

ผลของการเติมถ้ำแก่ลบต่อการเกิดขึ้นฟิล์มในกระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงบอนนิกเกิลบริสุทธิ์



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR) เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2560
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECT OF RICE HUSK ASH ADDITION ON FILM FORMATION
IN PACK ALUMINIZING PROCESS FOR PURE NICKEL

Mr. Boonyarith Hengprayoon



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

Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2017

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ผลของการเติมเถ้าแกลบต่อการเกิดชั้นฟิล์มใน
กระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงบนนิเกิลบริสุทธิ์

โดย

นายบุญฤทธิ์ เสงประยูร

สาขาวิชา

วิศวกรรมโลหการและวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปัญญาวัชร ว่างยาว)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร.สมฤกษ์ จันทระอัมพร)

บุญฤทธิ์ เสงประยูร : ผลของการเติมเถ้าแกลบต่อการเกิดชั้นฟิล์มในกระบวนการอะลูมิเนียมในซิงแบบผงบนนิกเกิลบริสุทธิ์ (EFFECT OF RICE HUSK ASH ADDITION ON FILM FORMATION IN PACK ALUMINIZING PROCESS FOR PURE NICKEL) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ดร.ศิริชัย ลีลาเซาว์, 67 หน้า.

การปรับปรุงกระบวนการอะลูมิเนียมในซิงแบบผงทำได้โดยการเจือธาตุซิลิกอนเพื่อเพิ่มความเสถียรของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง ซึ่งเถ้าแกลบมีส่วนประกอบของซิลิกาอยู่มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในงานวิจัยนี้จะหาความเป็นไปได้ในการใช้เถ้าแกลบแทนซิลิกาจากอุตสาหกรรม (ควอทซ์) เพื่อเจือซิลิกอนลงในกระบวนการอะลูมิเนียมในซิงแบบผง โดยวิเคราะห์ถึงความแตกต่างของโครงสร้างผลึก สารเจือในเถ้าแกลบ ขนาดอนุภาค ลักษณะพื้นผิวและพื้นที่ผิวจำเพาะระหว่างผงควอทซ์และผงเถ้าแกลบที่จะส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างของสารประกอบของชั้นแพร่และปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นแพร่ในผิวชิ้นงานที่ใช้สารตั้งต้นเป็นควอทซ์และเถ้าแกลบ ซึ่งปริมาณสารเจือที่เติมคือ 9, 13.5, 18 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เเผาที่อุณหภูมิ 800 และ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และทดสอบความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ชิ้นงานที่นำมาทดสอบคือ นิกเกิลบริสุทธิ์, ชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในซิงที่ 900°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 13.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำอะลูมิเนียมในซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงและชิ้นงานที่เติมเถ้าแกลบ 13.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำอะลูมิเนียมในซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำชิ้นงานมาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างของสารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ผิว พบว่าชิ้นงานที่เติมเถ้าแกลบจะมีปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นแพร่มากกว่าและมีความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงกว่าชิ้นงานที่เติมควอทซ์

ภาควิชา	วิศวกรรมโลหการ	ลายมือชื่อนิสิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการและวัสดุ	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ปีการศึกษา	2560	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5971472421 : MAJOR METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

KEYWORDS:

BOONYARITH HENGPRAYOON: EFFECT OF RICE HUSK ASH ADDITION ON FILM FORMATION IN PACK ALUMINIZING PROCESS FOR PURE NICKEL. ADVISOR: ASSOC. PROF. PATAMA VISUTTIPITUKUL, Ph.D., CO-ADVISOR: SIRICHAJ LEELACHAO, D.Eng., 67 pp.

Improvement of the pack aluminizing process by doping silicon is achieved in order to increase the stability of the oxide layer in which occurs at high temperature. Rice Husk Ash (RHA) was found to contain more than 90 wt.% SiO₂. In this research, it is possible to use RHA instead of commercial silica (quartz) for doping silicon in pack aluminizing process. Differences in crystal structure, impurities in RHA, particle size, surface morphology and specific surface area between quartz powder and RHA powder were analyzed. Those had an influence on microstructure, phase and the silicon content in the diffusion layer. The composition of pack mixtures at 9, 13.5, 18 wt.% quartz/RHA were heated to 800 and 1000°C for 4 hours. Oxidation test was conducted at 1000°C for 100 hours on the following samples: pure nickel, Al coated prepared at 900°C for 4 hours, Al+quartz 13.5 wt.% prepared at 1000°C for 4 hours and Al+RHA 13.5 wt.% prepared at 1000°C for 4 hours. After oxidation, samples were subjected to analyses of surface morphology and phase of the oxide layer occurring at the surface. The results show that Al+RHA coated has higher silicon content in diffusion layer and oxidation resistant at high temperature higher than that of Al+quartz coated.

Department: Metallurgical Engineering Student's Signature

Field of Study: Metallurgical and Advisor's Signature

Materials Engineering Co-Advisor's Signature

Academic Year: 2017

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้วิจัยขอกราบ
ขอบพระคุณที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล ซึ่งได้กรุณาให้
ความช่วยเหลือและแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัยด้วยดีตลอดมา และขอกราบ
ขอบพระคุณที่ปรึกษากิตติมศักดิ์ (ร่วม) อาจารย์ ดร.ศิริชัย ลีลาเชาว์ ที่อนุเคราะห์โลหะนิกเกิล
บริสุทธิ์สำหรับงานวิจัยครั้งนี้และกรุณาให้คำแนะนำแก่ผู้วิจัยด้วยดีตลอดมา ตลอดจน
ขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็น
ประโยชน์ ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิติ ยงวณิชย์ ที่อนุเคราะห์ฝังอะลูมิเนียม
ออกไซด์และผงซิลิกอนไดออกไซด์สำหรับงานวิจัยในครั้งนี้ และขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำ
ภาควิชาวิศวกรรมโลหการทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่สนับสนุนในด้านต่างๆ
ด้วยดีตลอดจนสำเร็จการศึกษา และขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็น
กำลังใจแก่ผู้วิจัยด้วยดีเสมอ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ปรีทรรศน์วรรณกรรม.....	3
2.1 โลหะผสมพิเศษ กลุ่มนิกเกิล (Ni-based superalloys).....	3
2.2 กระบวนการอะลูมิเนียมซิง (aluminizing).....	4
2.3 ผลของการเจือซิลิกอนต่อความสามารถในการต้านทานออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง.....	9
2.4 ถั่วแกลบ (Rice Husk Ash, RHA).....	12
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	14
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	14
3.2 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบ.....	14
3.3 ขั้นตอนการเคลือบผิว.....	14
3.4 การทดสอบความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน.....	15
3.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงถั่วแกลบและผงซิลิกาจากอุตสาหกรรม.....	15

3.6 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ผ่านการทำอะลูมิเนียมไนซิง	16
3.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชัน	16
3.5 แผนการดำเนินงานวิจัย	17
บทที่ 4 ผลการทดลอง	18
4.1 คุณลักษณะของแก้วเคลือบและซิลิกาจากอุตสาหกรรม	18
4.1.1 โครงสร้างผลึกและส่วนประกอบ	18
4.1.2 ลักษณะพื้นผิว, ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ	20
4.2 คุณลักษณะของชิ้นงานที่ผ่านการทำอะลูมิเนียมไนซิง	22
4.2.1 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นฟิล์ม	22
4.2.2 ปริมาณของซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นฟิล์ม	24
4.2.3 โครงสร้างของสารประกอบในชั้นฟิล์ม	27
4.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน	30
4.3.1 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นหลังการทดสอบออกซิเดชัน	30
4.3.2 โครงสร้างของสารประกอบที่เกิดขึ้นที่ผิวหลังการทดสอบออกซิเดชัน	31
4.3.3 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชัน	32
บทที่ 5 วิเคราะห์ผลการทดลอง	34
5.1 ชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้น	34
5.2 ปฏิบัติการของการเกิดชั้นฟิล์มและการเจือซิลิกอนลงในชั้นฟิล์ม	34
5.2.1 ปฏิบัติการของการเกิดชั้นฟิล์ม	34
5.2.2 ปฏิบัติการของการเจือซิลิกอนลงในชั้นฟิล์ม	35
5.3 ผลของสารเจือใน RHA	36
5.4 ปริมาณซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นฟิล์ม	36
5.5 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน	38

บทที่ 6 สรุปลผลการทดลอง.....	39
รายการอ้างอิง.....	40
ภาคผนวก	42
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	67



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีของแก้วเคลือบจากประเทศต่างๆ.....	12
ตารางที่ 2.2 ค่าอุณหภูมิศาสตร์มาตรฐานของ SiO ₂ อัญรูปต่างๆ	13
ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยมวลของผงผสมตามสูตรต่างๆ.....	14
ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทดลอง.....	15
ตารางที่ 4.1 ส่วนประกอบของแก้วเคลือบ.....	19
ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของผงควอทซ์และผงแก้วเคลือบ.....	21
ตารางที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน	22
ตารางที่ 4.4 ความหนาของชั้นฟิล์มในชิ้นงานต่างๆ	23
ตารางที่ 4.5 ปริมาณซิลิกอน (Si) ที่พบในชิ้นงานต่างๆ.....	24

สารบัญรูป

รูป	หน้า
รูปที่ 2.1 (ก) XRD pattern ของชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C (ข) การเลื่อนของพีค.....	5
รูปที่ 2.2 Kirkendall voids จากการทำอะลูมิเนียมไนซิงแบบผง กรณี low activity บน (ก) pure Ni, (ข) Ni-20Cr	6
รูปที่ 2.3 โครงสร้างจุลภาคของ ferritic steel P92 ที่ชุบเคลือบด้วยนิกเกิลทำอะลูมิเนียมไนซิงโดยใช้ NaCl เป็น activator ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	7
รูปที่ 2.4 partial pressure ของ AlCl ที่ใช้ activator เป็น AlCl ₃ , NaCl, NH ₄ Cl และ CrCl ₃ • 6H ₂ O	7
รูปที่ 2.5 การทำอะลูมิเนียมไนซิง (ก) แบบ open set-up (ข) แบบ close set-up	8
รูปที่ 2.6 โครงสร้างจุลภาคของชั้นเคลือบ โลหะนิกเกิลบริสุทธิ์ ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (ก) open set-up (ข) close set-up.....	8
รูปที่ 2.7 (ก,ค,ง) โครงสร้างจุลภาค (ข) ปริมาณของธาตุต่างๆ ในชั้นเคลือบ ของชิ้นงาน IC211 ที่ ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เวลา 1.5 ชั่วโมง	10
รูปที่ 2.8 mass gain ของชิ้นงาน IC211 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150°C เวลา 100 ชั่วโมง	10
รูปที่ 2.9 โครงสร้างจุลภาคชั้นเคลือบของชิ้นงานโลหะผสม IC20 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง	11
รูปที่ 2.10 mass gain ของชิ้นงาน IC20 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง	12
รูปที่ 4.1 XRD pattern ของผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมและผงเถ้าแกลบ	19
รูปที่ 4.2 ภาพ SEM ของผงควอทซ์	20
รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบ	20

รูป	หน้า
รูปที่ 4.4 EDX line scan ของชิ้นงานเติมควอทซ์ 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	25
รูปที่ 4.5 EDX line scan ของชิ้นงานเติม RHA 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	25
รูปที่ 4.6 EDX line scan ของชิ้นงานเติม RHA 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	26
รูปที่ 4.7 EDX mapping ของชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	26
รูปที่ 4.8 XRD pattern ของชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 9 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 800°C และ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	27
รูปที่ 4.9 XRD pattern ของชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) เติม RHA 9 wt.% (ข) เติม RHA 13.5 wt.% (ค) เติม RHA 18 wt.% (ง) เติมควอทซ์ 9 wt.% (จ) เติมควอทซ์ 13.5 wt.%	28
รูปที่ 4.10 XRD pattern ของชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	29
รูปที่ 4.11 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง	30
รูปที่ 4.12 XRD pattern ของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง (ก) Al+RHA coated, (ข) Al+quartz coated, (ค) Al coated และ (ง) pure nickel	31
รูปที่ 4.13 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง (ก) pure nickel, (ข) Al coated, (ค) Al+quartz coated และ (ง) Al+RHA coated	32
รูปที่ 4.14 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง กำลังขยายสูง (ก) pure nickel, (ข) Al coated, (ค) Al+quartz coated และ (ง) Al+RHA coated	33

รูป	หน้า
รูปที่ 4.15 ภาพ OM cross section ของชิ้นงาน Al coated หลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง.....	33
รูปที่ 5.1 ปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มของชิ้นงานที่เติมควอทซ์.....	36
รูปที่ 5.2 ปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มของชิ้นงานที่เติม RHA.....	37
รูปที่ ก.1 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 1	43
รูปที่ ก.2 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 2	43
รูปที่ ก.3 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 3	43
รูปที่ ก.4 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 4	44
รูปที่ ก.5 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 5	44
รูปที่ ก.6 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 6	44
รูปที่ ก.7 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 7	45
รูปที่ ก.8 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 1	45
รูปที่ ก.9 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 2	45
รูปที่ ก.10 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 3	46
รูปที่ ก.11 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 4	46
รูปที่ ก.12 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 5	46
รูปที่ ก.13 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 6	47
รูปที่ ก.14 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 7	47
รูปที่ ก.15 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 1	47
รูปที่ ก.16 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 2	48
รูปที่ ก.17 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 3	48

รูป	หน้า
รูปที่ ก.18 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 4	49
รูปที่ ก.19 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 5	49
รูปที่ ก.20 EDX mapping ของชิ้นงาน 9Q-800°C	50
รูปที่ ก.21 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 1	50
รูปที่ ก.22 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 2	51
รูปที่ ก.23 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 3	51
รูปที่ ก.24 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 4	52
รูปที่ ก.25 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 5	52
รูปที่ ก.26 EDX mapping ของชิ้นงาน 9Q-1000°C.....	53
รูปที่ ก.27 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 1	53
รูปที่ ก.28 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 2	54
รูปที่ ก.29 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 3	54
รูปที่ ก.30 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 1	55
รูปที่ ก.31 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 2	55

รูป	หน้า
รูปที่ ก.32 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 3	56
รูปที่ ก.33 EDX mapping ของชิ้นงาน 9A-1000°C	56
รูปที่ ก.34 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 1	57
รูปที่ ก.35 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 2	57
รูปที่ ก.36 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 3	58
รูปที่ ก.37 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 1	58
รูปที่ ก.38 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 2	59
รูปที่ ก.39 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 3	59
รูปที่ ก.40 EDX mapping ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C	60
รูปที่ ก. 41 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 1	60
รูปที่ ก.42 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 2	61
รูปที่ ก.43 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 3	61
รูปที่ ก.44 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 1	62
รูปที่ ก.45 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 2	62

รูป	หน้า
รูปที่ ก.46 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 3.....	62
รูปที่ ก.47 EDX mapping ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C.....	63
รูปที่ ก.48 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 1.....	63
รูปที่ ก.49 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 2.....	64
รูปที่ ก.50 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 3.....	64
รูปที่ ก.51 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 1.....	64
รูปที่ ก.52 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 2.....	65
รูปที่ ก.53 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 3.....	65
รูปที่ ก.54 EDX mapping ของชิ้นงาน 18A-1000°C.....	66

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

โลหะผสมพิเศษกลุ่มนิกเกิล (Ni-based superalloys) เป็นโลหะที่ใช้ในงานในอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย เช่น ใบพัดเครื่องยนต์หรือระบบท่อต่างๆ โดยส่วนใหญ่จะใช้งานที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากโลหะผสมพิเศษ มีคุณสมบัติที่สามารถต้านทานการกัดกร่อนและการออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อมีการใช้งานเป็นเวลานาน จะทำให้คุณสมบัติเหล่านี้เสื่อมลง และนำมาซึ่งความเสียหายในท้ายที่สุด กระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผง (pack aluminizing) จึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการปรับปรุงพื้นผิวของโลหะผสมพิเศษเพื่อเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง โดยจะทำให้เกิดชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนต์ที่ผิวของวัสดุ จากการแพร่ของอะลูมิเนียมเข้าสู่วัสดุพื้น ซึ่งในปัจจุบันได้มีการพัฒนากระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงโดยการเจือธาตุต่างๆ ลงไป เช่น ซิลิกอนเพื่อเพิ่มความเสถียรให้ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง

เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash, RHA) ซึ่งได้จากการเผาไหม้แกลบอย่างสมบูรณ์ พบว่ามีส่วนประกอบหลักเป็นซิลิกาอยู่มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และอยู่ในรูปซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ทั้งยังสามารถหาได้ง่ายและมีราคาถูก จึงได้เล็งเห็นว่าการนำเถ้าแกลบมาใช้แทนซิลิกาจากอุตสาหกรรมเพื่อเจือซิลิกอนในกระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงจะสามารถทำให้ชั้นฟิล์มมีคุณสมบัติที่ดีขึ้นและสามารถลดค่าใช้จ่ายในกระบวนการปรับปรุงพื้นผิวได้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้เถ้าแกลบแทนซิลิกาจากอุตสาหกรรมเพื่อเจือซิลิกอนในกระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงบนโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์
2. เพื่อศึกษาเฟสและโครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นจากการทำอะลูมิเนียมในเชิงที่เจือซิลิกอนในรูปเถ้าแกลบบนโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์

1.3 ขอบเขตการศึกษา

1. ศึกษาการทำอะลูมิเนียมในเชิงบนโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์โดยเติมซิลิกาจากอุตสาหกรรมหรือเถ้าแกลบ 9-18 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เเผาที่ 800-1000°C เป็นเวลา 1-6.25 ชั่วโมง
2. ตรวจสอบชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้น โดยพิจารณาจากการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางวัสดุด้านโครงสร้างจุลภาค ชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นและปริมาณธาตุต่างๆที่พบในชั้นฟิล์ม

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบถึงความเป็นไปได้ในการใช้เถ้าแกลบแทนซิลิกาจากอุตสาหกรรมเพื่อเจือซิลิกอนในกระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงบนโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์
2. ทราบถึงเฟสและโครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นจากการทำอะลูมิเนียมในเชิงที่เจือซิลิกอนในรูปแบบเถ้าแกลบบนนิกเกิลบริสุทธิ์
3. ทราบถึงผลของสารเจือปนในเถ้าแกลบที่ส่งผลต่อชั้นฟิล์มที่เกิดจากการทำอะลูมิเนียมในเชิง

บทที่ 2

ปริทรรศน์วรรณกรรม

2.1 โลหะผสมพิเศษ กลุ่มนิกเกิล (Ni-based superalloys)

Nickel base เป็นกลุ่มโลหะผสมที่มีความแข็งแรงที่สูง มีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันที่ดีมาก อีกทั้งยังสามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ ความแข็งแรงของโลหะผสมพิเศษกลุ่มนี้เกิดจากการตกตะกอนของสารกึ่งโลหะ ในเนื้อพื้นที่เป็น FCC ซึ่งในโลหะผสมพิเศษที่เป็นนิกเกิลไทเทเนียมหรือนิกเกิลอะลูมิเนียม เรียกเฟสที่ตกตะกอนนี้ว่า γ' มีโลหะผสมพิเศษกลุ่มอื่นๆ เช่น นิกเกิลไนโอเบียมความแข็งแรงเกิดขึ้นจากการตกตะกอนของ γ'' และในโลหะผสมพิเศษที่มีการผสมทั้งไทเทเนียมหรืออะลูมิเนียมและผสมไนโอเบียม ตะกอนที่เกิดขึ้นจะเป็นทั้งเฟส γ' และ γ'' อีกปัจจัยหนึ่งที่ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับโลหะผสมพิเศษกลุ่มนิกเกิลคือการทำสารละลายของแข็ง โดยปกติมีนิกเกิล (Ni) ผสมอยู่ในปริมาณมากกว่า 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีส่วนผสมของโครเมียม (Cr) ในช่วง 10-20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อาจมีส่วนผสมของอะลูมิเนียม (Al) และไทเทเนียม (Ti) ได้สูงถึง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีส่วนผสมของโคบอลต์ในช่วงร้อยละ 5-10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และอาจมีการผสมโบรอน (B) สังกะสี (Zn) และคาร์บอน (C) รวมไปถึงการผสมทังสเตน (W) โมลิบดีนัม (Mo) และไนโอเบียม (Nb) โลหะผสมกลุ่มนี้ถูกใช้งานในเครื่องยนต์ไอพ่น ชิ้นส่วนที่ต้องการต้านทานการกัดกร่อนที่สูงในกระบวนการสังเคราะห์สารเคมี เช่น วาล์ว ท่อ และปั๊ม ใช้เป็นโลหะผสมเพื่อความต้านทานแม่เหล็กและไฟฟ้า และใช้งานเป็นชิ้นส่วนให้ความร้อน (heating elements)

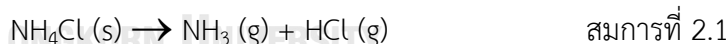
การใช้งานภายใต้สภาวะความดันและอุณหภูมิที่สูงเป็นเวลานานจะทำให้โครงสร้างจุลภาคของโลหะผสมพิเศษเปลี่ยนแปลงไปและส่งผลกับสมบัติต่างๆของโลหะผสมพิเศษ เฟส γ' และ γ'' จะเปลี่ยนรูปร่างเป็นทรงกลมเพื่อลดพลังงานพื้นผิว ส่งผลให้ความแข็งแรงลดลง และยังเกิดการรวมตัวกันทำให้มีขนาดใหญ่อขึ้นส่งผลให้ความเปราะเพิ่มขึ้นอย่างมากทำให้ชิ้นงานเกิดความเสียหายได้ง่ายขึ้น ซึ่งค่าใช้จ่ายในการจัดซื้ออุปกรณ์หรือชิ้นส่วนที่ผลิตจากโลหะผสมพิเศษมีราคาที่สูงมากจึงมีการพัฒนากระบวนการปรับปรุงพื้นผิวของโลหะผสมพิเศษเพื่อยืดอายุการใช้งานให้นานขึ้นและเป็นการลดค่าใช้จ่ายในการจัดซื้ออุปกรณ์หรือชิ้นส่วนใหม่ [1]

2.2 กระบวนการอะลูมิเนียมไนซิง (aluminizing)

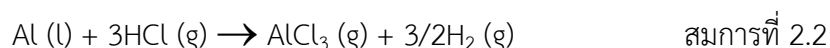
กระบวนการอะลูมิเนียมไนซิงเป็นการเติมอะลูมิเนียมลงไปที่ผิวของวัสดุโดยอาศัยการแพร่เพื่อให้เกิดเป็นชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนต์ขึ้นที่ผิว เมื่อสัมผัสกับอากาศที่อุณหภูมิสูงจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดเป็นชั้นฟิล์ม Al_2O_3 ซึ่งจะช่วยเพิ่มความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนและความต้านทานการออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ กระบวนการนี้สามารถใช้กับโลหะได้หลากหลายชนิด เช่น Ti-alloys, Fe-based superalloys และที่นิยมปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการนี้มากที่สุด คือ Ni-based superalloys เพราะโลหะผสมพิเศษชนิดนี้ มีการนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานๆ ทำให้เกิดความเสียหายได้ง่าย ดังนั้นการทำอะลูมิเนียมไนซิงจึงเป็นทางเลือกที่เหมาะสมอย่างยิ่งในการยืดอายุการใช้งานของโลหะผสมพิเศษชนิดนี้

กระบวนการอะลูมิเนียมไนซิงแบบผง (pack aluminizing) เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างมากในการปรับปรุงผิวของโลหะ เนื่องจากสารตั้งต้นหาได้ง่าย กระบวนการทำที่ไม่ซับซ้อนอีกทั้งยังมีราคาถูกกว่าวิธีอื่นๆ โดยในกระบวนการนี้เป็นการนำเอาวัสดุเนื้อพื้นและสารตั้งต้นของปฏิกิริยาเคมีแบบผงมาใส่ไว้ในภาชนะเดียวกัน ประกอบไปด้วยผงอะลูมิเนียมทำหน้าที่เป็นแหล่งของอะตอมอะลูมิเนียม (Al), สารประกอบ halide เช่น แอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) ทำหน้าที่เป็น activator และ ผงอะลูมินา (Al_2O_3) ทำหน้าที่ป้องกันการเกิดหลอมติดกันของอะลูมิเนียม (sintering) จากนั้นนำไปให้ความร้อนตามอุณหภูมิและเวลาที่กำหนด [2-4]

เมื่อ NH_4Cl ได้รับความร้อนจะทำให้เกิดการสลายตัวตามสมการ



จากนั้น HCl จะทำปฏิกิริยาเคมีกับผงอะลูมิเนียม และเกิดปฏิกิริยาตามสมการ

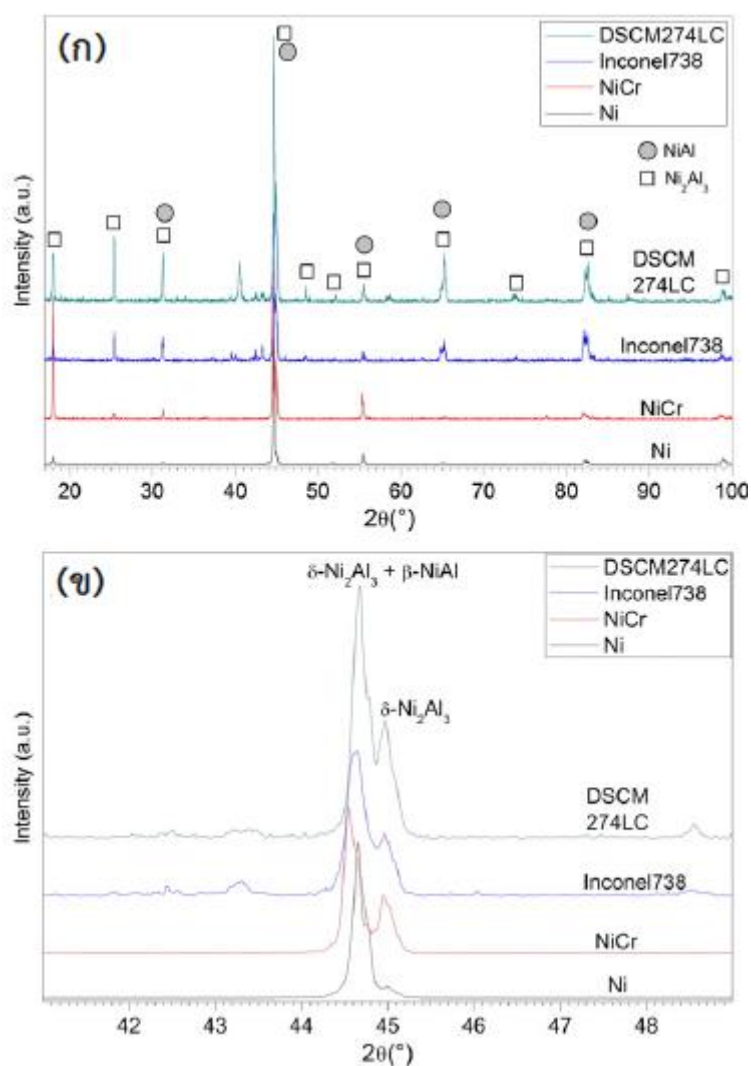


จากนั้น $AlCl_3 (g)$ ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับพื้นของวัสดุเนื้อพื้น โดย $AlCl_3 (g)$ จะสลายตัวได้ [Al] และจะแพร่เข้าไปที่ผิวของวัสดุเนื้อพื้น ตามสมการ



