการทดลอง

ชิ้นงานเหล็กที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง พบว่า ชิ้นงานที่เติมควอตซ์และแกลบสามารถสร้างชั้นเคลือบเหล็กอะลูมิไนด์ได้ เมื่อเติมซิลิคอนไดออกไซด์ มากขึ้นความหนาของชั้นเคลือบลงลง เนื่องจากอะลูมิเนียมที่มีอยู่ในระบบถูกนำมาใช้ในการ เกิดปฏิกิริยารีดิวซ์ซิลิคอนไดออกซ์จึงส่งผลต่อความหนาของชั้นเคลือบ ชิ้นงานที่เติมควอตซ์และ แกลบน้อยกว่า 18wt% สามารถเกิดเฟสเหล็กอะลูมิไนด์ นอกจากนี้การเติมแกลบจะส่งผลให้เกิด เหล็กออกไซด์ในชั้นเคลือบ

จากการทดสอบความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมงพบว่า ชิ้นงานที่เติมควอตซ์มีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่ดีกว่าชิ้นงานที่เติมแกลบ ชิ้นงานที่เติมควอตซ์สามารถแบ่งกลไกออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ initial stage, transition stage และ final stage ในช่วง initial stage มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยกลไก diffusion-controlled ของ การเกิดเฟส Al₂O₃ จากนั้น defect ที่มีอยู่ในชิ้นงานจะส่งผลต่ออัตราการเกิดออกซิเดชันจึงเกิดช่วง transition stage และน้ำหนักของชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง final stage โดยคาดว่ามีผลมา จากการเกิดเฟส FeO เนื่องจากอัตราการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักชิ้นงานที่เติมควอตซ์คล้ายกับชิ้นงาน Bare sample โดยชิ้นงานเติมควอตซ์ 9 wt.% มีความสามารถในการต้านทานการออกซิเดชันได้ ดีกว่าชิ้นงานที่ไม่เติมซิลิคอนไดออกไซด์ในช่วง 0-150 ชั่วโมง

การทดสอบความต้านทานการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานที่เติมแกลบพบว่าสามารถแบ่ง กลไกออกเป็น 2 ช่วง ได้แก่ initial stage และ final stage ในช่วง initial stage การเปลี่ยนแปลง น้ำหนักเป็นผลของการเกิดเฟส Al₂O₃ เช่นเดียวกับชิ้นงานที่เติมควอตซ์ แต่มีช่วงที่สั้นกว่าเนื่องมาจาก การเกิดเหล็กออกไซด์หลังจากผ่านกระบวนการอะลูมิในซิงจึงส่งผลให้เกิดช่วง final stage เร็วขึ้น ช่วง final stage พบว่ามีการเพิ่มน้ำหนักของชิ้นงานที่คล้ายกับชิ้นงาน Bare sample น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากการเกิดเฟส FeO

บรรณานุกรม

- 1. Hou, P.Y., 1.10 Oxidation of Metals and Alloys. 2010: p. 195 239.
- S. Han, et al., Influence of silicon on hot-dip aluminizing process and subsequent oxidation for preparing hydrogen/tritium permeation barrier. International Journal of Hydrogen Energy, 2010. 35(7): p. 2689 - 2693.
- 3. Jaypuria, S.K., *Heat treatment of low carbon steel*, in *Department of Mechanical Engineering* 2008, National Institute of Technology Rourkela-769008.
- 4. Isiko, M.B., Aluminizing od plain carbon steel Effect of temperature on

coating and alloy phase morphology at constant holding time, in Department of Materials Science and Engineering. 2012, Norwegian University of Science and Technology.

- 5. Si, X., B. Lu, and Z. Wang, *Aluminizing Low Carbon Steel at Lower Temperatures.* Journal of Materials Science and Technology, 2009. **25**.
- 6. Behrani, V., Surface modifications of steels to improve corrosion resistance in sulfidizing-oxidizing environments, in Philosophy in Materials Science and Engineering 2007, Georgia Institute of Technology.
- L. Levin, et al., Controlled formation of surface layers by pack aluminization.
 Surface and Coatings Technology, 1998. 106(2): p. 209 213.
- 8. N. Kandasamy, L.L. Seigle, and F.J. Pennisi, *The kinetics of gas transport in halideactivated aluminizing packs.* Thin Solid Films, 1981. **84**(1): p. 17 - 27.
- 9. Aziz, E.-S., Effect of hot dip aluminizing on surface microstructure of an AISI 316L stainless steel. 2009.
- 10. W.J. Cheng and C.J. Wang, *Microstructural evolution of intermetallic layer in hotdipped aluminide mild steel with silicon addition.* Surface and Coatings Technology, 2011. **205**(19): p. 4726 - 4731.
- R. Yang, et al., *Microstructure and Oxidation Behavior of Modified Aluminide Coating on Ni3Al-based Single Crystal Superalloy.* Chinese Journal of Aeronautics, 2012. 25(5): p. 825 - 830.