การทำอะลูมิเนียมไนซิงบน Ni-based superalloys อะลูมิเนียมที่แพร่เข้าสู่ผิวจะทำปฏิกิริยากับเนื้อวัสดุเกิดเป็นชั้นแพร่ที่ประกอบด้วยเฟสต่างๆ เช่น Ni_2Al_3 , $NiAl_3$ และ $NiAl$ ดังเช่นการทดลองของ Francesco Bozza และคณะ โดยทำอะลูมิเนียมไนซิงแบบผงที่อุณหภูมิ $1000^\circ C$ บนโลหะ 4 ชนิด ได้แก่

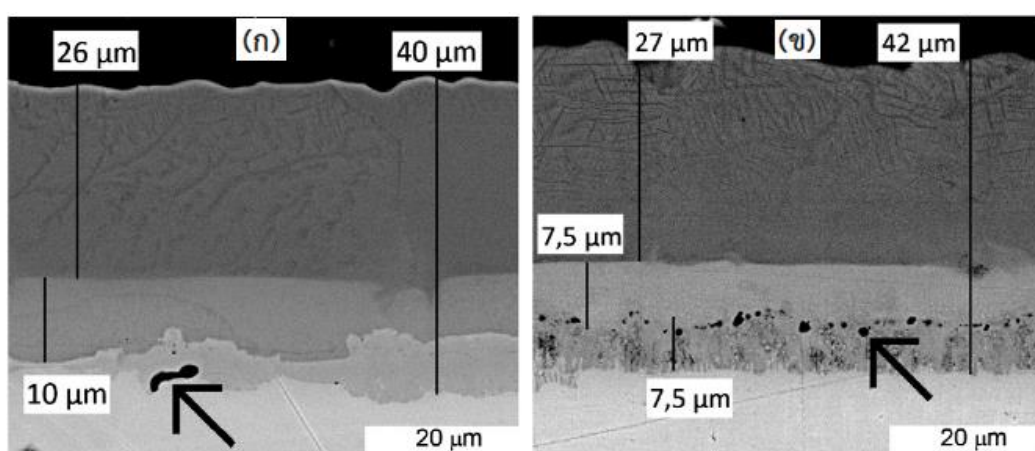
นิกเกิลบริสุทธิ, Ni-20Cr, Inconel 738 และ CM274LC พบว่าชั้นแพร์ที่เกิดขึ้นมี 2 เฟส คือ Ni_2Al_3 (เป็นเฟสหลัก) และ NiAl ดังแสดงในรูปที่ 2.1 และเมื่อขยายพิกที่ประมาณ $2\theta = 45^\circ$ พบการเลื่อนของพิกเล็กน้อย เนื่องจากการมีธาตุ (เช่น Cr) เข้าไปแทนที่ใน $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ phase และ $\beta\text{-NiAl}$ phase ซึ่งปริมาณของธาตุเหล่านั้นก็แตกต่างกันตามเกรดของโลหะผสมทำให้การขยับเลื่อนของพิกแตกต่างกันตามประเภทของโลหะผสม [5]



รูปที่ 2.1 (ก) XRD pattern ของชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในซึ่งที่อุณหภูมิ 1000°C (ข) การเลื่อนของพิก [5]

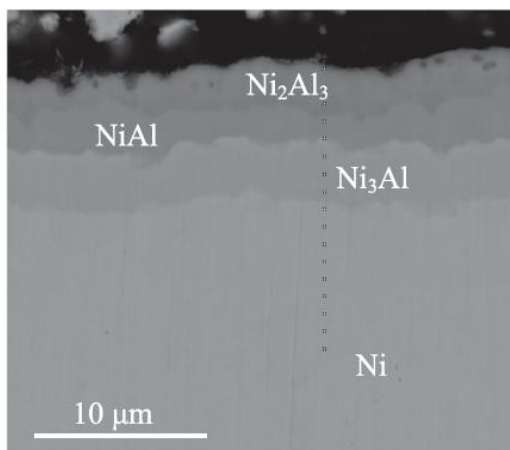
การทำอะลูมิเนียมในซึ่งบนโลหะนิกเกิลสามารถแบ่งตามอุณหภูมิที่ใช้ได้ 2 กรณี คือ high activity และ low activity โดย high activity จะใช้อุณหภูมิประมาณ $700\text{-}950^\circ\text{C}$ มีข้อดีคือปริมาณของอะลูมิเนียมที่แพร์เข้าสู่ผิววัสดุพื้นและทำปฏิกิริยากลายเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมได้มากกว่าวิธี low

activity แต่ข้อเสียคือมีข้อจำกัดทางด้านการใช้งานที่อุณหภูมิสูง ส่วน low activity จะใช้อุณหภูมิประมาณ 950-1100°C มีข้อดีคือไม่มีข้อจำกัดทางด้านอุณหภูมิในการใช้งาน สามารถใช้งานได้หลากหลายอุณหภูมิ ข้อเสียที่พบคือเกิด Kirkendall's effect เนื่องจากใช้อุณหภูมิสูงทำให้นิกเกิลของวัสดุเนื้อพื้นจะแพร่ไปที่ชั้นเคลือบด้วยจึงเกิดเป็นช่องว่างในเนื้อวัสดุ เช่นที่พบในการทดลองของ Francesco Bozza และคณะซึ่งได้ทำ pack aluminizing โดยใช้อุณหภูมิ 950-1040°C บนนิกเกิลบริสุทธิ์ และ Ni-20Cr พบว่าเกิด Kirkendall voids ในชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนต์หลังการเคลือบผิว ซึ่งเป็นผลมาจากการแพร่ออกมาที่ชั้นเคลือบของนิกเกิลในวัสดุเนื้อพื้น [5] ดังแสดงในรูปที่ 2.2

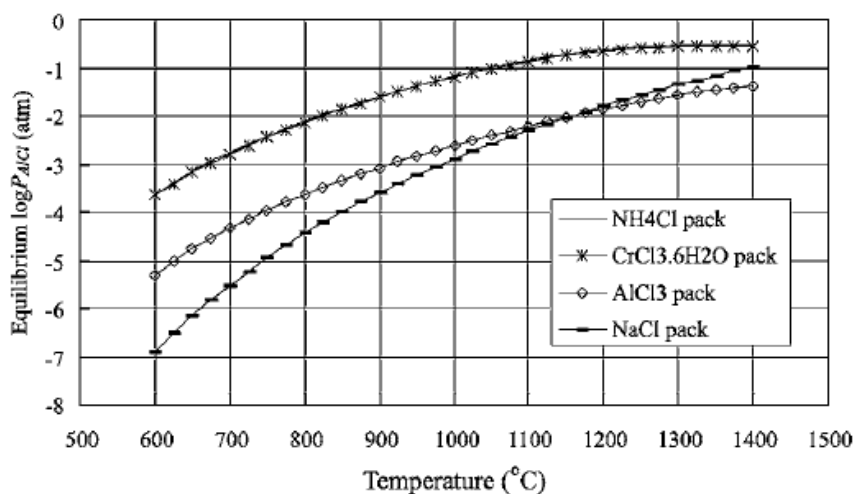


รูปที่ 2.2 Kirkendall voids จากการทำอะลูมิเนียมไนต์แบบผง กรณี low activity บน (ก) pure Ni, (ข) Ni-20Cr [5]

การทำอะลูมิเนียมไนต์จะต้องมี activator ซึ่งส่วนมากใช้สารประกอบจำพวก halide โดยสารที่นิยมใช้ คือ แอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) แต่ในการทดลองของ S.R.Ke และคณะ ได้ใช้ NaCl เป็น activator แทน NH_4Cl ในการทำ pack aluminizing บน ferritic steel P92 ที่ชุบเคลือบด้วยนิกเกิลในอัตราส่วน $12\text{Al}+2\text{NaCl}+86\text{Al}_2\text{O}_3$ โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าชั้นอะลูมิเนียมไนต์ที่เกิดขึ้น คือ เฟส Ni_2Al_3 , NiAl และ Ni_3Al [6] ดังแสดงในรูปที่ 2.3 แต่จากการทดลองของ Z. D. Xiang และคณะ ได้เปรียบเทียบ partial pressure ของ AlCl ที่เกิดขึ้นจากการใช้ activator 4 ชนิด คือ AlCl_3 , NaCl, NH_4Cl และ $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ พบว่า activator ที่ให้ partial pressure ของ AlCl สูงที่สุดคือ NH_4Cl และ $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ส่วน NaCl นั้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 800°C จะให้ partial pressure ของ AlCl ที่ต่ำมากแต่จะสูงขึ้นเรื่อยๆ เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 800°C [7] ดังแสดงในรูปที่ 2.4

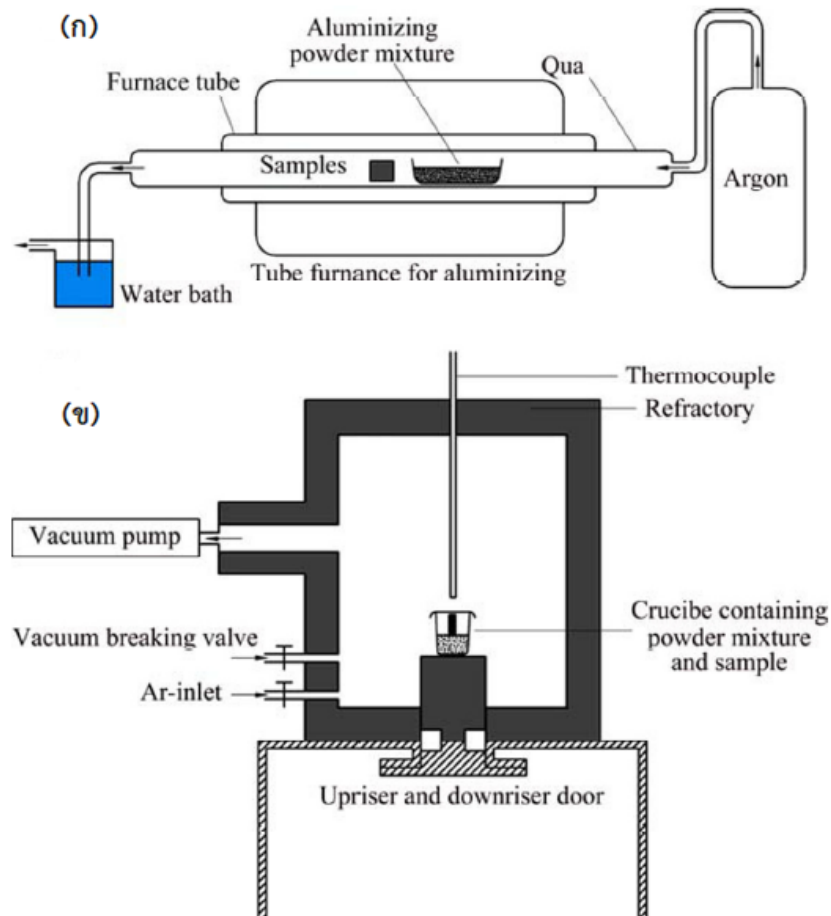


รูปที่ 2.3 โครงสร้างจุลภาคของ ferritic steel P92 ที่ชุบเคลือบด้วยนิกเกิลทำอะลูมิเนียมไนซิงโดยใช้ NaCl เป็น activator ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง [6]

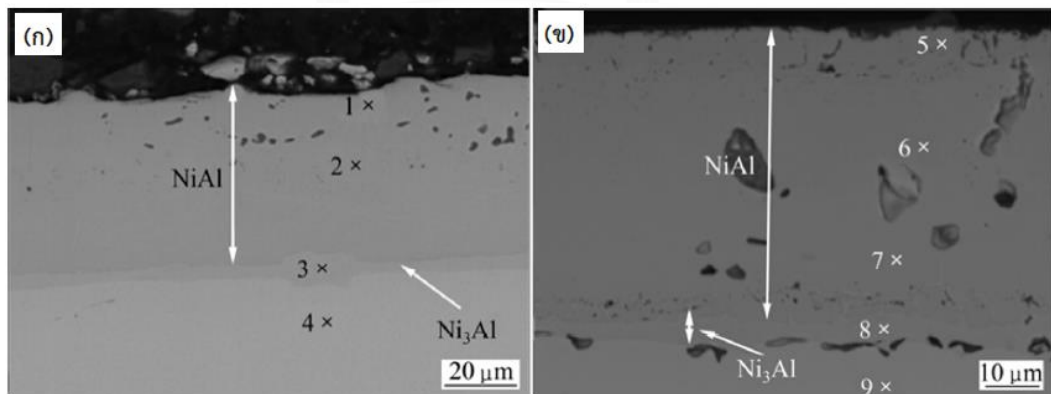


รูปที่ 2.4 partial pressure ของ AlCl₃ ที่ใช้ activator เป็น AlCl₃, NaCl, NH₄Cl และ CrCl₃ · 6H₂O [7]

ลักษณะการทำอะลูมิเนียมไนซิงมี 2 แบบ คือ open set-up และ close set-up พบว่าทั้ง open set-up และ close set-up เกิดชั้นเคลือบ 2 ชั้นคือชั้นบนสุดเป็นเฟส NiAl ถัดลงมาเป็นชั้นของเฟส Ni₃Al แต่ชั้นงานจากการทดลองแบบ close set-up จะมีความหนาของชั้นเคลือบมากกว่า แต่จะเกิด Kirkendall's effect ขึ้น เนื่องจากปริมาณก๊าซจะสัมพันธ์กับชั้นงานมากกว่าทำให้การแพร่เกิดขึ้นได้มากกว่า [2-4] ดังแสดงในรูปที่ 2.5 และรูปที่ 2.6



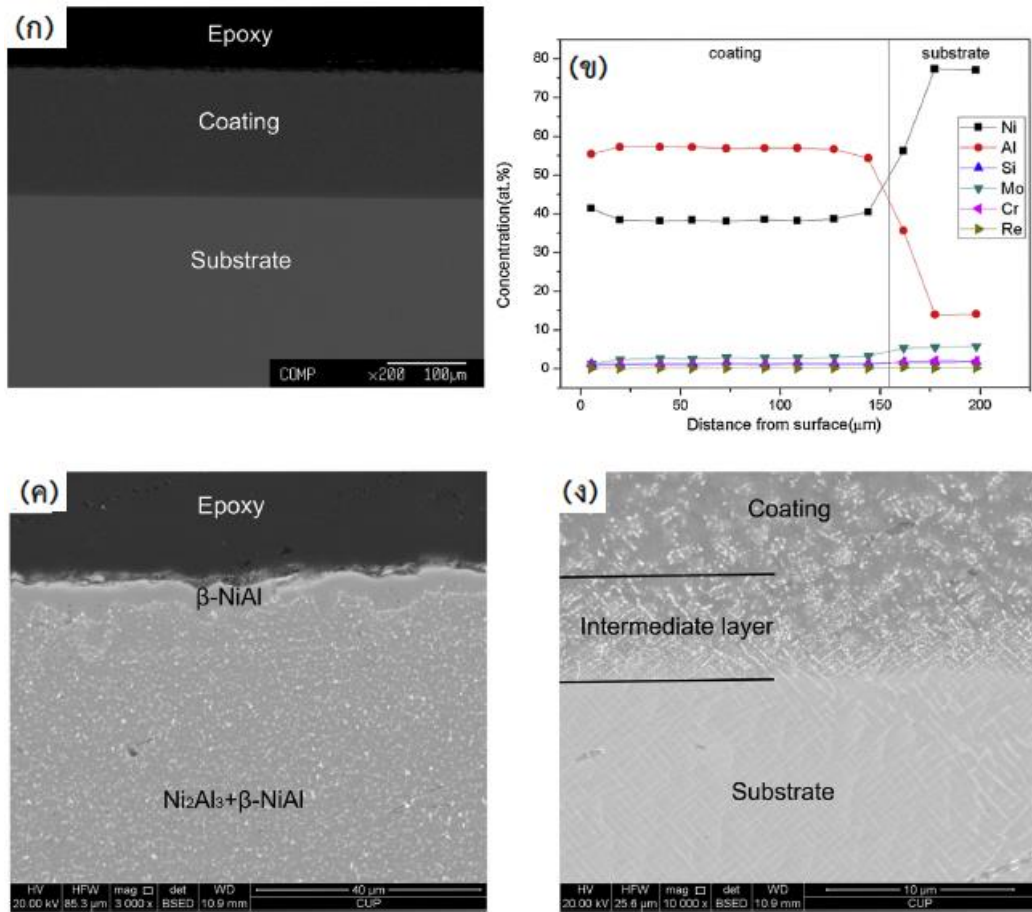
รูปที่ 2.5 การทำอะลูมิเนียมไนซิง (ก) แบบ open set-up (ข) แบบ close set-up [2-4]



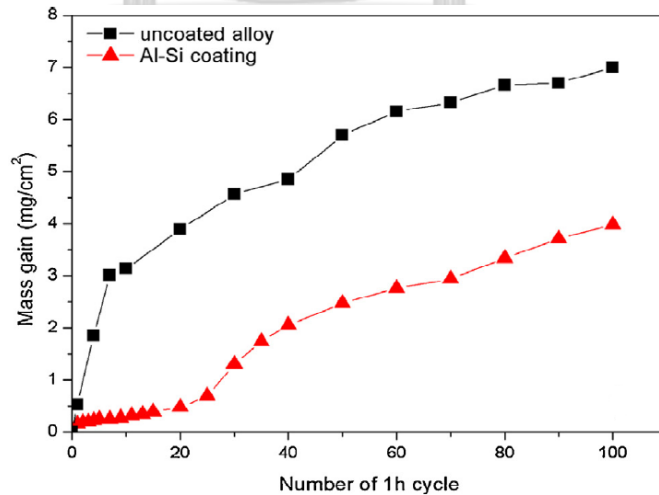
รูปที่ 2.6 โครงสร้างจุลภาคของชั้นเคลือบ โลหะนิกเกิลบริสุทธิ์ ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (ก) open set-up (ข) close set-up [2-4]

2.3 ผลของการเจือซิลิกอนต่อความสามารถในการต้านทานออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง

การเจือซิลิกอนมีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มความเสถียรให้ชั้นฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากการออกซิเดชันกับอากาศและทำให้ความต้านทานการกัดกร่อนและความต้านทานการออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงดีขึ้น จากการทดลองของ Xiaolu Tu และคณะ ได้ทดลองทำอะลูมิเนียมไนซิงที่เจือซิลิกอนลงบน Ni-based superalloys IC211 ที่มีปริมาณ Mo อยู่ประมาณ 5-8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (อุณหภูมิ 1000°C ใช้เวลา 1.5 ชั่วโมง อัตราส่วน $10\text{Al}+2\text{Si}+5\text{NaF}+83\text{Al}_2\text{O}_3$ โดยน้ำหนัก) พบว่าชั้นเคลือบที่เกิดขึ้นคือเฟส NiAl และ Ni_2Al_3 ดังแสดงในรูปที่ 2.7 และสามารถทำให้ชิ้นงานสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมงได้ดีขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.8 ซึ่งโดยปกติ Mo จะแพร่ออกจากวัสดุพื้นมาทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศทำให้โลหะผสมพิเศษที่มี Mo ผสมอยู่ปริมาณมากจะทำให้เกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ง่าย การเติมซิลิกอนลงในกระบวนการทำอะลูมิเนียมไนซิงจะช่วยต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้อย่างมาก เนื่องจากซิลิกอนจะขัดขวางการแพร่ออกของ Mo ทำให้เกิดการออกซิเดชันได้ยากขึ้น [8]

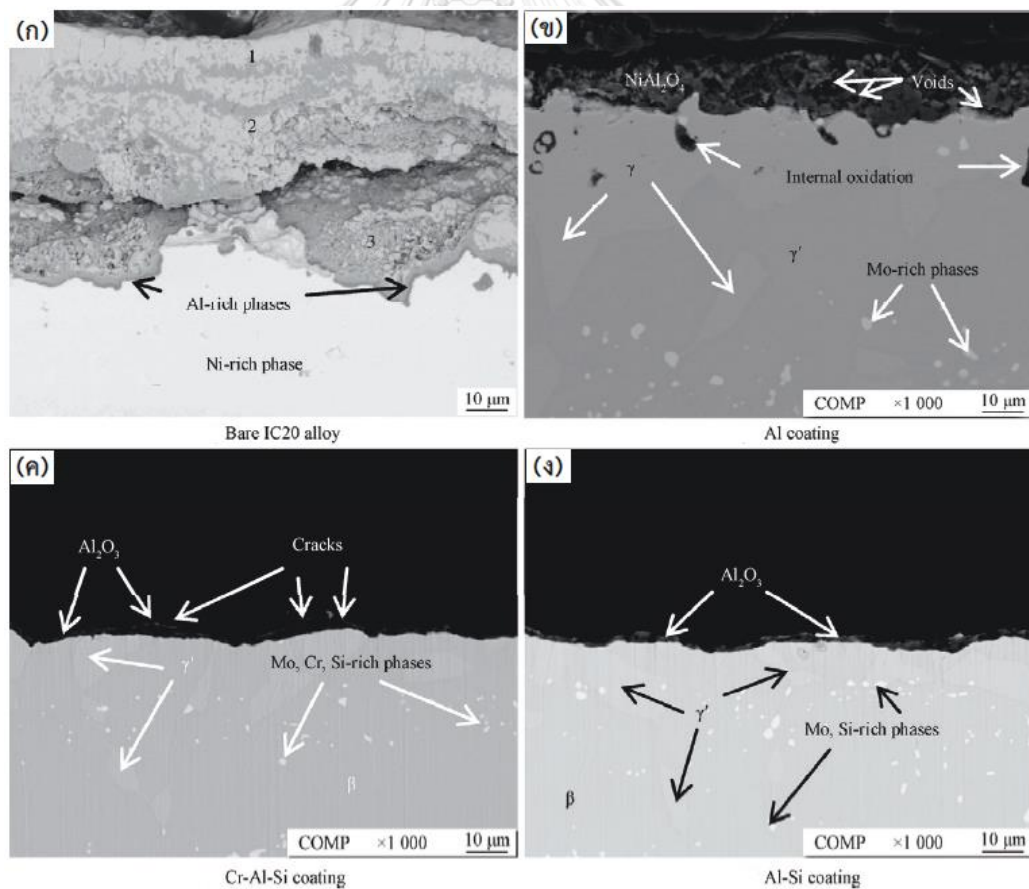


รูปที่ 2.7 (ก,ค,ง) โครงสร้างจุลภาค (ข) ปริมาณของธาตุต่างๆ ในชั้นเคลือบ ของชิ้นงาน IC211 ที่ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่อุณหภูมิ 1000°C เวลา 1.5 ชั่วโมง [8]

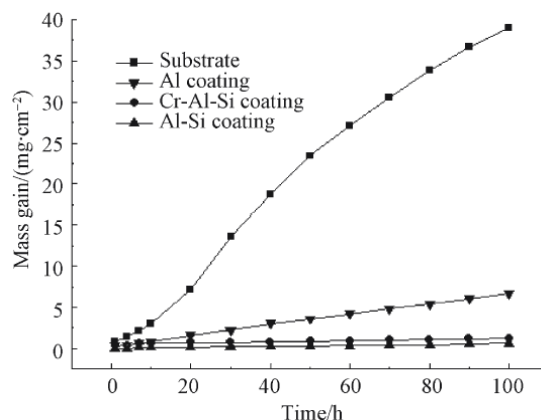


รูปที่ 2.8 mass gain ของชิ้นงาน IC211 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1150°C เวลา 100 ชั่วโมง [8]

สำหรับโลหะผสมพิเศษ IC20 ซึ่งมีปริมาณ Mo 10-13 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การทำอะลูมิเนียมไนซิงจะใช้อัตราส่วน $10\text{Al}+10\text{Si}+5\text{NaF}+75\text{Al}_2\text{O}_3$ โดยน้ำหนัก เเผาที่ 1100°C ใช้เวลา 1.5 ชั่วโมง และทดลองทำ Cr-Al-Si coating เพื่อเปรียบเทียบไปด้วย พบว่าสามารถเพิ่มความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ โดยการทำอะลูมิเนียมไนซิงที่เจือซิลิกอนสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้มากที่สุด เนื่องจากการที่อะตอมหรือคลัสเตอร์ของอะตอมซิลิกอนที่กระจายตัวอยู่ในชั้นแพร์ ประพฤติตัวเป็น nucleation sites ตามขอบเกรนของสารประกอบอะลูมิเนียมไนด์ทำให้สามารถเกิดเฟส $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยตรงโดยไม่ต้องผ่านเฟส transient alumina ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$) จึงไม่เกิดรอยแตกร้าวขึ้นที่ผิวของชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 2.9 และรูปที่ 2.10 จะเห็นได้ว่าโลหะผสมพิเศษ IC20 ซึ่งมีปริมาณ Mo มากกว่าโลหะผสมพิเศษ IC211 ต้องใช้ปริมาณซิลิกอนที่เจือในการทำอะลูมิเนียมไนซิงมากกว่าเพราะความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณซิลิกอนที่เจืออยู่ในชั้นแพร์ [9]



รูปที่ 2.9 โครงสร้างจุลภาคชั้นเคลือบของชิ้นงานโลหะผสม IC20 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง [9]



รูปที่ 2.10 mass gain ของชิ้นงาน IC20 หลังเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง [9]

2.4 ถ้ำแกลบ (Rice Husk Ash, RHA)

ถ้ำแกลบได้จากการเผาไหม้แกลบอย่างสมบูรณ์ พบว่ามีส่วนประกอบหลักเป็น SiO₂ อยู่มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก SiO₂ นี้จะอยู่ในรูปอสัณฐาน (amorphous silica) ซึ่งองค์ประกอบทางเคมีของถ้ำแกลบจะแตกต่างกันตามแหล่งที่มาของแกลบที่นำมาเผา ดังแสดงในตารางที่ 2.1 [10-12]

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีของถ้ำแกลบจากประเทศต่างๆ [10-12]

Oxide (wt.%)	ถ้ำแกลบจากประเทศ	ถ้ำแกลบจากประเทศ	ถ้ำแกลบจากประเทศ
	บราซิล	ไนจีเรีย	ไทย
SiO ₂	94.95	93.00	92.10
Al ₂ O ₃	0.39	1.90	1.50
Fe ₂ O ₃	0.26	1.10	0.10
CaO	0.54	trace	1.23
Na ₂ O	0.25	0.90	-
K ₂ O	0.94	0.20	1.91
MnO	0.16	-	0.37
TiO ₂	0.02	-	0.03
MgO	0.90	1.50	-
P ₂ O ₅	0.74	-	2.45
CuO	-	-	0.04
ZnO	-	-	0.02
LOI	0.85	1.30	0.58

การนำเถ้าแกลบมาใช้แทนซิลิกาจากอุตสาหกรรมเพื่อเจือซิลิกอนในกระบวนการอะลูมิเนียมซึ่งต้องคำนึงถึงสารประกอบออกไซด์ตัวอื่นๆ ที่เป็นส่วนประกอบของเถ้าแกลบด้วย เช่น Na_2O , K_2O และ MgO เพราะสารประกอบออกไซด์เหล่านี้จะรบกวนการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงโดยเฉพาะการทำปฏิกิริยากับ Cl^- เกิดเป็นสารประกอบ halide อีกทั้ง SiO_2 ที่อยู่ในเถ้าแกลบเป็น amorphous silica จึงมีค่าอุณหพลศาสตร์มาตรฐาน (standard thermodynamic values) ต่างจาก crystalline silica ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ค่าอุณหพลศาสตร์มาตรฐานของ SiO_2 อัญรูปต่างๆ [13]

Formula	State of matter	Enthalpy (kJ/mol)	Entropy (J mol/K)	Gibbs free energy (kJ/mol)	Specific heat capacity (J mol/K)
SiO_2	(cristobalite)	-909.48	42.68	-855.88	44.89
SiO_2	(quartz)	-910.94	41.84	-856.67	44.51
SiO_2	(amorphous)	-903.49	46.86	-850.73	44.06
SiO_2	(tridymite)	-909.06	43.51	-855.29	-

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โลหะนิกเกิลบริสุทธิ์ (Electrolytic Nickel)
2. ผงอะลูมินา (Al_2O_3)
3. ผงอะลูมิเนียม
4. ผงซิลิกาจากอุตสาหกรรม (SiO_2 , ควอทซ์)
5. เถ้าแกลบ (RHA)
6. ผงแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl)

3.2 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบ

1. ตัดโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์.
2. ขัดผิวชิ้นงานกระดาษทราย
3. ทำความสะอาดชิ้นงานและจัดเก็บไว้ในภาชนะ

3.3 ขั้นตอนการเคลือบผิว

1. เตรียมผงแอมโมเนียมคลอไรด์ ผงอะลูมิเนียม ผงอะลูมินาและผงควอทซ์/ผงเถ้าแกลบ ด้วยเครื่องชั่งน้ำหนักดิจิทัลให้ได้อัตราส่วนดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยมวลของผงผสมตามสูตรต่างๆ

Batch (wt.%)	Al_2O_3	Al	SiO_2 or RHA	NH_4Cl
9 SiO_2 or 9 RHA	60	29	9	2
13.5 SiO_2 or 13.5 RHA	60	24.5	13.5	2
18 SiO_2 or 18 RHA	60	20	18	2

2. นำผงผสมที่ได้ใส่ลงในถ้วยอะลูมินา ประมาณ 2 ใน 3 ส่วนและอัดให้แน่น (ทำสองถ้วย ถ้วยแรกเติมควอทซ์ ถ้วยที่สองเติม RHA)

3. นำชิ้นงานโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์ที่เตรียมไว้วางลงในถ้วยอะลูมินาและนำผงที่ผสมจากข้อ 2. กลบชิ้นงานและอัดให้แน่น

4. นำผงอะลูมินาเททับอีกชั้น และอัดให้แน่น เพื่อไม่ให้มีอากาศอยู่ในถ้วย

5. ปิดฝาถ้วยอะลูมินา และใช้ลวดสแตนเลสพันรอบถ้วย
6. นำถ้วยอะลูมินาจากข้อ 5. ไปวางในเตาและใช้แก๊สอาร์กอนในการควบคุมบรรยากาศ
7. ตั้งค่าอุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการเคลือบตามเงื่อนไขการทดลองตามตารางที่ 3.2 โดยใช้ อัตราการให้ความร้อน 5°C/min
8. ปล่อยชิ้นงานให้เย็นตัวในเตา จากนั้นนำชิ้นงานไปวิเคราะห์

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทดลอง

	Batch (wt.%)	Temperature (°C)	Time (hours)
varies	9 SiO ₂ or 9 RHA	800	4
temperature	9 SiO ₂ or 9 RHA	1000	4
	9 SiO ₂ or 9 RHA	1000	4
varies	13.5 SiO ₂ or 13.5	1000	4
composition	RHA		
	18 SiO ₂ or 18 RHA	1000	4

3.4 การทดสอบความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

ชิ้นงานที่นำมาทดสอบ ได้แก่ นิกเกิลบริสุทธิ์ (pure Ni), ชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 900°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al coated), ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al+quartz coated) และ ชิ้นงานที่เติม RHA 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al+RHA coated) โดยนำชิ้นงานทั้ง 4 ชิ้น มาเผาที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติ (ทุก 10 ชั่วโมง จะนำชิ้นงานทั้ง 4 ชิ้นออกมาชั่งน้ำหนักด้วย เครื่องชั่งดิจิตอล 4 ตำแหน่ง)

3.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผงเถ้าแกลบและผงซิลิกาจากอุตสาหกรรม

1. นำผงเถ้าแกลบและผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) เพื่อให้ทราบถึงโครงสร้างผลึก
2. นำผงเถ้าแกลบมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescence (XRF) เพื่อตรวจสอบ ส่วนประกอบเถ้าแกลบ

3. นำผงเถ้าแกลบและผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมมาวิเคราะห์รูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Scanning Electron microscopy (SEM) เพื่อตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและหาขนาดอนุภาคของผงจากรูปถ่าย SEM โดยจะคำนวณจากทั้งหมด 7 รูป รูปละ 30 อนุภาคแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย

4. นำผงเถ้าแกลบและผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมมาวิเคราะห์ด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller method (BET method) เพื่อให้ทราบถึงพื้นที่ผิวจำเพาะ

3.6 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ผ่านการทำอะลูมิเนียม

1. วิเคราะห์ชิ้นงานด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)/Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD) at 5° เพื่อตรวจสอบเฟสของชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้น

2. นำชิ้นงานมาตัดด้วยเครื่องตัดตามแนวขวาง (Cross Section) และนำชิ้นงานที่ตัดแล้วไปหล่อตัวเรือนชิ้นงาน (mounting press) แล้วนำไปขัดด้วยกระดาษทราย

3. นำชิ้นงานที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายและขัดด้วยผงขัดชิ้นงานอะลูมิเนียมบับนผ้าสักหลาดจนได้ผิวที่เงาคล้ายกระจกเงา

4. วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชั้นแพร์ที่เกิดขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Scanning Electron microscopy (SEM)

5. วิเคราะห์ชิ้นงานด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) เพื่อตรวจสอบปริมาณธาตุต่างๆในชั้นฟิล์ม

3.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชัน

1. หลังการเผาทุก 10 ชั่วโมง จะนำชิ้นงานออกมาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งดิจิทัล 4 ตำแหน่งและทำจนครบ 100 ชั่วโมง

2. นำชิ้นงานที่ทดสอบครบ 100 ชั่วโมง มาวิเคราะห์รูปร่างพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Scanning Electron microscopy (SEM)

3. นำชิ้นงานที่ทดสอบครบ 100 ชั่วโมง มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)/Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD) at 1° เพื่อตรวจสอบเฟสของชั้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้น

3.5 แผนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงาน	ระยะเวลา (เดือน)																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1. ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	■	■	■	■	■	■	■	■										
2. ออกแบบวิธีการทดลองและวางแผนการทดลอง		■	■	■	■	■	■											
3. ทำการทดลอง								■	■	■	■							
4. เตรียมชิ้นงานสำหรับการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางวัสดุ											■	■	■	■	■			
5. พิสูจน์เอกลักษณ์ทางวัสดุ											■	■	■	■	■			
6. วิเคราะห์และสรุปงานวิจัย														■	■	■	■	
7. จัดทำรายงานวิจัย																	■	
8. เสนอผลงานวิจัย																		■

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 คุณลักษณะของเถ้าแกลบและซิลิกาจากอุตสาหกรรม

4.1.1 โครงสร้างผลึกและส่วนประกอบ

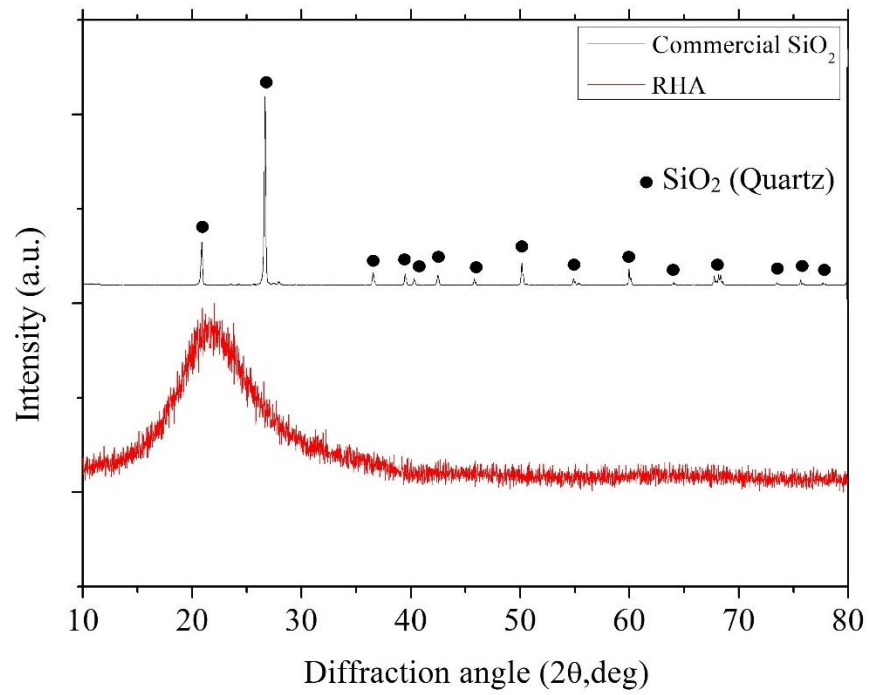
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) พบว่า ผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมจะมีรูปผลึกเป็นควอทซ์ (quartz) โดย คำว่า “ควอทซ์” ที่ปรากฏในวิทยานิพนธ์ จะหมายถึง ผงซิลิกาอุตสาหกรรม ส่วนผงเถ้าแกลบ (RHA) ปรากฏพีคในช่วง 2θ ตั้งแต่ 15 – 35 องศา เป็นยอดกราฟกว้าง และมียอดกราฟสูงสุดอยู่ที่ 21.8 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.1

จาก Scherrer's equation

$$D = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos \theta}$$

เมื่อ	D	คือ	ขนาดของผลึก (nm)
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (nm)
	β	คือ	ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค (radian)
	θ	คือ	ตำแหน่งของพีค (radian)

สามารถคำนวณหาขนาดผลึกได้ว่ามีขนาดผลึกประมาณ 0.85 nm ซึ่งมีการรายงานว่าถ้าขนาดผลึกมีขนาดต่ำกว่า 2.5 nm จะจัดเป็นโครงสร้างอสัณฐาน (amorphous) [14] และด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) พบว่าเถ้าแกลบมีส่วนประกอบหลักคือ SiO_2 อยู่มากถึง 99.45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่วนสารประกอบที่พบรองลงมาคือ Na_2O ประมาณ 0.14 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ดังแสดงในตารางที่ 4.1)



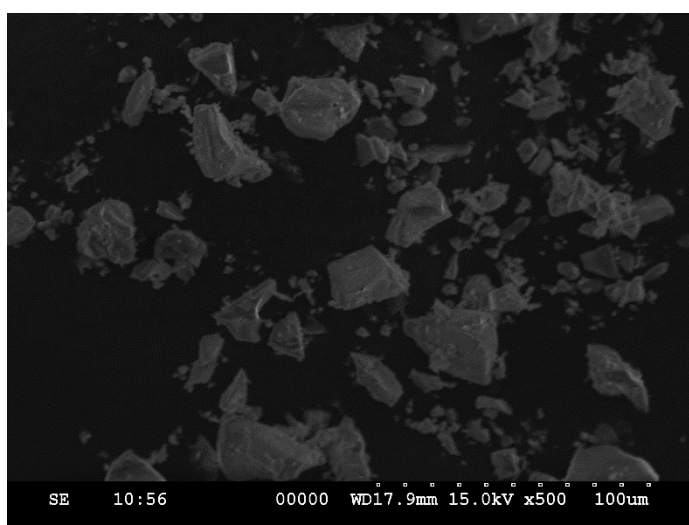
รูปที่ 4.1 XRD pattern ของผงซิลิกาจากอุตสาหกรรมและผงเถ้าแกลบ

ตารางที่ 4.1 ส่วนประกอบของเถ้าแกลบ

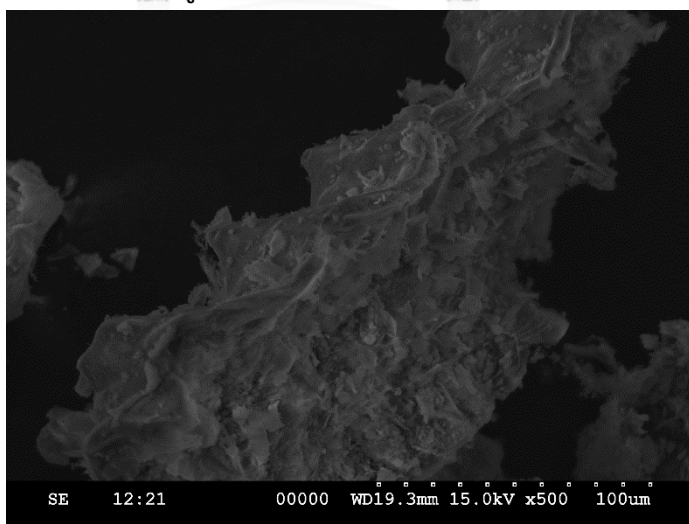
ชนิดของสารประกอบ	ปริมาณ (wt.%)
SiO ₂	99.45
CaO	0.08
P ₂ O ₅	0.08
Na ₂ O	0.14
SO ₃	0.07
Al ₂ O ₃	0.05
Fe ₂ O ₃	0.03
MgO	0.04
K ₂ O	0.02
Cl	0.01
Cr ₂ O ₃	0.01

4.1.2 ลักษณะพื้นผิว, ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ

เมื่อตรวจสอบสัณฐานของผงควอทซ์และผงเถ้าแกลบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning Electron microscope (SEM) พบว่าอนุภาคของผงควอทซ์จะมีพื้นผิวที่ราบเรียบและมีการเกาะกลุ่มรวมตัวกันเล็กน้อย ส่วนอนุภาคของผงเถ้าแกลบมีลักษณะเป็นท่อที่ข้างในกลวงและพื้นผิวมีความขรุขระไม่ราบเรียบเนื่องจากพื้นผิวถูกทำลายจากการเผาและการล้างกรดในขั้นตอนการเตรียมผงเถ้าแกลบ โดยผงควอทซ์จะมีขนาดอนุภาคประมาณ $26.14 \pm 15.33 \mu\text{m}$ ส่วนผงเถ้าแกลบจะมีขนาดอนุภาคประมาณ $157.02 \pm 99.48 \mu\text{m}$ ดังแสดงในรูปที่ 4.2 และรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.2 ภาพ SEM ของผงควอทซ์



รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบ

จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller method (BET method) พบว่าผงควอทซ์มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 3.94 m²/g ส่วนผงเถ้าแกลบมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงถึง 140.46 m²/g (ดังแสดงในตารางที่ 4.2) เนื่องจากจากลักษณะของผงเถ้าแกลบที่เป็นท่อกลวงและพื้นผิวมีความขรุขระไม่ราบเรียบแตกต่างจากผงควอทซ์ที่มีลักษณะเป็นผลึกและพื้นผิวราบเรียบทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะของผงเถ้าแกลบสูงกว่าผงควอทซ์มาก

ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของผงควอทซ์และผงเถ้าแกลบ

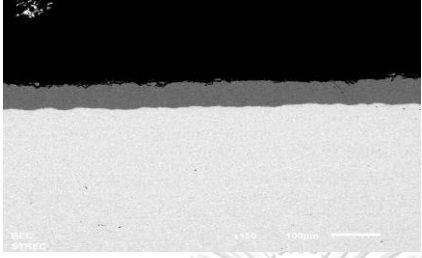
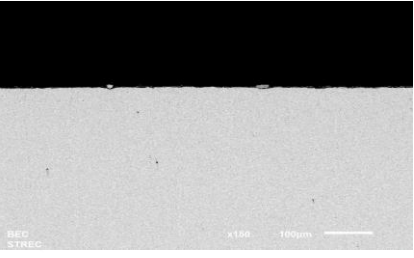
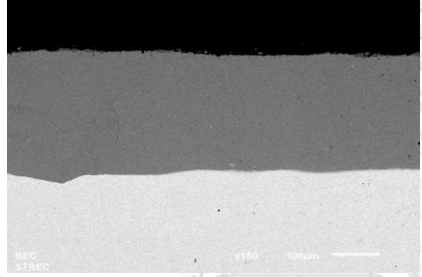
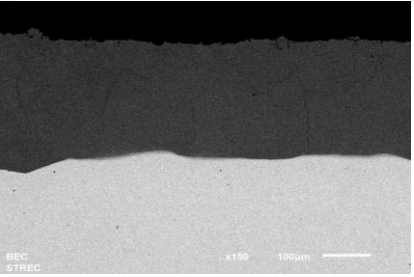
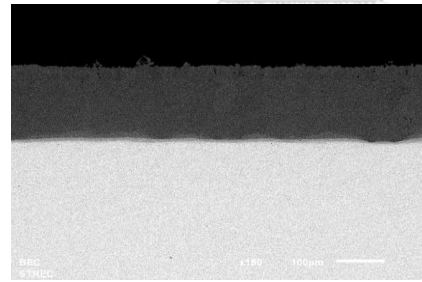
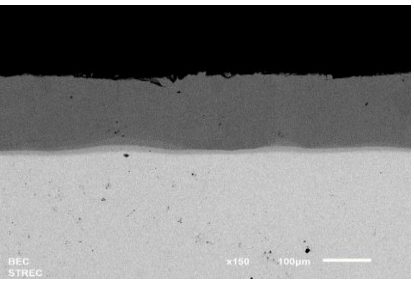
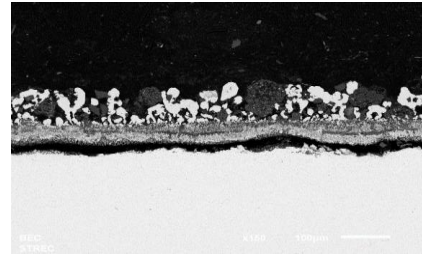
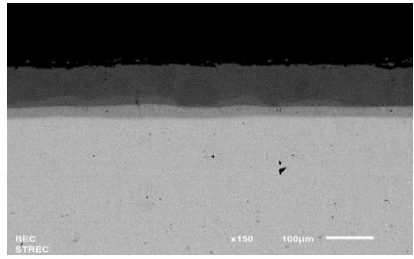
ผง	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)
ควอทซ์ (quartz)	3.94
เถ้าแกลบ (RHA)	140.46



4.2 คุณลักษณะของชิ้นงานที่ผ่านการทำอะลูมิไนซิง

4.2.1 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของชั้นฟิล์ม

ตารางที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

	Quartz	RHA
9 wt.% 800°C 4 ชั่วโมง		
9 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง		
13.5 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง		
18 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง		
* 22.5 wt.% ทั้งชิ้นงานที่เติมควอตซ์และชิ้นงานที่เติม RHA เกิด fully oxidized		

ตารางที่ 4.4 ความหนาของชั้นฟิล์มในชิ้นงานต่างๆ

	layer	Quartz (μm)	RHA (μm)
9 wt.% 800°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	60.14±3.99	ไม่มีชั้นฟิล์มเกิดขึ้น
	inter-diffusion layer	-	
9 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	283.92±15.65	281.89±23.80
	inter-diffusion layer	-	3.78±0.91
13.5 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	172.60±3.10	174.25±3.22
	inter-diffusion layer	7.01±1.77	11.94±2.34
18 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	เกิดออกไซด์	104.94±3.49
	inter-diffusion layer	ชั้นฟิล์มร้อน	28.77±4.48
* 22.5 wt.% ทั้งชิ้นงานที่เติมควอทซ์และชิ้นงานที่เติม RHA เกิด fully oxidized			

จากตารางที่ 4.3 และตารางที่ 4.4 พบว่าการทำอะลูมิเนียมไนซิงที่ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 9 wt.% สามารถเกิดชั้นแพร์ได้ แต่ชิ้นงานที่เติม RHA 9 wt.% ไม่มีชั้นแพร์เกิดขึ้น จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิในการทำอะลูมิเนียมไนซิงเป็น 1000°C โดยใช้เวลาในการเผาและเติมปริมาณของ สารเจือเท่าเดิม (4 ชั่วโมง เติมสารเจือ 9 wt.%) พบว่า ชิ้นงานที่เติมควอทซ์จะมีความหนาของชั้นแพร์ มากขึ้นและชิ้นงานที่เติม RHA 9 wt.% จะมีฟิล์มเกิดขึ้น 2 ชั้นคือ diffusion layer และ inter-diffusion layer

เมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือเป็น 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า ชั้น diffusion layer จะมีความหนาลดลง แต่ชั้น inter-diffusion layer จะมีความหนาเพิ่มขึ้น ทั้งใน ชิ้นงานที่เติมควอทซ์และชิ้นงานที่เติม RHA แต่ชั้น inter-diffusion layer ในชิ้นงานที่เติม RHA จะมีความหนามากกว่า

เมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือเป็น 18 wt.% ใช้อุณหภูมิและเวลาเท่าเดิม (1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) พบว่าชิ้นงานที่เติมควอทซ์เกิดการออกไซด์ขึ้นที่ผิวของชิ้นงานและมีการหลุดร่อนของชั้น

ฟิล์ม แต่ชั้นงานที่เติม RHA ยังคงเกิดชั้นฟิล์มขึ้น 2 ชั้น โดยชั้น diffusion layer จะมีความหนาลดลง แต่ชั้น inter-diffusion layer จะมีความหนาเพิ่มขึ้น

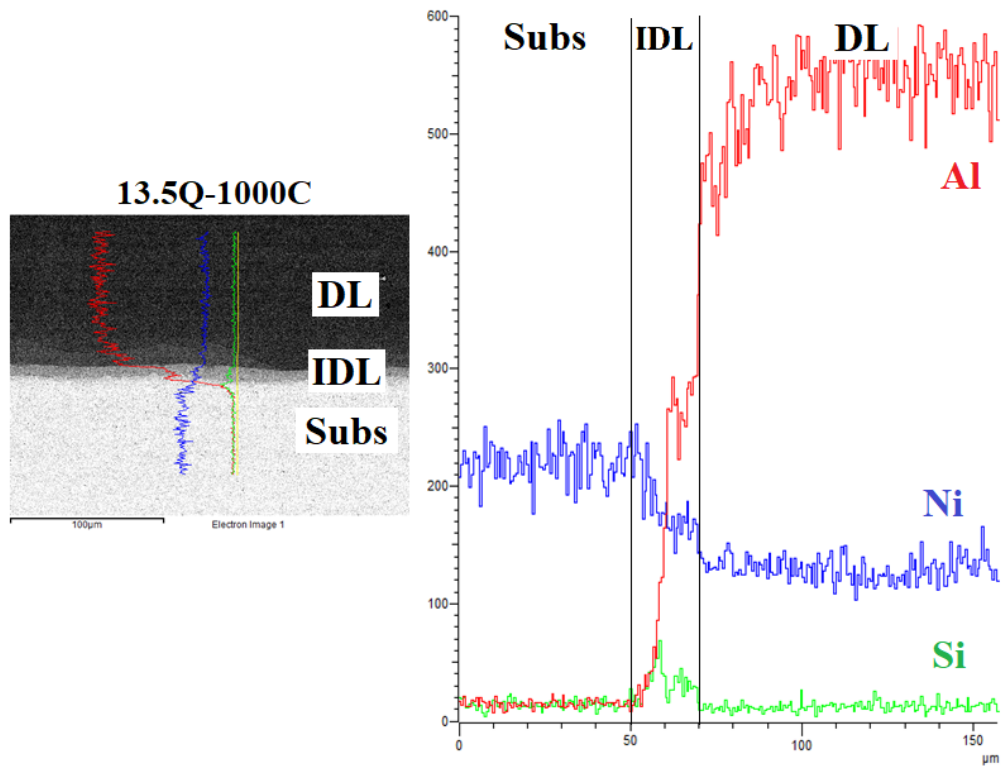
4.2.2 ปริมาณของซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นฟิล์ม

ตารางที่ 4.5 ปริมาณซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นงานต่างๆ

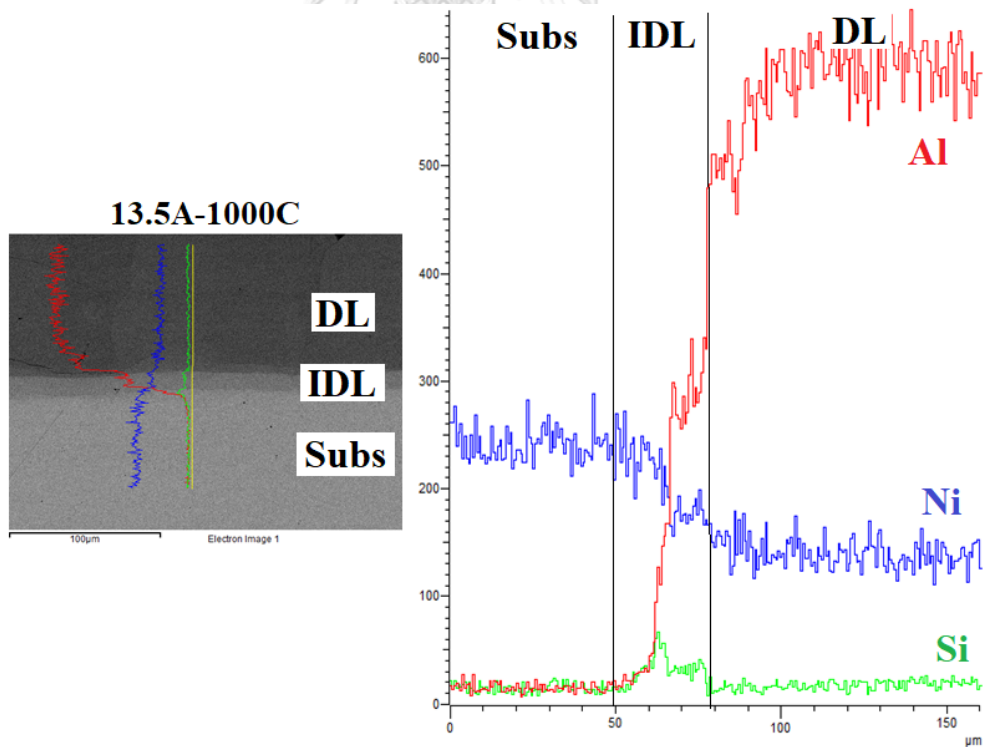
	layer	quartz (at.%)	RHA (at.%)
9 wt.% 800°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	0.18±0.07	ไม่มีชั้นฟิล์มเกิดขึ้น
	inter-diffusion layer	-	
9 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	0.30±0.09	0.50±0.05
	inter-diffusion layer	-	1.56±1.34
13.5 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	0.63±0.06	1.07±0.10
	inter-diffusion layer	1.97±0.26	3.83±1.09
18 wt.% 1000°C 4 ชั่วโมง	diffusion layer	เกิดออกไซด์	1.59±0.36
	inter-diffusion layer	ชั้นฟิล์มร่อน	5.65±1.25