- 12. W.T. Tsai and K.E. Huang, *Microstructural aspect and oxidation resistance of an aluminide coating on 310 stainless steel.* Thin Solid Films, 2000. **366**(1): p. 164 168.
- 13. F. Zarei, H. Nuranian, and K. Shirvani, *Effect of Si addition on the microstructure* and oxidation behaviour of formed aluminide coating on HH309 steel by castaluminizing. Surface and Coatings Technology, 2020. **394**: p. 125901.
- L.K. Wu, J.J. Wu, and W.Y. Wu, High temperature oxidation resistance of γ-TiAl alloy with pack aluminizing and electrodeposited SiO2 composite coating. Corrosion Science, 2019. 146: p. 18 - 27.
- R. Bianco and R.A. Rapp, Pack cementation aluminide coatings on superalloys: codeposition of Cr and reactive elements The Electrochemical Society, Inc., 1993. Vol. 140(No. 4): p. 10.
- 16. Y. Zhou and e. al, *The oxidation performance for Zr-doped nickel aluminide coating by composite electrodepositing and pack cementation.* Corrosion Science, 2017. **123**: p. 103 115.
- I. Khankpour, R. Soltani, and M.H. Sohi, *Microstructure and High Temperature* Oxidation Behaviour of Zr-Doped Aluminide Coatings Fabricated on Nickel-based Super Alloy. Procedia Materials Science, 2015. 11: p. 515 - 521.
- Z. Yavorska, et al., *The Effect of Zirconium Addition on the Oxidation Resistance of Aluminide Coatings*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2015.
 24: p. 1614-1625.
- 19. Li, D., D. Lin, and T. Lin, *The Effect of Ti Addition on Oxidation Behavior of FeAl Intermetallic Alloy.* MRS Proceedings, 2011. **460**.
- 20. Sneha, S., *High* -*Temperature Oxidation of Metals.* 2016.
- 21. D.R. Poirier and G.H. Geiger, *Transport Phenomena in Materials Processing*. 2016, The Minerals, Metals, and Materials Society 2016: Springer, Cham.
- 22. Chapter 3 Oxidation of Pure Metals. 2016: p. 85 144.
- 23. Chapter 2 FUNDAMENTAL CONCEPTS. 2007: p. 5 16.





รูปที่ ก. 1 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS

175	-	<mark>, markana sa sa</mark>	
100µm		Electron Image 1	



Element	Weight%	Atomic%
СК	41.80	59.49
ОК	24.69	26.38
Al K	11.84	7.50
Fe K	21.67	6.63
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 2 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง

spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 3 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS





Element	Weight%	Atomic%
Al K	24.87	40.66
Fe K	75.13	59.34
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 4 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

E mutade	Fe Al C C Full Scale 1066 cts Cur	3 4 5 sor: 0.000	Fe Fe 6 7 8
	Element	Weight%	Atomic%
		4.61	15./1
	AIN	18.43	27.93
	Fe K	76.96	56.36
	Totals	100.00	
	Totals	100.00	

รูปที่ ก. 5 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



	Fe							Spec	trum 5
	Π.								
II.						Fe			
						h			
						Į.			
						ł			
						H			
						- 11			
		d				- 11	Fe		
۱Ľ	كسها كر	have	· ·····				_Λ.		
		2	3	4	5	0	1	0	9
Full	Scale 119	4 cts Cu	rsor: 0.0	00					keV

Element	Weight%	Atomic%
СК	4.13	16.35
Al K	2.12	3.74
Fe K	93.76	79.91
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 6 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน No-Si บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง



60



รูปที่ ก. 7 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 8 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM

และ EDS



รูปที่ ก. 9 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS





Element	Weight%	Atomic%	
Al K	14.65	26.22	
Fe K	85.35	73.78	
Totals	100.00		

รูปที่ ก. 10 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง

spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 11 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS





Element	Weight%	Atomic%
Al K	12.28	22.47
Fe K	87.72	77.53
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 12 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University


รูปที่ ก. 13 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS



Fe			:	Sum Spect	rum
	Fe				
	l				
	 Fe				
	_``.		10	12	
/ 2 + Full Scale 35991 cts Cursor: 0.00	10	0	10	12	keV/

Weight%	Atomic%
6.64	12.81
0.19	0.35
93.17	86.84
100.00	
	Weight% 6.64 0.19 93.17 100.00

รูปที่ ก. 14 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.50 บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค