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

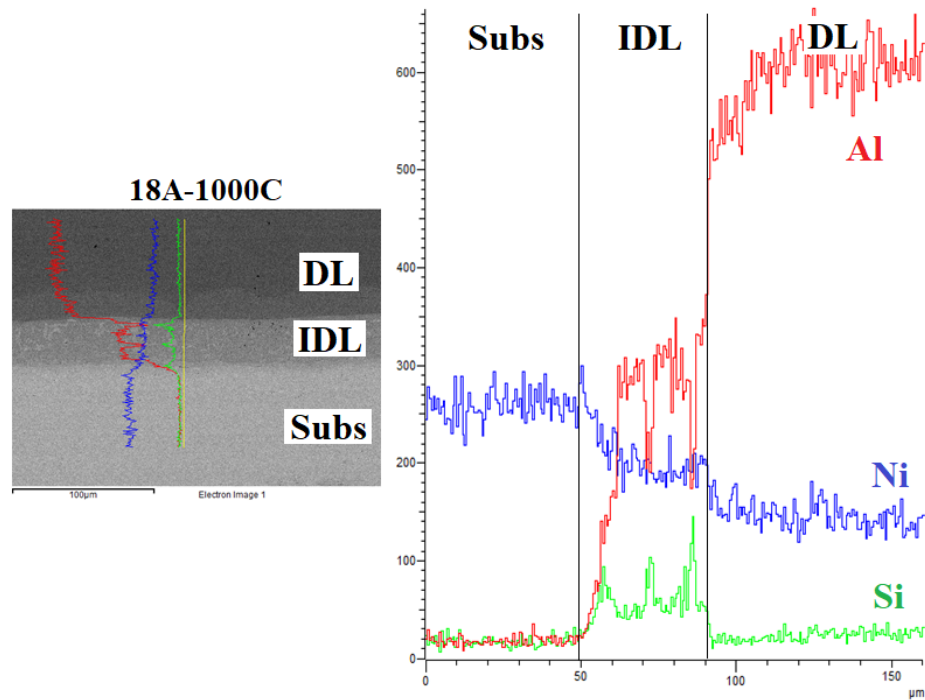
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) ทำให้ทราบถึงปริมาณซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นฟิล์ม (ดังแสดงในตารางที่ 4.5) พบว่าการเพิ่มปริมาณสารเจือจะทำให้ปริมาณซิลิกอนในชั้นฟิล์มเพิ่มสูงขึ้น และปริมาณซิลิกอนในชั้น inter-diffusion layer จะสูงกว่าในชั้น diffusion layer ในทุกกรณีของชนิดสารเจือ โดยชั้นงานที่เติม RHA จะมีปริมาณซิลิกอนทั้งในชั้น diffusion layer และชั้น inter-diffusion layer สูงกว่าชั้นงานที่เติมควอทซ์ ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ SEM ที่ว่าชั้น inter-diffusion layer จะมีความหนามากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือ เนื่องจากชั้น inter-diffusion layer เป็นแหล่งของซิลิกอนเมื่อปริมาณซิลิกอนเพิ่มขึ้น ชั้น inter-diffusion layer จะมีความหนาเพิ่มขึ้น สามารถยืนยันได้จากการวิเคราะห์ EDX line scan ของชั้นงานที่มีฟิล์ม 2 ชั้น ซึ่งจะพบว่าบริเวณชั้น inter-diffusion layer จะมีปริมาณซิลิกอนที่สูงกว่าบริเวณอื่นดังแสดงในรูปที่ 4.4 - 4.6



รูปที่ 4.4 EDX line scan ของชิ้นงานเติมควอทซ์ 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

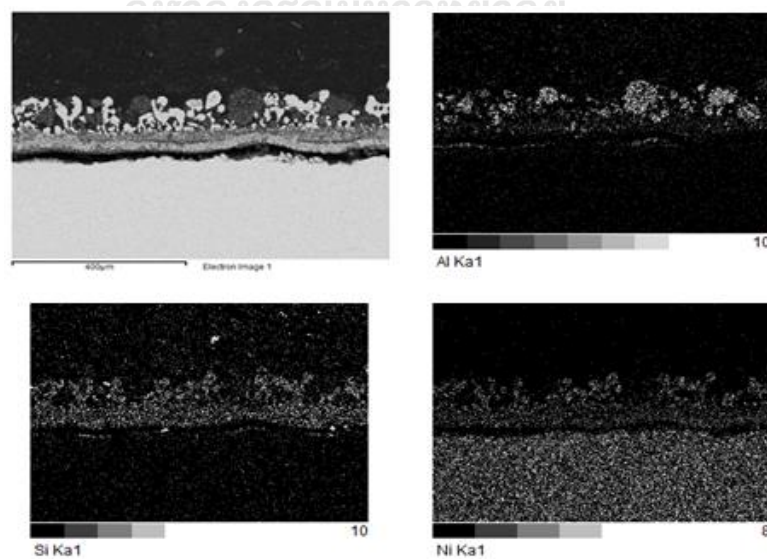


รูปที่ 4.5 EDX line scan ของชิ้นงานเติม RHA 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



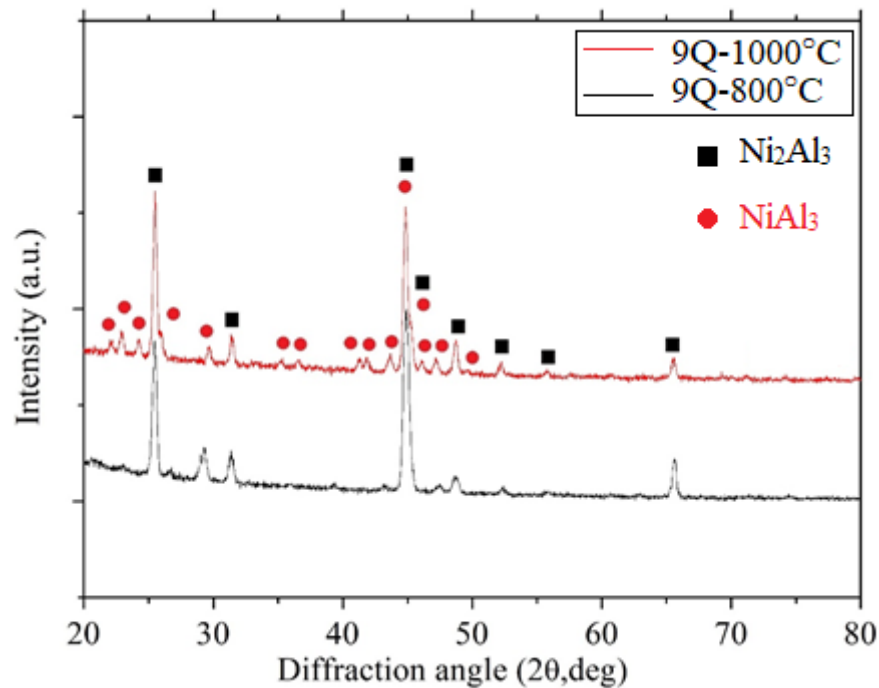
รูปที่ 4.6 EDX line scan ของชิ้นงานเดิม RHA 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ส่วนชิ้นงานที่ชั้นฟิล์มหลุดร่อนเนื่องจากเกิดการออกซิไดซ์ขึ้นที่ผิว คือ ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX mapping พบว่าที่ผิวของชิ้นงานเกิดสารประกอบออกไซด์ของอะลูมิเนียมและซิลิกอน ดังแสดงในรูปที่ 4.7



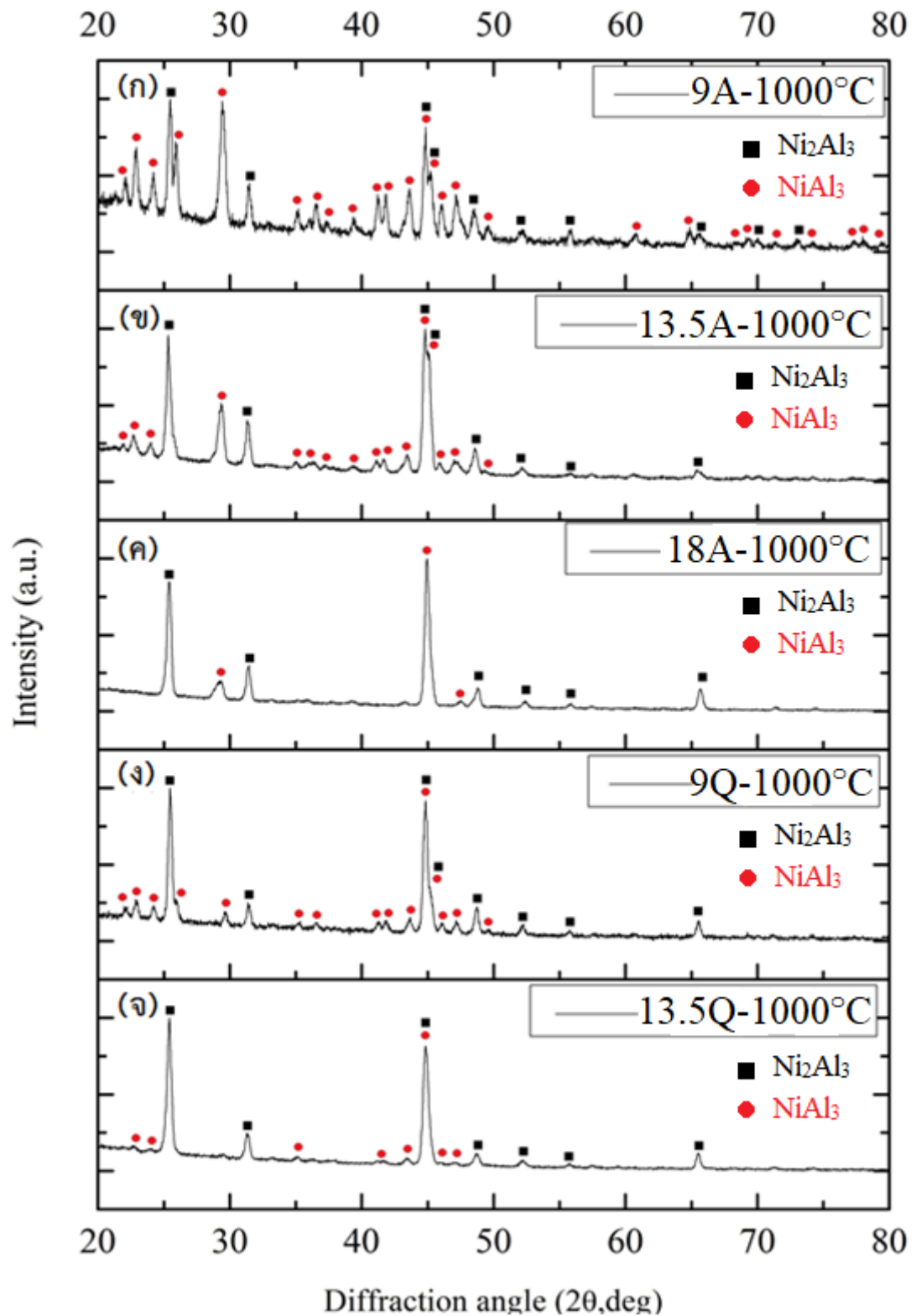
รูปที่ 4.7 EDX mapping ของชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.3 โครงสร้างของสารประกอบในชั้นฟิล์ม



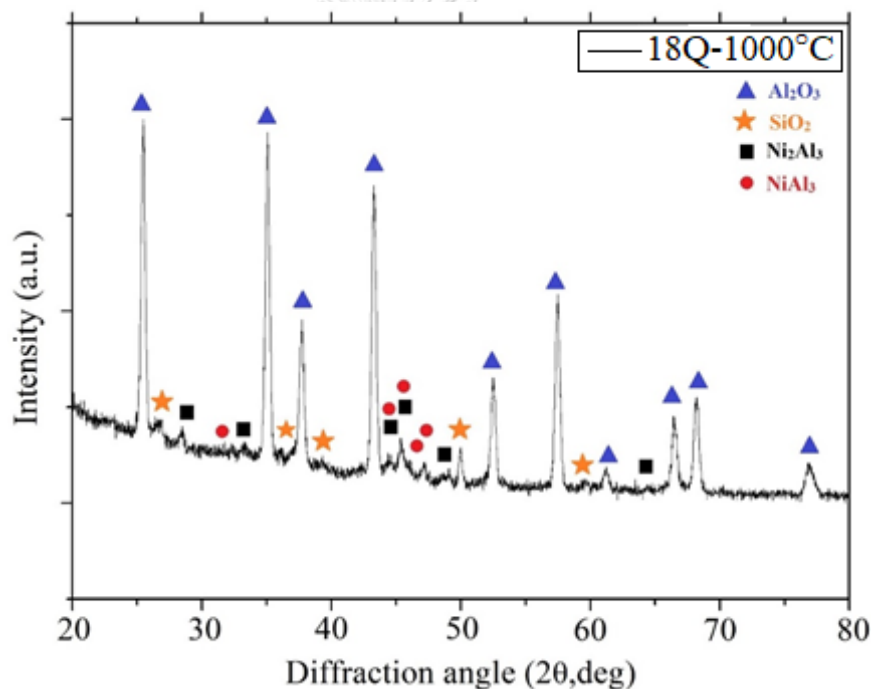
รูปที่ 4.8 XRD pattern ของชั้นงานที่เติมคอปเปอร์ 9 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 800°C และ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำชั้นงานมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) พบว่าเฟสของชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นนั้นคือ เฟส Ni_2Al_3 และ NiAl_3 เมื่อเปรียบเทียบกับชั้นงานที่เติมคอปเปอร์ 9 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 800°C และ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (เดิมสารเจือเท่าเดิมแต่เพิ่มอุณหภูมิในการทำอะลูมิเนียมในเชิง) พบว่า ทั้งสองชั้นงานมีเฟส Ni_2Al_3 เป็นเฟสหลัก และมีเฟส NiAl_3 รวมอยู่ด้วย แต่ชั้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่อุณหภูมิ 1000°C จะมีปริมาณของทั้งสองเฟสมากกว่าชั้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่อุณหภูมิ 800°C ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.9 XRD pattern ของชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมไนซิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) เต็ม RHA 9 wt.% (ข) เต็ม RHA 13.5 wt.% (ค) เต็ม RHA 18 wt.% (ง) เต็มควอทซ์ 9 wt.% (จ) เต็มควอทซ์ 13.5 wt.%

เมื่อเปรียบเทียบเฟสที่เกิดขึ้นของชิ้นงานที่เติม RHA ในปริมาณที่ต่างกัน คือ 9, 13.5 และ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (อุณหภูมิและเวลาที่ใช้เหมือนกัน แต่ปริมาณสารเจือที่เติมต่างกัน) พบว่าชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นคือ เฟส Ni_2Al_3 และ NiAl_3 แต่ที่ต่างกันคือเมื่อเพิ่มปริมาณ RHA ที่เติมลงไป จะทำให้ปริมาณของเฟส NiAl_3 ลดลง ดังแสดงในรูปที่ 4.9(ก), รูปที่ 4.9(ข) และรูปที่ 4.9(ค) ซึ่งเป็นเช่นเดียวกับชิ้นงานที่เติมควอทซ์คือ เมื่อเพิ่มปริมาณการเติมควอทซ์จะทำให้ปริมาณของเฟส NiAl_3 ลดลงดังแสดงในรูปที่ 4.9(ง) และรูปที่ 4.9(จ) และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานที่เติมควอทซ์กับชิ้นงานที่เติม RHA (ปริมาณสารเจือที่เติมเท่ากัน) จะพบว่า ชิ้นงานที่เติม RHA จะมีปริมาณของเฟส NiAl_3 มากกว่าชิ้นงานที่เติมควอทซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.9(ก), (ง) และรูปที่ 4.9(ข), (จ)

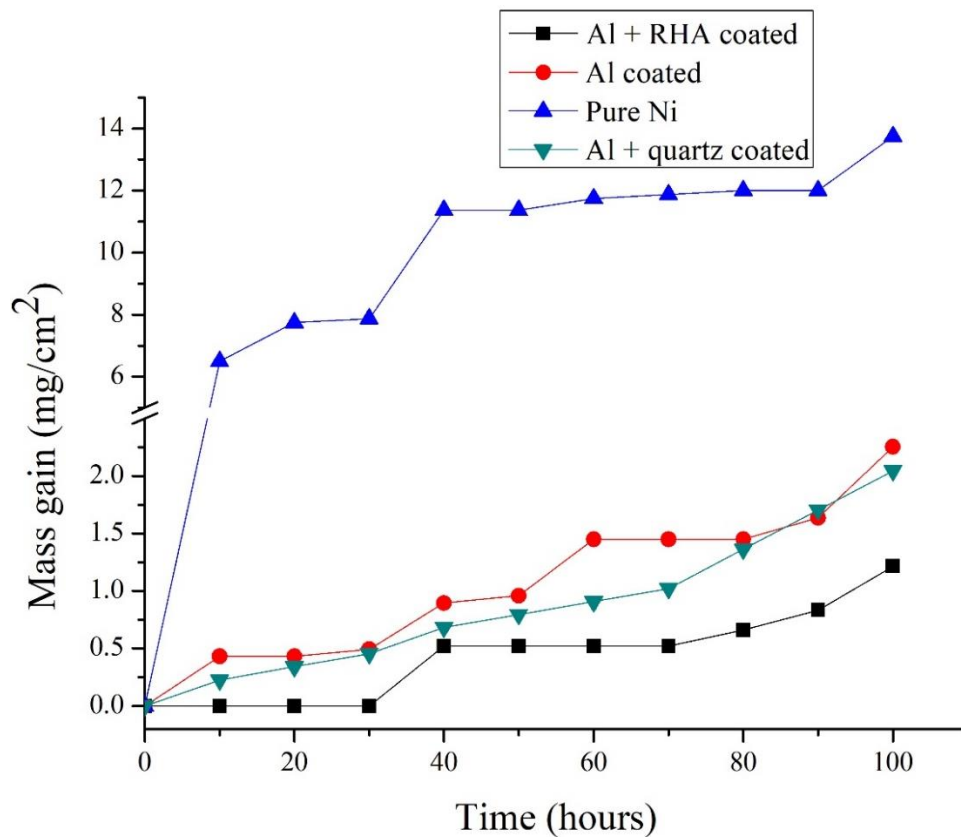


รูปที่ 4.10 XRD pattern ของชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 18 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าเกิดการออกไซด์และชั้นฟิล์มหลุดร่อน จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ผิว คือ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) และควอทซ์ (SiO_2) อีกทั้งยังพบเฟส Ni_2Al_3 และ NiAl_3 ที่เป็นชั้นฟิล์มเล็กน้อยที่ผิวของชิ้นงาน ซึ่งแสดงได้ถึง การหลุดร่อนของชั้นฟิล์ม ดังแสดงในรูปที่ 4.10 ซึ่งสอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS mapping ในหัวข้อที่แล้ว

4.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

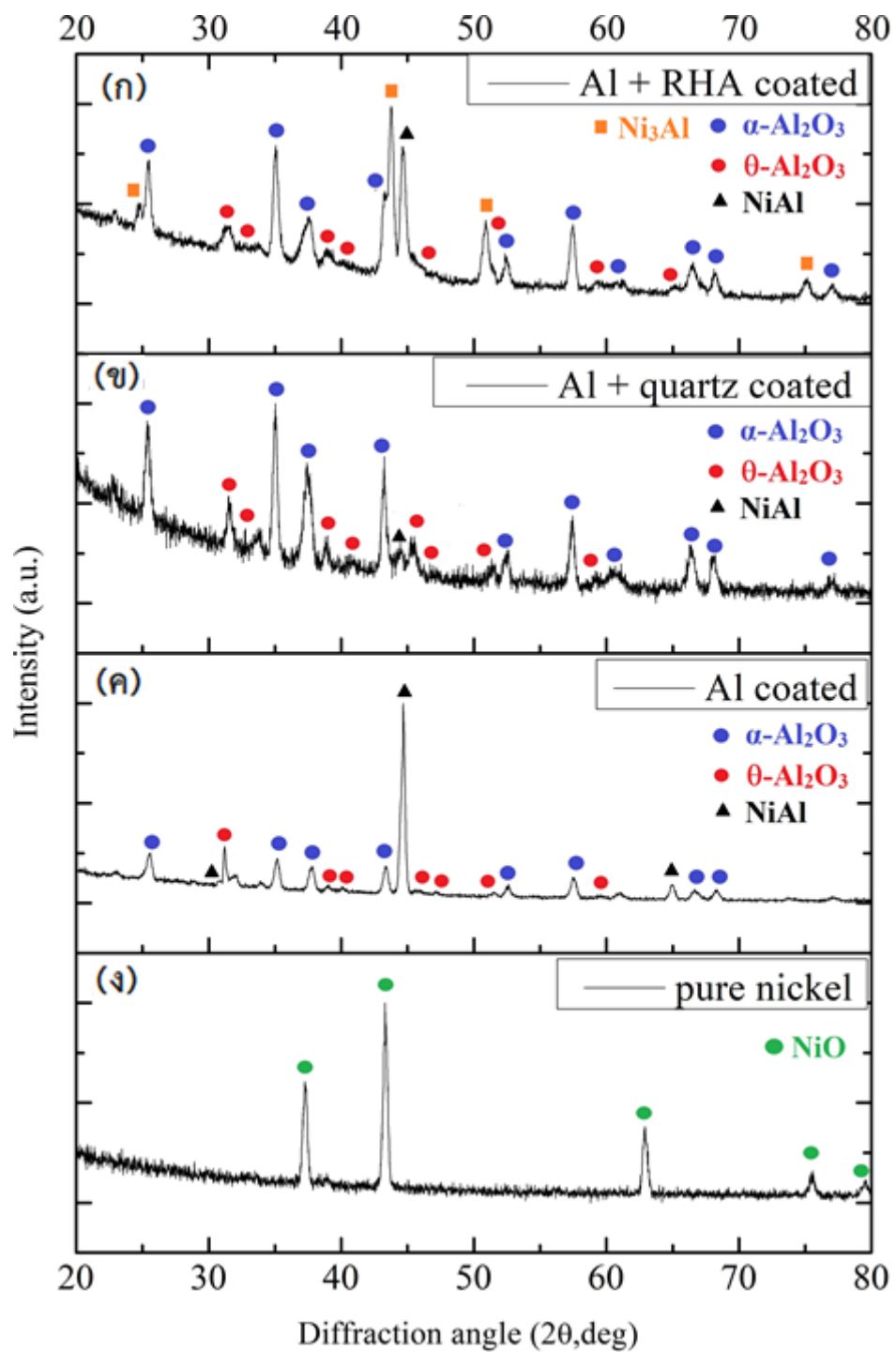
4.3.1 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นหลังการทดสอบออกซิเดชัน



รูปที่ 4.11 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง

หลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง พบว่า นิกเกิลบริสุทธิ์ (pure Ni) มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 13.75 mg/cm², ชิ้นงานที่ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 900°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al coated) มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 2.253 mg/cm², ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al+quartz coated) มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 2.045 mg/cm² และ ชิ้นงานที่เติม RHA 13.5 wt.% ทำอะลูมิเนียมในเชิงที่ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (Al+RHA coated) มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น 1.125 mg/cm² ดังแสดงในรูปที่ 4.11

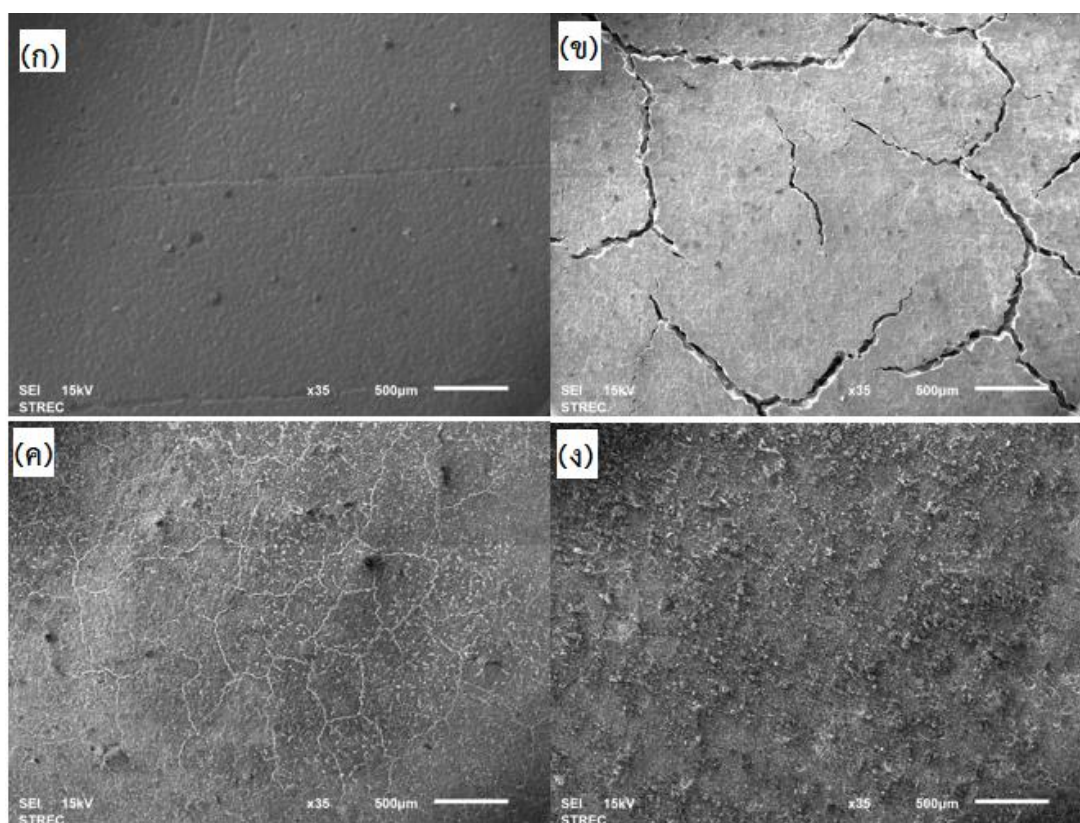
4.3.2 โครงสร้างของสารประกอบที่เกิดขึ้นที่ผิวหลังการทดสอบออกซิเดชัน



รูปที่ 4.12 XRD pattern ของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง (ก) Al+RHA coated, (ข) Al+quartz coated, (ค) Al coated และ (ง) pure nickel

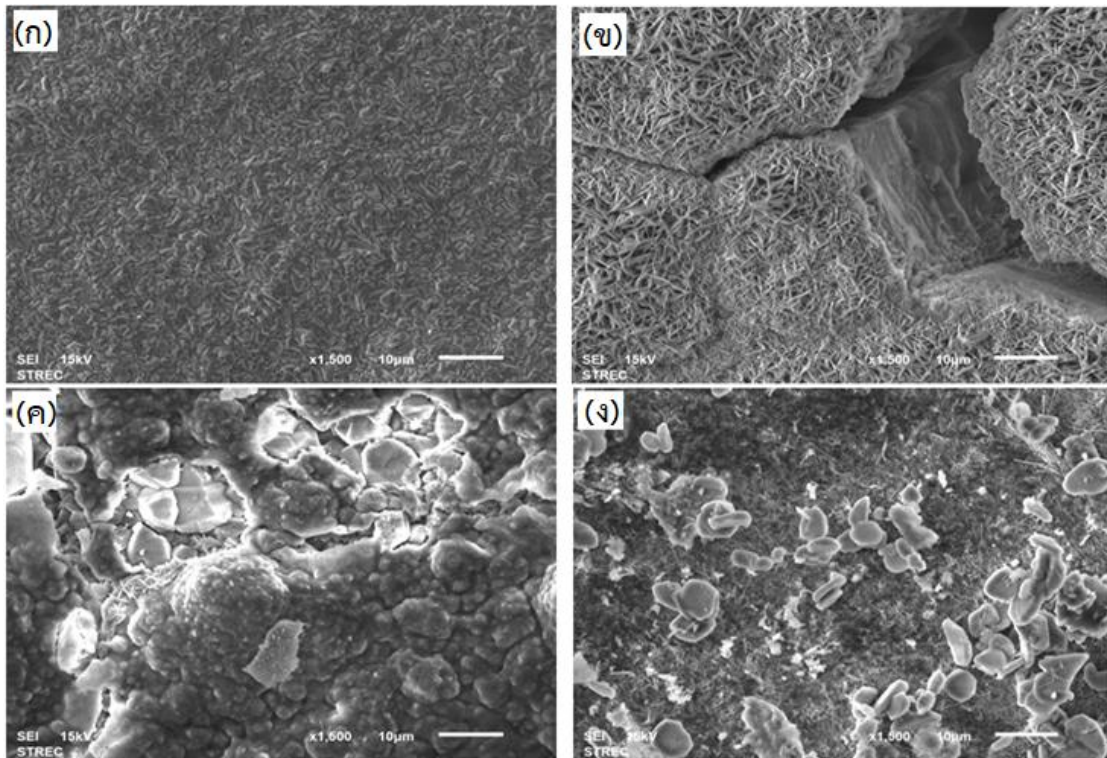
หลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง ชิ้นงาน pure nickel มีเฟส นิกเกิลออกไซด์ (NiO) เกิดขึ้นที่ผิว ส่วนชิ้นงาน Al coated, ชิ้นงาน Al + quartz coated และชิ้นงาน Al + RHA coated จะมีเฟส α -Al₂O₃ และ θ -Al₂O₃ เกิดขึ้นที่ผิว และชั้นฟิล์มอะลูมินด์ที่เคยเป็นเฟส Ni₂Al₃ และ NiAl₃ จะเปลี่ยนเป็นเฟส Ni₃Al และ NiAl ดังแสดงในรูปที่ 4.12

4.3.3 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชัน

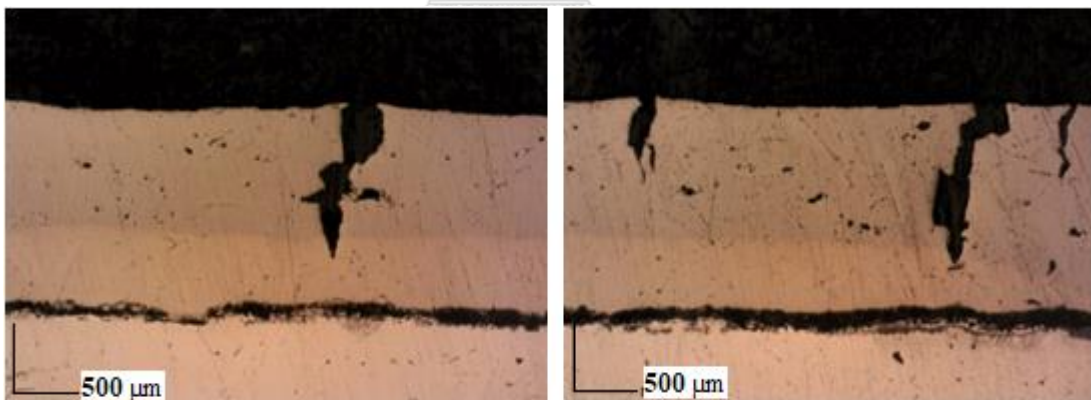


รูปที่ 4.13 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง (ก) pure nickel, (ข) Al coated, (ค) Al+quartz coated และ (ง) Al+RHA coated

หลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง นำชิ้นงานมาตรวจสอบพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) พบว่า พื้นผิวของชิ้นงาน Al coated จะพบรอยแตกอย่างชัดเจนที่ผิวของชิ้นงาน ส่วนผิวของชิ้นงาน Al+quartz coated จะพบเพียงรอยร้าว (ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า) แต่ชิ้นงาน Al+RHA coated จะไม่พบรอยแตกใดๆที่ผิว โดยเฟสที่มีลักษณะคล้ายเข็ม (needle-liked) คือเฟส θ -Al₂O₃ และเฟสที่มีลักษณะเป็นผลึก (equiaxed) คือเฟส α -Al₂O₃ ดังแสดงในรูปที่ 4.13 และรูปที่ 4.14 ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ในหัวข้อที่ 4.3.2



รูปที่ 4.14 พื้นผิวของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง กำลังขยายสูง (ก) pure nickel, (ข) Al coated, (ค) Al+quartz coated และ (ง) Al+RHA coated



รูปที่ 4.15 ภาพ OM cross section ของชิ้นงาน Al coated หลังผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 1000°C เป็นเวลา 100 ชั่วโมง

บทที่ 5

วิเคราะห์ผลการทดลอง

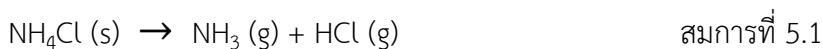
5.1 ชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้น

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) จะพบว่าชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้น คือเฟส Ni_2Al_3 และ $NiAl_3$ และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron microscopy (SEM) จะพบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นนั้นจะมี 2 ชั้น ได้แก่ ชั้น diffusion layer และชั้น inter-diffusion layer โดยความหนาของแต่ละชั้นจะเปลี่ยนแปลงไปตามปริมาณของสารเจือ คือเมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือที่เติม ชั้น diffusion layer จะมีความหนาลดลงแต่ชั้น inter-diffusion layer จะมีความหนาเพิ่มขึ้น เมื่อนำชิ้นงานมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) จะพบว่า มีปริมาณซิลิกอนเจืออยู่ในชั้นฟิล์ม โดยชั้น inter-diffusion layer จะมีปริมาณซิลิกอนมากกว่าชั้น diffusion layer และปริมาณซิลิกอนที่พบในฟิล์มทั้งสองชั้น จะมีปริมาณเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือที่เติมลงไป โดยชิ้นงานที่เติม RHA จะมีปริมาณซิลิกอนในชั้นฟิล์มมากกว่าชิ้นงานที่เติมควอซซ์ในทุกกรณี ซึ่งปฏิกิริยาการเข้าไปเจือในชั้นฟิล์มของซิลิกอนจะกล่าวถึงในหัวข้อถัดไป

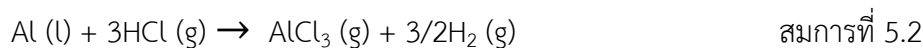
5.2 ปฏิกิริยาของการเกิดชั้นฟิล์มและการเจือซิลิกอนลงในชั้นฟิล์ม

5.2.1 ปฏิกิริยาของการเกิดชั้นฟิล์ม

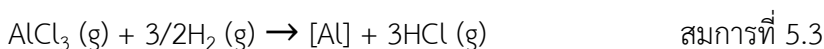
การเกิดชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนต์จากการทำอะลูมิเนียมซึ่งแบบผงจะเกิดขึ้นโดยเริ่มจากเมื่อ NH_4Cl ได้รับความร้อนจะทำให้เกิดการสลายตัวตามสมการ



จากนั้น HCl จะทำปฏิกิริยากับผงอะลูมิเนียม และเกิดปฏิกิริยาตามสมการ



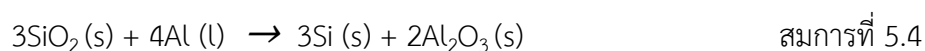
จากนั้น $AlCl_3 (g)$ ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับพื้นของวัสดุเนื้อพื้น โดย $AlCl_3 (g)$ จะสลายตัวได้ [Al] และแพร่เข้าไปผิวของวัสดุเนื้อพื้นตามสมการ



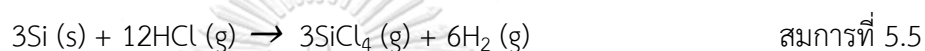
5.2.2 ปฏิกิริยาของการเจือซิลิกอนลงในชั้นฟิล์ม

การเจือ Si ลงในชั้นฟิล์ม SiO_2 จะต้องถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็น Si และทำปฏิกิริยาเกิดเป็น SiCl_4 จากนั้น SiCl_4 ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับพื้นของวัสดุเนื้อพื้น โดย SiCl_4 (g) จะสลายตัวได้ [Si] และ จะแพร่เข้าไปที่ผิวของวัสดุเนื้อพื้น แต่การรีดิวซ์ Si จะมีความเป็นไปได้ 3 กรณี คือ

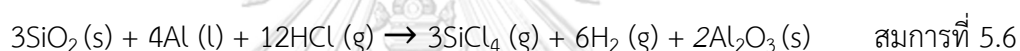
กรณีที่ 1 SiO_2 ถูกรีดิวซ์ด้วย Al



จากนั้น Si จะทำปฏิกิริยากับ HCl และเกิดปฏิกิริยาตามสมการ

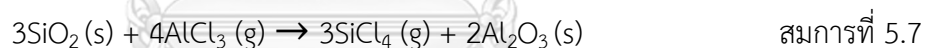


เมื่อนำสมการที่ 5.4 มารวมกับสมการที่ 5.5 จะได้



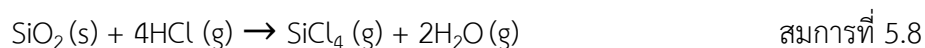
เมื่อคำนวณ Gibbs free energy (ΔG) ที่อุณหภูมิ 1273 K พบว่า $\Delta G = -1444.75 \text{ kJ/mol}$

กรณีที่ 2 SiO_2 ถูกรีดิวซ์ด้วย AlCl_3



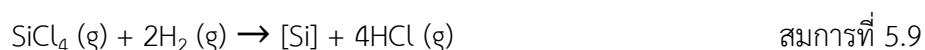
เมื่อคำนวณ Gibbs free energy (ΔG) ที่อุณหภูมิ 1273 K พบว่า $\Delta G = 17.62 \text{ kJ/mol}$

กรณีที่ 3 SiO_2 ถูกรีดิวซ์ด้วย HCl



เมื่อคำนวณ Gibbs free energy (ΔG) ที่อุณหภูมิ 1273 K พบว่า $\Delta G = 115.83 \text{ kJ/mol}$

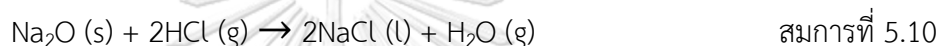
พิจารณาจาก Gibbs free energy (ΔG) ของทั้ง 3 กรณีแล้วพบว่า ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการรีดิวซ์ SiO_2 จะเป็นไปตามกรณีที่ 1 (ตามสมการที่ 5.6) จากนั้น SiCl_4 (g) ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับพื้นของวัสดุเนื้อพื้น โดย SiCl_4 (g) จะสลายตัวได้ Si และแพร่เข้าไปที่ผิวของวัสดุเนื้อพื้น ตามสมการ



จะเห็นได้ว่าในกระบวนการอะลูมิเนียมในเชิงแบบผงที่มีการเจือซิลิกอนปริมาณของ Al (s) จะถูกแบ่งเป็นสองส่วนโดยส่วนแรกจะใช้ในการเกิดชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนต์และส่วนที่สองจะใช้ในการรีดิวซ์ SiO₂ ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือ ปริมาณ Al ที่ใช้ในการเกิดชั้นฟิล์มอะลูมิเนียมไนต์จะลดลง เป็นผลให้เมื่อเราเพิ่มปริมาณสารเจือ ฟิล์มที่เกิดขึ้นจะบางลง

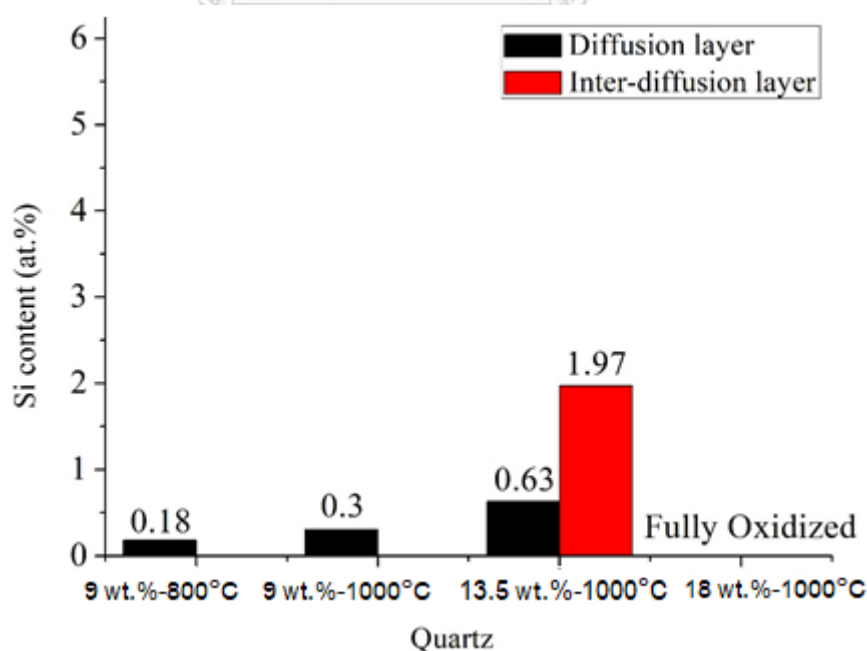
5.3 ผลของสารเจือใน RHA

จากการวิเคราะห์หาส่วนประกอบของ RHA ด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) พบว่า RHA มี Na₂O เป็นส่วนประกอบอยู่ด้วย ดังนั้นในขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา Na₂O จะสามารถเกิดปฏิกิริยากับ HCl (แย่ง HCl ที่จะใช้ในปฏิกิริยาการเกิดชั้นฟิล์ม) ได้ตามสมการ

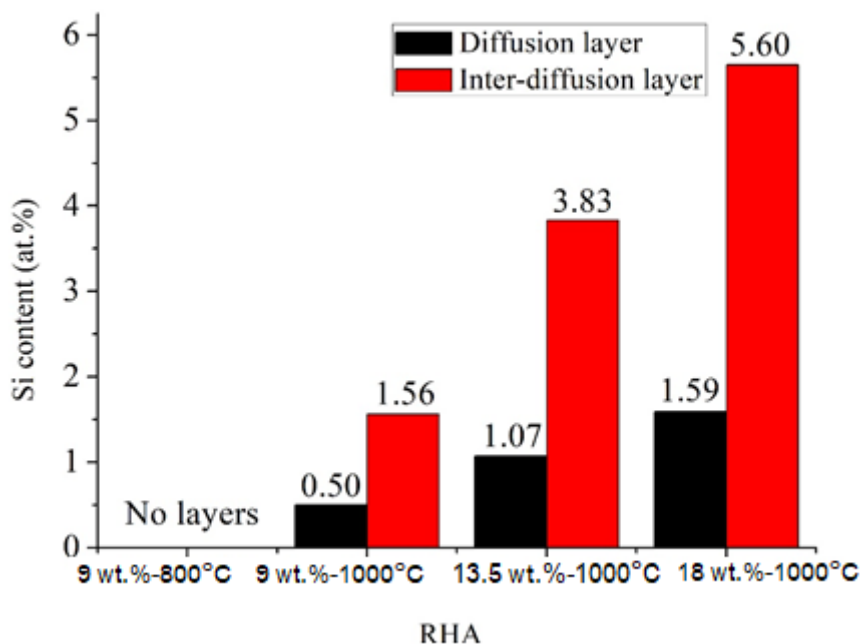


ซึ่ง NaCl เป็น activator ที่แย่งที่อุณหภูมิต่ำกว่า 800°C (ไม่แตกตัวเพื่อจ่าย Cl⁻) [7] ดังนั้นชิ้นงานที่เติม RHA 9 wt.% ทำอะลูมิเนียมไนต์ที่ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงจึงไม่มีชั้นฟิล์มเกิดขึ้น แต่จะสามารถเกิดชั้นฟิล์มได้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำอะลูมิเนียมไนต์ขึ้นเป็น 1000°C

5.4 ปริมาณซิลิกอน (Si) ที่พบในชั้นฟิล์ม



รูปที่ 5.1 ปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มของชิ้นงานที่เติมควอทซ์



รูปที่ 5.2 ปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มของชิ้นงานที่เติม RHA

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้น diffusion layer และในชั้น inter-diffusion layer จะพบว่าในชั้น inter-diffusion layer จะมีปริมาณซิลิกอนสูงกว่าในชั้น diffusion layer เนื่องจากซิลิกอนสามารถละลายในเฟส Ni_2Al_3 และ $NiAl_3$ ได้น้อยมาก จึงถูกผลักออกมาอยู่ที่ชั้น inter-diffusion layer เป็นเหตุให้ปริมาณซิลิกอนในชั้น inter-diffusion layer สูงกว่าในชั้น diffusion layer ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และรูปที่ 5.2 ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) และการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron microscopy (SEM) เนื่องจากจะเห็นว่าชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงานที่เติม RHA หนา มากกว่าชิ้นงานที่เติมควอทซ์ และชั้น inter-diffusion layer จะหนาขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารเจือ

การเพิ่มปริมาณสารเจือเป็นการเพิ่มปริมาณ SiO_2 ทำให้ partial pressure ของ $SiCl_4$ สูงขึ้น ตามสมการที่ 5.6 ซึ่งจะส่งผลให้มีปริมาณซิลิกอนที่แพร่เข้าสู่เนื้อของวัสดุมากขึ้น ตามสมการที่ 5.9 ทำให้การเพิ่มปริมาณสารเจือจะส่งผลให้ปริมาณ Si ในชั้นฟิล์มสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และรูปที่ 5.2

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มจะเห็นว่าชิ้นงานที่เติม RHA จะมีปริมาณซิลิกอนในชั้นฟิล์มสูงกว่าชิ้นงานที่เติมควอทซ์เสมอ เนื่องจากจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller method (BET method) จะเห็นว่าผง RHA มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าผงควอทซ์ มากกว่าประมาณ 35.65 เท่า ($140.46 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $3.94 \text{ m}^2/\text{g}$ ตามลำดับ) ทำให้ผง RHA มีพื้นที่ใน

การเกิดปฏิกิริยามากกว่า จึงมีปริมาณซิลิกอนในชั้นฟิล์มของชิ้นงานที่เติม RHA สูงกว่า ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และรูปที่ 5.2

5.5 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชัน

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) พบว่าชั้น ออกไซด์ ที่เกิดขึ้นที่ผิวคือ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) เมื่อพิจารณาจากลักษณะพื้นผิวที่ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) จะพบว่า ชิ้นงานที่ผ่านการอะลูมิเนียมไนตริ่งโดยไม่มีสารเจือ (Al-coated) จะมีรอยแตกที่ผิวหน้าของชิ้นงาน โดยอาจเป็นผลมาจากความเค้นระหว่างการแปลงเฟสจาก $\theta-Al_2O_3$ ไปเป็น $\alpha-Al_2O_3$ (growth stress) ที่มีความแตกต่างของปริมาตรหน่วยผลึก โดยมีการรายงานว่าความแตกต่างดังกล่าวมีค่าประมาณ 10% [15] และเมื่อเปรียบเทียบลักษณะรอยร้าวของผิวชิ้นงานหลังออกซิเดชันของชิ้นงานที่มีสารเจือ จะพบว่า ชิ้นงานที่เติมควอทซ์ (Al+quartz coated) ที่มีปริมาณซิลิกอนที่พบในเนื้อของสารประกอบ อะลูมิเนียมไนต์อยู่น้อยกว่าจะมีรอยร้าวที่ผิวหน้าชิ้นงาน ส่วนชิ้นงานที่เติม RHA (Al+RHA coated) จะไม่พบรอยแตกหรือร้าวที่ผิว โดยคำอธิบายของปรากฏการณ์อาจเกิดจากการที่อะตอมหรือคลัสเตอร์ของ อะตอมซิลิกอนที่กระจายตัวอยู่ในชั้นแพร่ ประพฤติตัวเป็น nucleation sites ตามขอบเกรนของ สารประกอบอะลูมิเนียมไนต์ทำให้สามารถเกิดเฟส $\alpha-Al_2O_3$ โดยตรงโดยไม่ต้องผ่านเฟส transient alumina ($\theta-Al_2O_3$) [9, 16] จึงไม่เกิดรอยแตกร้าวขึ้นและชิ้นงานที่เติมสารเจือจะมีปริมาณเฟส $\alpha-Al_2O_3$ มากกว่าชิ้นงานที่ไม่เติมสารเจือ (ดังแสดงจาก XRD pattern รูปที่ 4.12) จากผลการทดลองจึง ทำให้ได้ข้อสรุปว่า ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันน่าจะมีความเชื่อมโยงกับปริมาณของเฟส $\alpha-Al_2O_3$ ที่เป็นผลจากปริมาณและการกระจายตัวของธาตุซิลิกอนในชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนต์

บทที่ 6

สรุปผลการทดลอง

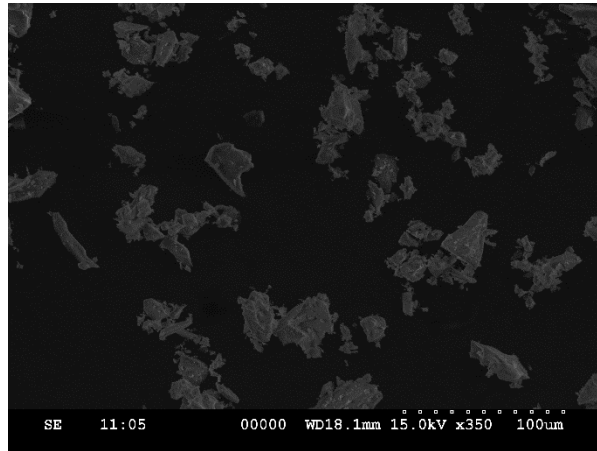
การทำอะลูมิเนียมไนซิงแบบผงที่มีการเจือซิลิกอนบนโลหะนิกเกิลบริสุทธิ์สามารถใช้ได้แก่ (RHA) แทนซิลิกาจากอุตสาหกรรม (ควอทซ์) ได้ แต่อุณหภูมิที่ใช้ในการทำอะลูมิเนียมไนซิงต้องใช้ 1000°C เนื่องจากสารเจือปนใน RHA (ได้แก่ Na_2O) โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นของชั้นงานที่เติม RHA และชั้นงานที่เติมควอทซ์จะมีความหนาของชั้นแพร่ใกล้เคียงกัน และเป็นเฟสเดียวกัน คือ เฟส Ni_2Al_3 และ NiAl_3 แต่ที่แตกต่างกันคือปริมาณซิลิกอนที่พบในชั้นฟิล์มและความหนาของชั้น inter-diffusion layer โดยชั้นงานที่เติม RHA จะมีปริมาณซิลิกอนและความหนาของชั้น inter-diffusion layer ซึ่งเป็นแหล่งที่อยู่ของซิลิกอนมากกว่าชั้นงานที่เติมควอทซ์เนื่องจากผง RHA มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่าผงควอทซ์มากประมาณ 35.65 เท่า ($140.46 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $3.94 \text{ m}^2/\text{g}$ ตามลำดับ) จึงสามารถเกิดปฏิกิริยาได้มากกว่า โดยปริมาณซิลิกอนที่ต่างกันนี้จะนำมาซึ่งความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงที่ต่างกัน คือ ชั้นงานที่เติม RHA ซึ่งมีปริมาณซิลิกอนในชั้นฟิล์มสูงกว่าชั้นงานที่เติมควอทซ์จะสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้มากกว่า เนื่องจากอะตอมหรือคลัสเตอร์ของอะตอมซิลิกอนที่กระจายตัวอยู่ในชั้นฟิล์มจะประพฤติตัวเป็น nucleation sites ตามขอบเกรนของสารประกอบอะลูมิเนียมไนด์ทำให้สามารถเกิดเฟส $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยตรงโดยไม่ต้องผ่านเฟส transient alumina ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$) จึงไม่เกิดรอยแตกร้าวขึ้น ชั้นงานที่เติม RHA จึงสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดีที่สุด

รายการอ้างอิง

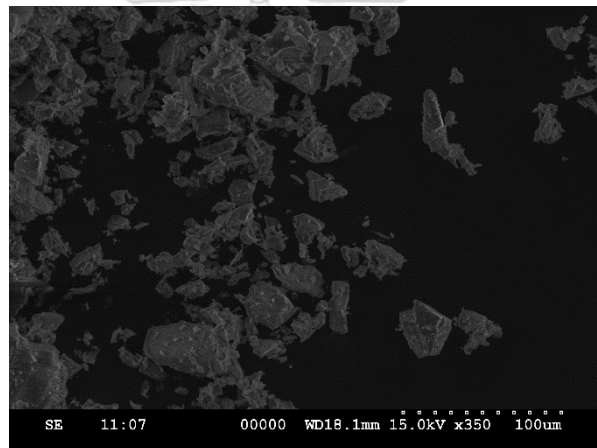
- [1] Chester T. Sims and W. C. Hagel, *The Superalloys*. New York : Wiley-Interscience: John Wiley & Sons, 1972.
- [2] B. K. GUPTA, A. K. SARKHEL, and L. L. SEIGLE, "On the kinetics of pack aluminization," *Thin Solid Films*, vol. 39, pp. 313-320, 1976.
- [3] D. C. TU and L. L. SEIGLE, "Kinetics of formation and microstructure of aluminide coating on Ni-Cr alloys," *Thin Solid Films*, vol. 95, pp. 47-56, 1982.
- [4] H. R. K. Zarchi, M. Soltanieh, M. R. Aboutalebi, and X. Guo, "Thermodynamic study on pack aluminizing systems of pure titanium and nickel," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, no. 6, pp. 1838-1846, 2013.
- [5] F. Bozza, G. Bolelli, A. Giorgetti, L. Lusvarghi, P. Sassatelli, A. Scrivani, A. Candeli, and M. Thoma, "Diffusion mechanisms and microstructure development in pack aluminizing of Ni-based alloys," *Surface and Coatings Technology*, vol. 239, pp. 147-159, 2014.
- [6] S. R. Ke, J. Wang, C. Y. Zhu, and Z. D. Xiang, "On the selection of halide activators for the formation of hybrid Ni-aluminide/Ni coatings on creep resistant ferritic steels by low temperature pack cementation process," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 162, pp. 263-272, 2015.
- [7] Z. D. XIANG, J. S. BURNELL-GRAY, and P. K. DATTA, "Aluminide coating formation on nickel-base superalloys by pack cementation process," *Journal of Materials Science*, vol. 36, pp. 5673-5682, 2001.
- [8] X. Tu, H. Peng, L. Zheng, W. Qi, J. He, H. Guo, and S. Gong, "Oxidation and microstructure evolution of Al-Si coated Ni₃Al based single crystal superalloy with high Mo content," *Applied Surface Science*, vol. 325, pp. 20-26, 2015.
- [9] R. Yang, Y. Wu, Q. Wu, S. Li, Y. Ma, and S. Gong, "Microstructure and Oxidation Behavior of Modified Aluminide Coating on Ni₃Al-based Single Crystal Superalloy," *Chinese Journal of Aeronautics*, vol. 25, no. 5, pp. 825-830, 2012.