SEM และ EDS



รูปที่ ก. 15 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 16 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.50 บริเวณที่ 2 ตำแหน่งที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 17 ปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 2 ตำแหน่งที่ 2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 18 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5Q บริเวณที่ 3 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 19 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุผิวของชิ้นงานเคลือบ 180 บริเวณที่ 1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS





รูปที่ ก. 20 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS



Ç					Spec	trum 1
			Fe A	Fe		
	3 4	5		7	8	9
Full Scale 2253 cts Ci	ursor: 0.000					keV

Element	Weight%	Atomic%
СК	58.94	75.53
ОК	14.86	14.30
Al K	9.33	5.32
Si K	0.74	0.40
Fe K	16.14	4.45
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 21 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง

spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 22 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 23 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง

spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 24 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS Spectrum 3



รูปที่ ก. 25 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง





รูปที่ ก. 26 โครงสร้างจุลภาคและการกระจายตัวของธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 2 ด้วย เทคนิค SEM และ EDS





Element	Weight%	Atomic%
СК	8.30	15.66
ОК	40.86	57.88
ALK	13.43	11.28
Fe K	37.41	15.18
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 27 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง

spectrum1 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 28 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



AI							Spe	ctrum 3
1								
0								
Ī.								
1 1								
c								
,71/1 , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	2	3	4	5	6	7		9
ull Scale 6458	- cts Cu	rsor: 0.0		-	-		- T	keV

Element	Weight%	Atomic%
СК	14.44	21.41
ОК	48.75	54.28
Al K	36.82	24.31
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 29 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง



รูปที่ ก. 30 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 9R บริเวณที่ 3 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

	NH PULL	Spectrum 1	
	L and L	Attai	. 1.50% 1
100µm 1		Electron Image 1	

C Al			Fe	Fe	Spectr	
Full Scale 1868 cts Cur		5	0	1	U	o keV
Tui ocule 1000 cta cui	301. 0.000					NO V

Element	Weight%	Atomic%
СК	46.58	67.20
N K	4.10	5.07
ОК	11.91	12.90
Al K	8.92	5.73
Si K	0.86	0.53
Fe K	27.63	8.57
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 31 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง





รูปที่ ก. 32 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

	• Spectrum 3	
100µm	Electron Image 1	1/2



Element	Weight%	Atomic%
Al K	15.47	27.34
Si K	0.58	0.99
Fe K	83.95	71.67
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 33 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง

spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 34 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum4 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS







รูปที่ ก. 36 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum6 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS Spectrum



Fe					Fe	Fe	Spec	
р — — — —	1 2	3	4	5	6	7	8	9
Full Sca	le 2088 cts Ci	irsor: 0.0	00					kev

Element	Weight%	Atomic%
Al K	4.88	9.60
Fe K	95.12	90.40
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 37 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง

spectrum7 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

	// // <u>PPICC 91</u>	2949 <u> </u>			
	ALLAN .	Manufactoria	Fe 1 2 FullScale 2219 cts Curs	3 4 5 07:0,000	Fe Fe 6 7 8 9 keV
			Element	Weight%	Atomic%
			Fe K	100.00	100.00
			Totals	100.00	
100um	Spectrum 8				

รูปที่ ก. 38 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 1 ตำแหน่ง spectrum8 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



					Spectr	um 1
			Fe	Fe		
1 2 3	4	5	• 6	7	8	9
Full Scale 2793 cts Cursor: 0.000						keV

Element	Weight%	Atomic%
СК	12.99	21.86
ОК	43.60	55.06
Al K	19.06	14.28
Fe K	24.34	8.81
Totals	100.00	

รูปที่ ก. 39 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง





60µm Electron Image 1

รูปที่ ก. 40 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum2 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 41 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุในชั้นเคลือบของชิ้นงาน 13.5R บริเวณที่ 2 ตำแหน่ง spectrum3 ด้วยเทคนิค SEM และ EDS



รูปที่ ก. 42 โครงสร้างจุลภาคและพื้นที่โดยรวมของ defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่าน กระบวนอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

Depth (µm)	No-Si	9Q	13.5Q	18Q	9R	13.5R	18R
0-5	1156.48	16.622	23.279	1025.991	315.104	16.45	519.554
5-10	1185.658	10.394	38.975	1043.229	307.639	115.278	1034.939
10-15	1172.221	2.982	81.256	681.554	361.892	43.099	671.962
15-20	944.32	0	37.917	214.41	329.644	55.339	142.188
20-25	720.849	0	41.311	119.618	311.762	104.601	57.726
25-30	362.713	0	42.722	82.726	214.106	114.41	51.736
30-35	86.016	0	47.043	97.135	211.502	87.283	98.524
35-40	22.853	0	38.622	123.611	229.948	104.76	13.585
40-45	20.099	0	9.964	55.165	346.181	4.601	0
45-50	11.576	0	7.098	1.997	470.573	0	0
50-55	15.186	9.079	0.485	0	497.266	0	0
55-60	5.323	51.358	0	0	311.285	0	0
60-65	0	47.586	0	0	136.936	0	0
65-70	0	0	0	0	90.321	0	0
70-75	0	0/0		0	21.484	0	0
75-80	0	0	0	0	0.043	0	0
sum	5703.294	138.021	368.672	3445.436	4155.686	645.821	2590.214
				- 10			