- [10] A. Y. Atta, B. Y. Jibril, B. O. Aderemi, and S. S. Adefila, "Preparation of analcime from local kaolin and rice husk ash," *Applied Clay Science*, vol. 61, pp. 8-13, 2012.
- [11] V. P. Della, I. Ku'hn, and D. Hotza, "Rice husk ash as an alternate source for active silica production," *Materials Letters*, vol. 57, pp. 818-821, 2002.
- [12] J. Kaewkhao and P. Limsuwan, "Utilization of rice husk fly ash in the color glass production," *Procedia Engineering*, vol. 32, pp. 670-675, 2012.
- [13] J. A. Dean, *Lange's Handbook of Chemistry*. New York: McGraw-Hill, 1979, pp. 9.4-9.94.
- [14] H. Skliarova, O. Azzolini, R. R. Johnson, and V. Palmieri, "Co-sputtered amorphous Nb-Ta, Nb-Zr and Ta-Zr coatings for corrosion protection of cyclotron targets for [¹⁸F] production," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 639, pp. 488-495, 2015.
- [15] S. Lamouri, M. Hamidouche, N. Bouaouadja, H. Belhouchet, V. Garnier, G. Fantozzi, and J. F. Trelkat, "Control of the γ -alumina to α -alumina phase transformation for an optimized alumina densification," *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, vol. 56, no. 2, pp. 47-54, 2017.
- [16] Q. Fan, H. Yu, T.-G. Wang, Z. Wu, and Y. Liu, "Preparation and Isothermal Oxidation Behavior of Zr-Doped, Pt-Modified Aluminide Coating Prepared by a Hybrid Process," *Coatings*, vol. 8, no. 1, 2017.

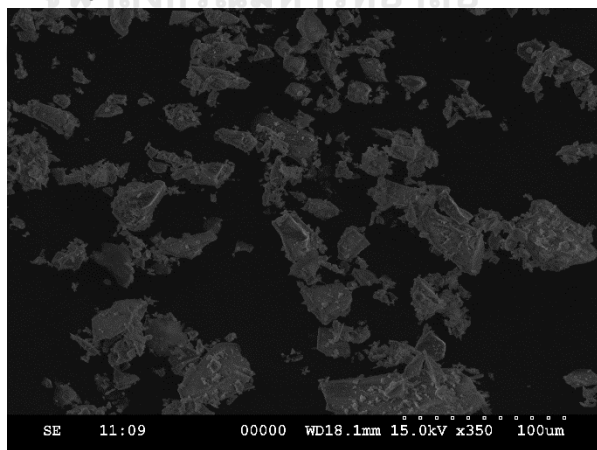




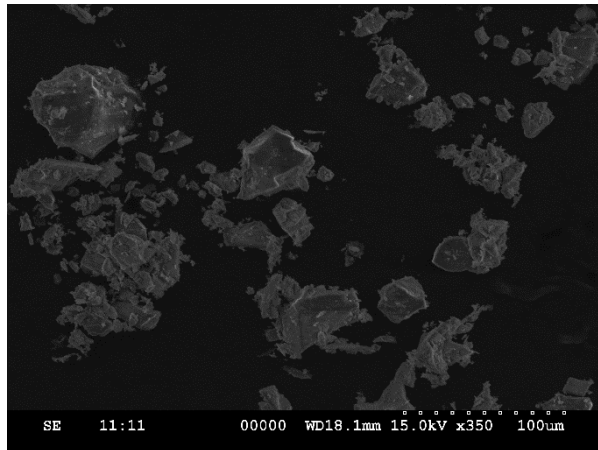
รูปที่ ก.1 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 1



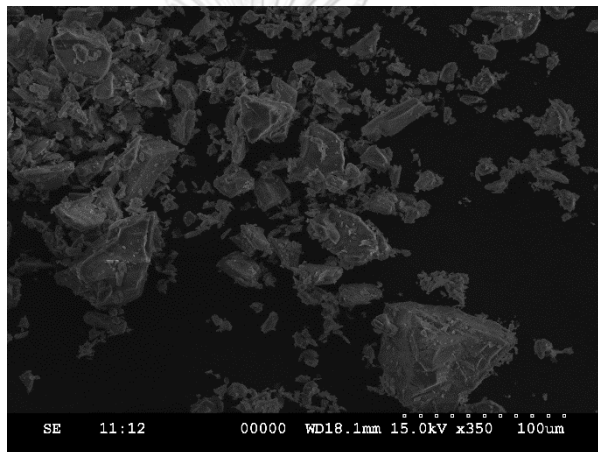
รูปที่ ก.2 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 2



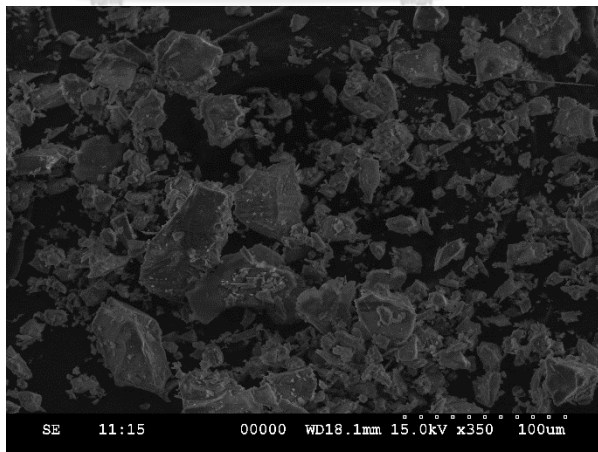
รูปที่ ก.3 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 3



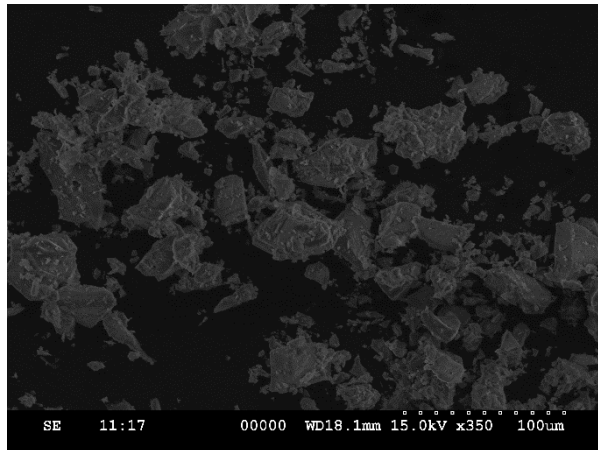
รูปที่ ก.4 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 4



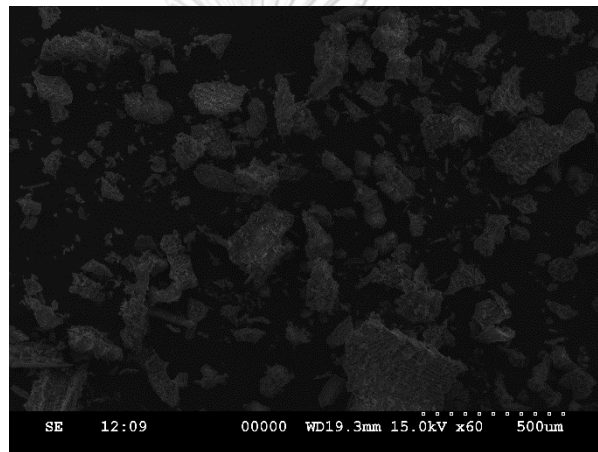
รูปที่ ก.5 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 5



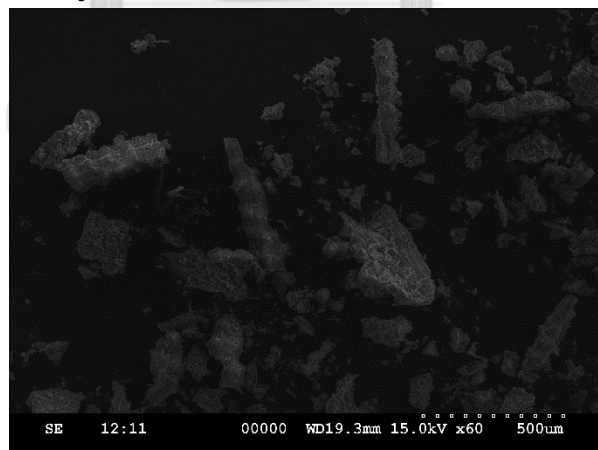
รูปที่ ก.6 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 6



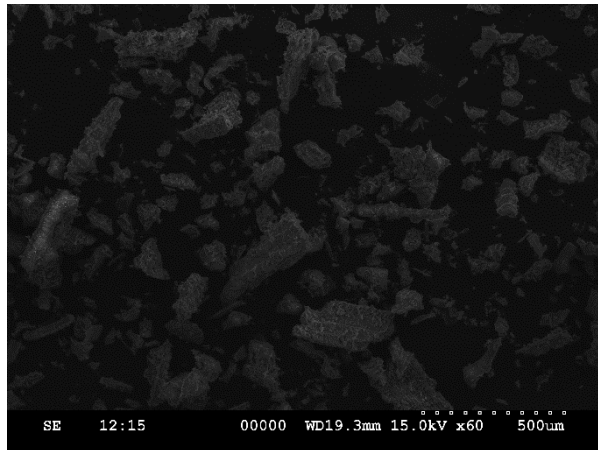
รูปที่ ก.7 ภาพ SEM ของผงควอทซ์บริเวณที่ 7



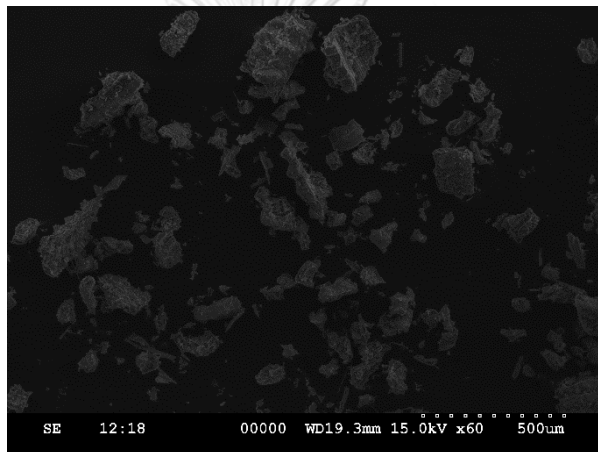
รูปที่ ก.8 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 1



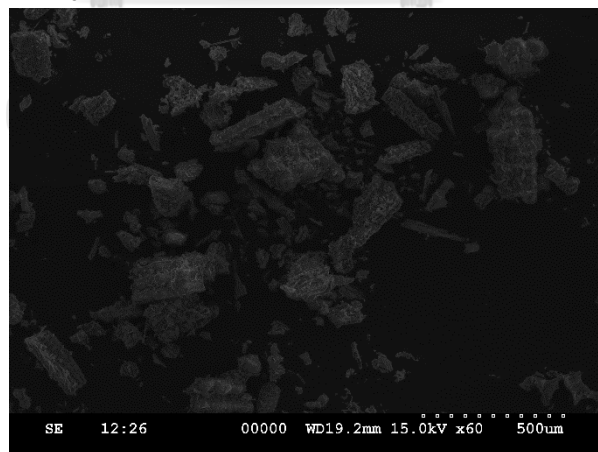
รูปที่ ก.9 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 2



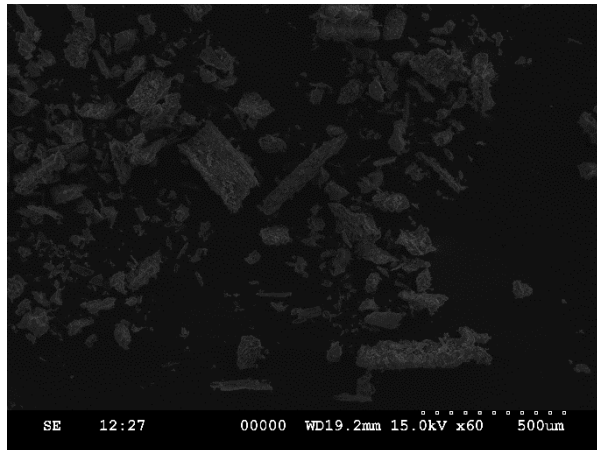
รูปที่ ก.10 ภาพ SEM ของผงถ่านแกลบบริเวณที่ 3



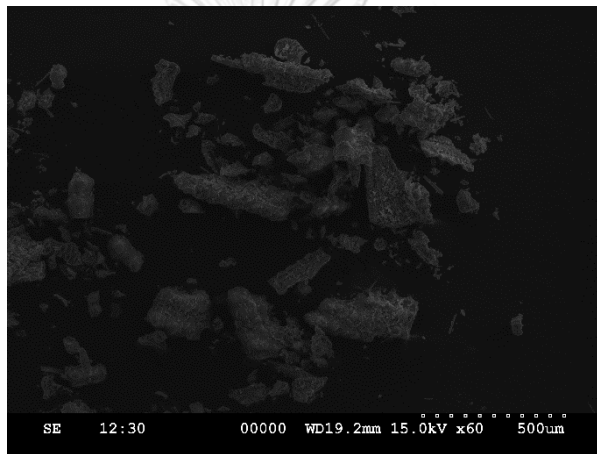
รูปที่ ก.11 ภาพ SEM ของผงถ่านแกลบบริเวณที่ 4



รูปที่ ก.12 ภาพ SEM ของผงถ่านแกลบบริเวณที่ 5

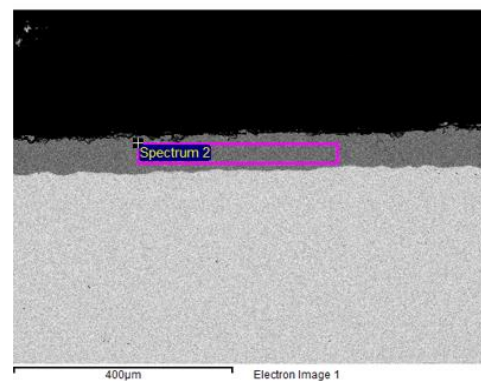
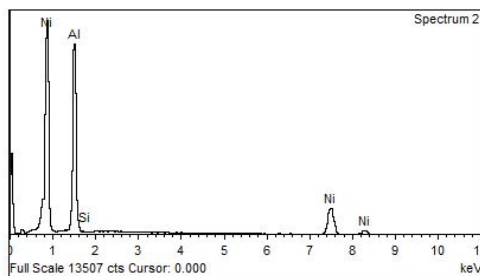


รูปที่ ก.13 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 6

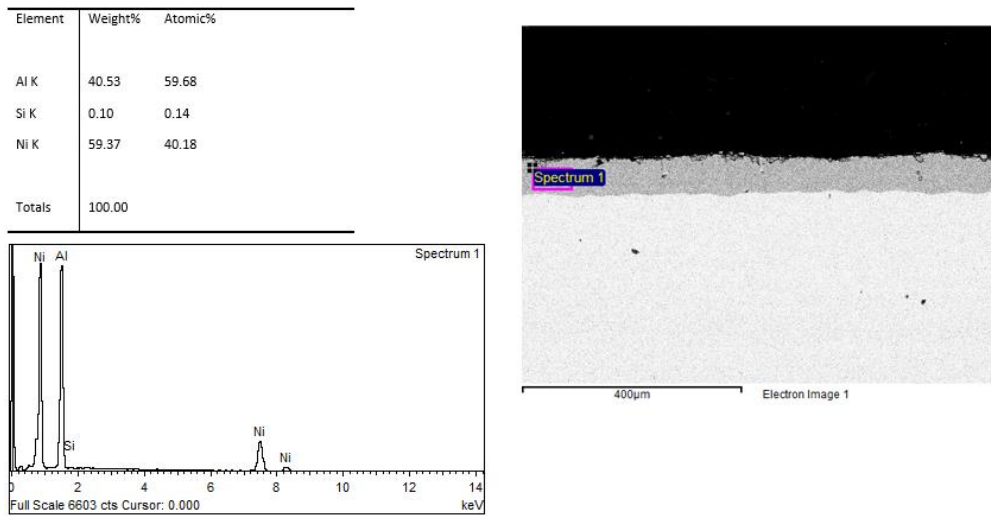


รูปที่ ก.14 ภาพ SEM ของผงเถ้าแกลบบริเวณที่ 7

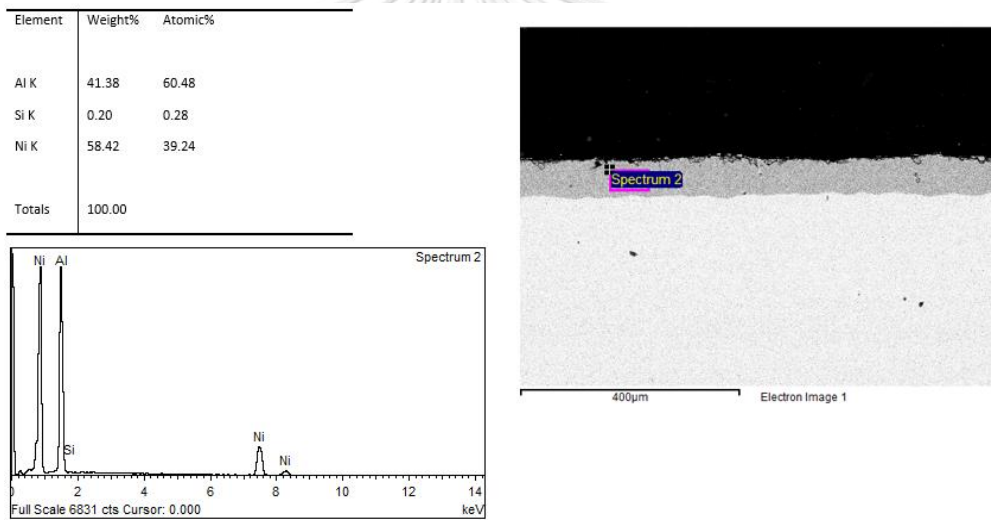
Element	Weight%	Atomic%
Al K	41.76	60.91
Si K	0.07	0.10
Ni K	58.16	38.99
Totals	100.00	



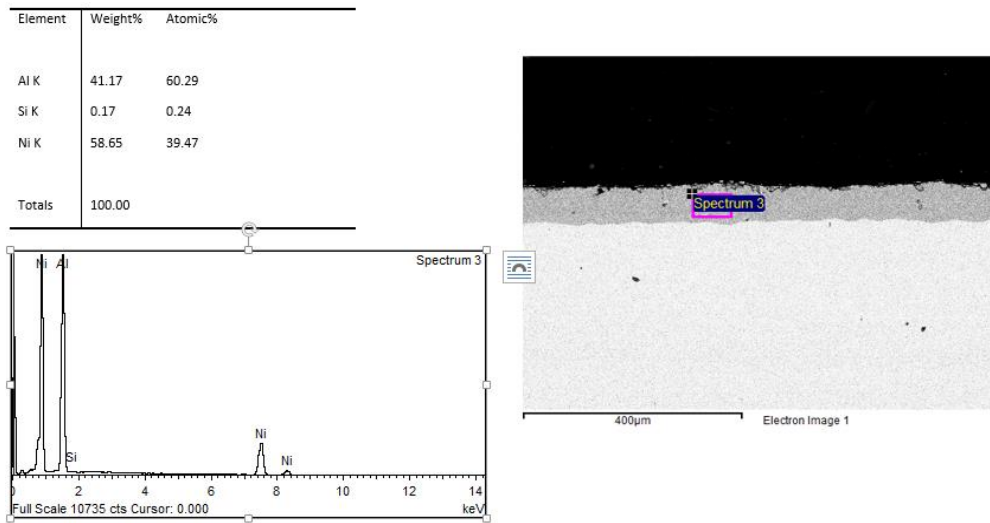
รูปที่ ก.15 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 1



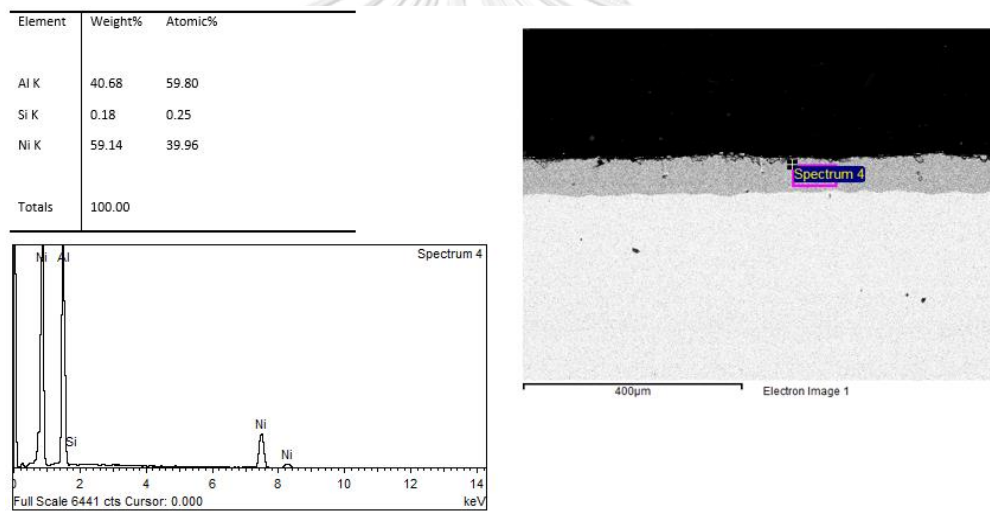
รูปที่ ก.16 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 2



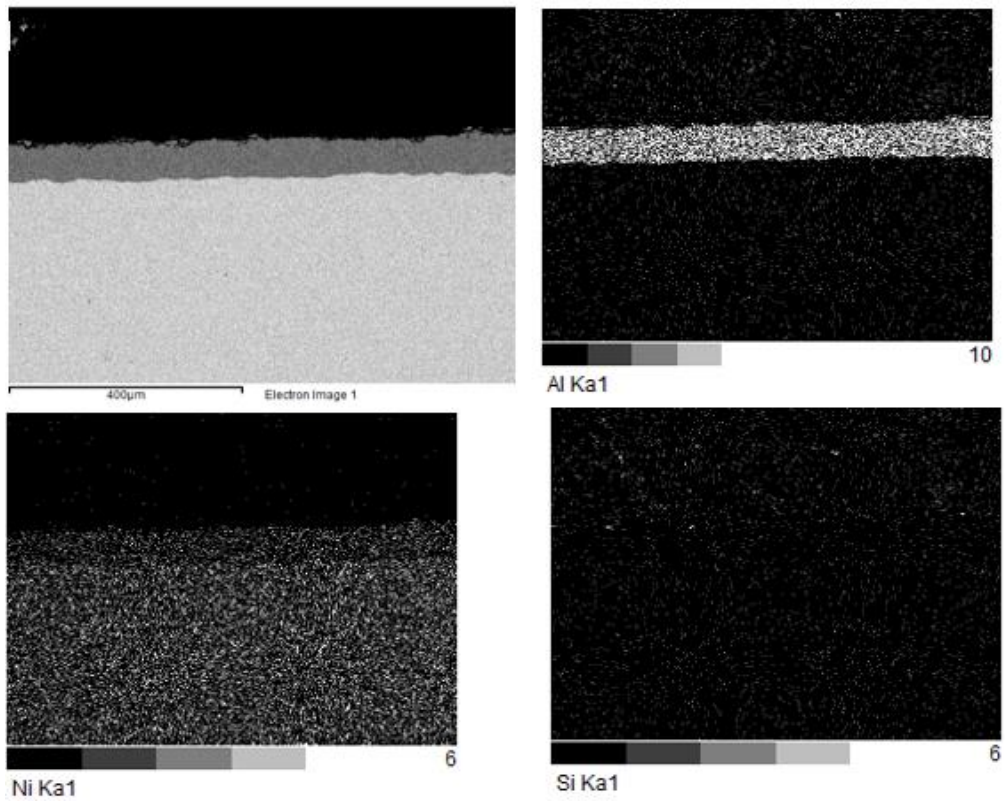
รูปที่ ก.17 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 3



รูปที่ ก.18 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 4

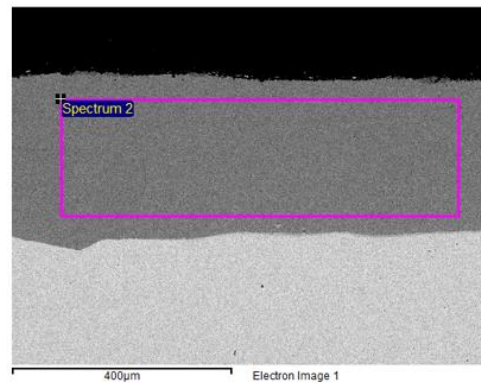
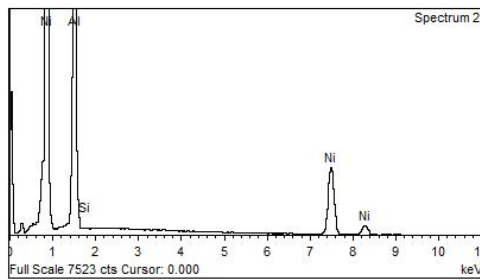


รูปที่ ก.19 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-800°C บริเวณที่ 5



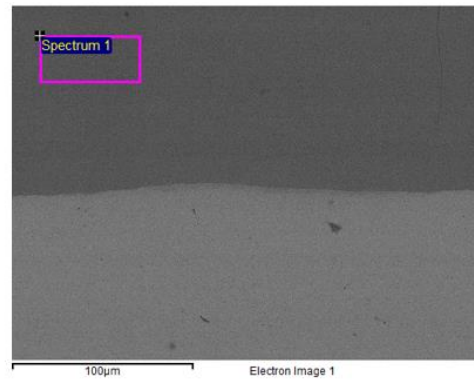
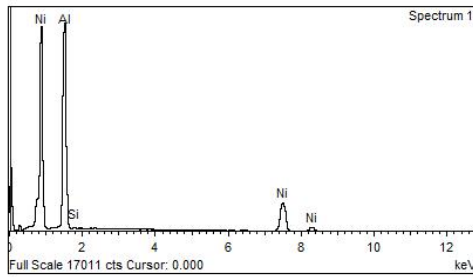
รูปที่ ก.20 EDX mapping ของชิ้นงาน 9Q-800°C

Element	Weight%	Atomic%
Al K	42.14	61.26
Si K	0.13	0.18
Ni K	57.73	38.56
Totals	100.00	