ตารางที่ ก. 1 พื้นที่โดยรวมของ defect ที่พบตามช่วงความลึกจากผิวชิ้นงานที่ผ่านกระบวนอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย HIII ALONGKORN HNIVERSITY

Times			V	Veight of sp	pecimens (g	()		
(h)	No-Si	9Q	13.5Q	18Q	9R	13.5R	18R	Bare
0	3.2175	3.1577	3.03	3.1813	3.6476	2.3563	3.5063	3.0478
10	3.2419	3.1678	3.0405	3.1961	3.673	2.374	3.5292	3.4845
20	3.275	3.1733	3.0534	3.2304	3.711	2.3959	3.8511	3.6981
30	3.3108	3.1758	3.061	3.2666	3.7858	2.505	3.9949	3.8226
40	3.3544	3.1806	3.0852	3.3125	3.8457	2.5939	4.1184	3.9301
50	3.3951	3.1895	3.1255	3.3614	3.9035	2.6843	4.165	4.0058
60	3.4384	3.2043	3.1904	3.4226	3.9683	2.7751	4.3255	4.0891
70	3.4778	3.2244	3.2934	3.4728	4.0391	2.8652	4.418	4.1954
80	3.5213	3.2501	3.4203	3.5289	4.1223	2.9513	4.5003	4.298
90	3.5606	3.2813	3.5425	3.5821	4.209	3.0312	4.5685	4.3574
100	3.5963	3.3236	3.6653	3.6424	4.2981	3.0991	4.6401	4.3804
110	3.6368	3.3845	3.7907	3.7123	4.398	3.1581	4.718	4.3929
120	3.6746	3.4619	3.8868	3.7874	4.4969	3.2029	4.7889	4.3998
130	3.7057	3.557	3.9644	3.8657	4.5868	3.2427	4.853	4.4045
140	3.7428	3.6561	4.0368	3.9454	4.6689	3.2767	4.9131	4.41
150	3.7792	3.7609	4.0948	4.0225	4.7427	3.3089	4.9507	4.413
160	3.8141	3.8784	4.157	4.1034	4.8138	3.3358	4.9669	4.4165
170	3.85	3.9831	4.213	4.1836	4.8861	3.3472	4.9761	4.4187
180	3.8852	4.0893	4.2512	4.2708	4.9467	3.3517	4.9842	4.4192
190	3.9203	4.183	4.2917	4.3379	5.0004	3.3546	4.9899	4.4192
200	3.9598	4.256	4.3141	4.4058	5.0442	3.3617	4.9952	4.4192

ตารางที่ ก. 2 น้ำหนักของชิ้นงานที่นำมาทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง

Oxidation	Specimens						
times (h)	No-Si	9Q	13.5Q	18Q	9R	13.5R	18R
0							
10						and the second	
20		34					h
30		-					h
40		-					
50						Ser S	
60	-	10 · ·					
70		A • • •					
80		8. ·					
90							
100							

ตารางที่ ก. 3 พื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้าที่ผ่านกระบวนการอะลูมิไนซิงที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลา 2.25 ชั่วโมง และผ่านการทดสอบออกซิเดชันทุก 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 1000℃ เป็นเวลารวม 200 ชั่วโมง

110		100			
120	E.	P.C.			
130					
140					
150					
160					
170					
180					
190		M			
200		ES			a

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นางสาว บวรรัตน์ เอมทิพย์
วัน เดือน ปี เกิด	14 กุมภาพันธ์ 2537
สถานที่เกิด	จังหวัดราชบุรี
วุฒิการศึกษา	- ประถมศึกษา โรงเรียนมารีวิทย์
	- มัธยมศึกษา โรงเรียนสิงห์สมุทร
	- วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวัสดุขั้นสูงและนาโนเทคโนโลยี
	คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
	มหาวิทยาลัยศิลปากร
ที่อยู่ปัจจุบัน	19/189 ม.7 ต.พลูตาหลวง อ.สัตหีบ จ.ชลบุรี 20180
ผลงานตีพิมพ์	B. Emtip, P. Visuttipitukul, S. Leelachao. Effect of Silicon
	Addition on Oxidation Resistance of Pack Aluminized
	Commercial Pure Iron. AIP conference proceedings.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย Chulalongkorn University