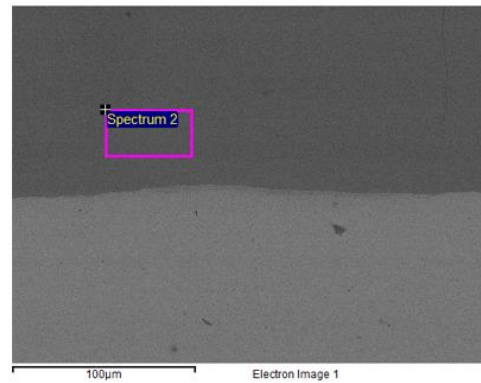
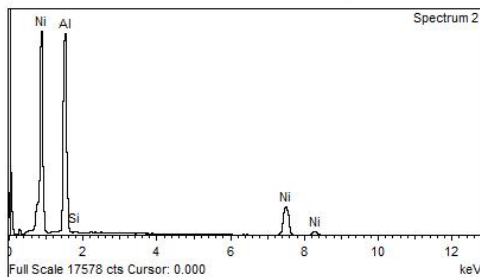
รูปที่ ก.21 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 1

Element	Weight%	Atomic%
Al K	41.75	60.80
Si K	0.29	0.41
Ni K	57.96	38.79
Totals	100.00	

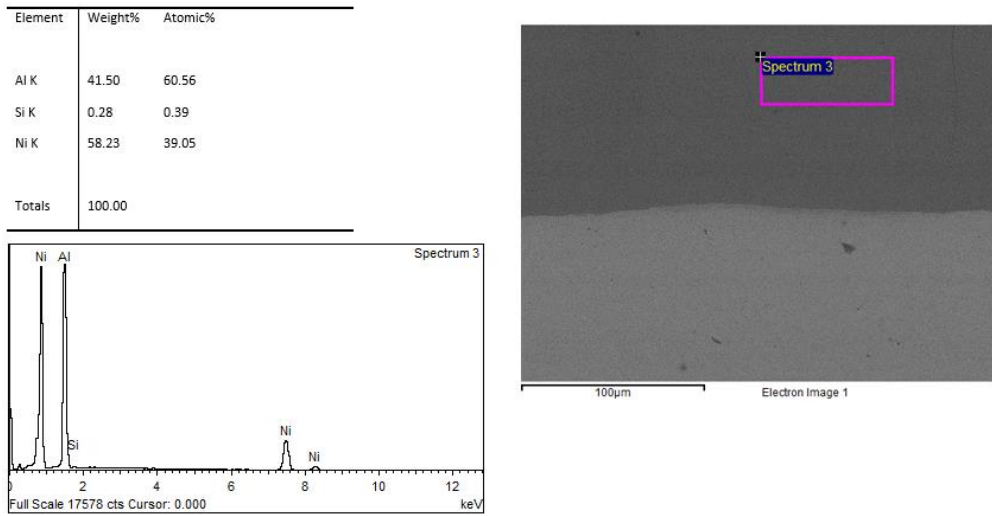


รูปที่ ก.22 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 2

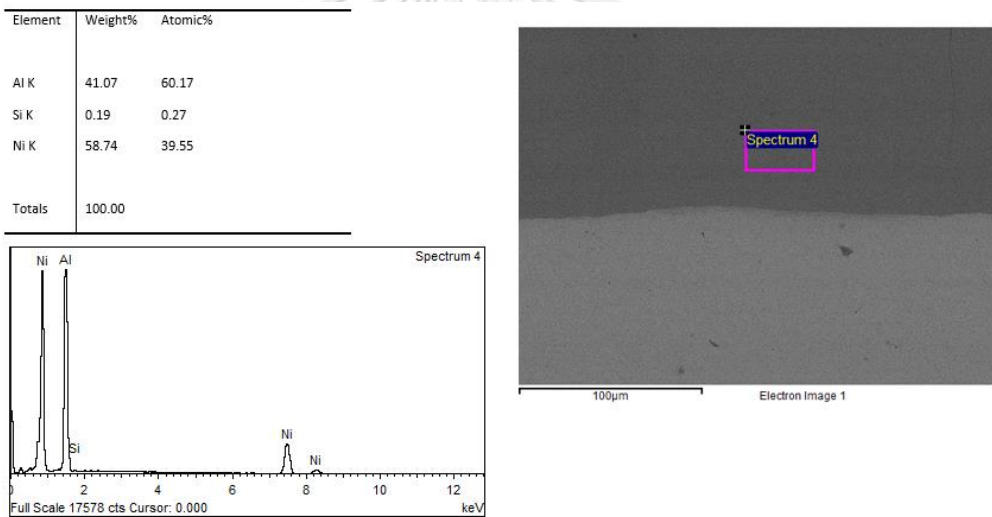
Element	Weight%	Atomic%
Al K	41.25	60.35
Si K	0.20	0.28
Ni K	58.55	39.36
Totals	100.00	



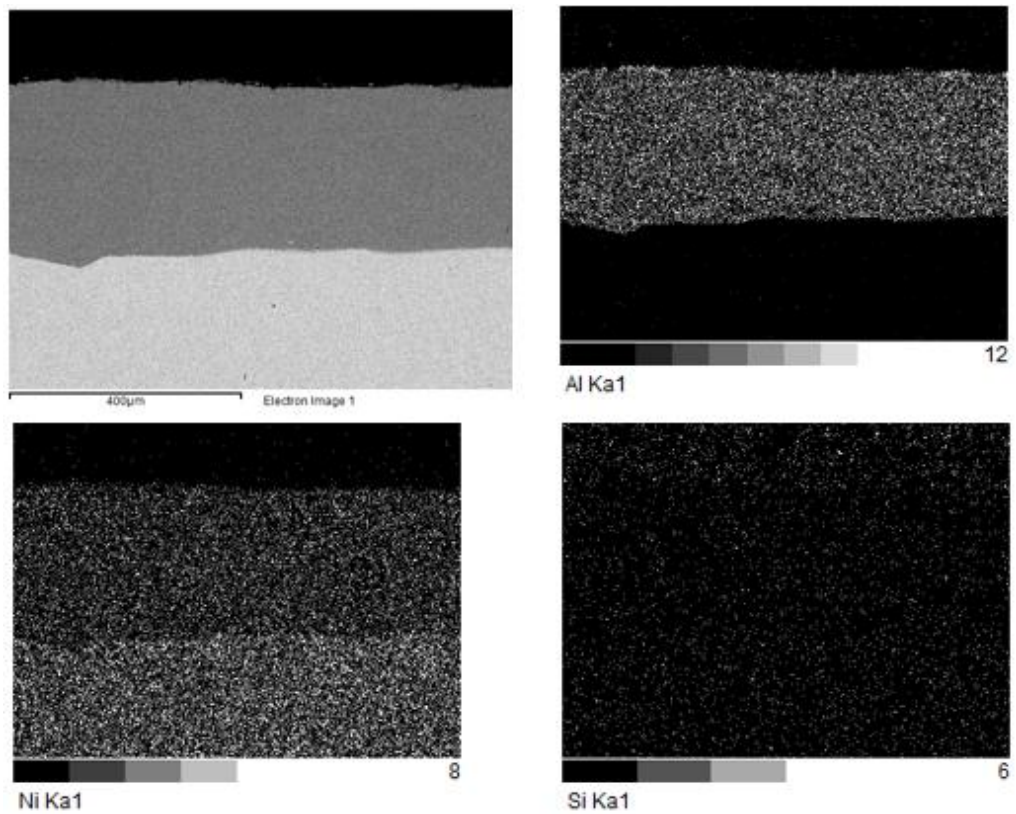
รูปที่ ก.23 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 3



รูปที่ ก.24 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 4

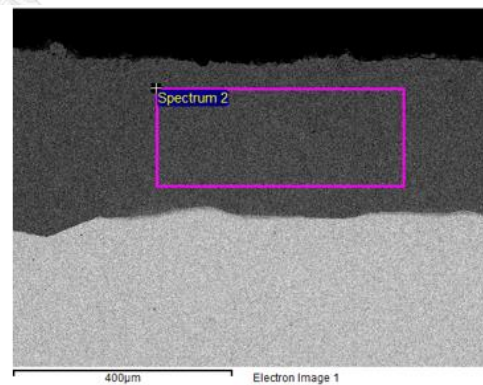
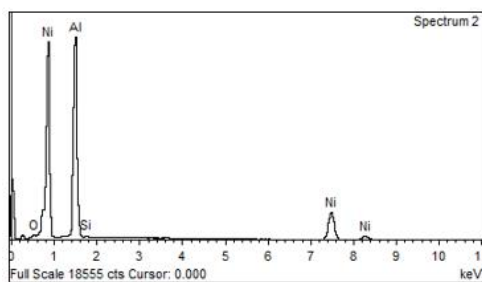


รูปที่ ก.25 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9Q-1000°C บริเวณที่ 5

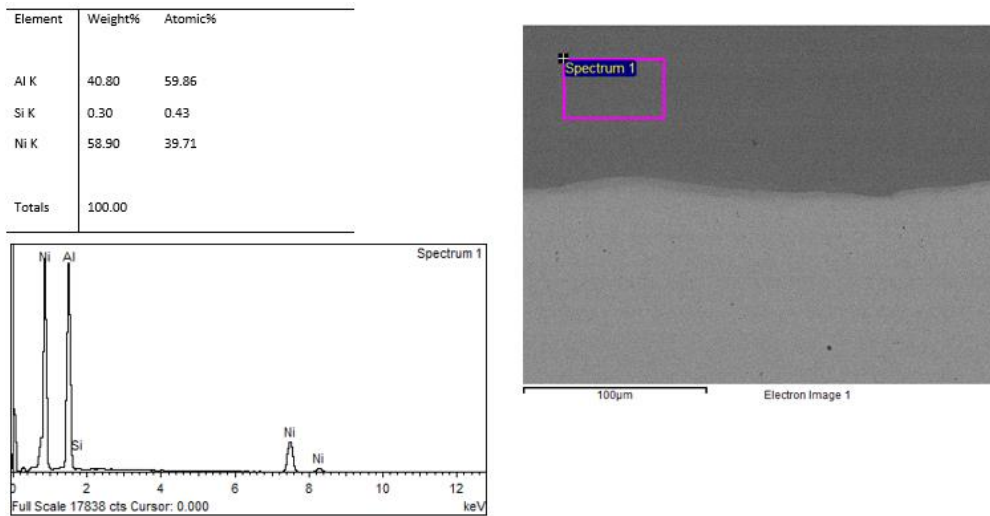


รูปที่ ก.26 EDX mapping ของชิ้นงาน 9Q-1000°C

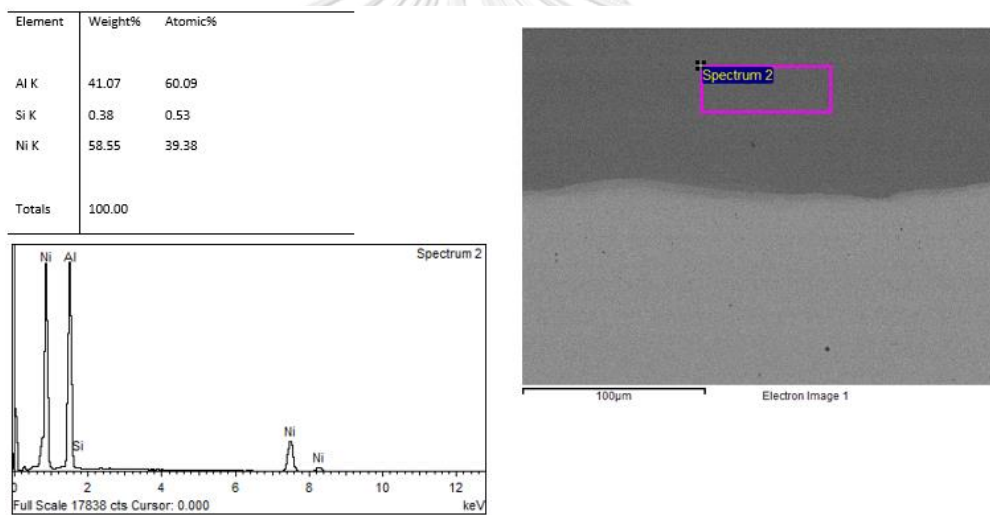
Element	Weight%	Atomic%
O K	0.77	1.87
Al K	41.54	59.72
Si K	0.40	0.56
Ni K	57.28	37.85
Totals	100.00	



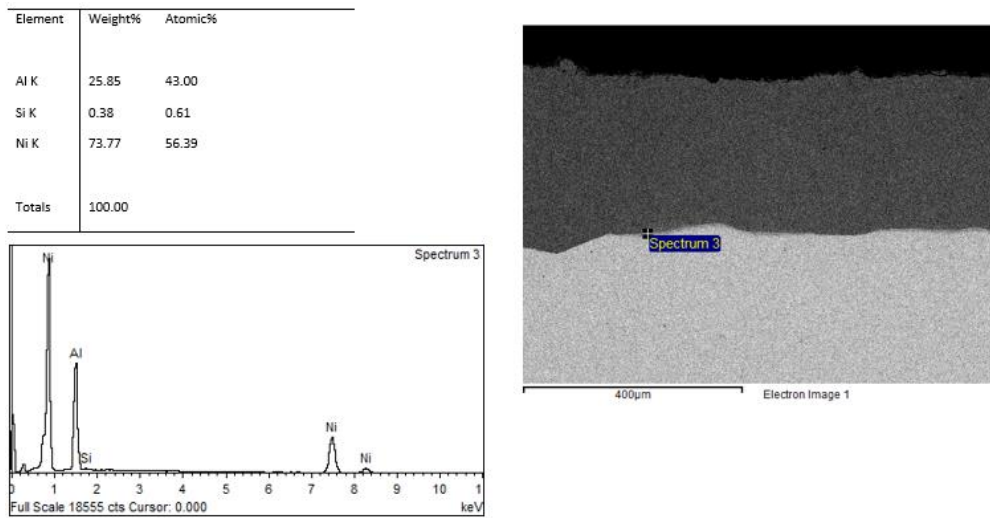
รูปที่ ก.27 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 1



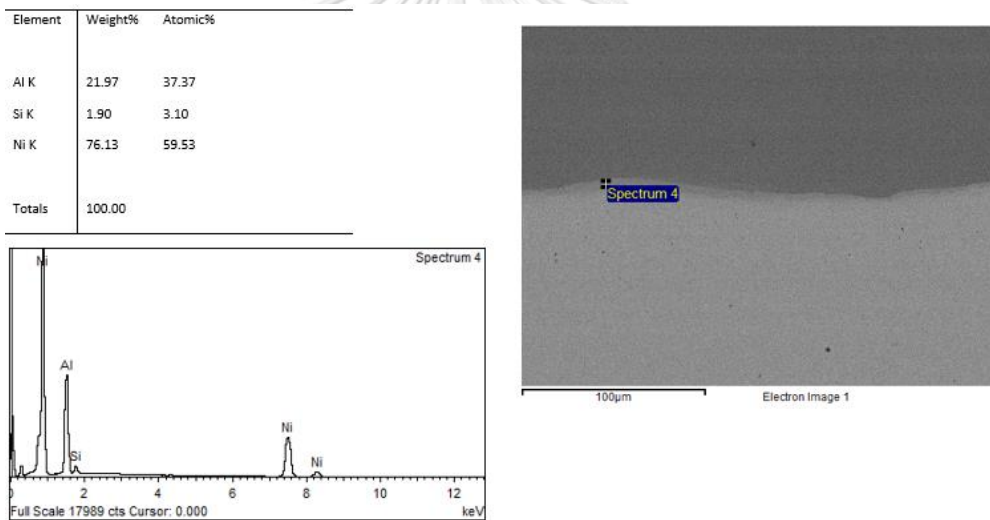
รูปที่ ก.28 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 2



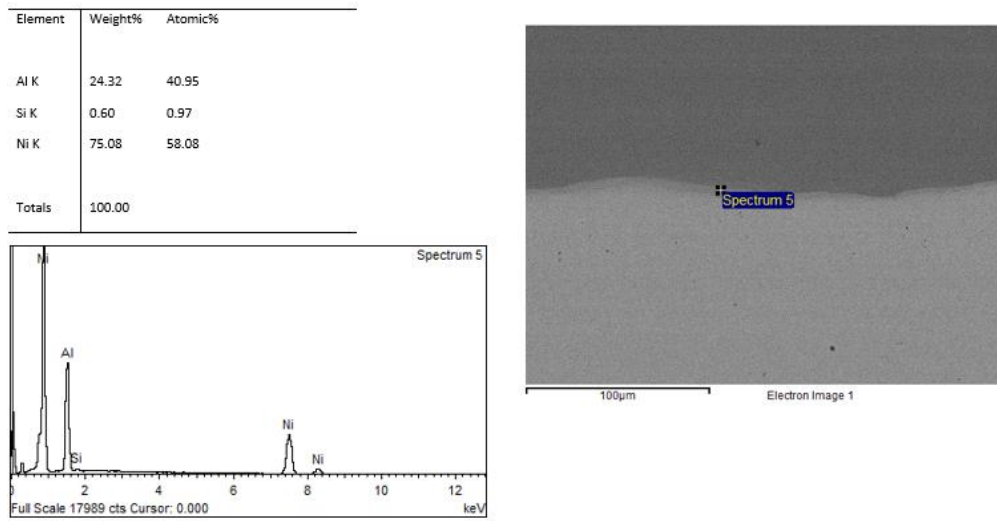
รูปที่ ก.29 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 3



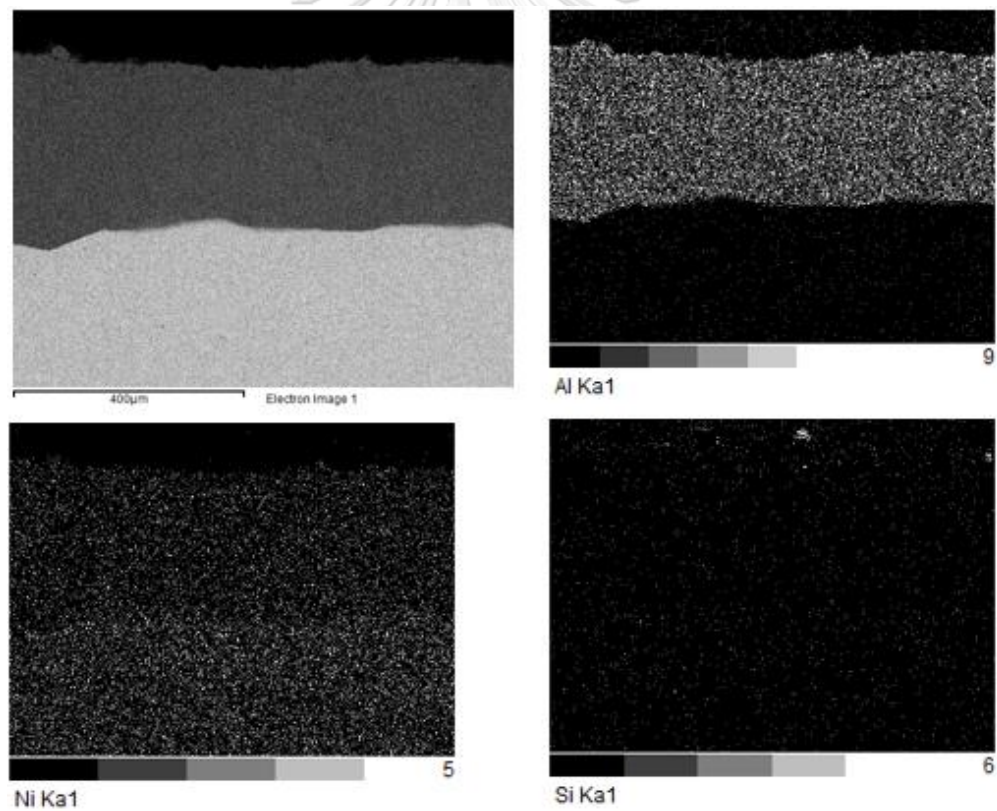
รูปที่ ก.30 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 1



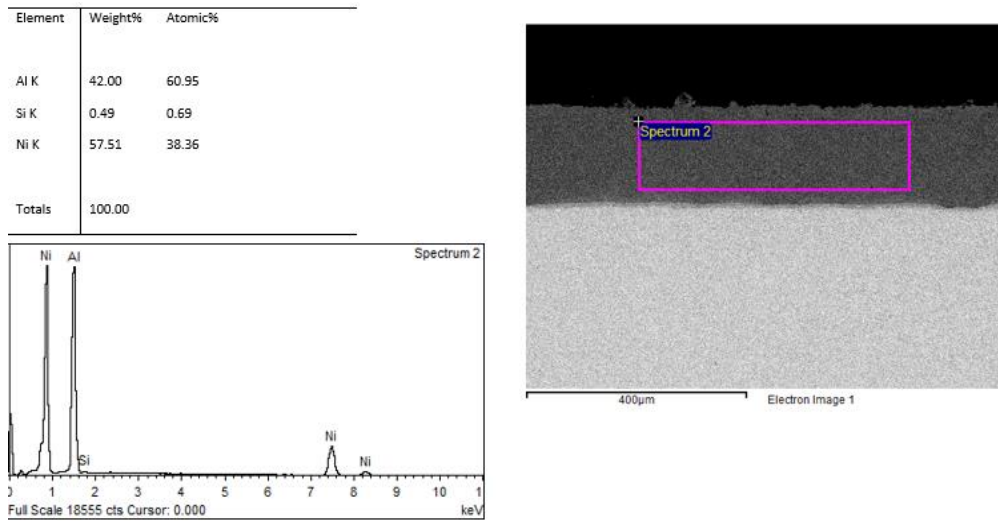
รูปที่ ก.31 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 2



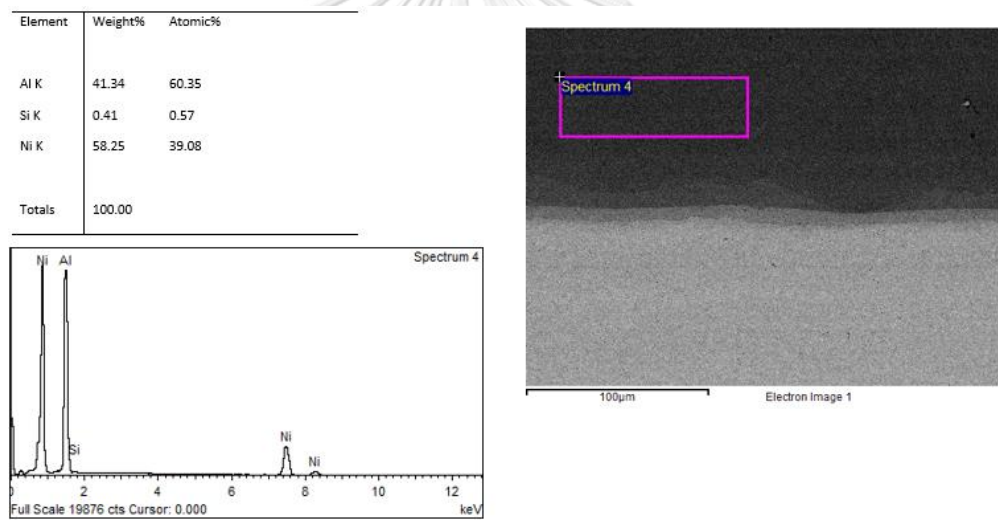
รูปที่ ก.32 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 9A-1000°C บริเวณที่ 3



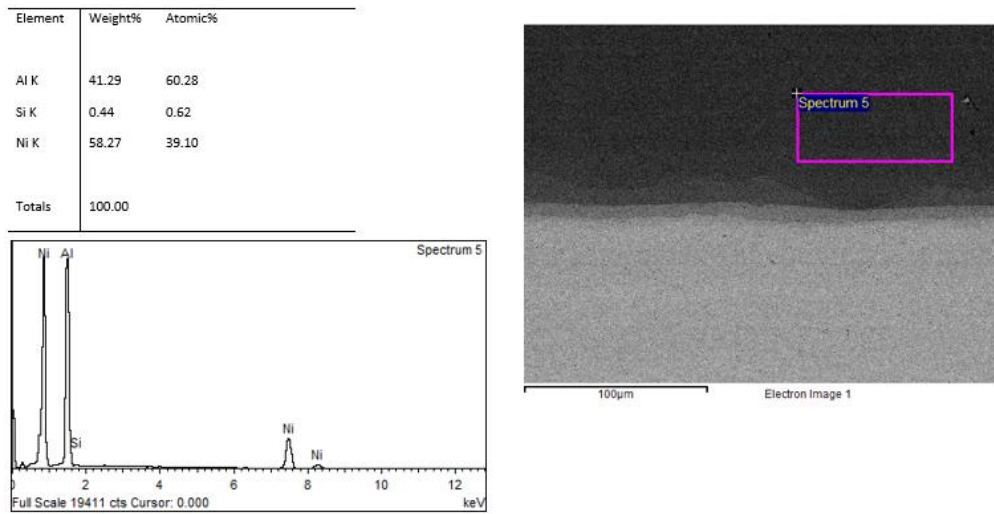
รูปที่ ก.33 EDX mapping ของชิ้นงาน 9A-1000°C



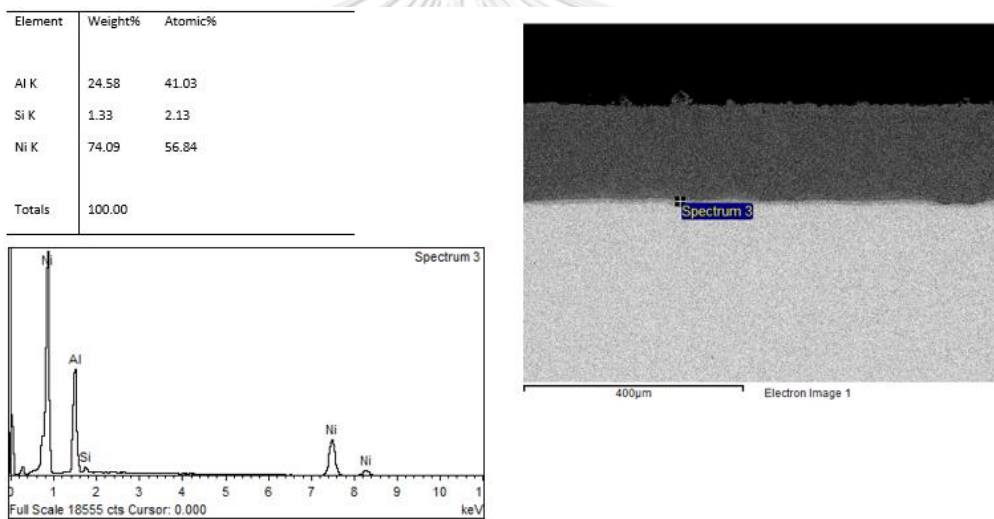
รูปที่ ก.34 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 1



รูปที่ ก.35 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 2

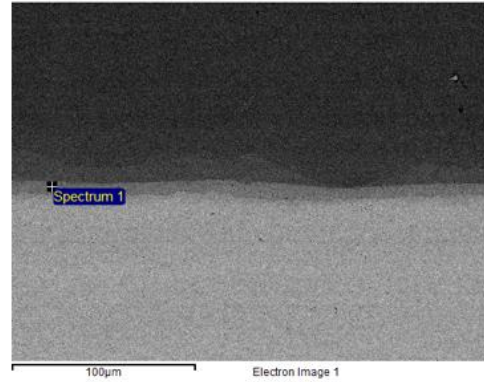
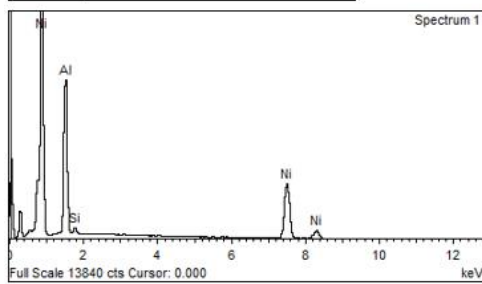


รูปที่ ก.36 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 3



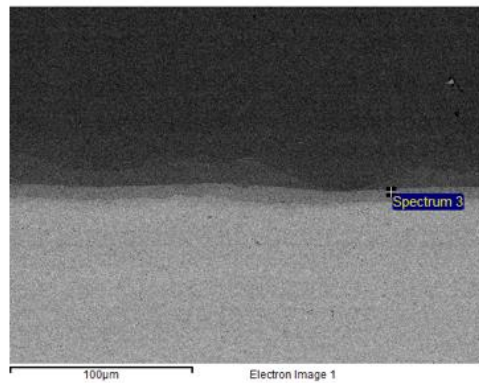
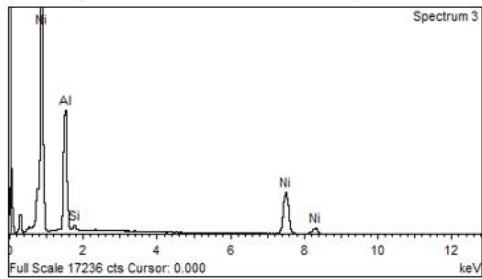
รูปที่ ก.37 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 1

Element	Weight%	Atomic%
Al K	24.88	41.51
Si K	1.10	1.76
Ni K	74.02	56.74
Totals	100.00	

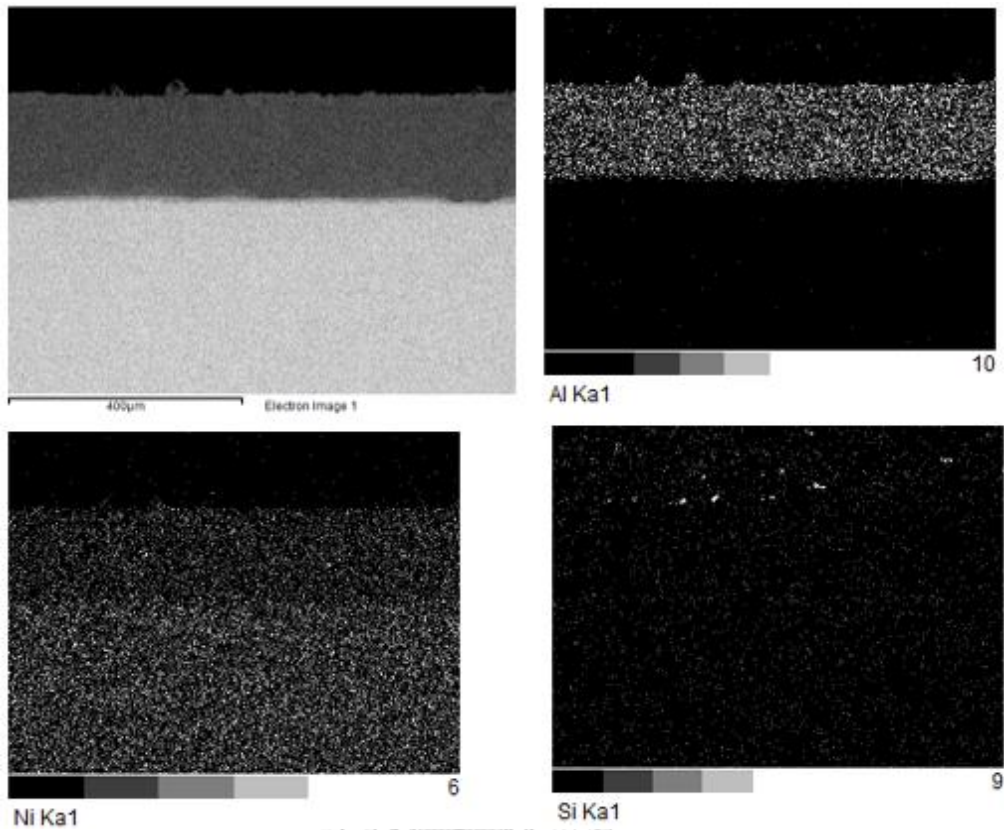


รูปที่ ก.38 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 2

Element	Weight%	Atomic%
Al K	25.06	41.74
Si K	1.07	1.72
Ni K	73.86	56.54
Totals	100.00	

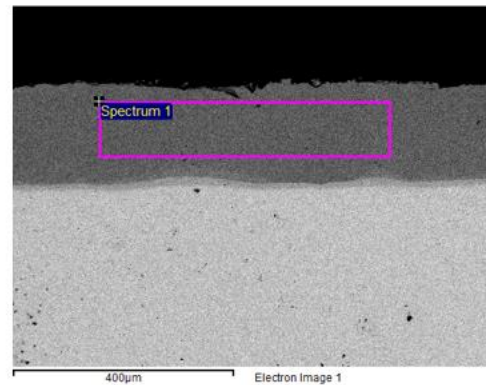
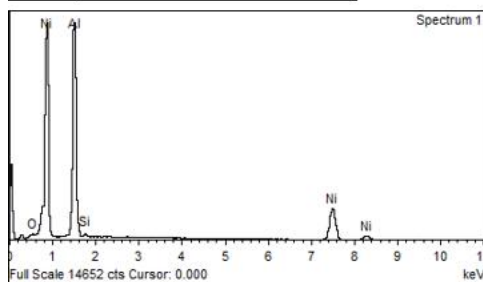


รูปที่ ก.39 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C บริเวณที่ 3



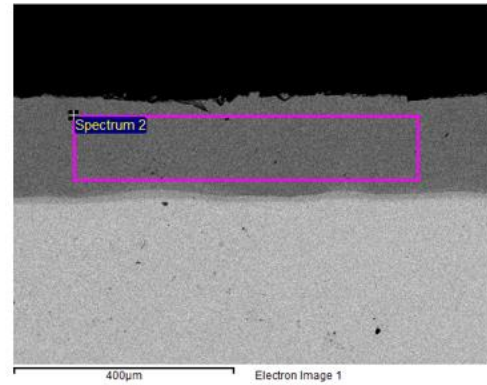
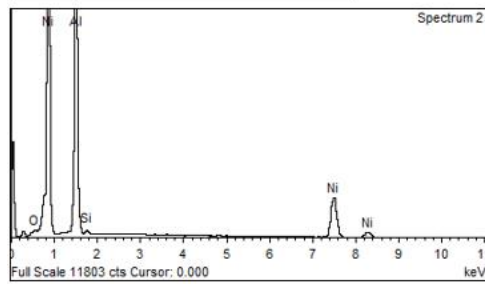
รูปที่ ก.40 EDX mapping ของชิ้นงาน 13.5Q-1000°C

Element	Weight%	Atomic%
O K	0.69	1.68
Al K	40.43	58.54
Si K	0.84	1.16
Ni K	58.04	38.62
Totals	100.00	



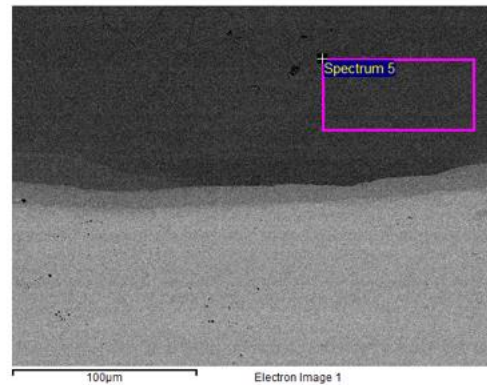
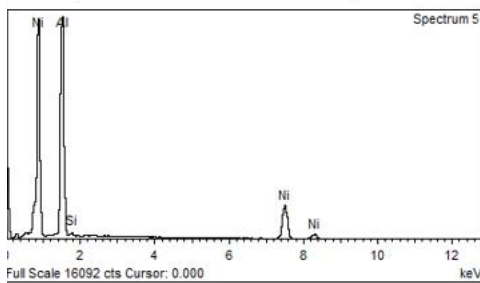
รูปที่ ก. 41 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 1

Element	Weight%	Atomic%
O K	0.70	1.71
Al K	39.91	58.04
Si K	0.76	1.06
Ni K	58.64	39.19
Totals	100.00	



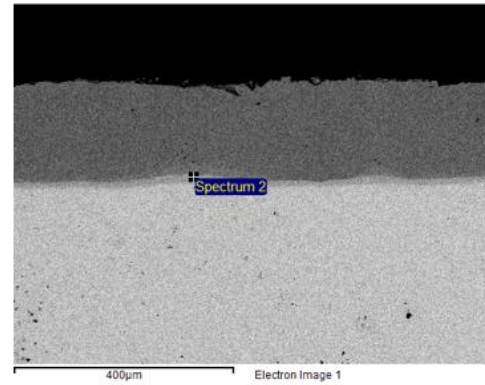
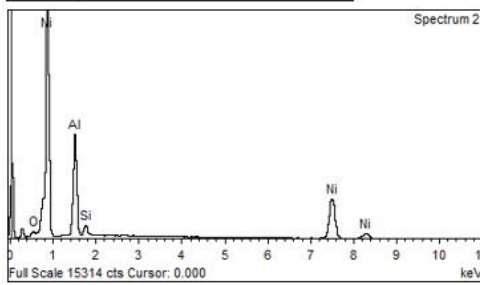
รูปที่ ก.42 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 2

Element	Weight%	Atomic%
Al K	40.86	59.71
Si K	0.79	1.11
Ni K	58.34	39.18
Totals	100.00	



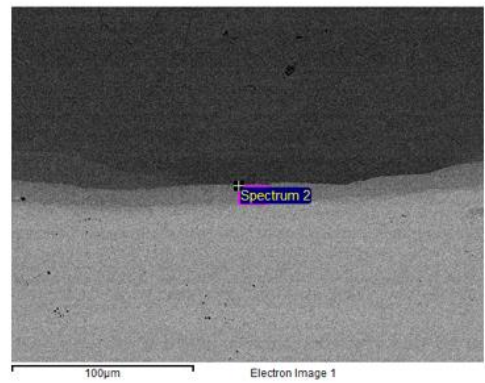
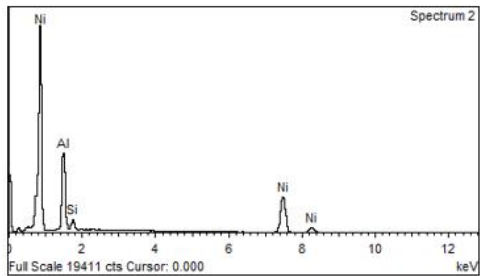
รูปที่ ก.43 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 3

Element	Weight%	Atomic%
O K	0.94	2.61
Al K	22.34	36.98
Si K	2.45	3.89
Ni K	74.28	56.51
Totals	100.00	



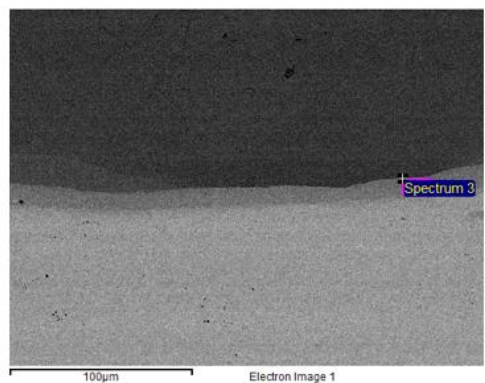
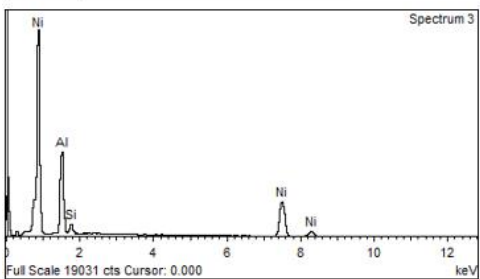
รูปที่ ก.44 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 1

Element	Weight%	Atomic%
Al K	20.12	34.55
Si K	2.82	4.65
Ni K	77.05	60.80
Totals	100.00	

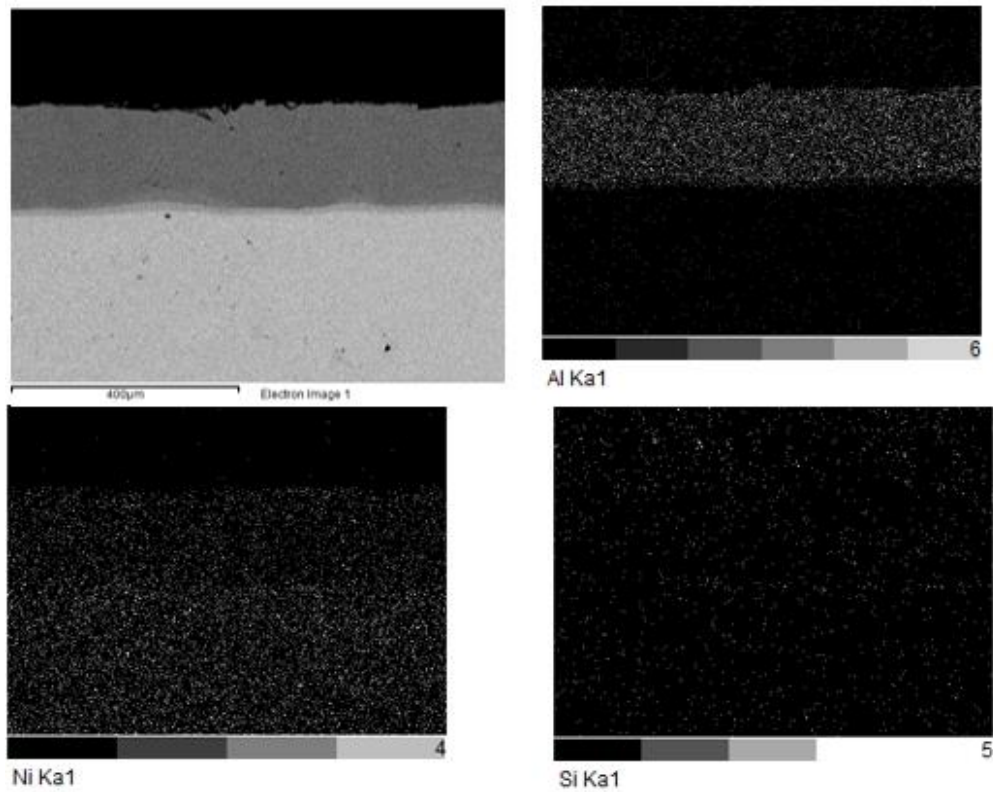


รูปที่ ก.45 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 2

Element	Weight%	Atomic%
Al K	21.08	35.90
Si K	2.75	4.51
Ni K	76.16	59.60
Totals	100.00	

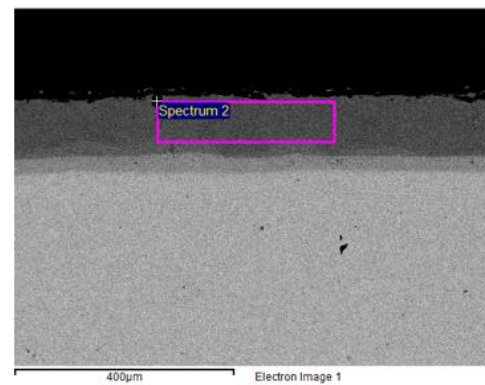
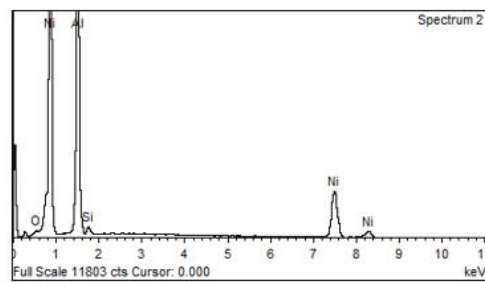


รูปที่ ก.46 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C บริเวณที่ 3



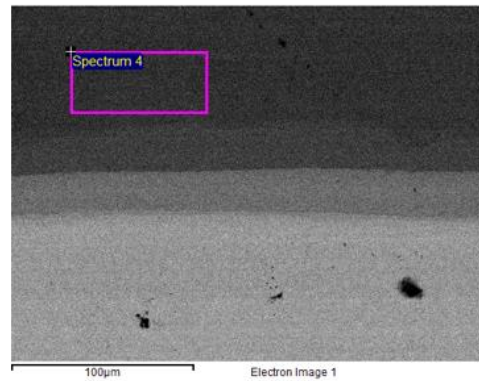
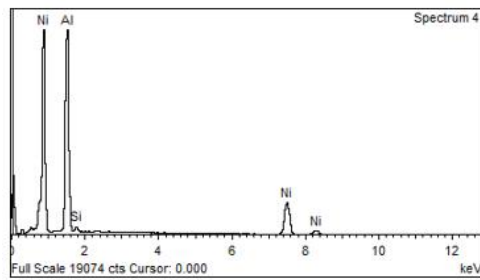
รูปที่ ก.47 EDX mapping ของชิ้นงาน 13.5A-1000°C

Element	Weight%	Atomic%
O K	0.60	1.49
Al K	37.15	55.09
Si K	1.34	1.91
Ni K	60.92	41.51
Totals	100.00	



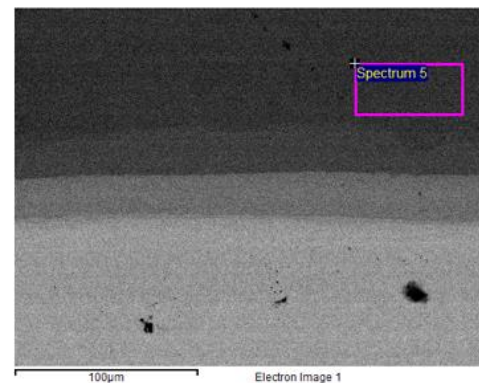
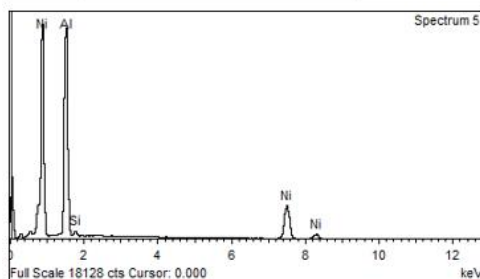
รูปที่ ก.48 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 1

Element	Weight%	Atomic%
Al K	39.30	57.91
Si K	1.32	1.86
Ni K	59.39	40.22
Totals	100.00	



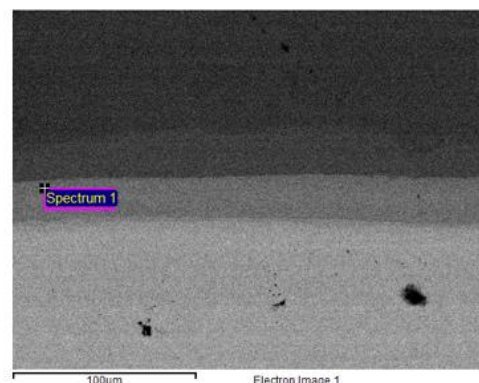
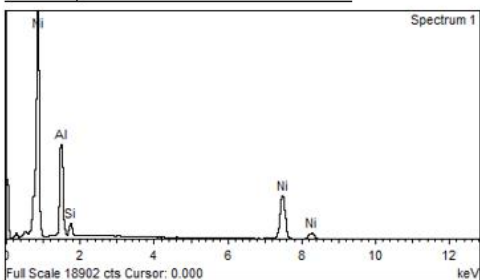
รูปที่ ก.49 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 2

Element	Weight%	Atomic%
Al K	39.63	58.28
Si K	1.24	1.75
Ni K	59.13	39.97
Totals	100.00	

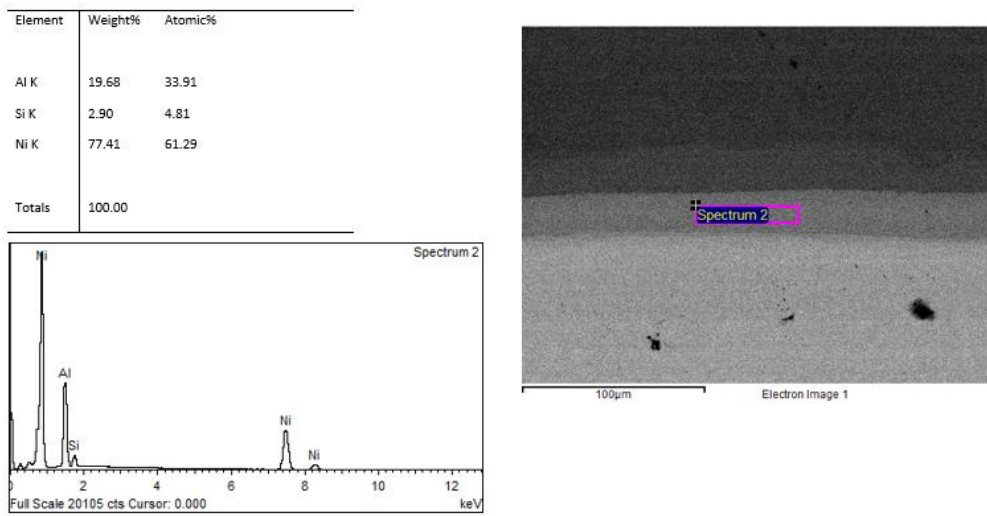


รูปที่ ก.50 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 3

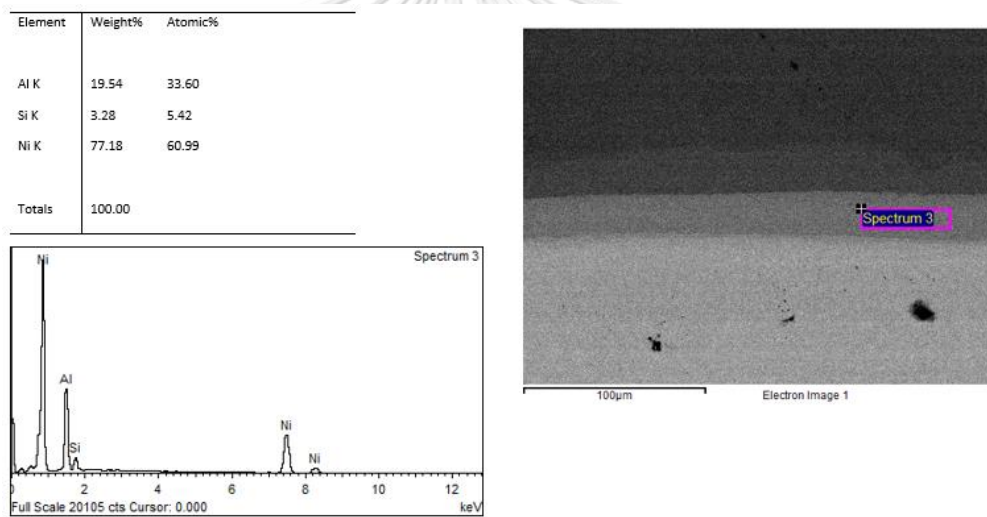
Element	Weight%	Atomic%
Al K	19.89	34.19
Si K	2.96	4.88
Ni K	77.15	60.93
Totals	100.00	



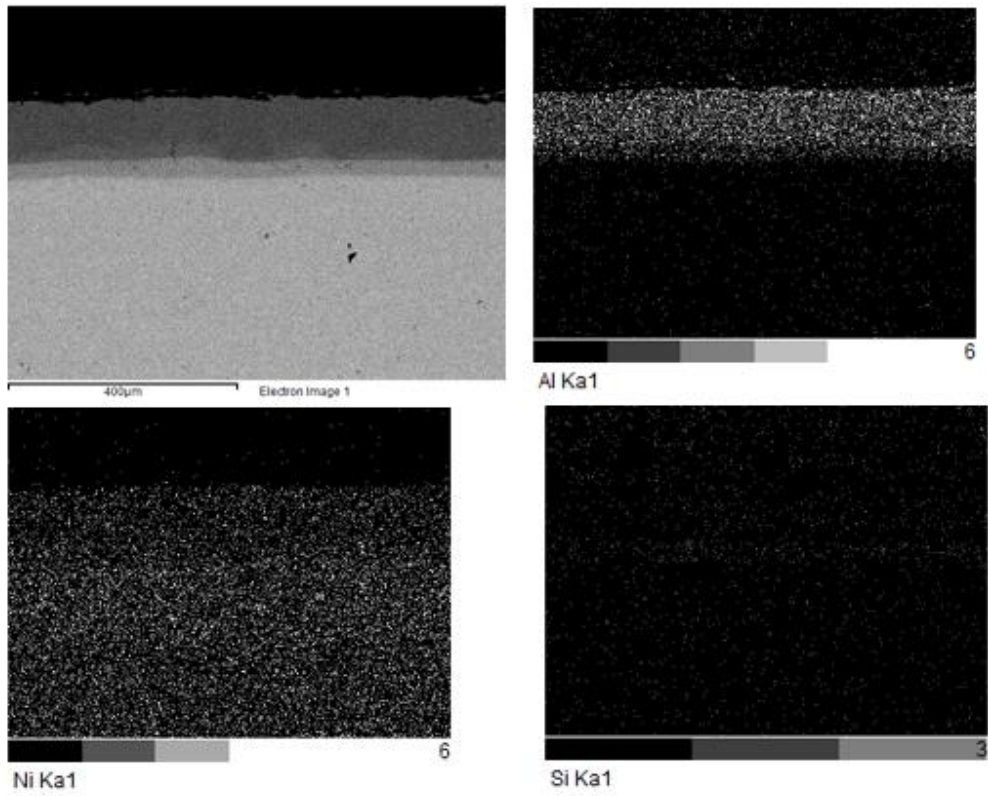
รูปที่ ก.51 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 1



รูปที่ ก.52 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 2



รูปที่ ก.53 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่พบในชั้น inter-diffusion layer ของชิ้นงาน 18A-1000°C บริเวณที่ 3



รูปที่ ก.54 EDX mapping ของชิ้นงาน 18A-1000°C

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

ชื่อ - นามสกุล นายบุญฤทธิ์ เฮงประยูร

วัน - เดือน - ปีเกิด 23 พฤศจิกายน 2536

ที่อยู่ 11/64 หมู่ที่ 9 ต.ไร่ชิง อ.สามพราน จ.นครปฐม 73210

วุฒิการศึกษา - ประถมศึกษา โรงเรียนนาคประสิทธิ์
 - มัธยมศึกษา โรงเรียนนาคประสิทธิ์
 - วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมและนาโนเทคโนโลยี
 คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
 มหาวิทยาลัยศิลปากร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
 CHULALONGKORN UNIVERSITY